



UNIVERSITÄTS-
BIBLIOTHEK
PADERBORN

Kurzes Lehrbuch der analytischen Chemie

Qualitative Analyse

Treadwell, Frederick P.

Leipzig [u.a.], 1948

Niob

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

Reaktionen auf trockenem Wege.

Das Ta_2O_5 ist ganz unschmelzbar. Die Phosphorsalzperle bleibt sowohl in der Oxydations- als auch in der Reduktionsflamme farblos. Zusatz von $FeSO_4$ bewirkt keine blutrote Färbung (Unterschied von Ti).

Das Bogen- und Funkenspektrum des Tantals ist im blauen und violetten Gebiete sehr linienreich. Eine wichtige Linie liegt bei 331.1μ . Für weitere Linien vgl. Meyer und Hauser, Die Analyse der seltenen Erden, S. 189.

Niob Nb. At.-Gew. = 93.5.

Ordnungszahl 41; Dichte 12.7; Atomvolumen 7.4; Schmelzpunkt 1950° ¹⁾; Wertigkeit 5, (4) und 3; Normalpotential $Nb^{III}/Nb^V =$ ca. — 0.1.

Vorkommen: Siehe Tantal.

Das metallische Niob hat große Ähnlichkeit mit dem Tantal; es ist jedoch weniger duktil; von Säuren wird es leichter angegriffen.

Das Niob bildet die Oxyde Nb_2O_3 , ²⁾ Nb_2O_4 und Nb_2O_5 . Das Nb_2O_4 entsteht wie das Ta_2O_4 durch Reduktion des Pentoxyds mit H_2 oder CO bei höherer Temperatur. Das Niobpentoxyd ist das wichtigste Oxyd, es verhält sich amphoter, der saure Charakter ist jedoch stark vorwiegend. In schwefelsaurer Lösung kann das 5-wertige Niob mit Zink und Cadmium ³⁾ oder besser elektrolytisch zur 3-wertigen Stufe reduziert werden. ⁴⁾

Das Nb_2O_5 ist wie das Ta_2O_5 in geglühtem Zustande in Säuren unlöslich. Durch Schmelzen mit Kaliumpyrosulfat wird Niobpentoxyd aufgeschlossen. Die Schmelze löst sich in kaltem Wasser, scheidet aber beim Erhitzen die Niobsäure größtenteils wiederaus. Durch Schmelzen mit KOH oder K_2CO_3 bildet sich leicht das in Wasser lösliche Kaliumhexaniobat ($K_8Nb_6O_{19} + 16 H_2O$). Das Natriumsalz ist in Natronlauge unlöslich, löslich in Wasser. Die Natriumhexaniobate erleiden in wässriger Lösung weitgehende Hydrolyse: $Nb_6O_{19}Na_8 + 8 H_2O \rightarrow 8 NaOH + Nb_6O_{19}H_8$ (Hydrosol).

¹⁾ Werner von Bolton, Chem. Zentralbl. (1905), I, 586.

²⁾ Nb_2O_3 entsteht bei der Reduktion des Nb_2O_5 mit schmelzendem Magnesium.

³⁾ W. D. Treadwell, Helv. 5, 810 (1922).

⁴⁾ J. Kiehl und D. Hart, Am. Soc. 50, 1608 (1928).

Reaktionen auf nassem Wege.

Man verwende eine Lösung des Kaliumhexaniobats.

1. Säuren erzeugen in Alkaliniobatlösungen eine weiße amorphe Fällung von Niobsäure, nur wenig löslich in überschüssiger Säure. Konzentrierte H_2SO_4 löst die Niobsäure beim Erhitzen auf und bleibt nach dem Verdünnen mit kaltem Wasser klar (Unterschied von Tantal). Beim Kochen der verdünnten Lösung scheidet sich dann auch die Niobsäure fast vollständig aus. Die so gefällte Niobsäure ist außerordentlich fein verteilt und läßt sich kaum filtrieren. Neutralisiert man aber die Säure genau mit Ammoniak, so fällt die Niobsäure in groben, leicht filtrierbaren Flocken quantitativ aus. Das Auswaschen geschieht am besten mit $\frac{1}{2}\%$ igem Ammoniak oder 1% iger Essigsäure. Durch Waschen mit Wasser geht die Flüssigkeit trübe durchs Filter, ebenso wenig darf man mit Mineralsäure waschen. Gießt man eine schwefelsaure Niobsäurelösung in eine konzentrierte Ammonsulfatlösung, so fällt beim Kochen keine Niobsäure aus (Unterschied von Tantalsäure).¹⁾

Behandelt man Niobsäure mit kochender HCl , so löst sich nur wenig davon auf; gießt man die Säure vom Rückstand ab, so löst sich dieser in Wasser.²⁾

SO_2 fällt die Niobsäure quantitativ.

CO_2 . Leitet man in eine alkalische Niobatlösung CO_2 ein, so entsteht ein Niobsäuresol, aus dem die Niobsäure erst nach längerem Stehen ausfällt (Unterschied von Tantal). Wenn man beim Anschluß mit Soda zur Schmelze Salpeter zufügt, erhält man mit CO_2 ein besonders beständiges Sol, so daß man auf diese Weise Niob von Tantal trennen kann.³⁾

2. NH_4OH und $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ fällen aus der schwefelsauren Lösung Niobsäure, löslich in HF .

3. H_2O_2 wie bei Tantal.

4. $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ erzeugt eine graugrüne Fällung (Unterschied von Tantalsäure).

5. $[\text{KF}_2]\text{H}$. Löst man Niobsäure in viel HF und fügt KF hinzu, so bildet sich das leicht lösliche Niobkaliumfluorid $\text{K}_2[\text{NbF}_7]$ (12.5 Teile H_2O lösen 1 Teil Salz). Durch Verdünnen der Lösung mit Wasser entsteht das noch leichter lösliche Kaliumnioboxy-

¹⁾ Vgl. L. Weiss und L. Landecker, Z. f. anorgan. Ch., 64 (1909), S. 66.

²⁾ Dieses Verhalten erinnert sehr an das der Metazinnssäure.

³⁾ Vgl. Hauser und Lewite, Z. für angew. Ch. 25, 100 (1912).

fluorid $K_2(NbOF_5)$, das beim Kochen der Lösung nicht ausfällt (Unterschied von Tantal).

6. Salicylsäure wie bei Tantal.

7. $SeOCl_2$ und H_2SO_4 ¹⁾ löst gegluhtes Nb_2O_5 ; Ta_2O_5 wird unter denselben Bedingungen nicht gelöst.

8. Zink erzeugt in einer sauren NiobatLösung, die an Schwefelsäure dreifach molar ist, eine blaue Färbung, in 6- bis 10-fach molarer Schwefelsäure eine braune Färbung. (Empfindlichkeit $0.3 \cdot 10^{-3}$ molar). In starker Verdünnung färbt sich die Lösung schwach grün.²⁾ (Unterschied von Tantal.)

Reaktionen auf trockenem Wege.

Die Phosphorsalzperle wird in der Reduktionsflamme blau, violett oder braun, je nach der Menge der vorhandenen Niobsäure; bei $FeSO_4$ -Zusatz wird die Perle rot.

Nb_2O_5 färbt sich in der Hitze gelb, während Ta_2O_5 im Gegensatz dazu auch in der Hitze rein weiß ist.

Bogenspektrum: Eine wichtige Linie ist $405.9 \mu\mu$; für weitere Linien vgl. Meyer und Hauser, Die Analyse der seltenen Erden, S. 189.

Trennung des Tantals von Niob.

Nach Weiß-Landecker³⁾ und Hauser-Lewite⁴⁾.

Man schmilzt die beiden Oxyde mit möglichst wenig Natriumkarbonat im Platintiegel, nimmt die Schmelze nach dem Erkalten mit heißem Wasser auf, filtriert von nicht gelösten Natriumhexatantalat ab, wäscht mit einer Lösung von $NaHCO_3$ und leitet in das Filtrat CO_2 ein, wobei eine geringe Menge Tantalsäure ausgeflockt wird; die Niobsäure bleibt aber in Lösung. Man filtriert und behandelt diesen Niederschlag mit dem ungelöst gebliebenen Natriumhexatantalat mit Schwefelsäure und H_2O_2 , wobei er leicht gelöst wird. Leitet man in diese Lösung SO_2 ein und kocht, so fällt die Tantalsäure aus. Das Filtrat, welches die Niobsäure enthält, sättigt man mit SO_2 und kocht, wobei die Niobsäure gefällt wird. Für Näheres verweise ich auf die Originalarbeiten.

¹⁾ H. B. Merrill, Am. Soc. 43, 2378 (1921).

²⁾ J. Kiel und D. Hart, Am. Soc. 50, 1608 (1928).

³⁾ Z. f. anorgan. Ch. 64, 65 (1909).

⁴⁾ Z. f. angew. Ch. 25, 100 (1912).