

Notiz, betreffend die elektroanalytische Schnelltrennung des Kupfers von Nickel oder Zink

von

R. Kremann.

Aus dem chemischen Institut der k. k. Universität in Graz.

(Vorgelegt in der Sitzung am 20. Juni 1912.)

Im hiesigen elektroanalytischen Praktikum wurde seit einiger Zeit als ein Übungsbeispiel die elektroanalytische Schnelltrennung des Kupfers von Nickel ausgeführt. Die Methode war im wesentlichen die von F. F. Exner¹ ausgearbeitete. Die zirka 125 cm^3 betragende Lösung der Sufate, welche etwa 0.25 g von jedem Metall enthält, wird mit etwa 0.25 cm^3 konzentrierter HNO_3 versetzt, 3 g Ammonnitrat hinzugegeben und zum Kochen erhitzt. Nun wurde mit einem Strome von $\text{ND}_{100}=4$ Ampère und 5 Volt elektrolysiert. Statt der von Exner benützten Schale als Kathode und der mit 600 Umdrehungen rotierenden Spiralanode verwenden wir stets die äußerst vorteilhafte A. Fischer'sche Anordnung zweier konzentrischer ruhender zylindrischer Platinnetze, in deren Mitte ein Glasrührer rotierte², und zwar nach einer Angabe von Fischer³ mit 1000 Umdrehungen pro Minute. Daß mit der

¹ Journ. Amer. Chem. Soc., 25, 905 (1903).

² A. Fischer, Elektroanalytische Schnellmethoden. Margos Sammlung Die chem. Analyse, IV./V. Bd., p. 78, Enke's Verlag 1908.

³ A. Classen, Quantit. Analyse durch Elektrolyse, p. 238, 5. Aufl., Springer's Verlag, Berlin 1908.

Fischer'schen Anordnung die Trennung ebensogut gelingt, braucht nicht hervorgehoben werden. Hingegen wurde die Beobachtung gemacht, daß nach der in zirka 10 bis 15 Minuten beendeten Fällung, beim Waschen ohne Stromunterbrechung mit der Vortmann'schen Heberflasche, infolge der hierbei erfolgenden Abnahme der H-Ionen eine merkliche Nickelabscheidung erfolgt, so daß das abgeschiedene Kupfer ein graues Aussehen erhält.

Die ganz analoge Erscheinung beobachtet man, wenn man die gleiche Versuchsanordnung zur Trennung des Kupfers selbst von Zink benutzt. Auch hier erhält man während des Auswaschens auf dem abgeschiedenen Kupfer nicht zu übersehende Mengen von Zink, die dem Kupfer eine graue Färbung erteilen. Um dieses Mißlingen der Trennung zu verhindern, wenden wir den folgenden, vielleicht anderwärts schon benutzten, meines Wissens aber noch nicht veröffentlichten Kunstgriff an, nach Abscheidung des Kupfers zuerst mit einer der Badflüssigkeit äquivalenten Salpetersäure ($0.2 \text{ cm}^3 \text{ HNO}_3$ auf $100 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}$), beziehungsweise allgemein einer Säure gleicher H-Ionen-Konzentration und dann erst, nachdem praktisch alles Nickel, beziehungsweise Zink im Waschwasser sich befindet, mit reinem Wasser, beide Male ohne Stromunterbrechung, mit der Heberflasche zu waschen. Auf diesem Wege kommt man zu vollends exakten Resultaten. Es wurde z. B. gefunden:

Angew. Cu	Gefund. Cu	Differenz	Als Lösungsgenosse anwesend
0.2550 g	0.2548 g	— 0.2 mg	Nickel
0.2550 g	0.2545 g	— 0.5 mg	Zink

Statt des von uns angewendeten Kunstgriffes zur Vermeidung der oben beschriebenen Störung käme vor allem Arbeiten bei begrenztem Kathodenpotential in Betracht, im vorliegenden Falle dahin gehend, daß man die Stromstärke

während des Auswaschens kontinuierlich vermindert.¹ Der Liebenswürdigkeit des Herrn Kollegen A. Fischer-Aachen verdanke ich die private Mitteilung, daß er bei Trennungen das Waschen mit der Heberflasche überhaupt vermeidet, indem er die Analyse durch schnelle Befreiung der Elektroden vom Elektrolyten, ohne den Strom ganz abzustellen, unterbricht. Da aber, um bei diesem Verfahren gute Resultate zu erhalten, eine große Übung notwendig ist, glaube ich, den von uns angewandten Kunstgriff mitteilen zu sollen. Denn besonders weniger Geübte (z. B. Praktikanten) werden mit demselben zwar etwas umständlicher, aber gewiß sicherer zu exakten Resultaten kommen, besonders dort, wo der Ausguß noch zu weiteren analytischen Bestimmungen zu verwenden ist.

¹ Siehe Fischer, l. c., p. 93/94.