

### 35. Untersuchung der ausgebrauchten Kieselgur.

#### 1. Bestimmung des Wassergehaltes.

In einem flachen Porzellanschälchen werden etwa 30 - 40 g der feuchten Kieselgur abgewogen und acht Stunden lang im Trockenschrank auf etwa  $105^{\circ}$  erhitzt. Der nach dem Abkühlen durch Zurückwägen ermittelte Gewichtsverlust entspricht dem Wassergehalt der Masse.

Berechnung:  
 a = Einwage in g  
 b = Gewichtsverlust in g

$$H_2O = \frac{b \cdot 100}{a} \%$$

Beispiel:

Schälchen mit Masse	=	59,76 g
" leer	=	22,60 g
Einwage	=	37,16 g
<hr/>		
Schälchen mit Masse vor d. Trocknen	=	59,76 g
" " " nach " "	=	34,55 g
Gewichtsverlust	=	25,21 g

$$H_2O = \frac{25,21 \cdot 100}{37,16} = 67,84 \%$$

$$\underline{\underline{H_2O = 67,8 \%$$

#### 2. Bestimmung des Gehaltes an Kobalt und Thoriumoxyd.

In einem 1 l - Erlenmeyerkolben werden 100 g der feuchten Masse ( auf 1 g genau gewogen ) mit 100 - 150 cm<sup>3</sup> konz. Salpetersäure 5 Minuten lang gekocht, worauf abgekühlt, in einen 1 l-Messkolben quantitativ übergeführt und mit dest. Wasser bis zur Marke aufgefüllt wird.

Nach gutem Durchschütteln wird die Suspension durch ein trockenes Faltenfilter in einen trockenen Kolben filtriert; das Filtrat wird auf Kobalt, bzw. Thoriumoxyd untersucht.

a. Kobalt.

200 cm<sup>3</sup> der salpetersauren Lösung werden nach dem Einengen mit 25 cm<sup>3</sup> konz. Schwefelsäure versetzt und bis zum Entweichen von SO<sub>3</sub>-Nebeln erhitzt. Nach dem Abkühlen wird mit dest. Wasser verdünnt, worauf man noch einige Zeit in der Wärme stehen lässt, dann in einen 500 cm<sup>3</sup> fassenden Messkolben spült und mit so viel

- 2 -

konz. Ammoniak versetzt, dass das Kobalt in Lösung bleibt, Eisen und Thorium aber quantitativ ausgefällt werden und die Lösung stark ammoniakalisch ist. Nach dem Abkühlen füllt man bis zur Marke auf und filtriert wieder durch ein Faltenfilter in einen trockenen 250 cm<sup>3</sup> fassenden Messkolben bis zur Marke.

Der Inhalt des Messkolbens wird mit möglichst wenig Wasser in ein 400 cm<sup>3</sup>-Becherglas gespült. Nach Zusatz von etwa 10 g reinem Ammoniumsulfat und 1 - 3 g Natriumsulfit wird das Kobalt elektrolytisch abgeschieden.

Berechnung:

$$Co = \frac{\text{Gewichtszunahme der Kathode in g} \cdot 100}{\text{angew. Masse in g}} \%$$

Beispiel: Angewandt: 100g/1000/200/500/250 cm<sup>3</sup> = 10 g Masse

Kathode mit Kobalt = 23,4434 g

" leer = 23,4403 g

Gewichtszunahme = 0,0031 g

$$Co = \frac{0,0031 \cdot 100}{10} = 0,031 \%$$

$$\underline{\underline{Co = 0,03 \%$$

b. Thoriumoxyd.

100 cm<sup>3</sup> des salpetersauren Filtrats werden in ein 800 cm<sup>3</sup> fassendes Becherglas abpipettiert und mit dest. Wasser auf etwa 500 cm<sup>3</sup> verdünnt, worauf das Thorium unter gutem Umrühren mit überschüssiger, gesättigter Kaliumjodatlösung gefällt wird. Nach dem Absitzenlassen des Niederschlages wird dieser abfiltriert und mit KJO<sub>3</sub>-haltigem Wasser erschöpfend ausgewaschen. Zur Entfernung des mitgefällten Eisens wird der Niederschlag von Thoriumjodat nochmals vom Filter in das Becherglas zurückgespritzt und mit starker Salpetersäure wieder aufgelöst. Dann wird das Thorium erneut mit Kaliumjodat gefällt. Man lässt absitzen, filtriert, wäscht mit jodathaltigem Wasser gut aus und führt das Thoriumjodat durch Auswaschen mit heissem verd. Ammoniak direkt auf dem Filter in das Hydroxyd über. Dieses wird so lange mit verd. Ammoniak gewaschen, bis eine Probe des ablaufenden Waschwassers nach Zusatz von Silbernitrat und schwefliger Säure keinen gelben Niederschlag (AgJ) mehr zeigt. Nun wird verascht und das Thoriumoxyd bis zur Gewichtskonstanz kräftig geglüht.

Berechnung:

$$\text{ThO}_2 = \frac{\text{Gef. ThO}_2 \text{ g} \cdot 100}{\text{Angew. Masse in g}} \quad \%$$

Beispiel: Angewandt:  $100/1000/100 \text{ cm}^3 = 10 \text{ g Masse}$

$$\text{Tiegel mit ThO}_2 = 13,6258 \text{ g}$$

$$\text{" leer} = 13,6136 \text{ g}$$

$$\text{Gef. ThO}_2 = 0,0122 \text{ g}$$

$$\text{ThO}_2 = \frac{0,0122 \cdot 100}{10} = 0,122 \%$$

$$\text{ThO}_2 = 0,12 \%$$

=====

3. Anmerkung: Zur Prüfung der Vollständigkeit des Aufschlusses mit konz. Salpetersäure wurde der Kieselgurrückstand der salpetersauren Lösung nach dem Abfiltrieren und sorgfältigen Auswaschen mit Wasser verschiedentlich mit Kaliumbisulfat aufgeschlossen. Die qualitative Prüfung auf Kobalt und Thorium verlief jedoch bei allen Proben negativ.

*Heinrich-Frank*