

Sitzungsberichte

der

königl. bayer. Akademie der Wissenschaften

zu München.

Jahrgang 1864. Band I.

München.

Druck von F. Straub (Wittelsbacherplatz 3).

1864.

In Commission bei G. Franz.

221-2
50 a

Material genug, um zu untersuchen, woher diese Farbe ihren Ursprung habe.

Mit schönem rosenfarbenem Lichte phosphorescirt durch Erwärmen auch der feinkörnige Dolomit vom St. Gotthard, in welchem die grünen Tremolitkrystalle vorkommen, der bräunliche Dolomit aus dem Zillerthale zeigt aber keine Phosphoreszenz, eben so wenig der Magnesit von Hall und aus Mähren.

Zur Vorlage kam von Herrn Mohr in Coblenz eine Abhandlung

„Ueber verbesserte Methoden in der Trennung und Bestimmung des Kupfers“.

Das Kupfer steht in den Lehrbüchern der analytischen Chemie mit dem bösen Rufe eingeschrieben, dass seine frischgefällte Schwefelverbindung sich an der Luft oxydire, und am Ende des Auswaschens wieder sich löse und in das Filtrat komme. Ich habe gefunden, dass diese üble Eigenschaft des Schwefelkupfers ganz beseitigt werde, wenn man die Fällung in der Siedhitze bewirkt. Das so gefällte Schwefelkupfer setzt sich in der Flüssigkeit, die wasserklar darüber steht, leicht ab, lässt sich durch Filtration leicht trennen und kann Tage lang feucht auf dem Filtrum stehen, ohne dass sich eine Spur desselben oxydirt und wieder durchläuft. Durch diesen Handgriff wird die quantitative Bestimmung des Kupfers ungemein erleichtert, und die Anwendungen liegen auf der Hand.

Zur Bestimmung des Kupfers und Eisens im Kupferkies e dient denn folgendes Verfahren.

Man schliesse den feingepulverten Kupferkies in einer Porcellanschale mit starker Salpetersäure und etwas Schwefelsäure durch Eindampfen bis zur Trockenheit auf. Hierbei verfliegt alle Salpetersäure, der ausgeschiedene Schwefel verbrennt, und die Metalle bleiben als schwefelsaure Salze übrig. Man wiederhole diese Operation mit weniger Säure noch einmal. Darauf löst man die übrig bleibende Masse mit verdünnter Schwefelsäure, um jede Spur von Blei zurückzuhalten und filtrirt. Im Filtrat ist alles Kupfer und ein Theil des Eisens. Man erhitzt zum Kochen, leitet Schwefelwasserstoffgas hinein, bis alles Kupfer als Schwefelkupfer gefällt ist und sich ganz scharf abgesetzt hat. Nun filtrirt man und wäscht mit heissem destillirten Wasser aus. Im Filtrat bestimmt man das Eisenoxydul mit Chämäleon oder doppelt chromsaurem Kali. Das Schwefelkupfer kann man nach Rose im Wasserstoffstrom stark geglüht als solches bestimmen, oder nach einer unten zu beschreibenden Methode.

Das Eisen, was (vielleicht mit Blei) noch im Rückstande ist, kann mit Salzsäure gelöst und nach einer der bekannten Methoden bestimmt werden.

Ganz besonders schwierig sind sehr kleine Mengen von Kupfer und Eisen genau zu bestimmen. Hat man ein Filtrum angewendet, so ist die direkte Wägung schon unmöglich. Ein Filtrum, welches 2 bis 4 Milligramme Asche hinterlässt, kann jede Bestimmung von 1 bis 2 Milligramm Substanz ganz falsch machen. Der blosse Wägungsfehler kann 100 % der Substanz betragen. In diesem Falle ist die Titrimethode ganz besonders angezeigt.

Das Werkblei der Hütten enthält in der Regel sehr kleine Mengen Kupfer und Eisen. Diese lassen sich auf Filtren gar nicht, selbst nicht annähernd, bestimmen. Bei einer solchen Untersuchung fand sich die folgende Bestimmungsmethode als sehr übereinstimmende Resultate gebend.

10 Grm. Blei werden in sehr verdünnter Salpetersäure gelöst, mit destillirter Schwefelsäure gefällt, filtrirt und ausgewaschen. Das Filtrat wird einmal zur Trockne verdampft, um kleine Reste von schwefelsaurem Bleioxyd unlöslich zu machen und alle Salpetersäure zu entfernen. Der Rest mit verdünnter Schwefelsäure ausgezogen enthält nur das Kupfer und Eisen.

Es wird mit Schwefelwasserstoff heiss gefällt, die kleine Menge Schwefelkupfer durch Filtriren geschieden, und im Filtrat ohne Weiteres das Eisen mit sehr verdünntem Chamaëleon bestimmt.

Das Schwefelkupfer wird in eine Platinschale abgespritzt, mit einigen Tropfen Salpetersäure und Schwefelsäure zur Trockne gebracht, dann in Wasser gelöst, mit Jodkalium versetzt und das ausgeschiedene Jod mit Hundertstelunterschweifligsaurem Natron bestimmt. 1 CC. dieser Flüssigkeit entspricht 0,0006336 Grm. Kupfer, und liest man mit $\frac{1}{10}$ CC. ab, so kann man noch 0,00006336 Grm. Kupfer, oder $\frac{1}{16}$ Milligramm mit grosser Sicherheit bestimmen.

Vergleichende Versuche mit bekannten Kupferlösungen gaben mit der Hundertstelunterschweifligsauren Natronlösung absolut richtige Zahlen, so dass die Sicherheit der Resultate vollkommen feststeht.