

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).

Erste Methode.

Will man das Zink auch bestimmen, so fällt man das Kupfer aus der salzsauren etwas angesäuerten Lösung in einem schief liegenden etwas weiten Probirröhrchen durch Eisendraht unter gelinder Erwärmung, wozu längere Zeit (4 bis 5 Stunden) nothwendig ist. Das pulverige Kupfer kann man wie oben wägen oder messen.

In dem Filtrat oxydirt man das Eisen durch Erhitzen mit Salzsäure und hinzugeworfenem chloresauren Kali, bis ein kleiner Krystall von kohlen-saurem Natron eine rein eisenoxydgelbe und keine schwarze Fällung von Eisenoxyd-Oxydul mehr erzeugt. Man stumpft nun die freie Säure mit kohlen-saurem Natron ab, bis die ersten Flocken von Eisenoxyd ungelöst bleiben, setzt essigsäures Natron zu und fällt das Eisenoxyd durch Kochen. Im Filtrat bestimmt man das Zink jodometrisch durch Ferri-cyankalium, Jodkalium und unterschwefligsaures Natron.

Beleganalyse. 0,572 Grm. Messingdraht wurden so behandelt. Das gefällte Kupfer in Eisenchlorid gelöst, zu 300 CC. verdünnt, davon 100 CC. herausgenommen, erforderten 33,8 CC., im Ganzen 101,4 CC. Chamäleon (Titre: 1 Grm. Eisendoppelsalz = 20,4 CC. Chamäleon). Diese 101,4 CC. Chamäleon entsprechen 4,9705 Grm. Eisendoppelsalz = 0,401661 Grm. Kupfer = 70,25 Proc. Die Zinklösung verlangte 17,8 CC. $\frac{2}{10}$ N. unterschwefligsaure Natronlösung = 0,173711 Grm. Zink = 30,38 Proc.

Bei einer Wiederholung, wobei nur das Zink bestimmt wurde, kamen auf 0,5336 Grm. Messing 16,9 CC. $\frac{2}{10}$ unterschwefligsaures Natron = 0,16492 Grm. = 29,79 Proc. Zink, das mit dem obigen Kupfergehalt giebt 100,04 Proc. Messing.

Zweite Methode.

Man löst die Legirung in Salpetersalzsäure, setzt weinsteinsaures Kali und Aetzkali hinzu, löst wieder vollständig und reducirt das Kupfer durch Traubenzucker zu Oxydul.

Dieses wird ausgewaschen, in Salpetersäure gelöst, mit Ammoniak gefällt und gelöst und dann mit Cyankalium bestimmt. Das Zink kann aus dem Filtrate nicht durch Schwefelnatrium gefällt werden. Vielleicht durch Uebersättigen mit Säure und dann jodometrisch; doch liegen hierüber keine Versuche vor.

Dritte Methode.

Man trennt die beiden in saurer salzsaurer Lösung befindlichen Metalle durch Schwefelwasserstoff und Filtration. Das Schwefelkupfer wird warm in starker Salpetersäure gelöst, mit Ammoniak übersättigt und durch Cyankalium bestimmt. Die Zinklösung wird nach Verdunstung des Schwefelwasserstoffs jodometrisch behandelt.

Beleganalyse. 0,39917 Grm. Messing, durch Brechung von 1,1975 Grm. Messing im 300 CC. Glase erhalten, so behandelt, forderten,

als die ammoniakalische Lösung des Kupfers ebenfalls zu 300 CC. verdünnt war, für

100 CC. 40 CC. Cyankaliumlösung

100 „ 40,4 „ „

Der Titre war 0,1 Grm. Kupfer = 43,4 CC. Cyankaliumlösung. Das Mittel obiger Zahlen, 40,2, giebt im Ganzen 120,6 CC. Cyankaliumlösung = 0,278 Grm. Kupfer = 69,64 Proc. Es sind also erhalten:

Zink 30,38

Kupfer 69,64

100,02

Zweiunddreissigstes Kapitel.

Zinn und Kupfer.

Bronze, Kanonengut, Glockenmetall.

Man oxydire die Legirung mit starker Salpetersäure, dampfe die meiste überschüssige Salpetersäure ab, löse in Wasser und filtrire.

Das Filtrat fälle und löse man mit Ammoniak und bestimme den Kupfergehalt mit Cyankalium (II, S. 91).

Da es für Zinn kein passendes maassanalytisches Verfahren giebt, so trockne man den Niederschlag von Zinnsäure, glühe, verbrenne das Filtrum und wäge. Jedes andere Verfahren würde weitläufiger sein, weil man die Zinnsäure erst wieder in Lösung bringen müsste.

Dreiunddreissigstes Kapitel.

Zinn und Blei.

Arbeitszinn, Schnellloth.

Für beide Metalle giebt es keine gute maassanalytische Methoden.

Nach der Lösung in Salpetersäure und Eindampfung würde man das Zinn als Zinnsäure erhalten, welche geglüht und gewogen wird. Das Blei fällt man mit verdünnter Schwefelsäure, dampft bis zu einem kleinen Volum ein und filtrirt ab, indem man mit etwas Weingeist nachwäscht. Man hat nun die Wahl, das schwefelsaure Bleioxyd getrocknet zu wägen oder mit kohlensaurem Ammoniak zu zersetzen und alkalimetrisch mit Normalsalpetersäure und Normalkali zu bestimmen. Die Gewichtsanalyse scheint vorzuziehen.