

XIV. *Ueber das specifische Gewicht der Tantalsäure; von Heinrich Rose.*

1) Tantalsäure aus den Tantaliten von Finnland.

Die Tantalsäure weicht in ihrem Verhalten bei erhöhten Temperaturen, hinsichtlich des specifischen Gewichts, wesentlich von der Pelopsäure, noch mehr aber von der Niobsäure ab.

Werden letztere Säuren aus den Chloriden bereitet, so erhält man beide Säuren vom amorphen Zustand, wenn man die Chloride unmittelbar nach ihrer Bereitung plötzlich mit Wasser übergießt. Sie haben dann ein höheres spec. Gewicht als die Säuren, die man auf die Weise dargestellt hat, daß man die Chloride längere Zeit der Einwirkung der atmosphärischen Luft, oder vielmehr der Feuchtigkeit derselben bei der gewöhnlichen Temperatur ausgesetzt hat, wodurch allmählig Chlorwasserstoffgas aus ihnen entwickelt wird, und die Säuren nach der Behandlung mit Wasser im krystallinischen Zustande zurückbleiben.

Bereitet man die Tantalsäure aus dem Tantalchlorid durch Einwirkung des Wassers auf dasselbe, so bekommt man auch eine vollkommen amorphe Säure von glasartiger Structur, wenn man das Chlorid unmittelbar nach der Bereitung mit Wasser behandelt, und eine krystallinische Tantalsäure, wenn das Chlorid lange dem Einfluß der feuchten atmosphärischen Luft ausgesetzt gewesen ist, aber beide Säuren, die amorphe und die krystallinische Säure haben fast das nämliche specifische Gewicht. Beide zeigen, wie das auch unter gleichen Umständen bei der Niobsäure und der Pelopsäure der Fall ist, eine Lichterscheinung, wenn sie über der Spirituslampe geglüht werden. Nach Erscheinung derselben hatten 2,723 Grm. der amorphen Säure das spec. Gewicht von 7,280 (*a*) und 2,502 Grm. der krystallinischen das spec. Gewicht von 7,284 (*b*).

Wird die Tantalsäure längere Zeit einer erhöhten Temperatur ausgesetzt, so nimmt die Dichtigkeit derselben bedeutend zu. Es ist mir aber nicht geglückt, diese Säure bei irgend einer Temperatur von einem bestimmten spec. Gewicht zu erhalten. Ich habe gezeigt, daß die Pelopsäure eine bestimmte Dichtigkeit hat, wenn sie dem Feuer des Porcellanofens ausgesetzt gewesen ist, und daß die Niobsäure von zwei bestimmten Dichtigkeiten erhalten werden kann, von denen die eine hervorgebracht wird, sowohl wenn die Säure im Feuer des Porcellanofens gewesen ist, als auch wenn sie aus dem Chlorid durch den allmähigen Einfluß der atmosphärischen Luft erzeugt wird, in welchen beiden Fällen sie von krystallinischer Structur ist. Der andere Zustand der bestimmten Dichtigkeit bei der Niobsäure ist der amorphe Zustand, in welchem die Säure versetzt wird, wenn man das Niobchlorid plötzlich unmittelbar nach seiner Bereitung mit Wasser zersetzt.

Frühere Bestimmungen des spec. Gewichts, bei denen die mikroskopische Besichtigung der untersuchten Säure versäumt worden war, waren folgende:

2,907 Grm. Tantalsäure, aus dem Chloride dargestellt, und über der Spirituslampe nur bis zur Erscheinung der Lichterscheinung geglüht, hatten das spec. Gewicht von 7,125 bei 20° C. (*c*).

1,792 Grm. der Säure, auf dieselbe Weise zu einer andern Zeit bereitet, zeigten das spec. Gewicht 7,529 bei 25° C. (*d*).

Eine neue Menge von Tantalsäure aus dem Chloride wurde zu einer Reihe von Versuchen angewandt.

7,049 Grm., über der Spirituslampe nur bis zur Erscheinung des Lichtphänomens geglüht, hatten das spec. Gewicht von 7,028 (*e*).

7,025 Grm. von derselben Säure zeigten das spec. Gewicht 7,039 (*f*).

Letztere Säuren (*e* und *f*) wurden einem heftigen sechsstündigen Kohlenfeuer in einem gut ziehenden Windofen ausgesetzt. Sie waren dadurch nicht im mindesten zusammen-

gesintert; aber das spec. Gewicht der Säuren hatte sich dadurch bedeutend vermehrt. 7,019 Grm. hatten eine Dichtigkeit von 7,851 (*g*).

Dieselbe Säure wurde sodann in die höchste Temperatur des Porcellanofens gebracht. Sie erlitt dadurch keine Zusammensinterung, aber die Dichtigkeit hatte sich vermindert; 6,102 Grm. zeigten nämlich das spec. Gewicht von 7,783 (*h*).

Um den Einfluss der nach und nach erhöhten Temperatur auf die Dichtigkeit der Tantalsäure näher kennen zu lernen, wurde eine ähnliche, aber ausgedehntere Reihe von Versuchen angestellt.

Es wurde eine neue Menge von Tantalsäure aus dem Tantalit von Tamela in Finnland bereitet, aus dieser das Chlorid, und aus letzterem von Neuem die Säure durch plötzliche Behandlung mit Wasser dargestellt. Sie wurde nur bis zur Erzeugung der Lichterscheinung geglüht. 12,482 Grm. der Säure hatten das spec. Gewicht von 7,109 (*i*).

Diese Säure wurde einem nicht starken einstündigen Kohlenfeuer ausgesetzt. Unter dem Mikroskope erschien sie nach diesem Glühen noch ganz unkrystallinisch; das spec. Gewicht hatte sich etwas erhöht. 11,829 Grm. zeigten die Dichtigkeit von 7,274 (*k*).

Die Tantalsäure wurde darauf einem Kohlenfeuer von drei und einer halben Stunde unterworfen. Auch durch diese Temperaturerhöhung hatte sich der unkrystallinische Zustand nicht verändert, aber die Dichtigkeit hatte zugenommen. 11,418 Grm. hatten das spec. Gewicht von 7,383 (*l*).

Dieselbe Säure wurde ferner einem fünfstündigen Kohlenfeuer ausgesetzt. Bei der Besichtigung mit dem Mikroskope zeigten sich in ihr Gruppen von Krystallen. Die Dichtigkeit hatte sich wiederum vermehrt. 10,262 Grm. davon zeigten das spec. Gewicht von 7,529 (*m*).

Durch ein erneutes Kohlenfeuer, das sechs Stunden dauerte, wurde die Dichtigkeit der Säure nur wenig verändert. 9,510 Grm. hatten die Dichtigkeit von 7,536 (*n*).

Die Säure *n* wurde darauf einem sehr starken Kohlenfeuer, das eilf Stunden hinter einander fortgesetzt wurde, ausgesetzt. Bei der mikroskopischen Besichtigung zeigte sich jetzt die Säure aus lauter complicirten Krystallgruppen bestehend. Die Dichtigkeit der Säure hatte bedeutend zugenommen. 8,906 Grm. zeigten das spec. Gewicht von 7,914 (*o*).

Die Säure *o* unterwarf ich nun dem stärksten Kohlenfeuer, das in dem Windofen, in welchem auch die früheren Glühungen geschahen, hervorgebracht werden konnte. Es wurde funfzehn Stunden hinter einander fortgesetzt. Bei der Besichtigung mit dem Mikroskope zeigte die Säure dieselben complicirten Krystallgruppen wie die Säure *o*. 8,580 Grm. der Säure zeigten das specifische Gewicht von 7,9944 (*p*).

Diefs ist die größte Dichtigkeit, welche der Säure *i* durch nach und nach erhöhte Temperaturen ertheilt werden konnte. Denn als die Säure *p* dem Feuer des Porcellanofens ausgesetzt worden war, hatte sie eine bei weitem mindere Dichtigkeit erhalten. 8,064 Grm. derselben zeigten das spec. Gewicht von 7,6508 (*q*). Diese Dichtigkeit wurde durch eine neue Bestimmung bestätigt. 7,934 Grm. der Säure hatten die Dichtigkeit 7,652 (*r*). — Unter dem Mikroskope zeigte merkwürdigerweise diese der heftigsten Temperatur ausgesetzt gewesene Säure keine deutlichen Krystalle. Aber auch die Dichtigkeit dieser Säure ist so bedeutend verschieden von der der Säure *h*, welche ebenfalls aus dem Chloride dargestellt und dem Feuer des Porcellanofens unterworfen worden war, dafs aus dieser Verschiedenheit unzweideutig hervorgeht, dafs durch die hohe und lange anhaltende Temperatur des Porcellanofens die Tantalsäure nicht zu einer bestimmten Dichtigkeit gebracht werden kann.

Um diels mit noch größerer Bestimmtheit zu erfahren, wurde die Säure, welche der Hitze des Porcellanofens unterworfen worden war, mit zweifach schwefelsaurem Kali geschmolzen. Es blieb beim Schmelzen ein Theil dieser Säure

Säure hartnäckig ungelöst, offenbar weil sie durch die hohe Temperatur zu einem etwas grobkörnigen Pulver zusammengesintert war. Als die geschmolzene Masse daher mit Wasser behandelt wurde, blieb neben der schwefelsauren Tantalsäure noch ein gröbliches sandartiges Pulver ungelöst, das auf der Agatplatte fein gerieben und von Neuem mit zweifach-schwefelsaurem Kali zusammengesmolzen wurde. Die aus der mit Wasser behandelten geschmolzenen Masse sich ausgeschiedene Tantalsäure wurde tüchtig mit Wasser und zuletzt mit Ammoniak so lange ausgesüßt, bis in dem Waschwasser durch Barytauflösungen keine Spur von Schwefelsäure mehr zu entdecken war.

Die erhaltene Säure war, unter dem Mikroskope besichtigt, krystallinisch. Es wurde von ihr nicht das spec. Gewicht bestimmt, sondern dieselbe gleich dem Feuer des Porcellanofens ausgesetzt. 6,589 Grm. derselben zeigten das unerwartet hohe spec. Gewicht von 8,257 (*s*). Die Säure bestand, unter dem Mikroskope besichtigt, aus lauter Krystallen.

2) Tantalsäure aus dem schwarzen Yttrotantal von Ytterby in Schweden.

Die Tantalsäure wurde aus dem Mineral durch Zersetzung desselben mit zweifach-schwefelsaurem Kali erhalten. Die schwefelsaure Tantalsäure war vollkommen gereinigt und auch von aller Schwefelsäure befreit worden.

3,238 Grm. dieser Säure zeigten das specifische Gewicht von 7,43.

Die Tantalsäure aus dem Yttrotantal hat also dieselbe Dichtigkeit, wie die Säure aus den Tantaliten, mit welcher sie auch alle chemische Eigenschaften theilt. Es ist dies deshalb von einiger Wichtigkeit, als Hermann das spec. Gewicht der Säure aus dem schwedischen Yttrotantal nur zu 4,05 angiebt ¹⁾, obgleich doch die chemischen Eigenschaften, die er von dieser Säure angiebt, zur Tantalsäure passen. Es ist wahrscheinlich nur die kleine Menge der

1) Journ. für pract. Chemie, Bd. 38, S 101.

Poggendorff's Annal. Bd. LXXIV.

Säure, die ihm zur Verfügung stand, die Veranlassung zu diesem Irrthum.

Die großen Schwankungen, die hinsichtlich der Dichtigkeit bei den Säuren des Niobs, des Pelops und des Tantals stattfinden, und die den verschiedenen Temperaturen zuzuschreiben sind, denen diese Säuren ausgesetzt worden, sind sehr beachtenswerth. Ich glaube kaum, daß bei andern Substanzen, wenn sie verschiedenen Hitzgraden ausgesetzt werden, so starke Verschiedenheiten im spec. Gewicht gefunden werden, wie bei diesen. Mir wenigstens sind solche bei den Untersuchungen über die Dichtigkeit anderer Körper nicht vorgekommen.

Kleine Irrthümer im spec. Gewicht bei so schweren Substanzen, wie es namentlich die Tantalsäure ist, mögen, wenn bald ein gröbliches sandartiges Pulver, aus Krystallen bestehend, bald ein feineres zur Bestimmung der Dichtigkeit angewandt wird, aus ähnlichen Ursachen entstehen, wie sie mein Bruder beim Golde nachgewiesen hat ¹⁾. Es sind jedoch die Schwankungen in den verschiedenen Dichtigkeiten, die aus diesen Ursachen entstehen mögen, so gering, daß sie bei den von mir beobachteten starken Verschiedenheiten gar nicht in Betrachtung kommen können.

Aber ungeachtet dieser bedeutenden Verschiedenheiten in der Dichtigkeit können doch die drei Säuren des Niobs, des Pelops und des Tantals durch das spec. Gewicht von einander unterschieden werden. Denn die Schwankungen in dem spec. Gewicht jeder dieser Säuren erstrecken sich nur innerhalb gewisser Gränzen, und keine dieser Gränzen berührt die andere. Denn die leichteste Niobsäure, die ich dargestellt hatte, zeigte das spec. Gewicht 4,5614, die schwerste 5,262; die leichteste Pelopsäure hat die Dichtigkeit von 5,495, die schwerste von 6,725; die leichteste Tantalsäure hat das spec. Gewicht von 7,022, die schwerste von 8,264, so daß der Unterschied zwischen der leichte-

1) Poggenдорff's Annalen, Bd. 73, S. 1.

sten und schwersten Pelopsäure fast ganz gleich ist dem zwischen der leichtesten und schwersten Tantalsäure, während der Unterschied zwischen der leichtesten und schwersten Niobsäure ein weit geringerer ist.

Ich muß hier noch bemerken, daß nach Ekeberg das spec. Gewicht der Tantalsäure nur 6,5 ¹⁾, nach Hermann 6,78 ist. Bei meinen vielen Wägungen der Tantalsäure habe ich dieselbe nicht von so geringer Dichtigkeit erhalten.

XV. *Ueber die chemische Zusammensetzung des Magnetkieses; von Gustav Rose.*

Ueber die chemische Zusammensetzung des Magnetkieses sind nach und nach sehr verschiedene Meinungen aufgestellt, und es hat sich bis jetzt keine noch so geltend gemacht, daß sie allgemein angenommen worden wäre. Die älteren Analysen von Proust und Hatchett stimmten mit der Analyse des künstlich dargestellten Einfach-Schwefeleisens von Berzelius ziemlich überein, daher man annahm, daß der Magnetkies dieselbe Zusammensetzung wie dieses habe, und wie die Analyse von Berzelius ergeben hatte aus 63 Proc. Eisen und 37 Schwefel bestände, bis Stromeyer zeigte ²⁾, daß dies nicht der Fall seyn könne, da sämmtlicher Magnetkies beim Auflösen in Salzsäure einen Rückstand von Schwefel hinterlasse. Dasselbe, meinte Stromeyer, sey aber auch bei dem künstlichen Schwefeleisen im Minimo der Fall, das indessen auch stets mehr Schwefel enthielte, als Berzelius angenommen, nämlich 40,15 Schwefel auf 59,85 Eisen; wie man dasselbe auch dargestellt haben mag, sey es durch Destillation von Eisenkies, oder von Eisenoxyd mit überschüssigem Schwefel.

1) Gmelin's Chemie, Bd. III, S. 445.

2) Gilbert's Annalen der Physik von 1814, Bd. 48, S. 183 etc.