Eine schnelle und exacte Methode zur quantitativen Bestimmung von Kupfer in Kiesen durch Fällung mit Aluminium und nachfolgende Elektrolyse.

Von

O. N. Heidenreich.

Bekanntlich erhält man bei der Elektrolyse von Kupfer in Gegenwart von viel Eisen keine exacten Resultate, da Ferrisulfat lösend auf das Kupfer wirkt und dadurch die Elektrolyse stört. Man ist deswegen gezwungen, wenn viel Eisen vorhanden ist, das Kupfer zuerst auszufällen, und zwar mit Hülfe von Schwefelwasserstoff oder Natriumthiosulfat, letzteres wird namentlich in den Kupferhütten, wo man eine Menge von Kupferanalysen auszuführen hat, angewandt.

Statt Schwefelwasserstoff oder Natriumthiosulfat empfehle ich die Anwendung von Aluminium, wodurch man einerseits Zeit erspart und andererseits sehr exacte Resultate erhält. Verglichen mit Eisen oder Zink bietet Aluminium den Vortheil, dass die Ausfällung beschleunigt wird, und dass die Arbeit sehr reinlich und schön vor sich geht. Bei der Ausfällung mit Zink im Ueberschuss würde man auch bei der Auflösung des Kupfers mit den Resten des Zinkes etwas Zinklösung erhalten, wodurch man Gefahr läuft, dass bei der Elektrolyse in mässig saurer Lösung etwas Zink mit dem Kupfer ausgeschieden wird, und zwar namentlich bei dem Auswaschen. Freilich könnte dieser Umstand dadurch vermieden werden, dass man mit schwach salpetersaurem Wasser auswäscht, bis der Niederschlag frei von Zink ist, und zum Schluss nur mit reinem Wasser.

Besser ist jedoch die Anwendung von Aluminium statt Zink. Man verfährt auf folgende Weise:

2—5 g kupferhaltiger Kies werden in einem Erlenmeyer'schen Kolben mit der Lunge'schen Lösung behandelt und nach dem Auflösen in eine Porzellanschale übergespült und bis zur Trockne eingedampft, dann nimmt man mit verdünnter Salzsäure auf und dampft wieder ein. Dies wird zweimal wiederholt, um die Salpetersäure zu verjagen. Darauf werden 5 cc verdünnte Salzsäure und 10 cc Wasser zugefügt. Nachdem alles aufgelöst ist, wird die Lösung ohne vorherige Filtration in einen Erlenmeyer-Kolben von 500 cc Inhalt übergespült und auf etwa 100 cc verdünnt. Dann wird Aluminiumblech im Ueberschuss zugefügt, nachdem man vorher einen Trichter in den

Kolbenhals eingesetzt hat, und die Lösung auf dem Sandbade ganz schwach erwärmt. Das Kupfer wird bald ausgefällt. Nachdem die Lösung farblos geworden, dadurch dass alles Eisenoxyd zu Oxydul reducirt ist, wird das ausgefällte Kupfer mit dem überschüssigen Aluminium abfiltrirt. Man wäscht mit heissem Wasser bis zum Verschwinden der Chlorreaction aus, trocknet und verascht in einer Porzellanschale von 9 cm Durchmesser. Nach dem Veraschen setzt man verdünnte Salpetersäure in geringem Ueberschuss zu und erwärmt die Schale, mit einem Uhrglase bedeckt, auf dem Wasserbade, bis alles Kupfer aufgelöst ist. Dann spült man die Uhrschaale ab, filtrirt die Lösung in eine Platinschale über und elektrolysirt auf gewöhnliche Weise, nachdem man ein wenig Salpetersäure und Schwefelsäure zugesetzt hat.

Bei den 15 ersten Versuchen ist reiner Schwefelkies, dem verschiedene Mengen von Kupfersulfatlösung von bekanntem Gehalt zugesetzt waren, angewandt worden.

Ver- such	Ab- gewogen Schwefel- kies in <i>g</i>	Berechnet Cu in <i>g</i>	Gefunden Cu in <i>g</i>	Differenz in <i>g</i>	Berechnet Cu in ‰	Gefunden Cu in ‰	Differenz in ‰
1	5,8247	0,0325	0,0310	÷ 0,0015	0,558	0,532	÷ 0,026
2	4,1255	0,0511	0,0502	÷ 0,0009	1,239	1,217	÷ 0,022
3	4,8111	0,0937	0,0921	÷ 0,0016	1,948	1,914	÷ 0,034
4	2,2576	0,0478	0,0475	÷ 0,0003	2,117	2,104	÷ 0,013
5	2,1390	0,0805	0,0803	÷ 0,0002	3,763	3,754	÷ 0,009
6	2,2355	0,1131	0,1131	÷ 0,0000	5,059	5,059	÷ 0,000
7	2,1313	0,1674	0,1666	÷ 0,0008	7,854	7,817	÷ 0,037
8	2,1050	0,2218	0,2209	÷ 0,0009	10,537	10,494	÷ 0,043
9	4,4805	0,4754	0,4732	÷ 0,0022	10,610	10,561	÷ 0,048
10	2,0699	0,3012	0,2994	÷ 0,0018	14,551	14,465	÷ 0,086
11	5,5746	0,8602	0,8587	÷ 0,0015	15,431	15,404	÷ 0,027
12	2,6988	0,4299	0,4276	÷ 0,0023	15,929	15,844	÷ 0,085
13	2,5605	0,4719	0,4718	÷ 0,0001	18,430	18,426	÷ 0,004
14	3,5613	0,7289	0,7267	÷ 0,0022	20,467	20,405	÷ 0,062
15	3,3143	0,8561	0,8540	÷ 0,0021	25,830	25,767	÷ 0,063

Da ich auch Analysen mit kupferhaltigem Schwefelkies ausführen wollte, habe ich 5 Versuche angestellt, um die Schwefelwasserstoffmethode mit der Aluminiummethode zu vergleichen.

Ver- such	Ausfällung mit Schwefel- wasserstoff		Ausfällung mit Aluminium		Differenz in %
	Abgewogen Kies in g	Gefunden Cu in %	Abgewogen Kies in g	Gefunden Cu in %	
1	5,5590	0,167	4,9702	0,183	0,016
2	5,4803	0,743	5,1358	0,748	0,005
3	3,0100	3,794	3,5049	3,818	0,024
4	2,8744	7,106	3,0155	7,121	0,015
5	2,6352	14,598	3,0000	14,539	0,059

Die Methode ist praktisch bei Erzen mit geringem Kupfergehalt, bei höherem elektrolysiert man meistens direct. Kleine Mengen von Kobalt, Nickel, Zink und Blei beeinflussen die Resultate nicht, da diese theils nicht mit Aluminium ausfallen, theils, wenn sie mit Aluminium ausgefällt werden, nicht in saurer Lösung durch Elektrolyse abgeschieden werden. Wenn Blei zugegen ist, fällt es, wie bekannt, am positiven Pol als Superoxyd aus.

Die Versuche werde ich fortsetzen und probiren, ob Kobalt, Nickel und Blei auch durch Aluminium quantitativ ausgefällt werden können, und ob man in diesem Falle bei Anwendung der Elektrolyse richtige Resultate erhält.

Christiania, metallurgisches Universitätslaboratorium, Sept. 1900.

Bestimmung von Cyaniden und Cyanaten neben einander.

Von

J. W. Mellor.¹⁾

Bei gewissen Goldextractionsprocessen werden ungeheure Mengen Cyankalium gebraucht. Die Handelsware weist nun bekanntlich einen mehr oder weniger grossen Gehalt an Cyanat auf, der vom Gesichtspunkt des Metallurgen aus unnütz erscheint. Im Verlaufe einiger Versuche mit Cyankaliumlösungen war es daher erwünscht, das Kaliumcyanat bei Gegenwart von Cyanid, und umgekehrt das Cyanid bei Gegenwart von Cyanat quantitativ zu bestimmen.

¹⁾ Aus dem Englischen übersetzt von der Redaction.