

Zur Trennung von Blei und Wismut mittels Gallussäure (Kurze Mitteilung)

Von

Robert Waroquier

Aus der S. E. R. A. I., 1091, Chaussée d'Alseberg, Brüssel 18

(Eingegangen am 13. Juli 1962)

Es wird über die fraktionierte Fällung von Bi und Pb aus Lösungen mit eingestelltem pH berichtet.

Die quantitative Trennung von Bi und Pb durch Fällung ist wenig bearbeitet worden. Außer der Angabe von *Kershaw*¹ über die Fällung kleiner Bi-Mengen in Gegenwart von Pb hat nur die Angabe von *Mayr*² über die Fällung beider Metalle durch Gallussäure analytisches Interesse.

Im nachstehenden sei gezeigt, wie diese Methode zu einer quantitativen Trennung ausgebaut werden kann, indem durch geeignete Wahl des pH eine fraktionierte Fällung möglich wird.

Die in Tab. 1 vereinigten Versuchswerte geben die Abhängigkeit der gefällten Substanzmengen in Abhängigkeit vom pH-Wert.

Tabelle 1. Glührückstände der Gallat-Niederschläge von Bi und Pb aus gemischten Lösungen in Abhängigkeit vom pH-Wert

Ausgangsmenge: entsprechend entspr. 0,5000 g Pb = 0,732 g PbSO₄
0,2229 g Bi₂O₃

pH	Auswaage in g Bi ₂ O ₃	pH	Auswaage in g PbSO ₄
1	0,2131	3,5	—
2	0,2158	4,4	0,342
2,25	0,2220 ± 0,0003	5,4	0,6771
2,4	0,2158	6,25	0,7290 ± 0,0005
5,2	0,1196	6,8	0,7246

Wismut lag in Form einer Lösung vor, die 0,2229 g Bi₂O₃ in 3 ccm konz. HNO₃ enthielt. Sie wurde nach Zugabe von 5 g NH₄NO₃ auf 100 ccm

¹ *F. G. Kershaw*, *Analyst* **48**, 624 (1953).

² *C. Mayr*, *Mh. Chem.* **77**, 62 (1947).

verdünnt und das geeignete pH durch Einleiten eines mit NH_3 gesättigten Luftstroms eingestellt.

Gefällt wurde mit einer Lösung von 40 g Gallussäure/l, die auf $\text{pH} = 2,6$ eingestellt war. Das Pb wurde in Form einer Nitratlösung (0,5 g Pb auf 3 ccm konz. HNO_3) eingeführt.

Man läßt die Lösung der Gallussäure tropfenweise in die Lösung der Nitrate beider Metalle einfließen, erhitzt auf 70°C und läßt auf 20°C erkalten. Der mikrokristalline Niederschlag des Bi-Gallats ist nach 3 Stdn. leicht filtrierbar. Er wird 6mal mit je 5 ccm der Gallussäurelösung gewaschen, samt dem mit HNO_3 durchfeuchteten Filter verascht und nach Oxydation mit HNO_3 gewogen, der Pb-Niederschlag analog durch Abrauchen mit rauchender HNO_3 und H_2SO_4 in PbSO_4 übergeführt.

Die Löslichkeit des Pb-Gallats beträgt beim optimalen pH (= 6,25), in PbSO_4 ausgedrückt, 0,0030 g, die des Bi-Gallats entspricht $0,0004 \pm 0,0001$ g.