Achtundzwanzigstes Kapitel.

Kupfervitriol und Zinkvitriol nebst freier Salzsäure.

Galvanische Flüssigkeiten.

Die freie Säure bestimmt man nach Kieffer mit normalschwefelsaurem Kupferoxyd-Ammoniak (I, S. 354). Das Kupfer fällt man mit Zink und bestimmt es dem Gewichte nach.

Aus einer neuen schwach sauren Portion fällt man das Kupfer mit Schwefelwasserstoff, filtrirt, vertreibt den freien Schwefelwasserstoff und bestimmt das Zink mit Ferridcyankalium (II, S. 124) oder mit Schwefelnatrium und Nitroprussid (II, S. 122).

Neunundzwanzigstes Kapitel.

Kupfervitriol, Zinkvitriol und Eisenvitriol.

Man löse 3 Grm. zu 300 CC. und verwende jedesmal 100 CC. Den Eisengehalt kann man direct mit Chamäleon bestimmen.

Den Kupfergehalt durch Fällen mit Zink und Wägen.

In der dritten Portion fällt man das Kupfer durch Schwefelwasserstoff und filtrirt. Aus dem Filtrat lässt man den Schwefelwasserstoff verriechen und oxydirt das Eisen mit unterchlorigsaurem Natron. Dann fällt man mit überschüssigem Ammoniak. Das Zink ist im Filtrat. Der Niederschlag ist nicht ganz zinkfrei. Man löst ihn noch einmal in Salzsäure und fällt wieder durch Ammoniak. Die beiden ammoniakalischen Zinklösungen werden vereinigt am besten mit Schwefelnatrium und Nitroprussidnatrium austitrirt.

Dreissigstes Kapitel.

Kupfererze und Kupferindustrieproducte.

a) Oxydische Erze.

Rothkupfererz, Malachit, phosphorsaures Kupferoxyd.

Sie werden meistens leicht in Salpetersäure oder Salzsäure gelöst, mit Ammoniak im Ueberschusse versetzt, filtrirt, und das Kupfer in der blauen Lösung am leichtesten durch Cyankalium (II, S. 91) bestimmt. b) Geschwefelte Erze.

Kupferkies (Cu₂S + Fe₂S₃ in Procenten: 34,55 Kupfer; 30,54 Eisen; 34,91 Schwefel), Buntkupfererz (3 Cu₂S + Fe₂S₃), Kupferglas (Cu₂S), Kupferstein.

Bestimmung des Kupfers allein.

Es kommt zuerst auf die Aufschliessung und Lösung der Erze an. Sie werden in sehr fein gepulvertem Zustande in einer kleinen Porzellanschale mit Salzsäure und Salpetersäure erhitzt, bis keine Einwirkung mehr stattfindet, dann wird die Flüssigkeit vorsichtig abgegossen. In der Schale bleibt Schwefel mit etwas Kupfererz leicht zurück. Man brennt den Schwefel ab und röstet die kleine Menge des Kupfererzes in der Schale selbst. Nach dem Erkalten giesst man nochmals Königswasser auf und erhitzt, wobei sich alles bis auf die Gangart vollkommen löst. Man vereinigt die beiden Lösungen. Der Fall, dass kein Eisen in der Lösung wäre, ist gegen den umgekehrten so selten, dass er kaum beachtet werden muss. Man würde nach a) verfahren. In den meisten Fällen ist Eisen vorhanden, und wird dasselbe durch die Behandlung mit Königswasser vollständig in Oxyd oder Chlorid verwandelt. Es kommt nun darauf an, beide zu trennen. Bekanntlich enthält das mit Ammoniak aus einer eisenoxydhaltigen Flüssigkeit gefällte Eisenoxyd immer ansehnliche Mengen Kupferoxyd, welche durch Ammoniak nicht ausgezogen werden können. Auf der andern Seite ist die Fällung mit Ammoniak so ungemein bequem und fördernd, dass es der Mühe lohnte, zu versuchen, ob sich nicht das Kupfer dennoch vollständig davon trennen lasse. Dies geschieht durch die folgende Modification der Fällung. Man giesst die kupferhaltige Flüssigkeit unter Umrühren in ein Gemenge von reinem und kohlensaurem Ammoniak, während man sonst umgekehrt zu fällen pflegte. Es ist wie immer Ammoniak in einem Ueberschuss vorhanden, welcher die Entstehung einer Verbindung, worin das Kupferoxyd die Basis ist, sehr verhindert. Man filtrirt sogleich ab. Der Niederschlag ist nicht ganz kupferfrei, aber viel reiner als bei dem früheren Verfahren. Nach dem Aussüssen des Eisenoxyds übergiesst man es auf dem Filtrum mit warmer, verdünnter Salzsäure, worin es sich leicht löst. Diese Lösung fällt man noch einmal durch Ammoniak und bringt auf dasselbe ein Filtrum. Die Flüssigkeit läuft hellblau ab und enthält alles Kupferoxyd. Das zum zweitenmal gefällte Eisenoxyd in Salzsäure gelöst, schied mit Schwefelwasserstoffwasser reinen Schwefel ohne alle Färbung ab.

Beide ammoniakalische Kupferlösungen werden vereinigt, und mit

Cyankalium nach II, S. 91 das Kupfer bestimmt.

1 Grm. Kupferkies wurde nach der vorbeschriebenen Methode behandelt. Das erste blaue Filtrat erfordert 65,5 CC. Cyankaliumlösung. Der Niederschlag wurde nochmals in Säure gelöst, und wieder mit Ammoniak gefällt.

Die zweite blaue Lösung erforderte 4,5 CC., beide zusammen 70 CC. 0,1 Grm. reines Kupfer in Salpetersäure gelöst und mit Ammoniak

übersättigt, erforderte 20,3 CC. derselben Cyankaliumlösung. Obige 70 CC. Cyankaliumlösung durch 20,3 dividirt sind gleich 0,3448 Grm. = 34,48 Proc. Kupfer.

Die Formel des Kupferkieses erfordert 34,55 Proc. Zugleich ersieht man, dass der zweiten Fällung allein $\frac{4,5}{20,3}$ = 0,022 Grm. = 2,2 Proc.

Kupfer entsprechen, die ohne sie der Analyse entgangen wären.

Um das Eisen zu bestimmen, löst man den Niederschlag von Eisenoxyd in Salzsäure und bringt die ausgewaschene Flüssigkeit auf Zink, worauf man mit Chamäleon bestimmt. Kupferkies gab in zwei Analysen 29,83 und 30 Proc. Die Formel fordert 30,54 Proc. Eisen.

Eine andere sehr einfache Methode der Bestimmung des Kupfers besteht in der Ausscheidung desselben aus der salzsauren Lösung durch Zink und Wägung des metallischen Kupfers. Aus der überstehenden Flüssigkeit kann ohne Weiteres das Eisen durch Chamäleon bestimmt werden. Da die Kupferbestimmung keine maassanalytische ist, so kann sie hier übergangen werden. Eine genaue Beschreibung des Verfahrens findet sich in den Annalen der Chemie und Pharmacie, Bd. 96, S. 215.

Der Kupferkies kann auch im feingepulverten Zustande durch Schmelzen mit 10 bis 20 Theilen sauren schwefelsauren Kalis aufgeschlossen werden. Der Schwefel entweicht als solcher und verbrennt mit blauer Flamme am Rande des Tiegels.

Einunddreissigstes Kapitel.

Kupfer und Zink.

Messing, Tombak, Similor.

Zur Trennung und maassanalytischen Behandlung dieser beiden Metalle lassen sich mehre Methoden anwenden.

Will man das Kupfer allein bestimmen, so verfährt man nach der

folgenden Art.

Die gewogene Legirung löst man in einer zu bedeckenden Porzellanschale in Salzsäure, der man in kleinen Mengen Salpetersäure bis zur vollständigen Lösung zufügt. Man dampft sogleich ab, um die Salpetersäure zu zerstören. Aus der gelösten Kupfer- und Zinkchloridlösung fällt man das Kupfer mit reinem Zink und kann das metallisch ausgeschiedene Kupfer gewaschen und getrocknet wägen, in welchem Falle es keine maassanalytische Methode wäre; oder man löst das noch nasse Kupfer in Eisenchlorid und bestimmt das gebildete Eisenchlorür nach Fleitmann (I, S. 363).