

CIV.

Untersuchungen über das Ilmenium.

Von

B. Hermann.

(Zweite Fortsetzung.)

In einer frühern Abhandlung habe ich das Ilmenium mit Titan, Tantal und Niobium, also mit den bis dahin bekannten Metallen verglichen, mit denen es allein verwechselt werden konnte. Seitdem ist eine Abhandlung von H. Rose über das *Pelopium* erschienen, einen Körper, der ebenfalls zur Gruppe der tantalähnlichen Metalle gehört. Rose hat bereits eine Parallele der Eigenschaften von Pelopium und Ilmenium gegeben, aus der ihre Verschiedenheit deutlich hervorgeht. Dessenungeachtet wollte sich Rose über die Selbstständigkeit des Ilmeniums nicht bestimmt aussprechen, da seine Eigenschaften noch zu wenig bekannt wären. Ich werde daher, so viel an mir liegt, die noch obwaltenden Zweifel über die Beziehungen zwischen Ilmenium und Pelopium zu heben suchen.

Nach Rose steht das Pelopium zwischen Niobium und Tantal wie Strontium zwischen Baryum und Calcium. Von dem Ilmenium kann man diess nicht sagen. Es bildet das eine Extrem in der Reihe der tantalähnlichen Stoffe, während das Tantal das andere bildet. Diess bezieht sich sowohl auf die Atomgewichte dieser Körper, als auch auf viele Eigenschaften ihrer Verbindungen.

Eine Auflösung von pelopsaurem Natron wird durch überschüssige Salzsäure zu einer opalisirenden Flüssigkeit gelöst. Die Pelopsäure verhält sich also in dieser Beziehung wie die Tantal säure. Die Ilmensäure dagegen wird aus einer Auflösung von ilmensaurem Natron durch überschüssige Salzsäure fast vollständig niedergeschlagen, noch vollständiger als Niobsäure.

Nur wenn man Chlorilmenium mit starker Salzsäure zusammenbringt und erwärmt, kann man eine concentrirte Lösung von Ilmensäure in Salzsäure bewirken. Diese einmal hergestellte Lösung kann mit Wasser verdünnt werden, ohne dass Trübung erfolgt.

Zink in eine mit Wasser verdünnte Auflösung von Chlorilmenium in Salzsäure gebracht, färbt dieselbe *sofort braun*. Nach der Sättigung der überschüssigen Säure durch das Zink scheiden sich braune Flocken von Ilmenoxyd ab, worauf die darüberstehende Flüssigkeit klar und farblos wird. Auch die sehr verdünnte Auflösung von Ilmensäure in Salzsäure, welche manchmal entsteht, wenn man eine Lösung von ilmensaurem Natron mit überschüssiger Salzsäure fällt und filtrirt, wird durch Zink noch deutlich braun gefärbt.

Wenn man zu einer Auflösung von pelopsaurem Alkali überschüssige Salzsäure setzt und also dadurch eine opalisirende Lösung erzeugt, so nimmt die Pelopsäure nach Rose keine blaue Farbe an; sie wird nur etwas minder weiss und erhält einen kleinen Stich in's Grauliche. Sie verhält sich also unter diesen Umständen, bis auf den kleinen Stich in's Grauliche, ganz wie Tantalsäure. Nach Zusatz von Schwefelsäure entsteht sogleich eine schön blaue Farbe. Diese wird nach einiger Zeit minder rein und schmutziger, *aber nicht braun*. Wird Pelopchlorid mit Schwefelsäure übergossen, so erhält man nach Zusatz von Wasser und Zink die blaue Farbe am schönsten. Sie erzeugt sich auch, wenn Pelopchlorid in Salzsäure gelöst und darauf Wasser und Zink zugesetzt wird. Unter diesen Umständen giebt die salzsaure Ilmensäure eine braune Lösung. Die gelöste Ilmensäure ist also die *einzig*e tantalähnliche Substanz, welche, wenn überhaupt Färbung eintritt, durch das Zink nicht erst blau, sondern sogleich braun gefärbt wird.

Wenn man eine Auflösung von ilmensaurem Natron mit Galläpfelinctur und Salzsäure versetzt, so entsteht, wenn die Lösung viel überschüssiges Natron enthielt, ein brauner Niederschlag. Wenn man dagegen eine Auflösung von krystallisirtem, einfach-ilmensaurem Natron anwandte, so entsteht ein heller gefärbter Niederschlag von einer Nüance, die in der Mitte steht zwischen Morgenroth (der Farbe des doppelt-chromsauren Kali's) und Braun. Die Pelopsäure giebt unter diesen Umständen nach Rose einen orangengelben, also einen Niederschlag, dessen Farbe aus Orange und Gelb gemischt ist. Die Tantalsäure giebt einen lichtgelben, die Niobsäure einen dunkel oranienrothen.

Kaliameisencyanür giebt mit ilmensaurem Natron und Salzsäure einen braunen Niederschlag von der Farbe des Eisenoxydhydrats. Mit tantalsaurem Natron entsteht ein schwefelgelber, mit

niobsaurem Natron nach Rose ein rother und mit pelopsaurem Natron ein bräunlich-rother Niederschlag.

Wenn man Ilmensäure in einem Strome von Wasserstoffgas glüht, so nimmt sie sogleich eine blaugraue Färbung an. Pelopsäure und Niobsäure werden unter diesen Umständen nach Rose schwarz. Tantalsäure verändert dabei ihre Farbe nicht.

Vor dem Löthrohre giebt die Ilmensäure mit Borax und Phosphorsalz sowohl in der äussern als innern Flamme farblose Gläser. Wenn man mehr Ilmensäure mit den Flüssen zusammenbringt, als sie auflösen können, so nimmt der ungelöste Theil in der innern Flamme eine graue Färbung an, eben so wie die Ilmensäure beim Glühen in Wasserstoffgas. Niobsäure giebt mit Phosphorsalz in der innern Flamme ein blaues, Pelopsäure ein braunes Glas.

100 Theile Ilmensäure treiben beim Glühen mit gleichen Theilen kohlsaurem Natron 27,10 — 29,05 Theile Kohlsäure aus. Pelopsäure treibt nach Rose eine von obigen Zahlen ganz verschiedene Menge aus. Hieraus folgt, dass auch das Aequivalent beider Säuren ganz verschieden sein dürfte.

Ilmensäure hat ein spec. Gewicht von 4,1 — 4,35. Auch dieses stimmt nach Rose nicht mit dem spec. Gew. der Pelopsäure überein.

Die Ilmensäure hat also ganz andere Eigenschaften als die Pelopsäure.

Wenn übrigens hiernach noch Zweifel über die Verschiedenheit beider Substanzen übrig bleiben sollten, so werden sie hoffentlich gänzlich zerstreut werden, sobald Rose's Arbeit über die quantitativen Verhältnisse der Verbindungen der Pelopsäure bekannt werden wird, da das Ilmenium noch ganz besonders durch sein in Vergleich mit den anderen tantalähnlichen Metallen so niedriges Atomgewicht charakterisirt wird.

Vorkommen und Darstellung der Ilmensäure.

Die Ilmensäure findet sich nicht allein im Ytteroilmenit, einem schon früher von mir beschriebenen Minerale, sondern bildet auch den Hauptbestandtheil des Pyrochlors von Miask.

Ganz reiner Ytteroilmenit enthält nur Ilmensäure und Titansäure als elektronegative Bestandtheile. Der Ytteroilmenit ist aber gewöhnlich so verwachsen mit Columbit, dass es unmöglich ist, sich

eine zur Bereitung grösserer Mengen von Ilmensäure ausreichende Menge reinen Minerals zu verschaffen. Man wird also, trotz des sorgfältigsten Aussuchens des Minerals, immer eine Säure bekommen, der Bestandtheile des Columbites, mithin Niobsäure und Pelopsäure, beigemischt sind. Eine solche Säure färbt das Phosphorsalz in der innern Flamme, je nachdem Niobsäure oder Pelopsäure darin vorwalten, bald blau, bald braun.

Zur Darstellung ganz reiner Ilmensäure aus Ytteroilmenit verfare ich, wie folgt:

Das fein zerriebene Mineral wird mit seiner 6fachen Menge sauren schwefelsauren Kali's zum klaren Fluss gebracht und ausgegossen. Die erstarrte Masse wird fein zerrieben und mit warmem Wasser so lange ausgezogen, als sich etwas auflöst. Hierbei bleibt unreine schwefelsäurehaltige Ilmensäure auf dem Filter. Sollte eine vorläufige Probe zeigen, dass derselben Wolframsäure beigemischt sei, so digerirt man sie im noch feuchten Zustande mit wasserstoffschwelligem Schwefelammonium. Die wieder ausgewaschene Säure wird hierauf ausgepresst und noch feucht mit saurem schwefelsaurem Ammoniak eingedampft und in Fluss gebracht. Man muss hierbei eine solche Menge Ammoniaksalz anwenden, dass die Ilmensäure damit zum klaren Fluss kommt. Die geschmolzene Masse wird in kaltem Wasser aufgeweicht. Es entsteht hierbei eine trübe Flüssigkeit, aus der sich beim Erwärmen schwefelsäurehaltige Ilmensäure in durchscheinenden Flocken vollständig absetzt. Man wasche diesen Niederschlag aus, rühre ihn noch feucht mit Wasser zu einem dünnen Brei an, setze demselben Schwefelsäure zu und dampfe die saure Masse so weit ein, bis die überschüssige Schwefelsäure anfängt zu verdampfen. Den sauren Rückstand weiche man wieder mit wenig Wasser auf, bringe ihn auf ein Filter und lasse die saure Flüssigkeit gut abtropfen, worauf man den Rückstand mit nach und nach zugesetztem Wasser so lange auswäscht, als das ablaufende Wasser noch auf den Geschmack wirkt. Hierbei bleibt schwefelsäurehaltige Ilmensäure auf dem Filter, welche, wenn alle Operationen gut ausgeführt wurden, schon jetzt das Phosphorsalz nicht mehr färbt. Die färbenden Substanzen waren also durch das Umschmelzen mit saurem schwefelsaurem Ammoniak, hauptsächlich aber durch das Eindampfen mit concentrirter Schwefelsäure und Auswaschen vollständig ausgezogen worden. Sollte es sich aber bei der Probe zei-

gen, dass das Phosphorsalz noch gefärbt werde, so muss man das Umschmelzen mit schwefelsaurem Ammoniak und das Eindampfen mit Schwefelsäure wiederholen.

Die reine schwefelsaure Ilmensäure trockne man und verjage ihren Gehalt an Schwefelsäure durch starkes Glühen in der Esse, worauf reine Ilmensäure zurückbleibt.

Ganz auf dieselbe Weise kann man auch aus Pyrochlor von Miask reine Ilmensäure darstellen.

Zu nachstehenden Versuchen wurde Ilmensäure aus Ytteroilmenit verwendet.

Atomgewicht des Ilmeniums.

100 Th. Chlorilmenium wurden durch Wasser und Ammoniak zerlegt. Die abgeschiedene Ilmensäure wurde auf einem Filter gesammelt und geglüht. Die hiervon abfiltrirte Flüssigkeit wurde mit Salpetersäure übersäuert und mit salpetersaurem Silber versetzt. Das niedergeschlagene Hornsilber wurde geschmolzen und gewogen. Man erhielt dabei, bei der Annahme, dass das Atom Silber 1349,66 und das Doppelatom Chlor 443,28 wiege, 53,00 p. C. Chlor und 58,87 p. C. Ilmensäure.

Hiernach beträgt das Atomgewicht des Ilmeniums, bei der Annahme, dass das Chlorilmenium 1 Atom Metall und 2 Doppelatome Chlor enthalte:

nach dem Chlor berechnet: 786,18;
 nach der Ilmensäure berechnet: 790,70.

Krystallisirtes ilmensaures Natron wurde durch gelindes Glühen von seinem Krystallwasser befreit. Das fein zerriebene und abgewogene trockene Salz wurde durch Schmelzen mit saurem schwefelsaurem Ammoniak zerlegt. Beim Lösen der Ammoniakverbindung in warmem Wasser blieb schwefelsäurehaltige Ilmensäure ungelöst, welche durch starkes Glühen in reine Ilmensäure umgewandelt wurde. 100 Theile trocknes ilmensaures Natron gaben:

Ilmensäure	71,607
Natron	28,393
	100,000.

Nimmt man das Atomgewicht des Natrons zu 389,729 an, so wiegt 1 At. Ilmensäure 982,90 und 1 At. Ilmenium 782,90. Man erhielt also als Atomgewicht des Ilmeniums die Zahlen 782,90; 786,18 und 790,70. Im Mittel also die Zahl 786,59.

Ilmenium.

Darstellung: Durch Glühen von Chlorilmenium-Ammoniak in einer Atmosphäre von Ammoniak.

Schwarze, poröse, matte Striche von dem Ansehen des Russes. Da, wo das Chlorilmenium-Ammoniak einer stärkeren Hitze ausgesetzt und dadurch erweicht worden war, namentlich an den Stellen, wo es die Wände der Glasröhre, in der die Zersetzung vorgenommen wurde, berührte, nimmt das Ilmenium eine festere Form an und erscheint dann in zusammenhängenden glänzenden Blättchen von dem Ansehen der durch Erhitzen von Zucker erhaltenen Kohle.

Unter dem Polirstable nimmt das Ilmenium metallischen Glanz an, behält aber seine schwarze Farbe bei.

Das Ilmenium zersetzt das Wasser nicht.

Dasselbe kann sogar mit Schwefelsäure, Salzsäure, Salpetersäure und wässriger Flusssäure gekocht werden, ohne dass es sich oxydirt und auflöst. Eben so ist kochende Salpeter-Salzsäure ohne Wirkung. Dagegen oxydirt und löst sich das Ilmenium leicht in einem erwärmten Gemisch von Flusssäure und Salpetersäure.

Beim Erhitzen an der Luft entzündet sich das Ilmenium und verglimmt zu weisser Ilmensäure.

Ilmenoxyd.

Wenn man Chlorilmenium in concentrirter Salzsäure löst und diese mit Wasser verdünnte Lösung der Einwirkung von Zink aussetzt, so färbt sie sich braun. Nachdem die freie Säure durch das Zink gesättigt wurde, schlagen sich braune Flocken nieder und die darüberstehende Flüssigkeit wird klar und farblos. Jene braunen Flocken halte ich für Ilmenoxyd. Der Einwirkung der Luft ausgesetzt, absorbiren sie Sauerstoff und werden dadurch bald wieder zu weisser Ilmensäure.

Ilmensaures Ilmenoxyd.

Ilmensäure, in Wasserstoffgas geglüht, verändert ihre Farbe augenblicklich und wird blaugrau. Hierbei erleidet sie eine nur sehr unbedeutende Gewichtsveränderung.

Eine ganz ähnliche Farbenveränderung erleidet auch Ilmen-säurehydrat oder schwefelsaure Ilmensäure, wenn man sie, mit Salzsäure befeuchtet, der Wirkung von Zink aussetzt.

Ich halte diese blaugraue Substanz für eine Verbindung von Ilmensäure mit Ilmenoxyd mit sehr überwiegendem Gehalte von Ilmensäure. Sie ist vielleicht Il Il_3 , welche Verbindung nur 1,98 p. C. Sauerstoff weniger enthalten würde als die Ilmensäure.

Ilmensäure.

Darstellung:

- 1) Durch Verbrennen von Ilmenium;
- 2) durch Glühen von Ilmensäurehydrat;
- 3) durch starkes Glühen von schwefelsaurer Ilmensäure in der Esse.

Die nach 1) und 2) dargestellte Ilmensäure bildet weisse Stücke mit erdigem Bruch. Dieselben haben nur einen geringen Zusammenhalt und zerfallen bei gelindem Druck oder beim Anfeuchten mit Wasser zu einem zarten Pulver. Die nach 2) dargestellte Ilmensäure bildet feste Stücke mit muscheligen Bruch. Letzterer ist, je nach der Art der Darstellung, theils auf dem Bruche glänzend, von Fettglanz, theils matt. Als feste Stücke mit glänzendem Bruche erhält man sie, wenn man das Hydrat langsam bei 14° R. über Schwefelsäure austrocknen lässt. Beim schnelleren Trocknen bei erhöhter Temperatur erhält man das Hydrat und die durch Glühen daraus erzeugte Ilmensäure in festen Stücken mit mattem Bruch.

Beim Erhitzen bis zum Glühen nimmt die Ilmensäure eine gelbe Farbe an, die beim Erkalten der Säure wieder verschwindet. Die Intensität dieser vorübergehenden Färbung ist verschieden und hängt von dem Aggregatzustande der Säure ab. Ilmensäure, welche Schwefelsäure oder Alkali enthält, wird beim Glühen intensiver gelb als ganz reine Säure.

Das spec. Gewicht der Ilmensäure ist ebenfalls von ihrem Aggregatzustande abhängig. Die durch Glühen von schwefelsaurer Ilmensäure dargestellte Säure mit geringem Zusammenhalt hatte ein specifisches Gewicht = 4,10.

Durch Glühen von Hydrat dargestellte Säure in festen Stücken mit mattem Bruch hatte ein spec. Gewicht = 4,20.

Durch Umschmelzen mit saurem schwefelsaurem Ammoniak und lange fortgesetztes Auswaschen von jeder Spur Alkali befreite und durch langsames Trocknen über Schwefelsäure und Glühen dar-

gestellte Säure, in festen Stücken mit glänzendem Bruch, hatte ein spec. Gewicht = 4,32.

Zusammensetzung der Ilmensäure.

• 100 Th. Chlorilmenium gaben 58,87 Ilmensäure und 53,00 Chlor. Sie enthielten also 47,00 Ilmenium, welche bei der Oxydation 11,87 Sauerstoff aufnahmen und 58,87 Ilmensäure bildeten. Hiernach bestehen 100 Th. Ilmensäure aus:

Ilmenium	79,84
Sauerstoff	20,16
	100,00.

Die Rechnung giebt:

	Berechnet.
1 II = 786,59	79,72
2 O = 200,00	20,28
II = 986,59	100,00.

Ilmensäurehydrat.

Darstellung:

- 1) Durch Fällen einer Auflösung von ilmensaurem Alkali mit überschüssiger Salzsäure;
- 2) durch Zersetzen von Chlorilmenium durch Wasser;
- 3) durch lange fortgesetztes Waschen von schwefelsaurer Ilmensäure.

In allen diesen Fällen entsteht Ilmensäurehydrat, welches im frisch gefällten Zustande einen der Thonerde ähnlichen, aufgequollenen, durchscheinenden, farblosen Niederschlag bildet, der zu festen Stücken austrocknet. Das nach 1) dargestellte Hydrat enthält übrigens immer eine nicht unbeträchtliche Menge Alkali, das bei Analysen zu Irrthum Veranlassung geben kann.

Bei der geringen Affinität der Ilmensäure ist es nicht zu verwundern, dass dieselbe auch das Wasser nur sehr schwach bindet. Es ist mir daher auch nicht gelungen, in bestimmten Proportionen zusammengesetztes Ilmensäurehydrat darzustellen.

Durch Fällen von ilmensaurem Natron mit Salzsäure und Trocknen bei 80° Réaum. erhielt man ein Hydrat mit 24,23 p. C. Wasser.

Nach dem Trocknen desselben über Schwefelsäure bei 14° R. hielt dasselbe noch 21,78 p. C. Wasser zurück.

Längere Zeit hindurch über Schwefelsäure ausgetrocknetes Hydrat gab 16,20 p. C. Wasser.

Keine dieser Zahlen entspricht einer bestimmten Proportion.

Ilmenium und Schwefel.

Hydrothionsaures Ammoniak schlägt aus einer verdünnten Auflösung von Chlorilmenium in Salzsäure Ilmensäurehydrat nieder.

Ilmensäurehydrat nimmt bei der Digestion mit wasserstoffschwefeligem Schwefel-Ammonium keinen Schwefel auf und wird dabei weder gelöst noch gefärbt.

Ilmenium mit Schwefel in einem kleinen Kolben zusammengeschmolzen, verbinden sich nicht. Der Schwefel verflüchtigt sich und das Ilmenium bleibt unverändert zurück.

Dagegen verbinden sich beide Körper, wenn man über erhitztes Ilmenium Schwefeldämpfe leitet.

Die beste Methode, Schwefelilmenium darzustellen, ist folgende:

Man bringe Ilmensäure in eine Porcellanröhre, verschliesse das eine Ende der Röhre mit einem gekrümmten, durch Wasser gesperrten Glasrohre, das andere Ende aber mit einer Schwefelalkohol enthaltenden kleinen Retorte und erhitze die Porcellanröhre durch Kohlenfeuer. Die ausstrahlende Wärme des letztern ist hinreichend, um den Schwefel-Kohlenstoff in Dampf zu verwandeln. Der Kohlenstoff dieses Dampfes reducirt die glühende Ilmensäure zu Ilmenium und dieses verbindet sich mit dem freige gewordenen Schwefel. Aus dem vorgeschlagenen Wasser entweichen Blasen von Kohlenoxydgas, ausserdem sammelt sich in demselben Schwefel und unersetzter Schwefel-Kohlenstoff an, der viel freien Schwefel gelöst enthält. Die Operation ist beendet, sobald sich keine Gasblasen mehr entwickeln. Man entferne jetzt die unter Wasser tauchende Glasröhre, verschliesse an ihrer Stelle die Porcellanröhre mit einem Pfropfen und lasse dieselbe langsam erkalten.

Nach beendeter Operation findet man in der Porcellanröhre Schwefelilmenium in porösen, matten, graphitähnlichen Stücken von schwarzgrauer Farbe. Zwischen den Fingern zerrieben, färbt dasselbe ab und überzieht die Haut, ganz ähnlich dem Graphit, mit einer grauen, glänzenden Schicht.

Beim Erhitzen an der Luft entzündet sich das Schwefelilmenium und verbrennt mit blauer Flamme zu schwefelsäurehaltiger

Ilmensäure, die nach stärkerem Glühen reine Ilmensäure zurücklässt.

82,50 Th. Schwefelilmenium gaben 75,00 Th. Ilmensäure. Da diese 59,79 Th. Ilmenium enthalten, so bestehen 100 Th. Schwefelilmenium aus:

Ilmenium	72,473
Schwefel	27,527
	100,000.

Diese Zusammensetzung entspricht einer Verbindung von 2 At. Ilmenium und 3 At. Schwefel. Diese giebt nämlich:

	Berechnet.
2 Il = 1573,18	72,32
3 S = 602,12	27,68
	100,00.

Beim Glühen von Ilmensäure in Dämpfen von Schwefel-Kohlensstoff entsteht also nicht $\ddot{I}I$, sondern $\ddot{I}I$. Die erstere Verbindung kann also bei dem Hitzgrade, welcher zur Reduction des Ilmeniums erforderlich ist, nicht bestehen. 2 At. $\ddot{I}I$ verlieren dabei 1 At. S und verwandeln sich zu $\ddot{I}I$. Es ist diess um so auffallender, als diese Erscheinung weder bei den auf gleiche Weise dargestellten $\ddot{T}i$ noch $\ddot{T}a$ eintritt.

Schwefelsaure Ilmensäure.

Geglühte Ilmensäure löst sich nicht in concentrirter Schwefelsäure.

Ilmensäurehydrat mit concentrirter Schwefelsäure eingedampft, hinterlässt eine durchscheinende hornähnliche Masse, die nach Zusatz von Wasser aufschwillt und in wässriger Schwefelsäure und in unlösliche schwefelsaure Ilmensäure zerlegt wird. Beim Waschen wird die schwefelsaure Ilmensäure noch weiter zerlegt und ihre Schwefelsäure gegen Wasser ausgetauscht. Lange gewaschene schwefelsaure Ilmensäure, deren zuletzt abgelauenes Waschwasser aber immer noch geringe Mengen Schwefelsäure enthielt, bestand, bei 40° R. getrocknet, aus:

Ilmensäure	77,63
Schwefelsäure	7,69
Wasser	14,68
	100,00.

Das Verhalten des Ilmensäurehydrats gegen concentrirte Schwefelsäure ist charakteristisch für dasselbe. Niobsäurehydrat wird beim Eindampfen mit concentrirter Schwefelsäure vollständig gelöst. Auch Tantalsäurehydrat löst sich dabei reichlich. Pelopsäurehydrat scheint in concentrirter Schwefelsäure noch löslicher zu sein als Tantal-säurehydrat. Auf dieses Verhalten der tantalähnlichen Substanzen gegen Schwefelsäure gründet sich die oben angegebene Methode der Reinigung der Ilmensäure und Trennung derselben von Niob-säure und Pelopsäure, welche letztere durch die Schwefelsäure ausgezogen werden, während die Ilmensäure ungelöst bleibt.

Schwefelsaures Ilmensäure - Kali.

Geglühte Ilmensäure schmilzt mit ihrer 6fachen Menge sauren schwefelsauren Kali's zu einer in der Hitze gelben und klaren, nach der Abkühlung farblosen und durchscheinenden Masse zusammen. Durch Wasser wird die Verbindung zerlegt in saures schwefelsaures Kali und in unlösliche schwefelsaure Ilmensäure. Letztere wird durch lange fortgesetztes Waschen immer weiter zu Ilmensäurehydrat umgebildet, welches aber nicht allein Schwefelsäure, sondern auch schwefelsaures Kali hartnäckig zurückhält. Von letzterem kann man die Ilmensäure nur durch Umschmelzen mit saurem schwefelsaurem Ammoniak und Auswaschen vollständig befreien.

Schwefelsaures Ilmensäure - Natron.

Wie schwefelsaures Ilmensäure - Kali.

Schwefelsaures Ilmensäure - Ammoniak.

Geglühte Ilmensäure wird beim Schmelzen mit saurem schwefelsaurem Ammoniak nur schwer und unvollständig gelöst. Dagegen werden Ilmensäurehydrat und ilmensaures Natron durch Schmelzen mit saurem schwefelsaurem Ammoniak vollständig zu einer sowohl in der Hitze als auch nach der Abkühlung klaren, glasartigen Masse gelöst. Durch kaltes Wasser wird die Verbindung zu einer trüben Flüssigkeit aufgeweicht, aus der sich beim Erwärmen die schwefelsaure Ilmensäure vollständig in durchscheinenden Klumpen abscheidet.

Nach dem Waschen derselben mit wenig Wasser löst sich die so dargestellte schwefelsaure Ilmensäure im feuchten Zustande

leicht und vollständig in warmer Salzsäure auf. Hat man aber durch längeres Waschen den grössten Theil der Schwefelsäure entfernt und die Ilmensäure in Hydrat verwandelt, so löst sich dieses eben so wenig, wie das durch Fällen von ilmensaurem Natron dargestellte Hydrat, in warmer Salzsäure auf. Die durch Zersetzen von schwefelsaurem Ilmensäure-Kali mit Wasser dargestellte Ilmensäure löst sich auch unter den oben angeführten Umständen nicht in concentrirter warmer Salzsäure auf, welche Verschiedenheit offenbar durch das schwefelsaure Kali, welches der letztern beigemengt ist, bewirkt wird.

Ilmenium und Chlor.

1) Salzsäure Ilmensäure.

Ilmensäurehydrat löst sich nicht in warmer concentrirter Salzsäure auf.

Aus einer Auflösung von ilmensaurem Natron wird durch überschüssige Salzsäure Ilmensäurehydrat niedergeschlagen. In der filtrirten sauren Flüssigkeit findet sich oft keine Spur von gelöster Ilmensäure. Andere Male finden sich jedoch in der sauren Flüssigkeit geringe Mengen von Ilmensäure, die durch Ammoniak niedergeschlagen werden. Diese Verschiedenheit hängt von Umständen ab, die man nicht in seiner Gewalt hat, namentlich von dem Aggregatzustand, den die Säure im Augenblicke der Fällung annimmt.

Concentrirtere Lösungen von Ilmensäure in Salzsäure lassen sich nur darstellen durch Lösen von Chlorilmenium in concentrirter warmer Salzsäure. Die einmal in Salzsäure gelöste Säure wird durch Verdünnen der concentrirten Lösung mit Wasser nicht abgeschieden. Beim Erhitzen dieser Lösung entweicht Salzsäure und es schlägt sich Acichlorid als weisses Pulver nieder.

2) Chlorilmenium.

Darstellung: Durch Glühen eines Gemenges von Ilmensäure und Kohle in einem Strome trocknen Chlors im Porcellanrohre.

Im kalten Ende des Rohres sublimirt sich Chlorilmenium in schwefelgelben Prismen.

Chlorilmenium zieht aus der Luft schnell Feuchtigkeit an. Es wird dabei sogleich weiss und stösst Dämpfe von Salzsäure aus. In Wasser geworfen, zischt es und zersetzt sich unter Wärme-

entwicklung in Ilmensäurehydrat und Salzsäure, die Ilmensäure gelöst enthält. Von concentrirter warmer Salzsäure wird das Chlorilmenium vollständig gelöst.

In einem kleinen Glaskolben erhitzt, erleidet das Chlorilmenium eine theilweise Zersetzung. Es verflüchtigt sich zuerst eine geringe Menge eines dunkelgelben flüchtigeren und leichter schmelzbaren Chlorids (wahrscheinlich Il Cl_3). Hierauf sublimirt sich das unzersetzt gebliebene, licht schwefelgelbe Chlorid (Il Cl_2) und zurück bleibt eine geringe Menge Acichlorid.

In einem Strome trocknen Wasserstoffgases erhitzt, verflüchtigt sich das Chlorilmenium unverändert.

Zusammensetzung des Chlorilmeniums.

100 Th. Chlorilmenium wurden durch Wasser zersetzt und aus der sauren Flüssigkeit die geringe Menge gelöster Ilmensäure durch Ammoniak niedergeschlagen. Man erhielt dabei 58,87 Th. geglühter Ilmensäure.

Die ammoniakalische Flüssigkeit wurde mit Salpetersäure übersäuert und die Salzsäure durch salpetersaures Silber niedergeschlagen. Das geschmolzene Hornsilber enthielt 53,00 Th. Chlor.

Das Chlorilmenium bestand daher aus:

Ilmenium	47,00
Chlor	53,00
	100,00.

Diese Zusammensetzung entspricht der Formel Il Cl_2 . Dieselbe giebt:

		Berechnet.
Il	= 789,59	47,11
2 Cl	= 886,56	52,89
	Il Cl ₂ = 1676,15	100,00.

Chlorilmenium - Ammoniak.

Chlorilmenium absorbirt trocknes Ammoniak mit grosser Lebhaftigkeit und unter starker Wärmeentwicklung. Es verwandelt sich dabei in eine gelbe Masse, die beim Erhitzen in trockenem Ammoniak zu Salmiak und Ilmenium zerfällt.

Ilmenium und Fluor.

Ilmenium löst sich nicht in wässriger Flusssäure; dagegen löst es sich leicht in einem Gemenge von Flusssäure und Salpetersäure.

Ilmensäurehydrat löst sich reichlich in wässriger Flusssäure. Beim Verdampfen der Lösung entweicht Flusssäure und Fluorilmenium-Ilmensäure setzt sich als ein weisses Pulver ab. Bei weiterer Concentration bleibt eine saure trübe Masse, die zu milchweissen Stücken austrocknet und die sich nur theilweise wieder in Wasser löst.

Fluorilmenium-Fluornatrium.

Wenn man zu einer Auflösung von flusssäurer Ilmensäure Fluornatrium setzt und die Lösung langsam verdunsten lässt, so bilden sich Krystalle von Fluorilmenium-Fluornatrium.

Ilmensäure und Ammoniak.

Ilmensäurehydrat löst sich nicht bei der Digestion mit wässrigem Ammoniak.

Ilmensäure und Natron.

Ilmensäurehydrat mit einer concentrirten Lösung von kohlensaurem Natron gekocht, entwickelt keine Kohlensäure und löst sich nicht auf.

100 Th. Ilmensäure mit ihrer gleichen Menge kohlensaurem Natron gemengt und in der Esse einer starken Glühhitze ausgesetzt, trieben 27,10 — 29,05 Th. Kohlensäure aus. 1 At. Ilmensäure entwickelte also ungefähr 1 At. Kohlensäure, in welchem Falle 27,89 Th. Kohlensäure hätten ausgetrieben werden müssen. Hierbei entsteht also Na II . Die geglühte Masse bildet nach beendeter Operation eine stark zusammengesinterte, aber nicht geflossene Fritte von gelblicher Farbe.

Krystallisirtes ilmensaures Natron.

Am leichtesten lässt sich diese Verbindung durch Zusammenschmelzen von Ilmensäure mit überschüssigem Natronhydrat darstellen, welche Operation über der Weingeistlampe vorgenommen werden kann. Die geschmolzene Masse giesse man aus, zerreibe sie und koche das Pulver zuerst mit wenig Wasser aus. Hierbei löst sich das überschüssige Natron auf und ungelöst bleibt ein weisses Pulver. Dieses ist ilmensaures Natron, welches in einer Flüssigkeit, welche viel Natron enthält, fast unlöslich ist. Man sammle dasselbe auf einem Filter und presse es aus. Das

von dem überschüssigen Natron befreite pulverförmige ilmensaure Natron bringe man in einer geräumigen Platinschale mit Wasser zum Kochen und setze der kochenden Flüssigkeit nach und nach so viel Wasser zu, bis Alles gelöst ist, filtrire die concentrirte heisse Flüssigkeit rasch und lasse sie in einem vor Luftzutritt geschützten Gefässe erkalten. Hierbei setzen sich auf dem Boden und an den Wänden des Gefässes Krystalle von ilmensaurem Natron ab.

Dieses bildet farblose, schuppige und blätterige, stark durchscheinende Krystalle mit geringem Glasglanz. Es giebt mit Wasser eine ganz klare und farblose Lösung von schwach salzigem, keineswegs metallischem Geschmack. Das ilmensaure Natron ist in heissem Wasser viel löslicher als in kaltem, woher es auch leicht in Krystallen erhalten werden kann.

An der Luft verwittern die Krystalle leicht. Sie werden dabei undurchsichtig und weiss, verlieren Wasser und ziehen Kohlensäure an, wodurch sie theilweise in Wasser unlöslich werden.

Eine Auflösung von ilmensaurem Natron in einem offenen Gefässe der Einwirkung der Luft ausgesetzt, trübt sich unter Aufnahme von Kohlensäure und Absatz eines weissen Pulvers, welches saures ilmensaures Natron ist.

Beim Erhitzen wird das krystallisirte ilmensaure Natron zuerst weiss und undurchsichtig. Bei stärkerem Erhitzen bis zum Glühen werden die Krystalle dunkelgelb, nach der Abkühlung bleiben sie lichtgelb. Hierbei decrepitiert das ilmensaure Natron nicht, schmilzt auch nicht, sondern behält die ursprüngliche Form der Krystalle bei.

100 Theile krystallisirtes ilmensaures Natron verloren durch Glühen über der Lampe 28,90 Th. Wasser. Es bestand also aus:

Ilmensaurem Natron	71,10
Wasser	28,90
	100,00.

Eine solche Zusammensetzung entspricht einer Verbindung mit 5 At. Wasser. Dieselbe giebt:

		Berechnet.
$\text{Na } \ddot{\text{I}}\text{I}$	= 1379,32	71,04
5 H	= 562,50	28,96
	$\text{Na } \ddot{\text{I}}\text{I} + 5 \text{ H}$	100,00.

100 Th. geglühtes, zuvor krystallisirtes ilmensaures Natron wurden mit ihrer 6fachen Menge sauren schwefelsauren Ammo-

niaks zusammengeschmolzen. Die klar geschmolzene Masse wurde mit Wasser aufgeweicht und die trübe Flüssigkeit zur vollständigen Abscheidung der Ilmensäure erwärmt, letztere gesammelt, gut ausgewaschen und stark geglüht. Man erhielt 71,607 reine Ilmensäure.

Das wasserfreie ilmensaure Natron bestand also aus:

Ilmensäure	71,607
Natron	28,393
	100,000

Es bestand also aus:

		Berechnet.
İi	= 989,59	71,75
Na	= 389,73	28,25
Naİi	= 1379,32	100,00

Das krystallisirte ilmensaure Natron ist vortrefflich geeignet, durch doppelte Wahlverwandschaft die verschiedenartigsten Verbindungen der Ilmensäure mit anderen Basen darzustellen. Ich habe damit folgende Reactionen angestellt:

Ilmensaures Lithion.

Wenn man concentrirte Lösungen von Chlorlithium und ilmensaurem Natron zusammenbringt, so trübt sich die Flüssigkeit unter Absatz von käseartigen weissen Flocken von ilmensaurem Lithion. Bei Zusatz von vielem Wasser klärt sich die Flüssigkeit wieder auf und die abgeschiedenen Flocken lösen sich vollständig. Das ilmensaure Lithion ist also schwerlöslich.

Ilmensaurer Baryt.

Chlorbaryum und ilmensaures Natron geben einen flockigen, durchscheinenden, farblosen Niederschlag von ilmensaurem Baryt. Derselbe ist unlöslich in Wasser. Durch überschüssige Salzsäure wird er zerlegt zu Ilmensäurehydrat und salzsaurem Baryt.

Ilmensaurer Strontian.

Wie ilmensaurer Baryt.

Ilmensaurer Kalk.

Wie ilmensaurer Baryt.

Ilmensaure Yttererde.

Wie ilmensaurer Baryt.

Ilmensaures Manganoxydul.

Wie ilmensaurer Baryt.

Ilmensaures Bleioxyd.

Wie ilmensaurer Baryt.

Ilmensaures Silberoxyd.

Wie ilmensaurer Baryt. Der Niederschlag schwärzt sich am Lichte nur sehr langsam.

Ilmensaure Thonerde.

Chloraluminium giebt mit ilmensaurem Natron einen schleimigen, durchscheinenden Niederschlag.

Ilmensaures Eisenoxyd.

Eisenchlorid giebt mit ilmensaurem Natron einen der Schwefelmilch ähnlichen lichtgelben Niederschlag.

Ilmensaures Kupferoxyd.

Kupferchlorid giebt mit ilmensaurem Natron einen licht apfelgrünen Niederschlag von ilmensaurem Kupferoxyd.

Ilmensaures Chromoxyd.

Grünes Chromchlorür giebt mit ilmensaurem Natron einen dem ilmensauren Kupferoxyd ähnlichen, licht apfelgrünen Niederschlag von ilmensaurem Chromoxyd.

Ilmensäure und Chromsäure.

Einfach-chromsaures Kali giebt mit ilmensaurem Natron keinen Niederschlag. Doppelt-chromsaures Kali schlägt aus ilmensaurem Natron Ilmensäurehydrat nieder.

Ilmensäure und Kleesäure.

Eine Auflösung von ilmensaurem Natron in eine Auflösung von Kleesäure gegossen, bleibt ganz klar. Das Ilmensäurehydrat ist also löslich in Kleesäure.

Ilmensäure und Weinsteinsäure.

Wie Ilmensäure und Kleesäure.

Ilmensäure und Essigsäure.

Eine Auflösung von ilmensaurem Natron in Essigsäure gegossen, wird getrübt unter Abscheidung von Ilmensäurehydrat.

Ilmensäure und Gerbstoff.

Siehe oben.

Ilmensäure und Kaliumeisencyanür.

Siehe oben.

Ueber die in der Natur vorkommenden Verbindungen der Ilmensäure.

Die Ilmensäure findet sich als Hauptbestandtheil in zwei sibirischen Mineralien, nämlich in dem Ytteroilmenit und im Pyrochlor von Miask.

Der Ytteroilmenit bildet rechteckige Prismen, die durch ein Rhombenocäeder begrenzt werden. Die Krystalle scheinen, so weit sich diess bei ihrer stets matten und rauhen Oberfläche bestimmen lässt, isomorph zu sein mit Columbit.

Specifisches Gewicht 5,398 — 5,450.

Als Resultat von 2 Analysen erhielt ich:

	I.	Sauerstoff.		II.	Sauerstoff.	
Ilmensäure	57,813	11,72	} 14,06	61,33	12,43	} 13,02
Titansäure	5,901	2,34		1,50	0,59	
Ceroxydul	} 2,273	} 0,32	geringe Mengen			
Lanthanoxyd						
Yttererde *)	18,302	3,24	} 6,95	19,74	3,49	} 6,67
Uranoxydul	1,869	0,20		5,64	0,62	
Eisenoxydul	13,613	2,99	8,06	1,77		
Manganoxydul	0,310	0,06	1,00	0,22		
Kalk	0,500	0,14		2,08	0,57	
Wasser	—			1,66		
	100,581			101,01		

*) Die aus dem Ytteroilmenit abgeschiedene Yttererde hatte ein etwas grösseres Atomgewicht als die aus Gadolinit abgeschiedene, nämlich 564,1 statt 502,51. Da man annimmt, dass letztere ein Gemenge aus verschiedenen Erden sei, so habe ich obiger Berechnung die Zahl 564,1 zu Grunde gelegt. Die Yttererde aus Ytteroilmenit stimmt übrigens, so weit meine Erfahrungen bis jetzt reichen, in allen Eigenschaften mit der aus schwedischen Mineralien abgeschiedenen Erde überein. Ihr specifisches Gewicht betrug 5,0.

Da der Sauerstoffgehalt der Säuren nahe doppelt so gross ist als der der Basen, so ist der Ytteroilmenit ein neutrales Salz aus gleichen Atomen Säure und Basis nach der Formel:



Mit dem Ytteroilmenit zusammen findet sich ein derbes Mineral, welches sowohl rücksichtlich seiner äussern Beschaffenheit als auch seines chemischen Verhaltens grosse Aehnlichkeit mit Ytteroilmenit hat. Dieses Mineral ist Rose's Uranotantalit. Derselbe unterscheidet sich von dem Ytteroilmenit durch abweichende Proportionen der Zusammensetzung. Nach einer brieflichen Mittheilung von H. Rose steigt der Gehalt des Uranoxyduls im Uranotantalit bis auf 20,6 p. C.; dagegen fällt der Gehalt an Yttererde bis 12,3 p. C. und der der tantalähnlichen Substanzen bis 51,3 p. C.

Der Pyrochlor von Miask findet sich zusammen mit Zirkon im Miascit. Er ist stets krystallisirt, in regulären Octaedern. Specifisches Gewicht 4,203.

Als Resultat der Analysen erhielten wir, Wöhler und ich:

	Nach Wöhler.	Nach meinen Versuchen.	
Tantalähnliche Substanzen	67,376	Ilmensäure	
Thorerde }	13,152	Niobsäure } 62,25	
Ceroxyd }		Pelopsäure (?) }	
Kalk	10,984	Titansäure	2,23
Yttererde	0,808	Zirkonerde	5,57
Eisenoxydul	1,285	Ceroxyd	3,32
Manganoxydul	0,146	Lanthanoxyd	2,00
Natrium	3,930	Kalk	13,52
Fluor	3,233	Yttererde	} 0,70
Wasser	1,160	Manganoxydul }	
Titansäure }	geringe Mengen	Eisenoxyd	5,68
Zinnoxyd }		Kalium	} 3,72
Magnesia }		Natrium }	
	<hr/> 102,074	Lithium	} 3,23
		Fluor	
		Wasser	
			<hr/> 102,72.

Wöhler hat neuerdings angegeben, dass Hr. Dr. Städeler die Analyse des Pyrochlors von Miask wiederholt und dabei ebenfalls eine Substanz gefunden habe, die sowohl er als Berzelius für Thorerde erkannt hätten. Ich muss dagegen wiederholen, was ich gleich anfangs in Betreff der Zusammensetzung des Pyrochlors geäussert habe, nämlich dass ich keine Thorerde in diesem Minerale finden konnte, dagegen aber 5,57 p. C. Zirkonerde erhielt, die in Wöhler's Analyse fehlen, dass daher der Pyrochlor durch

Austausch isomorpher Bestandtheile eine verschiedene Mischung anzunehmen scheine. Führt doch Wöhler selbst in den zwei Proben von Pyrochlor von Brevig, die er untersuchte, in der einen Analyse 5,15 p. C. Thorerde an und in der andern keine Spur! Uebrigens werde ich, wegen des grossen Interesses, welches mit dem Vorkommen der so seltenen Thorerde in russischen Mineralien verknüpft wäre, diesen Gegenstand gern einer neuen Untersuchung unterwerfen. Ich habe bereits meine Freunde am Ural ersucht, eine zur gründlichen Prüfung dieser Differenz ausreichende Quantität von Pyrochlor zu sammeln. Bis dahin bitte ich die Acten über die definitive Zusammensetzung des Pyrochlores offen zu halten.

Was die in dem Pyrochlor enthaltenen tantalähnlichen Substanzen anbelangt, so habe ich mit ihnen folgende Versuche angestellt. Die gemengten Säuren, wie man sie nach dem Schmelzen des Pyrochlores mit saurem schwefelsaurem Kali, Auswaschen und Glühen erhält, hatten ein spec. Gewicht = 4,10. Sie gaben ein Chlorid, welches 50,13 p. C. Chlor enthielt.

Beim Glühen mit kohlen-saurem Natron trieben 100 Theile 24,81 Theile Kohlensäure aus. Diese Zahlen können als Aequivalente der Sättigungscapacität der im Pyrochlor enthaltenen gemengten tantalähnlichen Säuren dienen. — Mit saurem schwefelsaurem Natron geschmolzen und mit Wasser digerirt, entstand eine Lösung, aus der Ammoniak geringe Mengen Niobsäure niederschlug. Nach dem Umschmelzen mit saurem schwefelsaurem Ammoniak, Auswaschen, Eindampfen mit Schwefelsäure und abermaligem Auswaschen blieb ganz reine Ilmensäure. Dieselbe färbte das Phosphorsalz nicht und gab mit Natron ein Salz, dessen Lösung durch Salzsäure fast vollkommen ausgefällt wurde und die, mit Galläpfel-tinctur und Salzsäure, so wie mit Kaliumeisen-cyanür und Salzsäure versetzt, Niederschläge gab, deren braune Farbe vollkommen den Nüancen glich, welche die Niederschläge besitzen, welche reine Ilmensäure unter gleichen Umständen giebt.

Bemerkungen über die Atomgewichte von Tantal und Niobium, so wie über die Zusammensetzung einiger Verbindungen dieser Metalle in Vergleich zu der Zusammensetzung der entsprechenden Verbindungen des Ilmeniums.

Atomgewicht des Tantals.

Berzelius hat früher das Atomgewicht des Tantals zu 1148,365 angegeben. Neuerdings hat Berzelius die Versuche, aus denen diese Zahl hervorging, nach den neuen Atomgewichten von Chlor und Schwefel umgerechnet und als neues Atomgewicht des Tantals die Zahl 998,365 erhalten. Nimmt man in der Tantalsäure 2 At. Sauerstoff und 1 At. Tantal an, so erhält man aus dem alten Atomgewicht die Zahl 1531,15 und aus dem neuen Atomgewicht die Zahl 1331,15.

Mit dieser neuen Zahl stimmt jetzt auch die von mir gefundene Zusammensetzung des Tantalchlorids überein. Ich erhielt nämlich aus 100 Theilen Tantalchlorid, welches aus finnischem Tantalit dargestellt worden war, 40,00 Chlor und 69,36 gegläute Tantalsäure. Hiernach beträgt das Atomgewicht des Tantals, nach dem Chlor berechnet, 1329,84, und nach der Tantalsäure berechnet, 1337,29; im Mittel also 1333,565.

Weniger gut stimmt hiermit die Zahl, die man bei der Berechnung der Zusammensetzung des krystallisirten tantalsäuren Natrons erhält. Dieses Salz bestand nämlich im wasserfreien Zustande aus:

	a.	b.	Mittel.
Tantalsäure	80,115	80,28	80,198
Natron	19,885	19,72	19,802
	<hr style="width: 50%; margin: 0 auto;"/>	<hr style="width: 50%; margin: 0 auto;"/>	<hr style="width: 50%; margin: 0 auto;"/>
	100,000	100,00	100,000.

Das hiernach berechnete Atomgewicht des Tantals beträgt 1378,45. Diese höhere Zahl kommt vielleicht daher, dass es sehr schwierig ist, der Tantalsäure die letzten Spuren Alkali oder Schwefelsäure zu entziehen, wodurch bei Zerlegungen ihrer Verbindungen das Gewicht der Tantalsäure gewöhnlich etwas zu hoch ausfällt.

Ich werde nachstehenden Berechnungen das aus der neuen Zahl von Berzelius berechnete Atomgewicht des Tantals zu Grunde legen.

Chlortantal.

Darstellung wie Chlorilmenium.

Gelbliche Prismen.

100 Theile bestanden aus:

Tantal	60,00
Chlor	40,00
	<u>100,00.</u>

Also aus:

		Berechnet.
Ta =	1331,15	60,02
2 Cl =	886,56	39,98
	<u>Ta Cl₂ = 2217,71</u>	<u>100,00.</u>

Krystallisirtes tantalsaures Natron.

Darstellung wie krystallisirtes ilmensaures Natron.

Seidenglänzende schuppige und blätterige Krystalle.

Das trockne Salz bestand aus:

Tantalsäure	80,198
Natron	19,802
	<u>100,000.</u>

Mithin aus:

		Berechnet.
Ta =	1531,15	79,72
Na =	389,73	20,28
	<u>Na Ta = 1920,88</u>	<u>100,00.</u>

Das wasserhaltige Salz bestand aus:

		Berechnet.	Gefunden.
Na Ta =	1920,88	77,35	77,49
5 H =	562,50	22,65	22,51
	<u>Na Ta + 5 H = 2483,38</u>	<u>100,00</u>	<u>100,00.</u>

Atomgewicht des Niobiums.

Zu nachstehenden Versuchen wurde Niobsäure aus Aeschynit verwendet. Dieselbe gab nach dem Zusammenschmelzen mit saurem schwefelsaurem Natron mit wenig Wasser eine ganz klare Lösung. Sie konnte also keine Spur Tantalsäure oder Ilmensäure enthalten. Dagegen bin ich, wegen der noch zu wenig bekannten Eigenschaften der Pelopsäure, nicht ganz sicher, ob dieser Niobsäure nicht vielleicht geringe Mengen Pelopsäure beigemischt waren. Ich habe daher die Untersuchungen über das Atomgewicht des Niobiums nicht bis zu der erforderlichen Schärfe der Uebereinstimmung getrieben, zumal da auch H. Rose Mittheilungen

über diesen Gegenstand in Aussicht gestellt hat. Ich gebe diese annähernden Versuche nur der Charakteristik des Ilmeniums wegen.

100 Chlorniobium, durch Wasser und doppelt-kohlensaures Natron zerlegt, gaben 41,67 Theile Chlor.

100 trocknes niobsaures Natron gaben 21,04 Natron.

Hiernach beträgt das Atomgewicht des Niobiums nach dem Chlor 1241,01, und nach dem Natron 1262,06. Im Mittel also 1251,53.

Chlorniobium.

Darstellung wie Chlorilmenium.

Theils schwammige Massen, theils federförmig gruppirte Prismen.

100 Theile bestanden aus:

Niobium	58,33
Chlor	41,67
	100,00.

Mithin aus:

		Berechnet.
Nb =	1251,53	58,54
2 Cl =	886,56	41,46
	Nb Cl ₂ = 2138,09	100,00.

Krystallisirtes niobsaures Natron.

Darstellung wie krystallisirtes ilmensaures Natron.

Die äussere Beschaffenheit des krystallisirten niobsauren Natrons hat die grösste Aehnlichkeit mit dem krystallisirten ilmensauren Natron. Wie dieses besteht es aus schuppigen und blättrigen Krystallen mit geringem Glasglanz.

Das wasserfreie Salz bestand aus:

Niobsäure	78,96
Natron	21,04
	100,00.

Mithin aus:

Nb =	1451,53	78,84
Na =	389,73	21,16
	Na Nb = 1841,26	100,00.

Das wasserhaltige Salz bestand aus:

Niobsaurem Natron	70,32
Wasser	29,68
	100,00.

Also aus:

	Berechnet.
$\text{Na}\ddot{\text{N}}\text{b} = 1841,26$	70,05
$7 \ddot{\text{H}} = 787,50$	29,95
$\text{Na}\ddot{\text{N}}\text{b} + 7 \ddot{\text{H}} = 2628,76$	100,00.

*Vergleichende Uebersicht der Atomgewichte von Tantal,
Niobium und Ilmenium.*

Ta =	1331,15
Nb =	1251,53
Il =	786,59.

*Zusammensetzung der Chloride von Tantal, Niobium und
Ilmenium.*

TaCl_2 .	NbCl_2 .	IlCl_2 .
Tantal 60,0	Niobium 58,33	Ilmenium 47,00
Chlor 40,0	Chlor 41,67	Chlor 53,00
100,0	100,00	100,00.

*Zusammensetzung der krystallisirten Verbindungen von Tantal-
säure, Niobsäure und Ilmensäure mit Natron im trocknen
Zustande.*

$\text{Na}\ddot{\text{T}}\text{a}$.	$\text{Na}\ddot{\text{N}}\text{b}$.	$\text{Na}\ddot{\text{I}}\text{l}$.
Tantalsäure 80,198	Niobsäure 78,96	Ilmensäure 71,607
Natron 19,802	Natron 21,04	Natron 28,393
100,000	100,00	100,000.

Dieselben im gewässerten Zustande.

$\text{Na}\ddot{\text{T}}\text{a} + 5 \ddot{\text{H}}$.	$\text{Na}\ddot{\text{N}}\text{b} + 7 \ddot{\text{H}}$.	$\text{Na}\ddot{\text{I}}\text{l} + 5 \ddot{\text{H}}$.
Tantalsaures Natron 77,49	Niobs. Natron 70,32	Ilmens. Natron 71,04
Wasser 22,51	Wasser 29,68	Wasser 28,96
100,00	100,00	100,00.
