

# Application Bulletin

Von Interesse für: Metallurgie, Galvanik

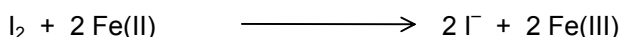
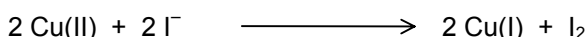
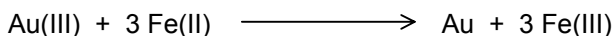
A 10

## Simultanbestimmung von Gold und Kupfer in galvanischen Bädern und/oder Legierungen durch potentiometrische Titration

### Zusammenfassung

Das Bulletin beschreibt die gleichzeitige Bestimmung von Gold und Kupfer durch potentiometrische Titration mit Fe(II)-Lösung als Titriermittel. Fe(II) reduziert Au(III) direkt zum Metall, während Cu(II) nicht reagiert. Durch Zusatz von Fluoridionen wird das Fe(III) komplexiert, und es tritt eine Redoxverschiebung auf. Anschliessend wird Kaliumiodid zugesetzt, das Cu(II) damit zu Cu(I) reduziert und das freigesetzte Iod wiederum mit Fe(II)-Lösung unter Verwendung einer Pt-Titrode titriert.

#### Chemische Reaktionen:



### Geräte und Zubehör

- SET/MET-Titrino 702, DMS-Titrino 716, GP-Titrino 736, GPD-Titrino 751 oder DMP-Titrino 785 oder Titroprocessor 726 mit Dosimat 685 oder Dosino 700
- Magnetrührer 2.728.0040
- 10-mL-Wechseleinheit 6.3014.213 (mit PCTFE/PTFE-Flachhahn)
- Pt-Titrode 6.0431.100 mit Elektrodenkabel 6.2104.020
- Eventuell Drucker und Druckerkabel

### Reagenzien

- Titriermittel: Fe(II)-Lösung,  $c(\text{Fe}^{2+}) = 0,1 \text{ mol/L}$ :  
20 g  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$  werden in einem 500-mL-Messkolben mit 5 mL konz. HCl versetzt, in dest. Wasser gelöst und zur Marke aufgefüllt.  
Die Titerstellung erfolgt gegen die unten stehende Cu(II)-Lösung.
- Cu(II)-Lösung,  $c(\text{Cu}^{2+}) = 0,05 \text{ mol/L}$ :  
6,242 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$  werden in einem 500-mL-Messkolben in dest. Wasser gelöst, mit 2,5 mL konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  versetzt und mit dest. Wasser zur Marke aufgefüllt.

- Acetatpuffer pH = 4,64:  
50 g Natriumacetat und 3 mL konz. Essigsäure werden in dest. Wasser gelöst und auf 250 mL aufgefüllt.
- Kaliumfluorid-Lösung:  
100 g Kaliumfluorid werden in dest. Wasser gelöst und auf 500 mL aufgefüllt. Die Lösung ist in einer Plastikflasche aufzubewahren.
- Kaliumiodid-Lösung:  
3,32 g Kaliumiodid werden in dest. Wasser gelöst und auf 100 mL aufgefüllt. Die Lösung ist in einer dunklen Flasche aufzubewahren.
- Konz. HCl und konz. HNO<sub>3</sub>

---

### **Probenvorbereitung**

In einem 100-mL-Becherglas werden 10 mL Badprobe vorsichtig mit 10 mL konz. HCl versetzt und erhitzt (Vorsicht! HCN entweicht, daher im Abzug arbeiten!). Anschliessend dampft man auf ca. die Hälfte ein und gibt dann tropfenweise konz. HNO<sub>3</sub> zu (maximal 0,5 mL), bis sich das abgeschiedene Gold wieder vollständig aufgelöst hat. Nun wird erneut auf die Hälfte des vorhandenen Volumens eingedampft, abgekühlt und in einem 50-mL-Messkolben mit dest. Wasser zur Marke aufgefüllt.

---

### **Analyse**

#### **Bestimmung von Gold**

10,0 mL der vorbereiteten Probenlösung (dies entspricht 2 mL Originalprobe) werden im Becherglas mit 30 mL Acetatpuffer versetzt und mit der Fe(II)-Lösung titriert.

#### **Bestimmung von Kupfer**

Diese erfolgt direkt im Anschluss an die Au-Bestimmung. Die Probe wird mit 5 mL Kaliumfluorid-Lösung sowie 10 mL Kaliumiodid-Lösung versetzt und dann wiederum mit der Fe(II)-Lösung titriert.

---

### **Berechnung**

1 mL  $c(\text{Fe}^{2+}) = 0,1 \text{ mol/L}$  entspricht 6,566 mg Au bzw. 6,355 mg Cu

$$\text{g/L Au} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C02} / \text{C00}$$

$$\text{g/L Cu} = \text{EP1} * \text{C01} * \text{C03} / \text{C00}$$

EP1 = Titriermittelverbrauch in mL

C00 = 2 (eingesetztes Probenvolumen in mL Originalprobe)

C01 = Titer des Titriermittels

C02 = 6,566 (Äquivalentgewicht Au in mg/mL)

C03 = 6,355 (Äquivalentgewicht Cu in mg/mL)

### Anmerkung

Die Methode eignet sich selbstverständlich auch zur Bestimmung der beiden Metalle in Legierungen nach vorherigem Aufschluss. Dabei ist zu beachten, dass die  $\text{HNO}_3$  möglichst vollständig abgeraucht wird (diese würde andernfalls die Bestimmungen stören).

### Abbildungen

```
'pa
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 09:47  14
DET U              *****
parameters
>titration parameters
  meas.pt.density      4
  min.incr.           10.0 µl
  titr.rate           max. ml/min
  signal drift        50 mV/min
  equilibr.time       26 s
  start V:            OFF
  pause               0 s
  meas.input:         1
  temperature         22.4 °C
>stop conditions
  stop V:             abs.
  stop V              5 ml
  stop U              OFF mV
  stop EP             9
  filling rate        max. ml/min
>statistic
  status:             OFF
>evaluation
  EPC                 5
  EP recognition:     greatest
  fix-EP1 at U       OFF mV
  pK/HNP:            OFF
>preselections
  req.ident:          OFF
  req.smpl size:      OFF
  activate puls:      OFF
=====
```

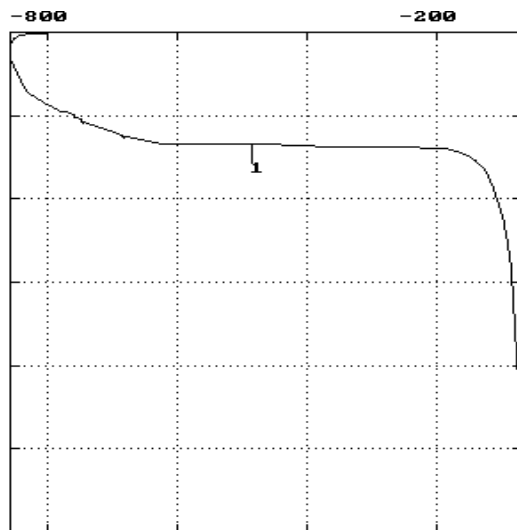
**Abb. 1:** Parametereinstellungen am DMS-Titrino 716.

```
'fr
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 09:56  15
U(init)            -661 mV  DET U  *****
simpl size         2 ml
EPl                1.359 ml  -486 mV
Au                 3.461 g/l
stop V reached
=====
```

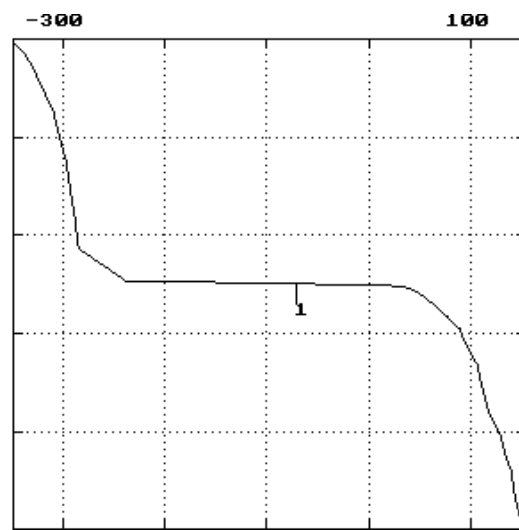
```
'fr
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 11:07  17
U(init)            -348 mV  DET U  *****
simpl size         2 ml
EPl                2.495 ml  -70 mV
Cu                 5.336 g/l
stop V reached
=====
```

```
'cu
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 09:56  15
start V            0.0000 ml  DET U  *****
1.0 ml/div        dU=200.0 mV/div
```

```
'cu
716 DMS Titrino      OE2/239  716.0020
date 99-04-28      time 11:07  17
start V            0.0000 ml  DET U  *****
1.0 ml/div        dU=100.0 mV/div
```



**Abb. 2:** Resultatblock und Titrationskurve einer Au-Bestimmung.



**Abb. 3:** Resultatblock und Titrationskurve einer Cu-Bestimmung.

## Literatur

- C. Mahr, B. Seeger  
Titrationsverfahren mittels Redoxverschiebung. I. Die massanalytische Kupferbestimmung mit Fe(II)sulfat  
Fresenius Z. Anal. Chem. 171 (1959) 343–349.
- S. K. Cirkov, V. S. Romanova  
Eine elektrometrische Methode ohne Kompensation zur Goldbestimmung mit Mohr'scher Salzlösung  
Zh. Anal. Khim. 14 (1959) 198–201 (auf Russisch)  
Ref.: Fresenius Z. Anal. Chem. 173 (1960) 233.
- S. Wolf  
Die Bestimmung von Gold und Kupfer in galvanischen Bädern durch potentiometrische Titration  
Galvanotechnik 63 (1962) 302–304.