

534. B. Glassmann:

Zur quantitativen Bestimmung des Berylliums.

[III. Mittheilung.]

(Eingeg. a. 1. Oct. 1906; mitgeth. i. d. Sitzg. v. Hrn. F. W. Hinrichsen.)

Aus einem Gemenge von Kaliumjodid- und Kaliumjodat-Lösung wird durch Berylliumsalzlösungen, analog wie durch die Lösungen der Salze von Eisen-, Chrom- und Aluminium-Oxyd¹⁾ Jod frei gemacht, gleichzeitig fällt Berylliumhydroxyd aus:



Die Reaction erfordert in der Kälte sehr lange Zeit, um einigermaassen vollständig zu sein; in der Wärme aber, und besonders, wenn man das ausgeschiedene Jod durch Thiosulfat entfernt, vollzieht sie sich, selbst in verdünnten Lösungen, innerhalb einiger Minuten, ganz wie bei Aluminium, quantitativ, sodass sie mit Vortheil zur gewichtsanalytischen Bestimmung des Berylliums verwendet werden kann. Der erhaltene Niederschlag von Berylliumhydroxyd setzt sich in Folge seiner flockigen Beschaffenheit rasch ab und erlaubt schnelle Filtration und vollkommenes Auswaschen; die Fällung kann ausserdem, da man keine alkalische Flüssigkeiten hat und auch nicht zum Kochen zu erhitzen braucht, in gewöhnlichen Glasgefässen vorgenommen werden. Diese Punkte verleihen der neuen Methode zweifellosen Vorzug vor der Fällung des Berylliums mit Ammoniak, die — richtig ausgeführt — ja gute Resultate liefert. Trotzdem haben die bei der Ammoniakfällung durchaus nothwendige Peinlichkeit in der Innehaltung der vorgeschriebenen Bedingungen und die unangenehme, schleimige Beschaffenheit des erhaltenen Niederschlags mich veranlasst, mich nach einem anderen Fällungsmittel für das Beryllium umzusehen.

Die im Folgenden ausführlich beschriebene neue Methode ist nun von diesen Fehlern gänzlich frei: sie führt zu einem Niederschlag, der reines Berylliumoxydhydrat in einer für die analytische Operation sehr brauchbaren Form darstellt.

Die Lösung, in der man das Beryllium bestimmen will, muss neutral oder sehr schwach sauer sein; enthält sie einen grösseren Ueberschuss von Säure, so neutralisirt man mit Natronlauge bis zur beginnenden Fällung und löst den entstandenen Niederschlag in einigen Tropfen verdünnter Säure wieder auf. Alsdann fügt man einen Ueberschuss einer Mischung aus gleichen Theilen ca. 25-procentiger Kaliumjodid- (gut verschlossen und in schwarzer Flasche bleibt die Lösung lange brauchbar) und gesättigter Kaliumjodat-Lösung hinzu

¹⁾ Diese Berichte 33, 548 [1900]; 34, 467 [1901].

(dieselbe enthält ca. 7 pCt. Jodat). Nach etwa fünf Minuten entfärbt man das reichlich ausgeschiedene Jod genau mit einer 20-procentigen Natriumthiosulfatlösung und setzt noch eine kleine Menge der Jodid-Jodat-Mischung hinzu, um sich zu vergewissern, dass dieselbe nicht noch weitere augenblickliche Jodabscheidung bewirkt, dass man also genügend davon zugegeben hatte. Nun fügt man noch einen kleinen Ueberschuss von Thiosulfat hinzu (einige Tropfen einer 20-procentigen Lösung) und erwärmt eine halbe Stunde lang auf dem Wasserbade. Der rein weisse, flockige Niederschlag hat sich dann aus der klaren Flüssigkeit völlig abgesetzt und wird auf ein weitporiges Filter, unter Anwendung eines Trichters mit verlängertem Fallrohr, filtrirt, mit siedendem Wasser ausgewaschen, getrocknet und geglüht.

Die Resultate sind recht gute, wie die folgenden Bestimmungen zeigen. Es wurden abgemessene Mengen einer Berylliumsulfatlösung, deren Gehalt durch mehrere, sorgfältig ausgeführte Fällungen mit Ammoniak bestimmt war, mit 100 ccm Wasser verdünnt, mit 25 ccm des Jodid-Jodat-Gemisches gefällt und wie oben angegeben behandelt.

Filtriren und Auswaschen bis zum Verschwinden der Jodreaction dauerte 30 Minuten, das Trocknen des Niederschlages bei 110° etwa zwei Stunden.

Angewandt		Gefunden BeO g	Differenz mg
BeSO ₄ -Lösung = BeO ccm	g		
25	0.2351	0.2357	+ 0.6
25	0.2351	0.2354	+ 0.3
12.50	0.1175	0.1178	+ 0.3
12.50	0.1175	0.1172	- 0.3
6.25	0.0588	0.0587	- 0.1
50.00	0.4702	0.4704	+ 0.2
50.00	0.4702	0.4707	+ 0.5

Odessa, den $\frac{20}{2}$. VIII. 1906.

Wissenschaftliches Privatlaboratorium des Verfassers.