

Karl Friedrich Jahr, Joachim Fuchs und Wolfgang Plötz¹⁾

Zur Hydrolyse amphoterer Metallalkoxide, XI²⁾

Die Verseifung des Tantal(V)-säure-pentaäthylesters in Gegenwart von Basen

Aus dem Institut für Anorganische Chemie der Freien Universität Berlin

(Eingegangen am 5. August 1967)

Durch vorsichtige Hydrolyse von Tantal(V)-säure-pentaäthylester in Gegenwart von Kaliumhydroxid, Piperidin oder Ammoniak erhält man die definierten Polyantalate $K_9H_5Ta_{12}O_{37}$, $(C_5H_{10}NH_2)_5H_9Ta_{12}O_{37}$ und $(NH_4)_8H_{12}Ta_{18}O_{55}$. Aus letzterem entsteht beim Trocknen im Vakuum $(NH_4)_7H_{13}Ta_{18}O_{55}$. Die Umsetzung eines Hydrolyseproduktes des Esters mit einer starken wäßrigen Piperidinlösung führt zur Verbindung $(C_5H_{10}NH_2)_6H_8Ta_{12}O_{37}$.

Fünfwertiges Tantal bildet in stark alkalischer, wäßriger Lösung Isopolyanionen, in nicht zu verdünnten Mineralsäuren auch Polykationen³⁾. Kristallisierte Tantalate sind aus saurer Lösung kaum zu erhalten, wohl aber kennt man einige kristallisierte Alkali-, Erdalkali- und Schwermetalltantale^{4–6)} (Tab.). Eine Röntgenstrukturanalyse wurde lediglich bei dem bereits von *Marignac*⁷⁾ beschriebenen Salz $4K_2O \cdot 3Ta_2O_5 \cdot 16H_2O$ von *Lindquist* und *Aronsson*⁸⁾ durchgeführt. Aufgrund der Tantalagen ist das Salz als Hexatantalat, $K_8Ta_6O_{19} \cdot 16H_2O$, zu formulieren. Die Lage der Kalium-Ionen und der Wassermoleküle im Gitter wurde nicht festgestellt.

Über den Lösungszustand des fünfwertigen Tantals gibt es bisher nur wenige Angaben. Mit Diffusions- und Lichtabsorptionsmessungen konnten *Jander* und *Ertel*⁹⁾ zeigen, daß in wäßrigen Kaliumhydroxidlösungen verschiedener Konzentration stets nur ein und dasselbe Tantalat-Ion auftritt. Nach Meinung der Autoren handelt es sich hierbei um das pentamere $Ta_5O_{16}^{7-}$. *Nelson* und *Tobias*¹⁰⁾ untersuchten wäßrige alkalische Kaliumtantalatlösungen im pH-Bereich 10–13 mit der Ultrazentrifuge und nach anderen physikalischen Methoden und fanden auch nur ein einziges Tantalat-Ion, das sie jedoch als hexamer, $HTa_6O_{19}^{7-}$, formulieren.

1) W. Plötz, Dissertat., Freie Universität Berlin 1966.

2) X. Mittel.: K. F. Jahr, J. Fuchs und R. Oberhauser, Chem. Ber. 101, 482 (1968), vorstehend.

3) A. K. Babko und G. I. Gricnina, Russ. J. inorg. Chem. 8, 26 (1963), C. A. 58, 10790 (1963).

4) G. Jander und H. Schulz, Z. anorg. allg. Chem. 144, 225 (1925); F. Windmaier, ebenda 248, 283 (1941).

5) V. A. Pčelkin, A. F. Efimov und A. V. Lapickij, J. gen. Chem. USSR 24, 1481 (1954), C. A. 49, 4433 (1955).

6) V. I. Spicin und N. N. Savrova, J. gen. Chem. USSR 26, 1425 (1956), C. A. 51, 119 (1957).

7) C. Marignac, Liebigs Ann. Chem. Suppl. Bd. 4, 350 (1866).

8) J. Lindquist und B. Aronsson, Ark. Kemi 7, 49 (1955).

9) G. Jander und D. Ertel, J. inorg. nuclear Chem. 3, 139 (1956).

10) W. H. Nelson und R. S. Tobias, Inorg. Chem. 2, 985 (1963); 3, 653 (1964).

Base-Säure-Verhältnis verschiedener Tantalate

Formel	Base-Säure-Verhältnis	Bezeichnungweise
TaO ₅ ⁵⁻	5 : 1	Holotantalat
TaO ₄ ³⁻	3 : 1	Orthotantalat
Ta ₅ O ₁₆ · aq ⁷⁻	7 : 5	Pentatantalat
Ta ₆ O ₁₉ · aq ⁸⁻	8 : 6	Hexatantalat
Ta ₁₂ O ₃₇ · aq ¹⁴⁻	7 : 6	Dodecatantalat
TaO _{3n} ⁿ⁻	1 : 1	Metatantalat

Die Annahme, daß in Tantalatlösungen ausschließlich verhältnismäßig niedrig (sechs- bzw. fünffach) aggregierte Polyanionen existieren, ist unwahrscheinlich. Sicher treten beim Übergang zum Tantal(V)-oxidaquat noch höher kondensierte Ionen auf, jedoch nur in einem schmalen pH-Bereich, so daß es in wäßriger Lösung nicht möglich ist, sie nachzuweisen. Auch im Niobatsystem war der Nachweis hochkondensierter Polyanionen aus diesem Grunde sehr schwierig. Er gelang kürzlich *Fuchs, Jahr* und *Heller*¹¹⁾, die aus organischen Lösungsmitteln durch vorsichtige Verseifung des Niob-(V)-säure-pentaäthylesters in Gegenwart von schwachen Basen definierte Dodeca- und sogar Ikositetranioabate darstellten.

Die daraufhin durchgeführten Untersuchungen mit Tantal(V)-säure-pentaäthylester zeigen, daß auch die Hydrolyse dieser Verbindung in organischen Lösungsmitteln in Gegenwart von Basen zu kristallwasserfreien definierten Polytantalaten führt.

Darstellung von Polytantalaten

Ammoniumtantalate

Bei der Hydrolyse von Tantal(V)-säure-pentaäthylester¹²⁾ in Gegenwart von Ammoniak entsteht ein Salz, das aufgrund seines Base-Säure-Verhältnisses und des Wasserverbrauchs bei der Reaktion als Octaammonium-dodecahydrogen-octadecatantalat erkannt wurde:



Trocknet man das Hydrolyseprodukt längere Zeit im Vakuum über Kieselgel, so geht es unter Abgabe von 1 Mol Ammoniak in die Verbindung (NH₄)₇H₁₃Ta₁₈O₅₅ über.

Piperidiniumtantalate

Der Tantsäureester läßt sich in Gegenwart von Piperidin durch geringe Wassermengen nur dann vollständig verseifen, wenn man die Reaktion bei höherer Temperatur (70–85°) und großem Überschuß an Piperidin durchführt. Man erhält ein Pentapiperidinium-enneahydrogen-dodecatantalat nach der Reaktionsgleichung:



Bei Raumtemperatur und bei Anwendung geringer Piperidinkonzentrationen wird nur ein Teil der Äthoxylgruppen des Esters verseift. Es bildet sich unter Kondensation des partiell verseiften Esters und unter Aufnahme von Piperidin ein „Halbestersalz“,

¹¹⁾ J. Fuchs, K. F. Jahr und G. Heller, Chem. Ber. **96**, 2472 (1963).

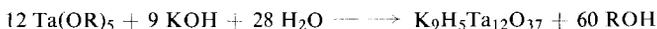
¹²⁾ D. C. Bradley, W. Wardlaw und A. Whitley, J. chem. Soc. [London] **1955**, 726.

das Piperidin und Tantal im Verhältnis $\approx 1:7.3$ enthält. Dieses Produkt ist gut als Ausgangssubstanz für die Darstellung weiterer Piperidiniumtantalate verwendbar, da es sich erstaunlicherweise leicht in einer siedenden wäßrigen Piperidinlösung (2.3 *m*) vollständig auflöst. Durch Fällung mit Dioxan erhält man aus dieser Lösung ein Salz, das das gleiche Base-Säure-Verhältnis aufweist, wie das aus organischem Lösungsmittel erhaltene Produkt und höchstwahrscheinlich mit diesem identisch ist.

Bei Verwendung einer $\approx 5m$ wäßrigen Piperidinlösung fällt ein basenreicheres Salz aus (Base-Säure-Verhältnis 1 : 2), das in Analogie zu der vorgenannten Verbindung als Hexapiperidinium-octahydrogen-dodecatantalat, $(C_5H_{10}NH_2)_6H_8Ta_{12}O_{37}$, zu formulieren ist.

Kaliumtantalat

Auch in Gegenwart von Kaliumhydroxid läßt sich der Tantalsäureester nur bei erhöhter Temperatur (50°) in organischen Lösungsmitteln mit kleinen Wassermengen vollständig verseifen. Es entsteht Enneakalium-pentahydrogen-dodecatantalat:



Schwierigkeiten bei der Darstellung definierter Tantalate durch Hydrolyse von Tantalsäure-pentaäthylester

Ein Polytantalat kann prinzipiell folgende Bestandteile enthalten: basisches Oxid, Tantaloxid, Strukturwasser und Kristallsolvens. Um die Zusammensetzung exakt angeben zu können, genügt also nicht die Kenntnis seines Gehaltes an Base und Tantal. Der Strukturwassergehalt kann, wie bereits früher gezeigt¹³⁾, aus dem Wasserverbrauch bei der Hydrolysereaktion ermittelt werden, sofern diese quantitativ erfolgt. Voraussetzung dafür ist, daß Ester und Base im Überschuß gegenüber Wasser angewendet werden. Beim Tantalester wurde die Neigung beobachtet, unvollständig verseifte Verbindungen (Halbestersalze) zu bilden. Sie zeichnen sich gegenüber den „echten“ Salzen durch ein kleineres Base-Säure-Verhältnis, größere Löslichkeit in manchen organischen Lösungsmitteln, typischen Estergeruch und Tendenz zur Ölbildung aus. Ihre Bildung wird besonders durch niedrige Reaktionstemperatur und die Anwesenheit hydrophiler Lösungsmittel, besonders Äthanol, begünstigt. Durch die Bildung der Halbestersalze werden mit der eingesetzten Wassermenge mehr Estermoleküle hydrolytisch angegriffen, als zur Bildung estergruppenfreier polysaurer Salze nötig wäre, wodurch eine Strukturwasserbestimmung aus dem Wasserverbrauch bei der Hydrolyse unmöglich wird. Man kann die Schwierigkeiten umgehen, indem man die Hydrolyse anfangs bei geringem Wasserüberschuß ablaufen läßt. Wesentlich ist, in welcher Reihenfolge die drei Reaktionskomponenten zusammengegeben werden. Wird die Esterlösung im Überschuß vorgelegt und die Base-Wasser-Lösung zugetropft, so kann sich das Wasser auf den gesamten Ester verteilen, und es entstehen unvollständig verseifte Produkte. Legt man aber umgekehrt die Base-Wasser-Lösung vor und läßt den Ester langsam zutropfen, so läuft nach jeder Esterzugabe die Reaktion bei Wasserüberschuß ab. Ist das Wasser fast verbraucht, so wird bei der folgenden Esterportion der Rest des Wassers bei Esterüberschuß reagieren. Hält man gegen

¹³⁾ K. F. Jahr und J. Fuchs, Chem. Ber. 96, 2457 (1963).

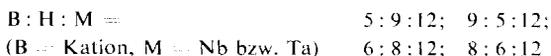
Ende der Reaktion die Esterportionen möglichst klein und wartet mit der nächsten Zugabe, bis aller Ester umgesetzt ist, so vermeidet man weitgehend die Bildung von unvollständig verseiften Substanzen.

Weiterhin wird die Darstellung von definierten Tantalaten dadurch erschwert, daß die Hydrolyseprodukte sehr hartnäckig Base adsorbieren. Zur Reinigung müssen die frisch gefällten Salze mit einem Lösungsmittel 8–12mal ausgeschüttelt werden. Wenn man die Änderung des Basegehalts der jeweiligen Waschflüssigkeit in Abhängigkeit von der Anzahl der Waschvorgänge titrimetrisch verfolgt, zeigt es sich, daß diese Änderung bei den ersten Waschvorgängen sehr groß ist, dann aber langsam gegen 0 geht. Bei der Reinigungsmethode wird tatsächlich nur adsorptiv gebundene Base von chemisch gebundener getrennt und nicht etwa das Salz vom Lösungsmittel unter Freisetzung von Base zersetzt; denn das analytisch ermittelte Base-Säure-Verhältnis bleibt bei Substanzen, deren Waschflüssigkeiten einen konstanten Basegehalt zeigen, auch nach weiterem Waschen unverändert. Auch bei Tantalaten flüchtiger Basen hat sich diese Reinigungsmethode als günstig erwiesen, während das Aufbewahren im Vakuum u. U. schon zu Umwandlungen der ursprünglichen Substanz führen kann, wie im Falle des Ammoniumtantalatats bereits erwähnt wurde.

Vergleich durch Esterhydrolyse dargestellter Niobate und Tantalate

Bei der Hydrolyse von Niobsäure-pentaäthylester in Gegenwart verschieden starker Anhydrobasen¹¹⁾ erhält man neben hexameren und ikositetrameren Niobaten besonders dodecamere Niobate. Diese leiten sich von einer Dodecaniobsäure $H_{14}Nb_{12}O_{37}$ ab, die mit der entsprechenden Dodecatantalsäure $H_{14}Ta_{12}O_{37}$ formelmäßig übereinstimmt. Die Niobsäure ist aber erwartungsgemäß saurer als die Tantalsäure. Während Piperidin ein (5:12)-Tantalat bildet, entsteht das entsprechende Niobat mit der bedeutend schwächeren Base Urotropin. Ammoniak ist für die Bildung eines Dodecatantalats eine zu schwache Base, während in der Niobatreihe ein Hexaammonium-dodecaniobat entsteht. Kaliumhydroxid ist dagegen eine zu starke Base, als daß sich mit ihr unter den Bedingungen der Esterhydrolyse ein Dodecaniobat darstellen ließe. Vielmehr bildet sich ein strukturwasserfreies Hexaniobat. Bei der Hydrolyse von Tantalatester in Gegenwart von Kaliumhydroxid erhält man dagegen ein Ennekalium-dodecatantalat.

Offenbar sind die dodecameren Niob- und Tantalsäuren aufgrund ihrer Struktur befähigt, Salze von nur ganz bestimmten Base-Säure-Verhältnissen zu bilden. In der Niobatreihe werden Salze der Verhältnisse 5:12, 6:12 und 8:12 gebildet, bei den Tantalaten sind die Verhältnisse 5:12, 6:12 und 9:12 vertreten. Noch deutlicher sieht man den Zusammenhang, wenn man allgemein das Verhältnis Kation:Wasserstoff (in Form von OH-Gruppen):Zentralatom aufstellt. Alle bei den Dodecaniobaten und -tantalaten gefundenen Verhältnisse lassen sich in folgendes Schema einordnen:



Die Übereinstimmungen lassen den Schluß zu, daß die Salze der Dodecatantalsäure den gleichen Aufbau haben müssen wie die der Dodecaniobsäure. Prinzipiell müßte es möglich sein, die noch fehlenden Dodecatantalate ($B : H : M = 8 : 6 : 12$) und -niobate

(B : H : M = 9 : 5 : 12) durch Anwendung von Basen mit einem für das betreffende Verhältnis geeigneten pK -Wert darzustellen.

Die Bildung eines Octadecatantalats scheint zunächst etwas befremdlich. Vergleicht man jedoch die durch Esterhydrolyse gewonnenen Niobate und Tantalate miteinander, so fällt auf, daß die Kondensationsgrade der Polyanionen der Salze stets Vielfache von sechs sind. Es muß also angenommen werden, daß beim Aufbau der höheren Isopolysäuren des Niobs und Tantals sechsfach aggregierte Teilchen eine besondere Rolle spielen. Darüber hinaus stellt man beim Vergleich der Zentralatom-Sauerstoff-Verhältnisse fest, daß bei den Salzen mit 6-, 12- und 18fach kondensierten Anionen dieses Verhältnis sich nur relativ wenig ändert, und daß diese Anionen durch Zusammentritt von je zwei bzw. drei sechsfach aggregierten Teilchen unter Austritt von 1 bzw. 2 Wassermolekeln aufgebaut werden können. Die den Salzen zugrundeliegenden Säuren lassen sich also durch die allgemeine Formel $H_{n+2}M_nO_{3n+1}$ wiedergeben, wobei n die Werte 6, 12 und 18 annehmen kann. Unter diesem Gesichtspunkt läßt sich das Ammonium-octadecatantalat zwanglos einordnen. Lediglich das Pyridinium-ikositetrianiobat weist ein ganz anderes Niob-Sauerstoff-Verhältnis auf als es der Formel $H_{n+2}Nb_nO_{3n+1}$ mit $n = 24$ entspräche: $(C_5H_5NH)_{10}Nb_{24}O_{65}$ ist um 8 Moll. Strukturwasser ärmer.

Beschreibung der Versuche

Apparatur: Um die Hydrolysenversuche unter Ausschluß von Luftfeuchtigkeit durchzuführen, wurde die bereits beschriebene Apparatur¹⁴⁾ in etwas veränderter Form verwendet. Änderungen waren nötig, weil Tantalate in Laugen und Säuren, ausgenommen Flußsäure, sehr schwer löslich sind. Als Reaktionsgefäß können nicht Gläser mit Frittenböden verwendet werden, da die Tantalate daraus nicht vollständig entfernt werden können. Es wurden Zentrifugengläser, die durch ein Mantelgefäß beheizbar waren, benutzt. Da außerdem hohe Anforderungen an die Genauigkeit der Wasserverbrauchsbestimmungen gestellt werden mußten, war es nötig, die zur Zugabe des wasserhaltigen Lösungsmittels bestimmte Bürette und das dazugehörige Vorratsgefäß mit Hilfe von Mantelgefäßen zu temperieren (20°).

Reaktionslösung (R): Für alle Versuche wurde eine 0,2 *m* Lösung von *Tantal(V)-säure-pentaäthylester*¹²⁾ in absol. Testbenzin (90 bis 100°) verwendet.

Ennekalium-pentahydrogen-dodecatantalat: Als Fällungsreagenz (F_1) werden 0,5 *m* äthanolische Lösungen von *Kaliumhydroxid* verwendet, denen 0,5–1% *Wasser* zugewogen werden. Als Spülflüssigkeit dient absol. Äthanol.

Zu 2 bis 3 ccm F_1 werden unter Rühren bei 50° langsam 2,5 ccm *R* getropft. An den Wänden der Apparatur haftende Reaktionslösungen werden mit 3 ccm absol. Äthanol in das Reaktionsgefäß gespült. Der zögernd ausfallende farblose Niederschlag wird nach 20 Min. klar zentrifugiert und die überstehende Lösung dekantiert. Adsorbiertes Kaliumhydroxid wird durch 8–10maliges Schütteln mit je 5 ccm Äthanol und nachfolgendes Zentrifugieren entfernt. Zum Schluß wird einmal mit Äther gewaschen und über Kieselgel i. Vak. getrocknet. Ausb. 100–200 mg.

$K_9H_5Ta_{12}O_{37}$ (3120,3)

Ber. K_2O 13,58 ¹⁵⁾	Ta_2O_5 84,90 ¹⁵⁾	K_2O/Ta_2O_5 0,750
Gef. K_2O 12,03 ± 0,2	Ta_2O_5 75,83 ± 0,35	K_2O/Ta_2O_5 0,745 ± 0,015

¹⁴⁾ *K. F. Jahr* und *J. Fuchs*, Chem. Ber. **96**, 2460 (1963).

¹⁵⁾ Die gefundenen Werte für basisches Oxid und Ta_2O_5 liegen unter den berechneten, weil die Verbindungen noch organische Lösungsmittel gebunden enthalten.

*Piperidiniumtantalate**Pentapiperidinium-enneahydrogen-dodecatantalat*

a) Fällungslösung (F_2) ist eine 4 m Lösung von *Piperidin* in Benzin, die 800 mg *Wasser* pro 100 ccm enthält. Zu 5 ccm dieser Lösung werden bei 70° langsam 2.5 ccm *R* getropft. Der farblose, flockige Niederschlag wird nach 10 Min. zentrifugiert und fünfmal mit absol. Testbenzin gewaschen. Getrocknet wird bei 50° i. Vak. über Kieselgel. Ausb. 120–140 mg.

($C_5H_{10}NH_2)_5H_9Ta_{12}O_{37}$ (3203.3)

Ber. ($C_5H_{10}NH_2$)₂O 14.69¹⁵⁾ Ta₂O₅ 82.68¹⁵⁾ ($C_5H_{10}NH_2$)₂O/Ta₂O₅ 0.417

Gef. ($C_5H_{10}NH_2$)₂O 14.34 ± 0.35 Ta₂O₅ 78.89 ± 0.34 ($C_5H_{10}NH_2$)₂O/Ta₂O₅ 0.421 ± 0.004

Ber. H₂O/Ta 3.083

Gef. H₂O/Ta 3.068 ± 0.01

b) *Aus wäßriger Lösung*: Das „Halbestersalz“ (s. unten) wird in einer 2.3 m siedenden wäßr. *Piperidin*-Lösung gelöst. Mit viel Dioxan wird ein feinverteilter farbloser Niederschlag ausgefällt. Gewaschen wird dreimal mit Dioxan, zehnmal mit Benzin, einmal mit Äther. Nach Trocknen bei 50° i. Vak. über Kieselgel Ausb. 70–90 mg.

Gef. ($C_5H_{10}NH_2$)₂O 14.20 ± 0.15 Ta₂O₅ 79.80 ± 0.53 ($C_5H_{10}NH_2$)₂O/Ta₂O₅ 0.418 ± 0.001^{*)}

*) In bei 20° getrockneten Proben 0.419 ± 0.001.

„Halbestersalz“: Fällungslösung (F_3): 4 ccm absol. *Piperidin* werden in 50 ccm absol. Dioxan gelöst, 700 mg *Wasser* zugewogen und mit absol. Testbenzin auf 100 ccm aufgefüllt.

2.5 ccm *R* werden bei Raumtemp. zu 2.7–3.0 ccm F_3 gegeben. Die grobflockige Fällung wird zentrifugiert, siebenmal mit Äthanol und einmal mit Äther gewaschen. Nach Trocknen i. Vak. über Kieselgel ist die Ausb. 80–90 mg.

Gef. ($C_5H_{10}NH_2$)₂O 4.52 ± 0.02 Ta₂O₅ 77.51 ± 0.50 ($C_5H_{10}NH_2$)₂O/Ta₂O₅ 0.137 ± 0.04

Hexapiperidinium-octahydrogen-dodecatantalat: Das „Halbestersalz“ wird in 5 m *Piperidin*-Lösung gelöst. Sonst Darstellung wie oben.

($C_5H_{10}NH_2$)₆H₈Ta₁₂O₃₇ (3288.4)

Ber. ($C_5H_{10}NH_2$)₂O 17.18¹⁵⁾ Ta₂O₅ 80.61¹⁵⁾ ($C_5H_{10}NH_2$)₂O/Ta₂O₅ 0.500

Gef. ($C_5H_{10}NH_2$)₂O 16.42 ± 0.08 Ta₂O₅ 76.64 ± 0.06 ($C_5H_{10}NH_2$)₂O/Ta₂O₅ 0.501 ± 0.001

Ammoniumtantalate

Octaammonium-dodecahydrogen-octadecatantalat: Zu ca. 3 ccm einer mit *Ammoniak* gesättigten Lösung von Chloroform, die 0.4% *Wasser* enthält, werden bei Raumtemperatur 2.5 ccm *R* zugefügt. Der flockige Niederschlag wird zehnmal mit wasserfreiem Chloroform und einmal mit Äther gewaschen. Getrocknet wird über Kieselgel bei Normaldruck. Ausb. ca. 100 mg.

(NH₄)₈H₁₂Ta₁₈O₅₅ (4293.5)

Ber. (NH₄)₂O 4.85¹⁵⁾ Ta₂O₅ 92.60¹⁵⁾ (NH₄)₂O/Ta₂O₅ 0.4444

Gef. (NH₄)₂O 4.22 ± 0.05 Ta₂O₅ 80.51 ± 0.51 (NH₄)₂O/Ta₂O₅ 0.447 ± 0.007

Ber. H₂O/Ta 3.0555

Gef. H₂O/Ta 3.055 ± 0.02

Heptaammonium-tridecahydrogen-octadecatantalat: Nach längerem Trocknen der vorstehenden Verbindung i. Vak. über Kieselgel.

(NH₄)₇H₁₃Ta₁₈O₅₅ (4276.5)

Ber. (NH₄)₂O 4.27¹⁵⁾ Ta₂O₅ 94.0¹⁵⁾ (NH₄)₂O/Ta₂O₅ 0.389

Gef. (NH₄)₂O 3.94 ± 0.05 Ta₂O₅ 84.96 ± 0.75 (NH₄)₂O/Ta₂O₅ 0.393 ± 0.004

Analysenmethoden

Trennung von Tantal und Basen: Die Substanz wird im Platintiegel mit einer Lösung von 0.15–0.4 ccm konz. *Schwefelsäure* in einigen ccm Wasser vorsichtig überschichtet. Nach Zugabe von 15–20 Tropfen 45proz. *Flußsäure* löst sich die Substanz. Die Flußsäure wird dann auf dem Wasserbad vorsichtig vertrieben. Es scheidet sich Kohlenstoff ab, der von eingeschlossener org. Lösungsmitteln stammt. Der Tiegelinhalt wird in einen Kolben gespült, auf 300 ccm verdünnt und solange zum Sieden erhitzt, bis alles Tantal als Oxidhydrat ausgefallen ist.

Tantal: $Ta_2O_5 \cdot x H_2O$ wird bei 200° getrocknet und bei 1000° konstant geglüht.

*Kalium*¹⁶⁾; *Ammoniak und Piperidin:* Im Filtrat der Tantalbestimmung werden die Basen als *Tetraphenylborate* gefällt.

¹⁶⁾ N. H. Furman, Standard Methods of Chemical Analysis, 6. Aufl., S. 21, New York 1962.
[358/67]