

so muß wenigstens der Wassergehalt des durch Säuren zersetzten Theiles bestimmt werden. Glüht man die Verbindung beim Zutritt der Luft, so entweicht das Wasser, zugleich verbrennt aber auch die kohlige Substanz, deren Menge man durch Glühen des durch Säuren nicht zersetzten Antheils der Verbindung kennt.

XLV. Tantal.

Bestimmung der Tantalsäure. — Die Verbindungen der Tantalsäure, welche in der Natur vorkommen, widerstehen der Einwirkung der Chlorwasserstoffsäure, und lassen sich nur durch Glühen mit kohlen-saurem Alkali oder mit Kalihydrat zerlegen. Es bildet sich hierbei tantalsaures Alkali, dessen ganze Menge aber nicht bei Behandlung mit Wasser ungelöst zurückbleibt, sondern auflöslich ist, wenn durch Wasser der Ueberschufs von Alkali hinweg genommen wird. Sättigt man nun die Auflöser des tantalsuren Alkali's mit Chlorwasserstoffsäure, um die Tantalsäure zu fällen, oder behandelt man gleich die mit Alkali geglühte Masse mit Wasser und Chlorwasserstoffsäure, so ist es sehr schwer, die ganze Menge der Tantalsäure mit einem Male zu erhalten; man hat dann häufig Antheile derselben noch von andern Bestandtheilen zu trennen, was beschwerlich ist und das Resultat der Analyse unsicher macht.

Berzelius hat deshalb (*Afhandlingar etc.*, T. IV. pag. 198.) vorgeschlagen, die Verbindungen der Tantalsäure durch zweifach schwefelsaures Kali zu zerlegen, wodurch man weit sicherere Resultate erhält. Es wird zu dem Endzweck die tantalsäurehaltige Verbindung gepulvert und fein geschlämmt. Wenn dann das Pulver getrocknet ist, mengt man eine gewogene Quantität davon mit dem Sechs- bis Achtfachen ihres Gewichts an zweifach schwefelsaurem Kali in einem großen Platintiegel zusammen, und erhitzt das Gemenge durch die Flamme einer

Spirituslampe mit doppeltem Luftzuge so stark, daß es glüht und schmilzt. Sobald Alles wie eine klare Auflösung fließt, und sich kein unaufgelöstes Pulver am Boden des Tiegels mehr zeigt, läßt man den Tiegel erkalten. Hierauf kocht man die geschmolzene Masse mit vielem Wasser so lange aus, als noch etwas davon aufgelöst wird. Es bleibt dann die ganze Menge der Tantsäure, die sich im geschmolzenen zweifach schwefelsauren Kali aufgelöst hatte, vollkommen ungelöst zurück, während die Basen, welche in der Verbindung enthalten waren, durch die freie Schwefelsäure aufgelöst werden; man filtrirt die Auflösung derselben von der Tantsäure ab.

Trennung der Tantsäure von Metalloxyden und Erden. — Auf diese Weise, vermittelt zweifach schwefelsauren Kali's, wird die Tantsäure von fast allen Stoffen, mit welchen sie verbunden sein kann, getrennt. Die so abgeschiedene Tantsäure ist indessen oft, nach Berzelius, nicht rein, sondern enthält noch sehr kleine Quantitäten von andern Stoffen, von welchen sie durch Schmelzen mit zweifach schwefelsaurem Kali nicht getrennt werden kann. Diese geringen Mengen von fremdartigen Stoffen bestehen vorzüglich aus Zinnoxid, aus Eisenoxyd, und oft auch aus Wolframsäure, und müssen quantitativ bestimmt werden.

Wenn daher die ungelöste Tantsäure vollkommen ausgüßt worden ist, digerirt man sie mit Schwefelwasserstoff-Ammoniak, welches die Wolframsäure und das Zinnoxid auflöst; das Eisenoxyd verwandelt sich dadurch in Schwefeleisen und bleibt neben der Tantsäure, die gar nicht dadurch angegriffen wird, ungelöst zurück. Die Digestion geschieht am besten auf folgende Weise: Man stellt den Trichter, worauf die unreine Tantsäure filtrirt worden ist, in eine Flasche, und schmiert die Fugen ringsum mit Talg zu, so daß die Flasche luftdicht durch den Trichter verschlossen ist. Hierauf übergießt man die Tantsäure mit Schwefelwasserstoff-Ammoniak, wel-

ches nun nicht abfließen kann und sehr lange mit der Tantalssäure in Berührung bleibt. Wenn man glaubt, daß das Zinnoxid und die Wolframsäure vollständig in Schwefelmetalle verwandelt und aufgelöst worden sind, läßt man die Flüssigkeit ablaufen. Die mit Schwefeleisen verunreinigte Tantalssäure süßt man dann mit Wasser aus, zu welchem man etwas Schwefelwasserstoff-Ammoniak gesetzt hat. Hierauf übergießt man die Tantalssäure auf dem Trichter mit Chlorwasserstoffsäure, und läßt sie kurze Zeit auf dieselbe Weise damit digeriren, wie vorhin mit dem Schwefelwasserstoff-Ammoniak. Wenn das Schwefeleisen sich aufgelöst hat, läßt man die Auflösung ablaufen; es wird dann die Tantalssäure mit kochendem Wasser ausgesüßt, getrocknet, geglüht und gewogen. Der Genauigkeit wegen ist es gut, die Tantalssäure nach der Gewichtsbestimmung durch's Löthrohr auf Zinnoxid und Wolframsäure zu untersuchen.

Die Auflösung im Schwefelwasserstoff-Ammoniak pflegt Berzelius mit Salpetersäure zu fällen, und den Niederschlag mit Königswasser zu behandeln; die ungelöste Wolframsäure wird dann abfiltrirt und mit etwas sauer gemachtem Wasser ausgesüßt. Aus der Auflösung in Königswasser wird das Zinnoxid durch Ammoniak gefällt. Die chlorwasserstoffsäure Auflösung des Eisens wird mit der Flüssigkeit vermischt, welche von der unreinen Tantalssäure abfiltrirt worden ist; es enthält diese dann Eisen und etwas Zinn, welche am besten durch Schwefelwasserstoffgas getrennt werden.

Dies ist der Gang der Analyse, wenn die Tantalssäure nur mit geringen Mengen von Basen verbunden ist, wie in den Tantaliten; er wird ein anderer, wenn größere Mengen von Basen zugegen sind, wie in den Yttrotantaliten. Man schmilzt dann gleichfalls die Verbindung mit zweifach schwefelsaurem Kali, und behandelt die geschmolzene Masse mit einer hinreichenden Menge von kochendem Wasser. Wenn dies geschehen ist, gießt man

die Flüssigkeit von dem gebliebenen Rückstand ab, und läßt diesen noch längere Zeit hindurch mit concentrirter Chlorwasserstoffsäure digeriren. Hierauf filtrirt man das Ungelöste ab, und stüßt es aus. Die chlorwasserstoffsäure Auflösung wird mit der andern Flüssigkeit vermischt. Das Ungelöste läßt man nun mit Schwefelwasserstoff-Ammoniak, und darauf mit Chlorwasserstoffsäure auf die Weise digeriren, wie es oben angegeben worden ist. Was nach dieser Behandlung ungelöst zurückbleibt, ist Tantalsäure. — Aus der sauren Flüssigkeit wird durch Schwefelwasserstoffgas das Zinnoxid und die Wolframsäure gefällt; die erhaltenen Schwefelmetalle mengt man mit denen, die aus der Auflösung in Schwefelwasserstoff-Ammoniak durch eine Säure gefällt werden. In der von den Schwefelmetallen abfiltrirten Flüssigkeit wird durch Zusatz von etwas Salpetersäure und durch Erwärmung, oder durch Chlorgas das Eisenoxydul zu Eisenoxyd oxydirt; hierauf fällt man durch Ammoniak Eisenoxyd, Yttererde und Uranoxyd, wenn diese vorhanden sind. Der erhaltene Niederschlag wird schnell filtrirt, und aus der abfiltrirten Flüssigkeit durch oxalsaures Ammoniak die Kalkerde gefällt. Die Fällung aus Eisenoxyd, Yttererde und Uranoxyd wird wieder in Salpetersäure aufgelöst. Bei dieser Auflösung erhält man manchmal noch eine geringe Spur von Tantalsäure, deren Menge dann noch bestimmt wird. Die Fällung des Eisenoxyds aus der Auflösung geschieht durch kohlsaures Ammoniak; Yttererde und Uranoxyd hingegen sind schwerer von einander zu trennen.

Trennung der Tantalsäure von der Kieselsäure. — Sollte Tantalsäure von Kieselsäure getrennt werden, so könnte dies auf die Weise geschehen, daß man das Gemenge von beiden nach dem Glühen in einem Platingefäß mit Fluorwasserstoffsäure behandelt. Die Kieselsäure wird dadurch aufgelöst; gegläute Tantalsäure löst sich nicht darin auf. Sie nimmt zwar, nach Berzelius (Poggendorff's Annalen, Bd. IV. S. 6.), Fluorwas-

serstoffsäure auf, doch giebt sie diese beim Glühen wieder von sich.

XLVI. Kohle.

Bestimmung der Kohle. — Die quantitative Bestimmung der Kohle kann auf mehrfache Weise geschehen; es richtet sich dies nach dem Zustande, in welchem sie sich in einer Substanz befindet. Wenn die Kohle nur mechanisch mit andern Substanzen verbunden, oder in einem leicht verbrennbaren Zustande darin enthalten ist, so hat man manchmal nur nöthig, die Substanz beim Zutritt der Luft zu glühen, wodurch die Kohle verbrennt. Die Menge derselben wird auf diese Weise durch den Verlust bestimmt; doch darf dies nur dann geschehen, wenn keine andere flüchtige Substanzen zugleich vorhanden sind. Wenn dies aber der Fall ist, so kann die Menge der Kohle nicht durch den Glühverlust bestimmt werden. Man hat versucht, solche Substanzen in einer kleinen Retorte beim Ausschluss der Luft zu erhitzen, um die flüchtigen Bestandtheile zu verjagen; es wurde dann die Menge derselben durch den Gewichtsverlust bestimmt. Hierauf glühte man die Substanz beim Zutritt der Luft, um auch die Kohle zu verbrennen, und durch den zweiten Gewichtsverlust die Menge derselben zu finden. Diese Methode giebt jedoch Resultate, die nicht genau sind, und sich in vielen Fällen nicht einmal der Wahrheit nähern, weil sehr oft die flüchtigen Bestandtheile mit der Kohle flüchtige Verbindungen bilden.

Um die Menge der Kohle in einer Substanz, zumal wenn noch flüchtige Stoffe zugegen sind, zu bestimmen, verfährt man gewöhnlich auf die Weise, dass man die Kohle zu Kohlensäure oxydirt, und diese entweder dem Volum nach bestimmt, oder sie auch durch eine Kalilösung, oder durch Kalkwasser oder Barytwasser leitet, um aus dem Gewichte der kohlen-sauren Erden die Menge