

# 171. Otto Ruff und Fritz Thomas: Die Reduktion des Tantalpentachlorids<sup>1)</sup>.

[Aus d. Anorgan.-chem. Institut d. Techn. Hochschule Breslau.]

(Eingegangen am 8. April 1922.)

Bei der Reduktion von Tantalpentachlorid (ca. 3 g-Mol) mit Aluminium (1—3 g-Atome) entsteht in Gegenwart von Aluminiumchlorid<sup>2)</sup> bei 300° ein Reduktionsprodukt von dunkelgrünem bis schwarzem Aussehen, das im wesentlichen aus einem Gemisch verschiedener Tantalchloride besteht. Ein größerer Überschuß an Aluminium bleibt unverbraucht, selbst dann, wenn gelegentlich auch metallisches Tantal gebildet wird. Die Temperatur von 300° ist dadurch gegeben, daß die Widerstandsfähigkeit der für die Versuche nötigen Schießrohre kein höheres Erhitzen zuläßt.

Das dunkelgrüne Chlorid-Gemisch gibt beim Erhitzen sein Aluminiumchlorid und Tantalpentachlorid ab, letzteres derart, daß die Zusammensetzung des Rückstandes durch die Wahl von Temperatur und Druck bestimmt wird. Ein Gemisch der ungefähren Zusammensetzung des Tantaltetrachlorids erhält man bei 250° unter 2—3 mm Druck; vorher destilliert gegen 200° das Aluminiumchlorid weg. Gegen 350—400° hat der Rückstand etwa die Zusammensetzung eines Trichlorids. Bei stärkerem Erhitzen wird aber auch dieses zersetzt; erneut geht Pentachlorid weg, und es hinterbleibt gegen 500° ein der Zusammensetzung nach zwischen einem Tri- und Dichlorid liegendes Gemisch, dessen Farbe gegenüber derjenigen der chlor-reicheren Produkte nur etwas dunkler erscheint. Ein Tantalchlorid ähnlich niedriger Wertigkeitsstufe ist bis jetzt nur von Chabrié und von Chapin bei der Reduktion von Tantalpentachlorid und -pentabromid mit Natrium-amalgam erhalten worden. Chapin hat ihm die Formel  $(Ta_6 Cl_{12}) Cl_2 + 7 H_2 O$  gegeben<sup>3)</sup>.

Die von uns erhaltenen Tantalchlorid-Gemische sind in trockenem Zustande ziemlich luftbeständige Stoffe. In Wasser löst sich das in ihnen enthaltene Trichlorid mit intensiv grüner Farbe; das Pentachlorid geht unter Abspaltung von Salzsäure in unlösliche Tantalsäure über, das Dichlorid bleibt — event. mit der aus dem Pentachlorid entstandenen Säure — ungelöst als schwarz-

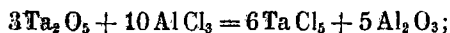
<sup>1)</sup> Die Arbeit ist noch nicht abgeschlossen. Sie wird mit diesem Vorbehalt trotzdem veröffentlicht, weil der eine von uns durch eine längere Krankheit an der Weiterarbeit verhindert ist.

<sup>2)</sup> Z. a. Ch. 117, 191 [1921].

<sup>3)</sup> C. r. 144, 804 [1907]. — Am. Soc. 32, 323 [1910].

grüner Rückstand. Die grünen Trichlorid-Lösungen oxydieren sich an der Luft langsam; die Oxydation wird durch die Gegenwart freier Säure hintangehalten. Die bei der Oxydation entstehende Tantalsäure bleibt in den »neutralen« Lösungen zunächst kolloidal gelöst, wird aber durch Salzsäure ausgeflockt. Natronlauge löst Tri- und Dichlorid in der Kälte und bei genügender Verdünnung zunächst ohne Wasserstoff-Entwicklung und ohne Änderung der Wertigkeitsstufe. Die alkalischen Lösungen oxydieren sich aber außerordentlich schnell an der Luft und entwickeln beim Erwärmen Wasserstoff — die Dichlorid-Lösungen schneller als die Trichlorid-Lösungen. Dabei entsteht ein braunes Tantaloxyd als Zwischenprodukt auf dem Weg zur Tantalsäure. Die Bildung dieses braunen Zwischenoxydes beobachtet man bei rasch verlaufenden Oxydationen auch in saurem Medium, wie z. B. mit Wasserstoffperoxyd oder Salpetersäure. Oxydiert man die alkalischen Lösungen mit Wasserstoffsuperoxyd, so erhält man eine braune, jedenfalls Pertantalat enthaltene Lösung, welche beim Aufkochen unter Entwicklung von Sauerstoff farblos wird.

Das für die Arbeit nötige Tantalpentachlorid haben wir nach dem von Ruff und Schiller<sup>1)</sup> angegebenen Verfahren aus Tantalpentoxyd dargestellt. Es läßt sich auch durch Erhitzen von Tantalpentoxyd mit Aluminiumchlorid gewinnen, entsprechend der Gleichung:



das letztere Verfahren bedarf aber noch der weiteren Durcharbeitung.

#### Arbeitsverfahren.

Die Reduktion des Tantalpentachlorids wurde in der früher beschriebenen Weise in Filtrier-Schießröhren durchgeführt<sup>2)</sup> Als Reduktionsmittel wurde nicht Aluminium-Grieß, sondern feinstes Aluminium-Pulver verwendet, weil dieses eine bessere Durchmischung mit dem Pentachlorid vor dem Erhitzen des Rohres gestattete. Das Tantalpentachlorid wurde zugleich mit dem Aluminiumpulver in den unteren Teil der Schießröhre gebracht, das Aluminiumchlorid in den oberen Teil. In den mittleren kam ein Asbestpfropfen. Das Rohr wurde evakuiert, an der Luftpumpe abgeschmolzen und das Aluminiumchlorid in den unteren Teil der Röhre sublimiert.

Von dem Aluminiumchlorid genügten schon geringe Mengen, um einen hinreichend schnellen Verlauf der Reaktion herbeizuführen; es wurde

<sup>1)</sup> Z. a. Ch. 72, 331.

<sup>2)</sup> Z. a. Ch. 117, 194.

vor der Verwendung durch Umsublimieren gereinigt und dabei mehrere Stunden im Vakuum gehalten, um die in dem Handelsprodukt immer vorhandene, jedenfalls gebundene Salzsäure möglichst zu entfernen. Andernfalls verwandelte diese während der Reduktion einen Teil des Aluminiums unter Wasserstoff-Bildung in Chlorid — ein Umstand, welcher sich um so störender bemerkbar machte, je größer die Aluminiumchlorid-Mengen und je kleiner die Aluminium-Mengen des Reaktionsgemisches waren.

Im Laufe der Versuche erwies es sich als günstig, in den im unteren Teil etwa 20 ccm fassenden Röhren 6—8 g Tantalpentachlorid mit ungefähr 1 g Aluminiumchlorid und 0.17 g Aluminiumpulver anzusetzen und ca. 2—3 Stdn. im Aluminiumblock-Ofen auf etwa 300° zu erhitzen. Während des Erhitzens bildete sich eine fast schwarze Schmelze und darin ein grüner Bodenkörper. Die heterogene Beschaffenheit erschwerte zunächst die Gewinnung eines gleichmäßig zusammengesetzten Reaktionsproduktes; die Schwierigkeit ließ sich aber durch mehrfaches Schütteln der Rohre während des Erhitzens beheben. Das Absublimieren des gebildeten Aluminiumchlorids und des überschüssigen Tantalpentachlorids nach Beendigung der Reaktion läßt sich im geschlossenen Schießrohr wegen seines Gehaltes an mehr oder weniger Wasserstoff (aus der Salzsäure des Aluminiumchlorids) und der dadurch bedingten Unbestimmtheit des Druckes nur unvollkommen erreichen. Die Rohre wurden deshalb vor der Sublimation geöffnet, durch Abbrechen ihrer Spitze innerhalb eines Druckschlauches, welcher das Eindringen von Luft-Sauerstoff verhinderte und sie mit einer Vakuumpumpe verband, so daß die Sublimation unter jedem gewünschten Druck bewerkstelligt werden konnte.

#### Analytisches.

Die verschiedenen Tantalchloride enthielten Tantal, Aluminium, Chlor und Sauerstoff. Der letztere stammte zum Teil aus dem Aluminium, welches immer etwas Oxyd enthielt, zum Teil aus dem Glas, welches von Tantalpentachlorid um so stärker angegriffen wird, je höher die Temperatur ist, zum Teil auch von Feuchtigkeit, die das Tantalpentachlorid während der kurzen Zeit des Wägens und Umfüllens in die Schießrohre aufgenommen hatte. Der Sauerstoff war in der Hauptsache an Aluminium gebunden und wurde bei der Verwertung der Analysenzahlen entsprechend berücksichtigt; denn ein nur mit Aluminiumchlorid und wasserfreiem Tantalpentoxyd angesetzter Sonderversuch ergab, daß sich das Tantalpentoxyd mit Aluminiumchlorid glatt zu Tantalpentachlorid und Aluminiumoxyd umsetzt.

Die Analyse geschah wie folgt: Etwa 200–300 mg des Chlorids wurden in einem Wägeröhrchen abgewogen und in einem Bombenrohr wie bei der Chlor-Bestimmung nach Carius mit rauchender Salpetersäure und einem Überschuß von Silbernitrat angesetzt. Die Reaktion mit der Salpetersäure verlief in der Regel sehr stürmisch, mitunter sogar unter Feuererscheinung. Zum vollständigen Umsatz genügte 2–3-stündiges Erhitzen auf 250°. Der Rohrinhalt wurde mit Ammoniak ausgekocht, um das Chlorsilber in Lösung zu bringen und Tantsäure nebst Aluminiumoxyd abzuscheiden. Die Fällung des Chlorsilbers aus der ammoniakalischen Lösung geschah in der bekannten Weise. Das Tantalpentoxyd und Aluminiumoxyd wurden im Platintiegel mit Natrium- oder Kaliumbisulfat geschmolzen und durch Auslaugen der Schmelze mit heißem Wasser, Zugabe von Schwefeldioxyd-Lösung und längeres Kochen der Lösung getrennt; dabei fiel die Tantsäure rasch gut filtrierbar und quantitativ. Die Trennung ließ sich auch ohne Schwefeldioxyd erreichen, war aber erst nach stärkerem Verdünnen und mehrstündigem Kochen am Rückflußkühler vollständig (s. a. Meyer-Hausér: Die Analyse der seltenen Erden und Erdsäuren). In Lösung blieb das Aluminium, welches nach dem Abfiltrieren der Tantsäure in gewohnter Weise bestimmt wurde.

In einigen Fällen enthielten die Reduktionsprodukte auch noch metallisches Tantal; dasselbe blieb mit der Tantsäure und dem Aluminiumoxyd in dem in Ammoniak unlöslichen Rückstand vom Carius-Auflösung und färbte diesen grau. Um das Tantal von der Tantsäure und dem Aluminiumoxyd zu trennen, wurde der erwähnte Rückstand erst auf einem gewogenen Filter zur Wägung gebracht, dann von diesem soweit als möglich abgelöst und mit Atzkali in einer Stickstoff-Atmosphäre aufgeschlossen. Das Filter wurde zurückgewogen und die darauf verbleibende Substanzmenge in der üblichen Weise bei der Ausrechnung des Analysenergebnisses berücksichtigt. Die Schmelze wurde in heißem Wasser aufgenommen und nun wieder durch ein gewogenes Filter filtriert. Das Tantal blieb auf dem Filter zurück. Die Lösung wurde mit Schwefelsäure angesäuert und, wie oben beschrieben, weiter auf Tantsäure und Aluminiumoxyd verarbeitet.

Die Wertigkeitsstufen der Chloride wurden durch Oxydation ihrer wäßrigen Lösungen mit Kaliumpermanganat ermittelt. In einigen Fällen wurde aus den oxydierten Lösungen auch noch die Tantsäure abgeschieden und zur Wägung gebracht und damit das Verhältnis Oxydationswert zu Tantalmenge direkt bestimmt. Bei der Herstellung der Lösungen und ihrer Titration mit Permanganat wurde Luft-Sauerstoff nach Möglichkeit fern gehalten.

Leere Filtrier-Schießröhren wurden mittels eines langen Trichterrohres bis zur Einschnürung mit Wasser gefüllt; in die Einschnürung der Röhren wurde ein fester Baumwollpfropfen gepreßt und in den oberen, lufttrockenen, vorher mit Kohlensäure gefüllten Teil die Substanz geschüttet. Darauf wurden die Röhren evakuiert, abgeschmolzen und umgekehrt, so daß das Wasser die Substanz erreichte und diese mit prächtig grüner Farbe löste. Die Lösung ließ man danach wieder durch das Baumwollfilter in den unteren Teil zurückfließen, öffnete diesen unterhalb der Einschnürung und schüttete die Lösung in ein Becherglas aus, in welchem

sie in stark schwefelsaurer Lösung nach Zugabe von Manganosulfat rasch mit  $n/10$ -Kaliumpermanganat-Lösung über- und mit  $n/10$ -Oxalsäure zurücktitriert wurde. Der Endpunkt der Titration war nicht leicht zu erkennen, da die grüne Lösung bei der Oxydation einen hellbraunen, fein verteilten Niederschlag gibt, der die Flüssigkeit undurchsichtig macht. Die Ursache der Färbung dieses Niederschlags und ihr Einfluß auf das Analysenergebnis bleiben noch festzustellen. Das Ergebnis der Wertigkeitsbestimmungen dürfte sich bei der Nachprüfung aber kaum wesentlich ändern. Dies folgt aus der mehrfach festgestellten Übereinstimmung der titrimetrisch ermittelten Wertigkeit mit der auf Grund der Gewichtsanalyse errechneten.

Aus den mit Permanganat oxydierten Lösungen ließ sich die Tantalsäure durch Kochen mit Schwefligsäure-Lösung wesentlich schwerer in filtrierbarer Form abscheiden, als aus den oben erwähnten Bisulfat-Lösungen; auch trat dabei stets eine leichte Grünfärbung der Lösung ein, welche vermuten läßt, daß die hellbraune Tantalsäure etwas Tantalo-Ion enthält, welches infolge einer Komplexbildung mit schwefliger Säure aus seiner Verbindung mit der Tantalsäure gelöst wird. Eine befriedigende Abscheidung der Tantalsäure wurde erst nach längerem Kochen und Zugabe von einigen Tropfen Permanganat-Lösung erreicht.

Um über die Zusammensetzung eines bei  $250^{\circ}$  von überschüssigem Tantalpentachlorid befreiten Chlorids Aufschluß zu erhalten, wurde folgendermaßen verfahren: Etwa 600 mg Substanz wurden in einem Porzellanmörser zerrieben, eiskühles Wasser darauf gegossen und die Flüssigkeit durch einen Gooch-Tiegel filtriert. Danach wurde mit kaltem Wasser solange gewaschen, bis das Filtrat farblos ablief. Die grüne Lösung wurde nun mit Natronlauge und Wasserstoffsuperoxyd oxydiert, darauf bis zur vollkommenen Entfernung des Wasserstoffsuperoxyds gekocht, mit Salpetersäure angesäuert und mit Ammoniak von Aluminium- und Tantaloxyd befreit. Im Filtrat wurde das Chlor bestimmt. Um Tantalsäure vom Aluminiumoxyd zu trennen, wurde der Niederschlag mit heißer, ca. 10-proz. Schwefelsäure ausgewaschen; dabei ging das Aluminium in das Filtrat, das Tantal blieb auf dem Filter. — Der in Wasser unlösliche Teil wurde auf dem Gooch-Tiegel in Natronlauge und Wasserstoffsuperoxyd gelöst. Im Filtrat wurden wieder Tantal, Chlor und Aluminium in der eben beschriebenen Weise bestimmt.

#### I. Chloridgemisch, erhalten bei $250^{\circ}$

Verwandte Substanzmenge: 0.2260 g; gef.: 0.5403 g  $\text{AgCl}$ , 0.2049 g  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , 0.0206 g  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , entspr. 41.0 Cl, 51.53 Ta, 3.35 Al, 2.97 O, zusammen 98.85%.

Für  $\text{TaCl}_4$  Ber.: Ta:Cl = 56.2:43.8.

Gef.: Ta:Cl = 55.7:44.3.

Untersuchung des in Wasser löslichen und unlöslichen Teiles:

Verwandte Substanzmenge: 0.6295 g.

Gef. im wasserlöslichen Teil:

0.7625 g Ag Cl == 29.96 Cl,  
0.1850 g Ta<sub>2</sub> O<sub>5</sub> == 24.08 Ta,  
0.0305 g Al<sub>2</sub> O<sub>3</sub> == 2.57 Al,

Gef. im wasserunlöslichen Teil:

0.2525 g Ag Cl == 9.92 Cl,  
0.2470 g Ta<sub>2</sub> O<sub>5</sub> == 32.16 Ta,  
0.0028 g Al<sub>2</sub> O<sub>3</sub> == 0.24 Al,  
0.0013 g O == 0.21 O.

Zusammen bei beiden Fraktionen. 99.37 %.

Im wasserlöslichen Teil ist Aluminium als Aluminiumchlorid vorhanden und bindet 0.0635 g Chlor; für gelöstes Tantalchlorid und Salzsäure verbleiben. mithin 0.1886 g — 0.0635 g = 0.1251 g Chlor. 0.1850 g Tantalpentoxyd entsprechen 0.2405 g Tantaltrichlorid und binden 0.0889 g Chlor. Als Salzsäure sind daher 0.1251 g — 0.0889 g = 0.0362 g Chlor vorhanden. Die freie Salzsäure entspricht 0.0452 g Tantalpentoxyd und ist aus Tantalpentachlorid entstanden.

Vom Pentoxyd-Gehalt des wasserunlöslichen Teiles sind daher 0.0452 g abzuziehen. Dieser enthält 0.2170 g Tantalpentoxyd nach dem Oxydieren. 0.2470 g — 0.0452 g = 0.2018 g Tantalpentoxyd sind demnach aus anderen Tantalchlorid-Verbindungen entstanden. Sie entsprechen 26.27 % Tantal und sind an 9.92 % Chlor gebunden. Hieraus ergibt sich folgendes Verhältnis für den in Wasser schwerlöslichen Chloridanteil: Ta:Cl == 70.93:29.07.

Ta Cl<sub>3</sub>. Ber.: Ta:Cl = 71.9:28.1.

Das Pentachlorid dürfte in der Substanz an Trichlorid gebunden sein; es steht zum Tantaltrichlorid in dem stöchiometrischen Verhältnis 1:4.095, woraus sich ein komplexes Chlorid (Ta Cl<sub>3</sub>)<sub>4</sub>, Ta Cl<sub>5</sub> ergäbe.

II. Chloridgemisch, erhalten bei 300°.

Verwandte Substanzmenge: 0.3247 g; gef.: 0.5657 g Ag Cl, 0.2178 g Ta<sub>2</sub> O<sub>5</sub>, 0.0032 g Al<sub>2</sub> O<sub>3</sub>, entspr. 43.1 Cl, 54.96 Ta, 0.53 Al, 0.46 O, zusammen 99.05 %.

Ta Cl<sub>4</sub>. Ber.: Ta:Cl = 56.2:43.8.

Gef.: Ta:Cl = 56.05:43.95.

Analyse eines anderen Teiles derselben Darstellung:

Verwandte Substanzmenge: 0.3272 g; gef.: 0.5248 g Ag Cl, 0.221 g Ta<sub>2</sub> O<sub>5</sub>, 0.0162 g Al<sub>2</sub> O<sub>3</sub>, entspr. 39.68 Cl, 55.62 Ta, 2.63 Al, 2.32 O, zusammen 100.25 %.

Somit gef.: Ta:Cl = 58.37:41.63.

III. Chloridgemisch, erhalten bei 350°.

Verwandte Substanzmenge: 0.3687 g; gef.: 0.5881 g Ag Cl, 0.2821 g Ta<sub>2</sub> O<sub>5</sub>, 0.0128 g Al<sub>2</sub> O<sub>3</sub>, entspr. 37.14 Cl, 59.91 Ta, 1.75 Al, 1.54 O, zusammen 99.91 %.

Ta Cl<sub>3</sub>. Ber.: Ta:Cl = 63.05:36.95.

Gef.: Ta:Cl = 61.59:38.41.

IV. Chloridgemisch, dargestellt bei 400° mit viel Aluminium als Reduktionsmittel.

Verwandte Substanzmenge: 0.1941 g; gef.: 0.2077 g AgCl, 0.1031 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.0027 g Ta metallisch, 0.0423 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, entspr. 26.53 Cl, 43.53 Ta an Cl gebunden, 1.39 Ta metallisch, 11.56 Al, 10.23 O, zusammen 93.24%.

Somit gef.: Tantal (an Cl gebunden): Chlor = 62.12:37.98.

TaCl<sub>3</sub>. Ber. Ta:Cl = 63.05:36.95.

Analyse eines in gleicher Weise dargestellten Produktes:

Verwandte Substanzmenge: 0.2460 g; gef.: 0.2922 g AgCl, 0.1514 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.0137 g Ta metallisch, 0.0527 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, entspr. 29.38 Cl, 50.41 Ta an Cl gebunden, 5.57 Ta metallisch, 11.36 Al, 3.28 O, zusammen 100%.

Somit gef.: Tantal (an Cl gebunden): Chlor = 63.18:36.82.

TaCl<sub>3</sub>. Ber.: Ta:Cl = 63.05:36.95.

Wertigkeitsbestimmungen des in Wasser löslichen Teils einer bei 400° hergestellten Probe.

Bestimmung 1: Verbraucht: 7.47 ccm n/10-KMnO<sub>4</sub>-Lösung.

Gefunden in der titrierten Lösung: 0.0790 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.0790 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, entsprechen:

0.1027 g TaCl<sub>3</sub>, 0.0900 g TaCl<sub>2</sub>,

7.47 ccm n/10-KMnO<sub>4</sub>-Lösung entsprechen

0.1075 g TaCl<sub>3</sub>, 0.0628 g TaCl<sub>2</sub>.

Bestimmung 2: Verbraucht: 7.1 ccm n/10-KMnO<sub>4</sub>-Lösung.

Gefunden in der titrierten Lösung: 0.0947 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.0947 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, entsprechen:

0.1079 g TaCl<sub>2</sub>, 0.1231 g TaCl<sub>3</sub>, 0.1382 g TaCl<sub>4</sub>,

7.1 ccm n/10-KMnO<sub>4</sub>-Lösung entsprechen

0.0597 g TaCl<sub>2</sub>, 0.1022 g TaCl<sub>3</sub>, 0.2296 g TaCl<sub>4</sub>.

Bestimmung 3: Verbraucht: 4.32 ccm n/10-KMnO<sub>4</sub>-Lösung.

Gefunden in der titrierten Lösung: 0.0526 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.0526 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, entsprechen:

0.0599 g TaCl<sub>2</sub>, 0.0684 g TaCl<sub>3</sub>,

4.32 ccm n/10-KMnO<sub>4</sub>-Lösung entsprechen

0.0363 g TaCl<sub>2</sub>, 0.0622 g TaCl<sub>3</sub>.

Die titrimetrisch ermittelten, wie gravimetrisch berechneten Ergebnisse stimmen bei allen Reduktionswert-Bestimmungen der grünen Lösungen in den Trichlorid-Werten überein.

V. Chloridgemisch, erhalten bei 510°.

Verwandte Substanzmenge: 0.1955 g; gef.: 0.2386 g AgCl, 0.1563 g Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.0061 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; entspr. 30.2 Cl, 65.51 Ta, 1.66 Al, 1.46 O, zusammen 98.83%.

TaCl<sub>2</sub>. Ber.: Ta:Cl = 71.9 : 28.1.

Gef.: Ta:Cl = 68.45:31.55.

Reaktionen der wäßrigen Tantantrichlorid-Lösung.

Die grüne Lösung ist, wenn salz- oder schwefelsauer, an der Luft ziemlich haltbar, oxydiert sich aber trotzdem langsam unter Ausscheidung von Tantalsäure. Gegen Salpetersäure, Wasserstoffsuperoxyd, auch Chlorwasser verhält sie sich in der im einleitenden Kapitel erwähnten Weise und gibt eine milchige, hellbraune Fällung.

Natronlauge fällt, in geringer Menge zugesetzt, einen grünen, flockigen Niederschlag, der sich im Überschuß leicht mit wundervoll grüner Farbe löst.

Natriumsulfid gibt eine im Überschuß lösliche Fällung. Beim Schütteln im Reagenrohr wird die Lösung braun, erhält beim Stehen aber die grüne Farbe zurück.

Ammoniak gibt dieselbe Fällung wie Natronlauge. Der grüne Niederschlag ist aber im Überschuß nicht löslich und oxydiert sich rasch unter Bräunfärbung.

Mit Natriumphosphat, Kaliumferrocyanid, Natriumborat, Kaliumfluorid geben die Lösungen gewöhnlich geringe Mengen gelatinöser Fällungen von hellbrauner Farbe. Die Filtrate bleiben jedoch dunkelgrün, so daß anzunehmen ist, daß die Niederschläge in diesen Fällen nur auf einer Ausflockung kolloidal gelöster Tantalsäure beruhen.

Natriumcarbonat, Natriumbicarbonat und Natriumsulfid fällen das Tantalhydroxyd (Ta III) nur unvollständig.

Mit Natriumthiosulfat erhält man eine im Überschuß lösliche Fällung.

Ammoniumsulfid gibt einen tiefgrünen Niederschlag. Das Filtrat ist farblos, die Fällung demnach vollkommen. Der Niederschlag ist in starker Salzsäure ohne Gasentwicklung löslich und deshalb als Hydroxyd anzusprechen.

Kaliumoxalat gibt eine dunkelolivgrüne Fällung; das Filtrat ist fast farblos. Der Niederschlag löst sich in starker Salzsäure mit hellerer grüner Farbe wieder auf, was auf Komplexbildung schließen läßt.

Kaliumcyanid fällt, in geringer Menge zugesetzt, ein dunkelgrünes Cyanid, welches sich in mehr Cyankalium auflöst und von starker Salzsäure unter Cyanwasserstoff-Entwicklung zersetzt wird.

Breslau, den 8. April 1922.