



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Analyse des Gadolinit (Cerits) (Tab.)

[urn:nbn:de:hbz:466:1-94840](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:466:1-94840)

Analyse des Gadolinit (Cerits).

Der Gadolinit enthält: SiO_2 , Y_2O_3 , Er_2O_3 , Ce_2O_3 , Pr_2O_3 , Nd_2O_3 , La_2O_3 , Fe_2O_3 , FeO , CaO , MgO , Na_2O , H_2O und oft Metalle der H_2S -Gruppe.

Ca. 2 g des feingepulverten Minerals werden mehrmals mit konz. HCl , unter Zusatz von etwas HNO_3 , im Wasserbade zur Trockene verdampft, wodurch das Mineral vollständig zersetzt wird. Man befeuchtet die trockene Masse mit 5 *ccm* konz. HCl , läßt die Säure eine Viertelstunde einwirken, fügt dann ca. 100 *ccm* Wasser hinzu und filtriert die Kieselsäure ab. Im Filtrat befinden sich die Metalle. Man sättigt dasselbe mit H_2S , um die Metalle der H_2S -Gruppe zu entfernen und filtriert. Das Filtrat wird durch Eindampfen von H_2S und dem größten Teil der freien Säure befreit, stark mit Wasser verdünnt und nach und nach unter beständigem Umrühren in eine siedende verdünnte Lösung von Oxalsäure gegossen und nach dem Erkalten filtriert:

Niederschlag: Ce, La, Pr, Nd, Y und Er als Oxalate.

Lösung: Be, Al, Fe, Ca, Mg und Na.

Der Niederschlag wird mit Wasser gewaschen, getrocknet und in einer Porzellanschale gegläht, wobei man ein Gemenge der Oxyde der seltenen Metalle von zimtbrauner Farbe erhält. Man löst in möglichst wenig HNO_3 nach Zusatz von wenig Alkohol (um Cerisalz in Cerosalz zu verwandeln), verdampft im Wasserbade zur Trockene, löst in möglichst wenig Wasser und versetzt die Lösung mit neutralem, festem K_2SO_4 im Überschuß, erhitzt zum Sieden, läßt über Nacht stehen, filtriert und wäscht einigemal mit einer konzentrierten Kaliumsulfatlösung.

Niederschlag: Ce, La, Pr und Nd als $\text{R}_2(\text{SO}_4)_3$, 3 K_2SO_4 Lösung Y und Er als $\text{R}_2(\text{SO}_4)$, 3 K_2SO_4

Man löst den Niederschlag in Wasser nach Zusatz von etwas HCl , fällt mit Oxalsäure, wäscht, trocknet, glüht und löst die entstandenen Oxyde in möglichst wenig HCl , fällt sorgfältig mit Natronlauge unter Anwendung eines möglichst geringen Überschlusses, fügt 1—2 *ccm* Brom hinzu, schüttelt 3—4 Minuten und filtriert:

Niederschlag
Lösung
Ce(OH)₄, La, Pr, Nd.

Man fällt mit Oxalsäure, filtriert, glüht, löst in möglichst wenig HNO_3 , verdampft zur Trockene, löst in H_2O und untersucht die Lösung mit dem Spektro-

Man fällt mit NH_4OH und $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ filtriert u. prüft das Filtrat wie gewöhnlich auf Mg und Na. Der Niederschlag, enthaltend $\text{Be}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, FeS und CaC_2O_4 , wird filtriert, gewaschen, getrocknet, schwach gegläht und bis zur völligen Lösung mit konz. HCl im Wasserbade auf Zusatz von 1 *ccm* HNO_3 digeriert, die überschüssige Säure verjagt, mit wenig Wasser aufgenommen, mit Ammoniak gefällt und filtriert. Im Filtrat befindet sich jetzt nur das Calcium, welches wie gewöhnlich als Karbonat abgeschieden und nachgewiesen wird. Den Niederschlag, bestehend aus $\text{Be}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$ und $\text{Fe}(\text{OH})_3$, löst man in möglichst wenig HCl , verdampft fast zur Trockene und versetzt mit einem reichlichen Überschuß von Ammonkarbonatlösung, fügt ein wenig $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ hinzu, läßt über Nacht stehen, filtriert und prüft den Niederschlag wie gewöhnlich auf Eisen und Aluminium.

Das nunmehr eisen- und aluminiumfreie Filtrat erhitzt man zum Kochen, erhält längere Zeit im Sieden und filtriert.

Man wäscht, löst in HNO_3, versetzt die gelborange gefärbte Lösung mit H_2O_2 bis zur Entfärbung u. fügt verdünntes Ammoniak hinzu, wobei ein brauner Niederschlag entsteht, der die Anwesenheit des Ce anzeigt.	Man säuert mit HCl an, kocht bis zum völligen Vertreiben des Broms und fällt mit Oxalsäure, filtriert, wäscht, trocknet, glüht, löst die Oxyde in möglichst wenig HNO_3 und untersucht das Absorptionsspektrum auf die Banden von Pr und Nd an. Prüfung auf La: Man versetzt die Lösung mit Ammonacetat und fällt mit sehr verdünntem Ammoniak in der Kälte, filtriert durch Asbest, wäscht dreimal mit H_2O und bringt ein Körnchen festes Jod auf den Niederschlag. Eine nach wenigen Minuten eintretende Blaufärbung des Niederschlages zeigt La an.	skop; schwarze Absorptionsbänder zeigen Er an. Prüfung auf Y: Man versetzt die Lösung mit HF; ein weißer amorpher Niederschlag unlöslich in HF, zeigt Y an.	Niederschlag	Lösung	Basisches Berylliumkarbonat. Man löst in HCl, versetzt die Lösung mit KOH im Überschuß, wobei sich der entstehende Niederschlag löst. Man verdünnt etwas mit Wasser und kocht. Ein weißer Niederschlag zeigt Be an. Wird vernachlässigt.
--	--	---	---------------------	---------------	---