DAS TANTAL, SEINE DARSTELLUNG UND SEINE EIGENSCHAFTEN.

Vorläufige Mitteilungen von Dr. *Werner von Bolton*.

Einleitung.

Bei der Lektüre des Kapitels über Vanadin in Dammers Handbuch der anorganischen Chemie stiess ich auf die Behauptung von Berzelius, dass das braune Vanadin-pentoxyd den elektrischen Strom nur in geschmolzenem Zustande leite. Da die Erfahrung lehrte, dass alle stark gefärbten Oxyde, zumal in gepresstem Zustande, mehr oder weniger gute Leiter des Stromes sind, schien mir diese Behauptung der Nachprüfung wert zu sein, und es zeigte sich, dass die nur schwach gepresste Vanadinsäure auch bei gewöhnlicher Temperatur gut leitet. Es geht also Strom hindurch, die Leitung ist folglich, da die Säure ein Elektrolyt ist, eine elektrolytische, und der Versuch war angebracht, die Vanadinsäure unter gewissen Bedingungen, gleich anderen Säuren, ob sie nun flüssig oder fest sind ist ja gleichgültig, durch Elektrolyse in ihre Komponenten zu zerlegen. Dieses gelang nicht bei 10 Volt und Platinelektroden in geschmolzenem Vanadin-pentoxyd. Ich formte mir nun Stäbchen aus der mit Paraffin plastisch gemachten braunen Säure, die, in Kohlepulver gebettet, einige Stunden auf etwa 1700° erhitzt wurden, wobei das Paraffin, ohne karbonisiert zu werden, sich verflüchtigt und das entstandene Trioxyd als kompakte Stäbchen in der ursprünglichen Gestalt hinterlässt. Diese erst in höchster Weissglut schmelzenden Vanadintrioxyd-Körper von der ganzen Länge nach gleichmässigem Querschnitt wurden an jedem Ende mit Platindraht innig umwickelt und in der Weise einer elektrischen Glühlampe montiert, d. h. in eine Glaskugel eingeschmolzen, die evakuiert werden konnte, und zwar deshalb, um eventuell elektrolytisch abgeschiedenen Sauerstoff sofort durch die Luftpumpe zu entfernen und ihn in einem besonderen, von der Elektrolysierkugel durch Quecksilber getrennten Gefäss aufzufangen. Dieses konnte natürlich nur dann eintreten, wenn sich der abgeschiedene Sauerstoff in dem luftleeren Raum verbreiten und sich in ihm, unter niedrigem Druck, eine Zeit lang halten konnte, ohne sogleich auf das gebildete Metall oxydierend einzuwirken. Auch durfte der elektrisch glühende Körper nicht, wie andere Oxyde, im Vakuum zerstäubt werden, bei denen wohl eine Trennung der Komponenten, aber auch sofortige Wiedervereinigung eintritt.

Die Länge der Stäbchen betrug 20 mm, der Durchmesser 0,8 mm. Der Strom wurde nach Evakuieren der Glaskugel und bei kontinuierlich weiter wirkender Luftpumpe geschlossen, wobei die Körper bei 1,8 Amp. und 42 Volt weissglühend wurden und viel Gas abschieden, das in einem besonderen Gefäss aufgefangen werden konnte und sich bei der Untersuchung als Sauerstoff erwies. Die Stäbchen hatten eine metallisch graue Farbe angenommen. Da die Wände der Glaskugel stark braun beschlagen waren, weil ein wenig von dem Oxyd verdampfte, wurden die reduzierten Körper in neue Gefässe eingeschmolzen, um photometrisch nach der Lummerschen Methode ihre Schmelztemperatur zu bestimmen. Der Strom wurde auf dem Photometer bis zum Durchschmelzen gesteigert, die bei mässiger Weissglut eintrat, wobei die Körper durchschnittlich 3,5 Watt elektrischer Kraft pro Hefnerkerze verbrauchten und auf das Quadratmillimeter Oberfläche ein Licht von 0,42 Kerzen gaben, was einer Temperatur von 1680° entspricht.

Durch elektrisches Glühen im Vakuum und hierbei stattfindende Elektrolyse war es also möglich, Vanadintrioxyd in seine Komponenten, Vanadin und Sauerstoff, zu trennen, und auch die Schmelztemperatur des so erhaltenen Vanadinmetalls, 1680°, zu bestimmen.

Da das technische Ziel meiner Arbeiten war, ein Metall zu finden, das sich als Glühkörper für elektrische Lampen eignete, d. h. also ein Metall mit einer Schmelztemperatur über 2000°, möglichst geringer elektrischer Zerstäubbarkeit und leichter Verwandlung in Drahtform, so legte ich fürs erste die Versuche mit Vanadin bei Seite und prüfte in gleicher Weise die Oxyde der ihm verwandten Metalle Niob und Tantal. Ihre Säuren sind weiss, also Isolatoren und als solche nicht fähig, direkt elektrolysiert zu werden. Um dieses zu erreichen, glühte ich die unter Zuhilfenahme von Paraffin hergestellten Stäbchen in Kohlepulver bei etwa 1700°, um aus dem Pentoxyd das Tetroxyd zu erzeugen, welches dunkelbraun und ein guter Leiter des elektrischen Stromes ist.

Beim Niobtetroxyd war das Resultat Sauerstoff und ein mattgrauer metallischer Körper. Wurde dieser zwischen kräftigen Walzen hindurchgeführt, so verwandelte er sich unter Knistern in ein glänzend poliertes, brüchig-elastisches Metallband. Das Niob ist also ziem-

lich duktil. Da es aber bei einem Watt pro Kerze schmolz und die Glaswandungen ziemlich stark bräunte, wobei es 2,7 Kerzen Licht von einem Quadratmillimeter Oberfläche ausstrahlte, was einer Temperatur von etwa 1950° entspricht, verschob ich die weiteren Versuche mit Niob auf eine spätere Zeit und wandte mich dem Tantal zu. Das Vanadin schmilzt bei 1680° und nimmt Hammereindrücke auf. Das Niob schmilzt bei 1950° , lässt sich zu Band walzen, das Atomgewicht des Niobs, 93,7, ist beinahe doppelt so gross wie das des Vanadins, 51,1, das des Tantals, 183, wiederum beinahe doppelt so gross wie das des Niobs, woraus, aus dem mit dem Atomgewicht bei Vanadin und Niob steigenden Schmelzpunkt und steigender Duktilität, geschlossen werden konnte, dass das Tantal die gesuchten Eigenschaften in noch erhöhtem Maasse besitzt, also noch schwerer schmilzt als Niob und noch duktiler ist als dieses, vielleicht ziehbar zu Draht.

Geschichtliches.

Hierüber findet sich in Kopp's Geschichte der Chemie folgendes verzeichnet:

„Das Tantal wurde zuerst durch den Engländer Hatchett wahrgenommen, welcher im Jahre 1801 der Londoner Societät Untersuchungen über ein Mineral aus Massachusetts in Nordamerika vorlegte, in welchem er ein neues, von ihm Columbium genanntes Mineral entdeckt zu haben glaubte. — Ekeberg stellte im Jahre 1802 Untersuchungen über die Yttererde an und fand diese als Bestandteil eines schwedischen Minerals, des Yttrotantalits, welches ausserdem ein neues Metall enthielt; dieses entdeckte er auch noch in einem anderen schwedischen Mineral, dem Tantalit. Ekeberg nannte das Metall Tantalum, teils um dem Gebrauch zu folgen, der die mythologischen Benennungen billigte, teils um die Unfähigkeit desselben, mitten in einem Ueberfluss von Säure etwas davon an sich zu reissen und sich damit zu sättigen, eine Anspielung zu machen; ebenso gab er den angeführten Mineralien die noch jetzt gebräuchlichen Namen.

Unreines Tantalmetall stellte Berzelius zuerst im Jahre 1824 aus dem Fluortantal-Fluorkalium mit Kalium dar; früher, seit dem Jahre 1815, wo Berzelius in Gemeinschaft mit Jahn und Eggertz eine grössere Arbeit über die tantalhaltigen Mineralien publiziert hatte, war irrthümlich die niedrigste Oxydationsstufe des Tantals für das Metall selbst gehalten worden. Bekannt ist, dass H. Rose das Tantal in einigen Mineralien von einem seither übersehenen Metall, dem Niobium, begleitet fand, welches nach Berzelius' Vermutung Hatchetts Columbium ist.“

Weitere Arbeiten von H. Rose erwiesen, dass der schwedische und der finnländische Tantalit und der Yttrotantalit Tantalsäure enthalten, während der bayrische, russische, amerikanische, grönländische Columbit, der Samarikit u. s. w. überwiegend Niobsäure führen. Hatchetts Columbium ist das Niob H. Roses, das dieser selbst längere Zeit von einem vermeintlichen anderen Element, das er Pelopium genannt hatte, nicht zu unterscheiden vermochte, und das sich schliesslich als identisch mit dem Niob erwies. Ekeberg, der mit vorwiegend tantalhaltigen Mineralien arbeitete, ist der wahre Entdecker des Tantals, wenn auch nicht des Tantalmetalls, das erst im Jahre 1824 von seinem grossen Landsmann Berzelius in allerdings recht unreinem Zustande isoliert wurde, so doch dieses Elementes in seinen Verbindungen.

Andreas Gustav Ekeberg war 1767 zu Stockholm geboren. Sein Vater war Kapitän in der schwedischen Marine. Er wurde zu Kolmar erzogen und studierte von 1784 an in Upsala, wo er 1788 promovierte. Nach einem Aufenthalte in Berlin 1789 widmete er sich hauptsächlich der Chemie und wurde 1794 Dozent dieser Wissenschaft in Upsala, wo er 1803 starb, nachdem er ein Jahr vorher, 1802, das Tantal entdeckt hatte. Er hat nur wenig publiziert und seine Mittheilungen sind fast alle mineralogisch-analytischen Inhalts¹⁾.

Darstellung des Tantalmetalls.

Berzelius erhitzte Kaliumtantalfuorid mit Kalium, wobei eine Feuererscheinung eintrat. Nach Behandlung des Reduktionsgutes mit Wasser blieb ein schwarzes, schweres Pulver.

H. Rose²⁾ wandte 3 Teile Natriumtantalfuorid und 1 Teil Natrium an. Es blieb auch hier ein schwarzes Pulver, welches jedoch eine bedeutende Menge saures tantalsäures Natrium enthielt. Die Reduktion von Tantalchlorid gab ein ähnliches Resultat.

Marignac³⁾ reduzierte Kaliumtantalfuorid mit Aluminium. Durch Behandlung des Regulus mit Salzsäure blieb ein graues, kristallinisches Pulver zurück vom spezifischen Gewicht 7,02, welches von kochender Chlorwasserstoffsäure nur wenig angegriffen und dabei dunkel wird, sonst aber nur von Fluorwasserstoffsäure, von kochender Schwefelsäure oder schmelzendem sauren Kaliumsulfat einen Angriff erleidet. Auch beim Glühen an der Luft nimmt es an Gewicht kaum zu. Dieser Körper ist eine Verbindung von der Formel Ta_2Al_3 .

Es gelang also Marignac nicht, reines Tantal darzustellen, ebenso erhielten es Rose

1) Kopp, Geschichte der Chemie.

2) Pogg. Ann. **99**, 69.

3) Arch. des sc. 1868, Févr.

und Berzelius nicht. Letzterer fand, dass 100 Teile des von ihm reduzierten unreinen Tantals beim Erhitzen höchstens 17 Teile Sauerstoff aufnehmen, H. Rose fand selbst nur 12,8 Teile, und, da er in der Säure 18,86% Sauerstoff annahm, berechnete er, dass sein Produkt 55% Tantal und 45% saures tantal-saures Natron enthielt. Wenn die Säure aber nach Marignac nur 18,02% Sauerstoff enthält, d. h. 100 Teile Tantal 22 Teile Sauerstoff aufnehmen, so hätte die Substanz 58,2% reines Tantal enthalten, wobei der Berechnung das von Marignac bestimmte Atomgewicht des Tantals mit 182 zu Grunde gelegt ist. Als Rose seine Substanz in Chlor erhitzte und den Rückstand nach Verflüchtigung des Chlorids bestimmte, fand er in der Tat 58,34% Tantal.

Nach den Arbeiten von Marignac und Rose, von denen die letzte im Jahre 1868 erschien, hörte man über das Tantal lange Jahre nichts, bis Moissan¹⁾ im Jahre 1902 die Darstellung von Tantal in seinem elektrischen Ofen beschrieb. Da er Tantalsäure hierbei durch Kohle reduzierte, erhielt er einen Metallregulus mit 0,5% Kohlenstoff, also durchaus kein reines Metall, sondern entweder ein Karbid, da 0,5% C bei dem hohen Atomgewicht des Tantals schon sehr viel bedeuten, oder eine Legierung des Metalles mit Karbid, wie es bei allen von Moissan reduzierten Metallen der Fall ist. Deshalb war auch sein Tantal sehr spröde und härter als Glas, was beides richtig ist, wenn das Metall nicht von fast absoluter Reinheit und nicht in seinem Wesen entsprechender Weise geschmolzen worden ist. Aus alle dem Vorstehenden ist ersichtlich, dass es bisher nicht gelungen war, reines Tantal darzustellen, und dass es mithin noch unbekannt war.

Um reines Tantal darzustellen, gibt es zwei Wege: erstens den bereits bei Vanadin und Niob beschriebenen der elektrolytischen Reduktion eines seiner leitenden Oxyde in hochglühendem Zustande im Vakuum, zweitens: Schmelzen von nach Berzelius und Rose hergestelltem Metall im Vakuum durch den elektrischen Flammbogen. Ich werde beide Wege nacheinander so genau beschreiben, wie es die fabrikatorischen Interessen der Firma Siemens & Halske, in deren Diensten und mit deren reicher Unterstützung ich die in diesem Aufsatz beschriebenen Arbeiten machte, irgend gestatten.

I. Elektrolytische Reduktion des Tantaltetroxydes.

Bei Untersuchungen über die Leitfähigkeit fester Elektrolyte gelang es Nernst, Magnesiastäbchen von gleichförmigem Querschnitt lange Zeit bei höchster Weissglut in elektrischem

Glühen zu erhalten. Es findet hierbei Elektrolyse statt, wodurch das Magnesiumoxyd in seine Komponenten, Magnesium und Sauerstoff, zerlegt wird, aber auch eine sofortige Wiederoxydation des Magnesiums zu Oxyd eintritt. Wird ein solcher glühender Nernstscher Körper in einen Rezipienten gebracht und die Luft evakuiert, so findet eine starke Zerstäubung des Oxydes statt und ein vibrierendes Ausstossen und Wiederansichreissen des Sauerstoffs durch das entladene Metall, bis der Körper derartig zerstäubt und mitgenommen ist, dass er an irgend einer Stelle durchbrennt, also keine elektrische Leitung mehr vorhanden ist. Ebenso verhalten sich Zirkonoxyd oder dieses gemengt mit Yttriumoxyd, dem Leuchtkörper der modernen Nernst-Lampe, Thoriumoxyd, Calcium- und Aluminiumoxyd, überhaupt alle die Oxyde, die einen nicht ausgesprochenen Säurecharakter haben. Ganz anders verhalten sich die festen Säuren, insbesondere die der Vanadingruppe: Vanadin-, Niob- und Tantalsäure, resp. die niedrigeren, sehr schwer schmelzbaren Oxydationsstufen dieser Metalle. Ich habe die letzteren deshalb angewandt, weil man aus ihnen fadenförmige Körper formen kann, die nach Art der gewöhnlichen Kohleglühlampen an Kontakte befestigt und in Glasbirnen eingeschmolzen werden können. So angebrachte bügelförmige, leitende Körper aus braunem Tantaltetroxyd wurden auf die Luftpumpe gebracht und, nach Evakuierung der Luft, durch hindurchgeschickten elektrischen Strom in schwachem Glühen erhalten. Hierbei wurde aus den porösen Körpern viel Luft ausgeschieden, diese vollständig evakuiert und die Temperatur des glühenden Fadens höher gesteigert, bis er bei beginnender Weissglut stellenweise äusserst hell zu leuchten anfang. Diese hellen Punkte wurden allmählich zu immer länger und länger sich dehnenden Linien, bis der Körper seiner ganzen Länge nach gleichmässig glühte. Bei dieser Reaktion wurde sehr viel Gas ausgeschieden, das als reiner Sauerstoff identifiziert werden konnte. Die braune Farbe des ursprünglichen Oxydes war in reines, metallisches Grau übergegangen und der so entstandene Draht war nach mehrere Stunden langem höchsten Weissglühen biegsam geworden, wie etwa ein Draht aus Kupfer. Man konnte also hieraus mit Sicherheit annehmen, im Tantal einen sehr duktilen Körper vor sich zu haben. War es auch nach dieser Methode möglich, absolut reines Metall zu erhalten, so war es doch unbequem, in der beschriebenen Weise zu verfahren, um grössere Mengen an Draht zu erzeugen, und es musste möglich sein, durch Schmelzen des pulverförmig nach Berzelius oder Rose hergestellten Metalles praktisch brauchbare Mengen davon zu erhalten.

1) Compt. rend. **134**, 211 bis 215 (1902).

II. Schmelzen von pulverförmigem Tantalmetall.

Wie oben bemerkt, enthielten die Reduktionsprodukte von Berzelius und Rose nur rund 50% Tantalmetall, der Rest bestand aus Verunreinigungen durch Natrium-, resp. Kaliumtantalat, wohl auch Oxyden des Tantals. Eine Modifikation des Verfahrens von Berzelius-Rose ermöglicht es jedoch, ein viel reineres Metall darzustellen, wie die folgenden, von Herrn Dr. Knyrim ausgeführten Analysen beweisen:

- I. 0,3298 g Rohtantal ergaben 0,3984 g Ta_2O_5 , entsprechend 0,3266 g Ta oder 99% Ta.
- II. 0,3199 g Rohtantal ergaben 0,3851 g Ta_2O_5 , entsprechend 0,3157 g Ta oder 98,7% Ta.
- III. 0,2360 g Rohtantal ergaben 0,2840 g Ta_2O_5 , entsprechend 0,2328 g Ta oder 98,66% Ta.

Es ist also ein Produkt von grosser technischer Reinheit. Um sich über die Duktilität des Tantals nochmals zu vergewissern, schickte ich eine Portion des Pulvers zwischen zwei eng aufeinander stehenden Walzen hindurch und erhielt so ein metallisch glänzendes, wenn auch brüchiges Blech. Vorversuche mit anderen notorisch duktilen und nicht duktilen Metallen hatten gelehrt, dass ein zu Blech gewalztes Pulver eines duktilen Metalles die Farbe und den Glanz des Bleches hat, das aus dem betreffenden geschmolzenen Metall hergestellt worden ist, während das Pulverblech nicht duktiler Metalle einen nicht ineinander geschmierten, dunkeln bis schwarzen Fettglanz, niemals aber einen Metallglanz hat. Das war ein weiterer Beweis für die Duktilität des Tantals.

Wird sein zusammengepresstes und so leitend gemachtes Pulver in entsprechender Weise im luftleeren Raum im elektrischen Flambogen geschmolzen, so resultiert ein glänzendes Regulus von platingrauer Farbe, der sich hämmern, walzen und zu feinstem Draht ausziehen lässt, wie irgend ein anderes hoch duktiles Metall. Um den Ausbau dieser Schmelzmethode hat sich Herr Dipl.-Ing. Otto Simpson besondere Verdienste erworben. Sie beruht darauf, dass die Oxyde des Tantals erstens leichter schmelzen als dieses, zweitens darauf, dass sie im Vakuum viel leichter zerstäubt werden als das Metall, man also letzteres von ihnen vollkommen befreien kann. Ist das nicht der Fall, dann ist das Tantal ein ausserordentlich hartes und nicht dehnbares Metall.

Tantal, das nach dem aluminothermischen Verfahren von Goldschmidt hergestellt wurde, war aluminiumhaltig, sehr hart und spröde.

Als Schmelztemperatur des Tantals wurden 2250 bis 2300° gefunden.

Physikalische Eigenschaften des Tantals.

1. Spezifische Wärme.

Ich bestimmte sie nach der kalorimetrischen Methode an Tantalklumpen von 22 bis 24 g zwischen 16 und 100°, und es ergab sich als Mittel aus drei, gut übereinstimmenden Messungen die Zahl 0,0365. Also:

$$\text{spezifische Wärme } W = 0,0365,$$

$$\text{Atomwärme } AW = 6,64.$$

Das Gesetz von Dulong und Petit gilt auch für das Tantal.

2. Spezifisches Gewicht

a) Des aus Tantalkaliumfluorid reduzierten Tantals mit 98,6% reinem Tantal ergab aus mehreren Bestimmungen des Herrn W. Borchert 14,08.

b) Des reinen, dehnbaren, zu Barren geschmolzenen Metalles nach Bestimmungen des Herrn Dr. M. von Pirani 16,64.

c) Des Drahtes von 0,05 mm Durchmesser, von Pirani bestimmt, 16,5.

Wird Tantaldraht, im Durchmesser von 0,05 mm, in bügelförmiger Form im Vakuum bei höchster Temperatur elektrisch gegläht, wobei der Körper auf 1 Watt Energie ein Licht von 1 Hefnerkerze gibt, so kontrahiert er sich nach 12 Stunden um 7,8%, er wird also kürzer, und daraus erklärt sich, dass das spezifische Gewicht des gezogenen, also stark gedehnten Drahtes geringer ist als das des geschmolzenen Barrens, dementsprechend nimmt längere Zeit elektrisch geglähter Tantaldraht allmählich an Dichte zu, bis diese schliesslich ebenso gross wird, wie die der Barren. Dabei verändert sich das Aussehen des Drahtes, er wird kristallinisch und glitzernd, seine Zerreiissfestigkeit ist nunmehr sehr gering.

3. Ausdehnungskoeffizient.

Zwischen 0 und 50° von der Normal-Aichungskommission an einem Stabe von 3 mm Durchmesser und 15 cm Länge, bestimmt:

$$\text{linearer Koeffizient} = 0,0000079.$$

4. Spezifischer Widerstand.

Bezogen auf 1 m Länge und 1 qmm Querschnitt, von von Pirani gefunden zu 0,165 im Mittel, Schwankungen bis $\pm 5\%$.

5. Temperaturkoeffizient.

$$\begin{aligned} &\text{Zwischen } 0 \text{ und } 100^\circ \quad 3 \frac{0}{100}, \\ &\text{zwischen } 0 \text{ und } 350^\circ \quad 2,6 \frac{0}{100}. \end{aligned}$$

Der Widerstand steigt mit der Temperatur und erreicht bei 1,5 Watt Energieverbrauch pro 1 Hefnerkerze 0,855 (Pirani).

6. Platz des Tantals in der Spannungsreihe.

In verdünnter Salpetersäure von Pirani gemessen, elektronegativer als Platin und positiver als Silber, Tantal steht also zwischen Platin und Silber, und zwar näher an Silber als an Platin.

7. Elastizitätsmodul.

Tantaldraht vom Durchmesser 0,08 mm im Mittel 19000 kg/qmm (Pirani), also etwa wie Stahl, dessen Elastizitätsmodul zwischen 18000 und 25000 kg/qmm schwankt.

8. Zerreissfestigkeit.

Tantaldraht von 1 mm Durchmesser hat eine Festigkeit von 93 kg, berechnet auf den Querschnitt von 1 qmm, sie steigt mit sinkendem Querschnitt, und beträgt bei einem Durchmesser von 0,05 mm 150 bis 160 kg.

9. Dehnung bei der Bestimmung der Zerreissfestigkeit.

Ist sehr gering und beträgt vor dem Zerreissen, je nach der Güte des Materials, 1 bis 2%, trotzdem lässt sich das Metall zu feinstem Draht von 0,03 mm Durchmesser ausziehen.

10. Zähigkeit.

Wird ein zur Rotglut erhitzter Tantalklumpen unter den Dampfhammer gebracht, so wird er sofort in ein Blech verwandelt, das, nachdem es mehrfach wieder gegläht und gehämmert worden ist, eine Härte erhält, die der des Diamanten gleichkommt. Ein Versuch, solch ein Blech von etwa 1 mm Stärke auf der Diamantbohrmaschine mit einem Diamantbohrer zu perforieren, ergab nach drei Tagen und drei Nächten ununterbrochen unterhaltener Arbeit des Bohrers bei 5000 Umdrehungen in der Minute, nur eine kleine Mulde von etwa $\frac{1}{4}$ mm Tiefe, wobei der Diamantbohrer stark abgenutzt war. Ein vollkommenes Durchbohren des Bleches war nicht möglich, trotzdem konnte es aber noch dünner ausgewalzt werden unter Beibehaltung seiner zähen Härte. Eine merkwürdige Vereinigung von ausserordentlicher Härte und grosser Duktilität! Siemens & Halske hoffen, diese Eigenschaft für Werkzeuge, wie Ziehkaliber, Bohrer, Lager, Drehwerkzeug u. s. w., verwenden zu können.

11. Passivität.

Hierüber werde ich später eine ausführlichere Mitteilung machen, hier nur so viel, dass bei zwei Elektroden aus Tantalblech in verdünnter Schwefelsäure, kein Strom durch das Bad geht, und wenn man auch seine Spannung bis 220 Volt steigert; denn im Moment des Stromschlusses bedeckt sich die Anode mit einer

starken Oxydschicht, die vollkommen isolierend wirkt. Wird eine Elektrode aus Tantal angewandt und eine aus Platin, so geht wiederum kein Strom durch das Bad, wenn Tantal Anode ist, nimmt man aber letzteres zur Kathode, so findet Stromdurchgang statt, wie bei Elektroden aus nicht passivierbarem Metall. Diese Eigenschaft des Tantals ermöglicht es, Wechselstrom in Gleichstrom zu verwandeln, indem der Strom nur nach einer Richtung durchgelassen wird und so die Hälfte der Energie des Wechselstromes als Gleichstrom gewinnen lässt, mit dem man Akkumulatoren laden kann. Natürlich geht vom Wechselstrom nichts verloren, da ja nur die eine Phase durchgeht.

12. Metallographisches.

Mit Flusssäure lässt sich Tantal in kompaktem Zustande ätzen. Es erscheinen dann auf seiner Oberfläche sehr schöne Ätzzfiguren, die schon mit blossen Auge eine grössere oder geringere Reinheit konstatieren lassen, unter dem Mikroskop auch Einschlüsse von Oxyd und anderen Verunreinigungen, so dass mit Hilfe dieser schönen Martensschen Methode die Qualität des Metalles ziemlich sicher beurteilt werden kann.

13. Elektrische Zerstäubung im Vakuum.

Diese ist ausserordentlich gering und, in Verbindung mit dem hohen Schmelzpunkt, nach der Lummerschen Methode etwa 2250, ermöglicht diese Eigenschaft, das Tantal in Apparaten zu verwenden, für die sie unerlässliche Bedingungen sind. So z. B. als Antikathode in Röntgenröhren anstatt des Platins, da letzteres stark zerstäubt wird und das Vakuum ändert, während das Tantal nicht verstäubt wird und das Vakuum deshalb unverändert bleibt.

14. Elektrische Glühlampe mit Tantal-Leuchtkörper.

Der hohe Schmelzpunkt des Tantals, seine geringe elektrische Zerstäubbarkeit in Verbindung mit grosser Duktilität, die es ermöglicht, das Metall zu feinstem Draht auszuziehen, sind Eigenschaften, die seine Verwendung für elektrische Glühlampen in hohem Masse begünstigen. Um Lampen zu bauen, die sich den gebräuchlichen Spannungen von 110 und 220 Volt anpassen, war es bei dem kleinen spezifischen Widerstand des Tantals notwendig, um nicht zu grosse Lichtmengen zu erzeugen und die Edison-Glühlampe mit Leuchtkörpern aus Kohlenstoff wirksam zu ersetzen, den Draht sehr fein auszuziehen und ihn, trotz der notwendigen grossen Länge in Glasbirnen anzuordnen, deren Dimensionen die der gewöhnlichen Glühlampen nicht übertreffen. Nach ein-

jährigem Bemühen war es, bei Innehaltung gewisser Bedingungen, um die sich mein Werkstattmeister, Herr Sciffert, besondere Verdienste erworben hat, gelungen, das Tantal in bequemer Weise zu Draht von 0,05 und sogar 0,03 mm Durchmesser auszuziehen. Etwa 650 mm lange Drähte von 0,05 mm Durchmesser waren in der Birne in praktischer Weise anzuordnen, um eine Lampe zu erhalten, die bei 110 Volt Spannung und einem Stromverbrauch von etwa 0,35 Amp. ein Licht von 24 bis 27 Hefnerkerzen ergab, also im Durchschnitt etwa 1,5 Watt pro Kerze Energieverbrauch hat. Nach langwierigen Bemühungen gelang Herrn Dr. Otto Feuerlein, Direktor des Glühlampenwerkes von Siemens & Halske, die Lösung dieser wichtigen Aufgabe durch eigenartiges Ausspannen des Tantaldrahtes durch Oesen im Zickzack um einen zentralen Halter. Messungen, die Feuerlein an vielen Hunderten von Exemplaren der Tantallampe vornahm, ergaben eine Nutzlebensdauer, d. h. die Zeit, nach der die Lampe 20% an Lichtenergie einbüsst, von 400 bis 600 Stunden, während deren sie mit etwa 1,5 Watt pro Hefnerkerze leuchteten. Allerdings steigt das Licht in den ersten etwa 100 Stunden, wodurch die elektrische Energie auf etwa 1,3 Watt pro Kerze sinkt, um alsdann wieder anzusteigen und bei 1,8 bis 2 Watt pro Kerze die Nutzlebensdauer zu vollenden, obwohl die Lampe weiter bis 1000 und 1500 Stunden brennt. Die gewöhnliche Kohlefaden-Glühlampe verbraucht 3,5 Watt pro Kerze, also mehr als das Doppelte an Energie bei gleicher Nutzlebensdauer. Eingehendere Mitteilungen über die Tantal-Glühlampe sollen demnächst in dieser Zeitschrift folgen.

Chemische und physikalisch-chemische Eigenschaften des Tantals.

1. Eine wichtige Erscheinung bei der Reduktion des Tantal-Kalium-Fluorids ist starke Entwicklung von Wasserstoff, die eine teilweise Legierung des Tantals mit Wasserstoff zur Folge hat, jedoch lässt sich dieser durch Erwärmen im Vakuum, wie Herr Dr. Meimberg zeigte, zum grössten Teil austreiben, und er hat bei der Schmelzung des Roh-Tantals zu Barren keine schädlichen Wirkungen.

2. Tantal und Wasserstoff.

Wird Tantalblech einige Stunden in verdünnter Schwefelsäure bei lebhafter Entwicklung von Wasserstoff als Kathode verwandt, so nimmt es letzteren zu 0,3% auf und zerfällt allmählich. Glühendes Tantalpulver, in Wasser geworfen, zerlegt dieses sehr stark, wobei sich der Wasserstoff entzündet und in langen Flammen emporschlägt. Tantalpulver, auf dem Boden einer Platinschale in verdünnter Säure

als Kathode angewandt, belädt sich vollkommen mit Wasserstoff, der mit dem Metall so innig legiert ist, dass er auch beim Schmelzen nur teilweise entfernt wird, wobei ein harter und spröder, flacher Regulus hinterbleibt. Geringe Beimengungen von Wasserstoff haben jedoch auf die Duktilität keinen schlechten Einfluss.

3. Tantal und Sauerstoff.

Klumpen von Tantalmetall, Tantalblech und dickerer Draht können an der Luft zu heller Rotglut erhitzt werden, ohne, nach Art des Magnesiums, zu verbrennen, sie laufen bei etwa 400° erst gelb, bei beginnender Rotglut blau an, und bedecken sich schliesslich mit einer weissen Schicht von Pentoxyd, wobei die Verbrennung ins Innere nur sehr langsam vor sich geht. Hingegen verglimmt dünner Draht in Luft und Sauerstoff mit weissem Licht ohne Flamme. Wird Tantaldraht in einem evakuierten Recipienten elektrisch in Weissglut erhalten, so verbindet er sich mit Sauerstoff, den man einlässt, nicht, wenn sein Druck 20 mm, also 0,026 Atmosphären, nicht übersteigt, erst bei Erhöhung des Druckes tritt Verbrennung ein. Deshalb ist es möglich, Tantal und seine Verwandten, Niob und Vanadin, die sich ähnlich verhalten, elektrolytisch aus ihren Sauerstoffverbindungen, durch Hindurchschicken elektrischen Stromes im Vakuum bei höheren Temperaturen und kontinuierlich wirkender Luftpumpe, zu isolieren.

4. Tantal und Stickstoff.

Ein in Stickstoff glühender Tantaldraht, der anfangs glänzend war, wird mattgrau und sehr brüchig unter Absorption von Stickstoff.

5. Tantal und Schwefel.

Aequivalente Teile dieser beiden Elemente innig gemischt und im Reagenzglas unter einer Decke von Chlorkalium erhitzt, vereinigen sich unter Feuererscheinung zu einem schwarzen Körper, der sich zu einem spröden, schwarzen, glänzenden Blech auswalzen lässt. Salpetersäure zerlegt die Legierung beim Sieden, wobei das Tantal zu Tantalsäure oxydiert wird.

6. Tantal und Selen

vereinigen sich miteinander, genau so wie Ta und S. Das Produkt ist schwarz, ebenso sein Blech. Beim Liegen an der Luft entwickelt sich allmählich Selenwasserstoff und das Blech zerfällt. Durch kochende Salpetersäure wird es ebenfalls zerlegt und das Tantal oxydiert.

7. Tantal und Tellur

bilden unter Feuererscheinung einen grauschwarzen Körper, der allmählich unter Entwicklung von Tellurwasserstoff zerfällt und

von siedender Salpetersäure zerlegt und oxydiert wird.

8. Tantal und Eisen.

Eisen, mit 5 bis 10% Tantal zusammen geschmolzen, ergibt einen duktilen und sehr harten Regulus. Tantal wirkt also auf Eisen härtend wie Vanadin.

9. Tantal und Silber.

Mit Silber legiert sich das Tantal nicht. Schmelzendes Metall auf einen Silberklumpen gegossen, sinkt in ihn ein, wie eine heiße Metallkugel in Wachs, ohne eine Spur von Silber aufzunehmen.

10. Tantal und Quecksilber.

Ein Amalgam des Tantals darzustellen, war nicht möglich. Bei keiner Temperatur war irgend eine Einwirkung von Quecksilber auf Tantal zu konstatieren.

11. Tantal und Molybdän.

Mit Molybdän legiert sich das Tantal in jedem Verhältnis, indem es bei einem Molybdängehalt von mehr als 5% eine spröde, brüchige und sehr harte Mischung ergibt; unter 5% dagegen ist das Material duktil und lässt sich zu Draht von 0,1 mm Querschnitt ausziehen.

12. Tantal und Wolfram.

Diese beiden Metalle verhalten sich als Legierung genau wie die des Tantals mit Molybdän.

13. Tantal und Kohlenstoff.

Mit mehr als 1% Kohlenstoff legiert, nimmt Tantal wohl noch Hammereindrücke auf, lässt sich auch schwach walzen, ist aber doch sehr spröde und nicht ziehbar zu Draht, bei $\frac{1}{2}$ % C ist es durchaus nicht so hart und brüchig, wie Moissan bei seinem Produkt beschreibt, sondern es lässt sich sogar bis zu Draht von 0,1 mm Querschnitt ausziehen, vorausgesetzt, dass es in richtiger Weise geschmolzen worden ist. Spuren von Kohlenstoff machen das Tantal härter, ohne seine Duktilität zu schädigen, ebenso geringe Beimengungen von Bor und Silicium. Ein kohlenstoffhaltiger Draht, als elektrischer Leuchtkörper im Vakuum verwendet, zeigt kein wesentlich anderes Verhalten als das reine Material, es scheinen hierdurch im Gegenteil die molekularen Veränderungen günstig beeinflusst zu werden.

14. Tantal und Säuren.

Kochende Schwefelsäure, Salpetersäure, Salzsäure und Königswasser, oder beliebige Ge-

mische dieser Säuren sind auf kompaktes Tantal, sei es Barren, Blech oder Draht, ohne jede Einwirkung. Flusssäure greift es sehr träge an, wird aber Tantaldraht in Flusssäure getaucht und mit Platin in Verbindung gebracht, also in einem Platintiegel, so löst sich das Metall unter lebhafter Wasserstoffentwicklung und unter Aufnahme dieses Gases, wodurch es sehr brüchig wird.

15. Tantal und Alkalien.

Wässrige Natron- und Kalilauge wirken auf das Tantal, weder in der Kälte, noch beim Sieden. Hingegen zerfällt Tantal in schmelzendem Alkali zu kristallähnlichen Klumpen (Pirani).

Das Tantal ist also ein sehr edles Metall, wenn es in kompaktem Zustande vorliegt, seine Beständigkeit gegen Säuren und Alkalien, seine Unveränderbarkeit beim Liegen an der Luft machen es wahrscheinlich, dass man daraus Gefässe wird herstellen können, die bei chemischen und physikalischen Arbeiten von grossem Nutzen sein werden.

Von welcher Wichtigkeit der Firma Siemens & Halske alle die Eigenschaften des Tantals erschienen sind, erhellt wohl am besten daraus, dass auf seine Herstellung und verschiedene Verwendung in Deutschland und im Auslande rund 200 Patente genommen worden sind, mit etwa 1000 Schutzansprüchen.

Zum Schluss sei es mir gestattet, Herrn Geheimrat Wilhelm von Siemens für sein stetes Interesse und die grandiose Unterstützung, die er meinen jahrelangen Arbeiten zu teil werden liess, ohne sich durch öftere Misserfolge beirren zu lassen, meinen wärmsten Dank zu sagen, ebenso Herrn Prof. Dr. E. Budde und Dr. O. Feuerlein für manchen guten Rat und aktive Mitarbeit, Herrn Dr. Fischer für vielfache Anregung, wie auch den Herren, die in dem mir unterstellten Laboratorium beschäftigt sind und wesentlich zum Gelingen meiner Arbeiten beitrugen, O. Simpson, Dr. Meimberg, W. Borchert, Dr. M. von Pirani, Dr. Knyrim, sowie Herrn Dr. J. Schilling für Beschaffung einer grossen Menge von Literatur-nachweisen, von denen ich in vorliegender Arbeit nur sehr wenig bringen konnte.

Ueber besonders interessante oder eingehenden Studiums würdige, hier nur gestreifte Beobachtungen am Tantal soll an dieser Stelle jeweilig berichtet werden.

Charlottenburg, Siemens & Halske A.-G., Glühlampenwerk, den 9. Januar 1905.

(Eingegangen: 10. Januar.)