

mässig in folgender Weise: Zur sauren Flüssigkeit fügt man einen Tropfen Phenolphthaleinlösung, darauf Kalilauge bis zur Rothfärbung, schliesslich Weinsäurelösung, bis die Flüssigkeit farblos geworden und übersättigt dann erst mit Natriumbicarbonatlösung. — Bei einem Versuche mit 50 cc Kaliumantimonatlösung (enthaltend 0,2390 $\frac{1}{2}$ g Antimon) wurden 43,7 cc Jodlösung (1 cc = 0,005491 g Antimon) verbraucht, entsprechend 0,2399 g Antimon, bei einem zweiten 43,6 cc oder 0,2394 g Antimon.

Als die besten Methoden zur maassanalytischen Bestimmung der Antimonsäure möchte ich schliesslich die oben beschriebene von A. Weller und die zuletzt beschriebene (Reduction der Antimonsäure durch Schwefligsäure zu Antimonoxyd und Titration mit Jodlösung) bezeichnen.

Berlin, anorganisches Laboratorium der
Kgl. technischen Hochschule.

Über Siebenbürger Golderz und Rohtellur.

Von

Franz Maximilian Horn,

Assistent an der k. k. technischen Hochschule in Wien.

Die lehrreiche Broschüre „Die Edelmetallbergbaue Faczebaja und Allerheiligen in der Umgebung von Zalathna, von Friedrich Ritter v. Stach“ erweckte in mir den Wunsch, ein gold-, silber- und tellurhaltiges Erz, wie es in der Umgebung von Zalathna gebaut und verarbeitet wird, zu untersuchen. Herr Baurath v. Stach hatte die besondere Freundlichkeit, mir die gewünschten Proben und auch die Angaben über die Darstellung des Rohtellurs zur Verfügung zu stellen¹⁾.

Was die geognostischen, historischen Verhältnisse und statistischen Angaben der Edelmetallbergbaue in der Umgebung von Zalathna anbelangt, die um so interessanter sind, als Faczebaja bis zur jüngsten Zeit der einzig bekannte Fundort des gediegenen Tellurs war, so verweise ich auf die bereits genannte Schrift und entnehme derselben die nun folgende bergmännische Gewinnung der Edelmetalle aus dem Allerheiligen-Bergbaue, als auch die Beschreibung der Aufbereitungsarbeiten.

Die Ausförderung der Erze aus den Gängen oder Klüften, wie sie bei den Siebenbürger Bergleuten genannt werden, wird bereits von den Betriebsörtern in drei Gattungen geschieden: a) taube Berge, die, wo thunlich, in der Grube versetzt werden, b) Scheidgang und c) Pochgang. Die ausgeförderten tauben Berge werden über die Halde gestürzt.

Die Scheidgänge werden zu Tage grob zerkleinert und das Erz von den minderhaltigen Partien des Ganggesteins durch Klaubarbeit geschieden. Das dabei abfallende Scheidklein wird auf Hand-Setzsiebe gesetzt und gibt Setzgrauen von Erz und minderhältiges Scheidklein (sog. Setzabbübe), welche ebenso wie die Abschlüge des Scheiderzes zum Pochgange gestürzt werden. Scheiderz und Setzgrauen werden sodann trocken fein gepocht und kommen in diesem Zustande bei der in Zalathna befindlichen königlichen Hütte zur Einlösung.

Der Pochgang wird zu Tage grob zerkleinert und sodann auf dem Nasspochwerke gepocht. Dasselbe liefert 1. Satz, den im Pochtroge verbleibenden schlich- und goldreicheren Theil des Pochganges; 2. Mehl, welches in Mehlsümpfen aufgefangen wird und 3. Schmunde, die leichteren erdigen Bestandtheile des Pochganges, welche in die wilde Fluth abfliessen. Das Mehl aus den Sümpfen wird in zwei Theile getheilt, das schlich- und goldreichere Vordermehl, das sich den Austragsöffnungen des Pochwerkes benachbart absetzt und das ärmere Aftermehl, das sich in den entfernteren Partien des Mehlsumpfes niederschlägt.

Der Satz wird auf einem Kehr- und Planenherd, wie sie in Siebenbürgen gebräuchlich, geschlämmt und liefert Satz-Goldschlich und After, hauptsächlich aus nicht genügend zerkleinerten Gangtheilchen bestehend. Der letztere wird wieder am Pochwerke aufgegeben, der Satz-Goldschlich am Scheidtroge behandelt. Hierbei erhält man Crudogold in mehr weniger grossen Körnern und Blättchen und einen grossentheils entgoldeten Schlich, der zur Hütteneinlösung gebracht wird. Dem gleichen Schlammproceß wird das Vordermehl aus den Mehlsümpfen unterzogen; hiebei erhält man Mehl, Goldschlich und After. Der letztere wird zu den Aftermehlen gestürzt, der Mehl-Goldschlich ebenfalls am Scheidtroge behandelt, wobei der grösste Theil der in demselben enthaltenen Goldkörnerchen als Mehlgold gewonnen wird, während der abgehende Schlich ebenso wie der Satzschlich zur Hütteneinlösung gelangt. Das aus dem Satz- und Mehlschlich gewonnene Crudogold wird mit

¹⁾ Ich erachte es deshalb als meine Pflicht, dem Herrn Baurath v. Stach und dem Vorstande des k. ung. chem. analyt. Amtes, Herrn Alexander Maly, den besten Dank für ihre wohlwollenen Bemühungen auszusprechen.

Quecksilber zu Goldamalgame verrieben, das Amalgam, um das überschüssige Quecksilber zu entfernen, ausgepresst und endlich bei Rothglühhitze ausgebrannt. Das so dargestellte Crudogold kommt beim königlichen Einlösungsamte zu Zalathna zur Einlösung.

Das Aftermehl aus den Mehlsümpfen wird gleichfalls auf Kehr- und Planenherden verwaschen und liefert einen unreinen armen Schlich und After, bestehend aus erdigen Bestandtheilen des Mehles, welche der wilden Fluth überlassen werden. Der unreine Schlich wird neuerdings auf den erwähnten Herden geschlämmt und dieser Process so lange fortgesetzt, bis ein von erdigen Bestandtheilen freier Schlich gewonnen wird, der dann als Armschlich zur Hütteneinlösung gelangt. Die hiebei abgehenden After werden immer wieder zum Aftermehle gestürzt und mit diesem neuerlich verwaschen.

Der vorstehend beschriebene Aufbereitungsprocess ist der im grössten Theile des siebenbürgischen Edelmetall-Bergbaues allein gebräuchliche. Er eignet sich natürlich nur für die Aufbereitung kleiner Mengen, da er die mangelhafte technische Einrichtung durch den oftmaligen Schlammprocess ersetzt. Ein grosser Theil des metallischen Goldes kann hiebei aus den Schlichen auf mechanischem Wege nicht gewonnen werden und wird erst zugleich mit dem vererzten Golde durch den Hüttenprocess ausgebracht; nichtsdestoweniger sind die Metallverluste bei dieser Art der Aufbereitung, wenn sie sorgsam durchgeführt wird, nicht so bedeutend, als es nach der primitiven Art des ganzen Processes den Anschein hat. Es eignet sich derselbe ganz gut, um mit verhältnissmässig sehr kleinen Mengen Pochgang Versuche durchzuführen, mit welchen chemische Haltproben der einzelnen Producte verbunden werden müssen, um die Anhaltspunkte zu gewinnen, welche Art der Aufbereitung dem speciellen Bedürfnisse eines Bergbaues entspricht, ehe man zur Anlage einer grössern, meist sehr kostspieligen Aufbereitungsstätte schreitet. — Dies war auch der Grund, warum dieses System für die Versuchspochwerke des Allerheiligen-Bergbaues bisher angewendet wurde. —

Von den erhaltenen Erzproben unterzog ich zunächst einen Schlich der Analyse. Die Aufschliessung desselben wurde im Chlorgas-Strome nach Berzelius und Rose vorgenommen. Es zeigte sich jedoch, dass diese viele Vorsicht erfordernde Methode nicht unbedingt nothwendig sei, indem durch vorsichtiges Behandeln der Probe, ungefähr 10 g, vorerst mit Salzsäure, dann mit Königswasser, unter Anwendung von möglichst

wenig Salpetersäure, das Erz vollkommen zersetzt wurde.

Es verblieben Kieselsäure mit Chlorsilber und geringe Mengen Bleisulfat im weissen Rückstande, der gesondert untersucht wurde; eine Ausscheidung von telluriger Säure und Antimonoxyd wurde durch Zusatz von etwas Weinsäure vermieden. Im Filtrate dieses Rückstandes wurde die Hauptmenge des Bleies mit verdünnter Schwefelsäure gefällt.

Zur Abscheidung des Goldes wurde das Filtrat vom Bleisulfat mit im Überschuss angewendetem, schwefelsaurem Eisenoxydul in einer Porzellanschale behandelt; das Gold fiel als feines schwarzes Pulver aus, das auf ein Filter gebracht und gut gewaschen wurde. Die Fällung des Tellurs ging im Filtrate des Goldes mit Schwefligsäure bei 80° vor sich. Hierauf wurde das Antimon in eingeeengter Lösung mit Schwefelwasserstoff gefällt, der erhaltene Schwefelantimon-Niederschlag abfiltrirt, getrocknet und nach Bunsen mittels Salpetersäure in einem Porzellantiegel in antimon-saures Antimonoxyd übergeführt.

Die Bestimmungen des Eisens, der Thonerde, des Zinks, des Kalks und der Magnesia wurden in einer kleinern Partie (ungefähr 2 g), nach Ausfällung der durch Schwefelwasserstoff in saurer Lösung fällbaren Bestandtheile des Erzes nach den gewöhnlichen Methoden vorgenommen. Die Resultate der Analyse beziehen sich auf bei 100° getrocknete Substanz.

Blei	19,12
Silber	0,05
Gold	0,062
Tellur	0,079
Antimon	7,97
Eisen	16,94
Thonerde	1,27
Zink	16,90
Kalk	1,12
Magnesia	0,45
Schwefel	31,64
Kohlensäure	1,08
Kieselsäure	2,99
	<hr/> 99,671

Diesem Ergebnisse nach besteht die untersuchte Erzprobe aus einem Gemenge von: Eisenkies Bleiglanz, Zinkblende, Antimonglanz, Calcit und Quarz, zwischen welchen die Edelmetalle und das Tellur eingesprengt liegen; der grössere Theil der Edelmetalle liegt in diesem Falle in vererztem Zustande vor.

Ferner wurde ein reiches Golderz aus dem Bergwerke Allerheiligen in Nagyalmas nächst Zalathna auf seinen Goldgehalt geprüft und derselbe mit 0,437 Proc. Gold bestimmt. Die Bestimmung der übrigen Bestandtheile dieses Erzes wurde blos quali-

tativ durchgeführt, wonach dasselbe folgende Zusammensetzung besitzt: Bleiglanz, Zinkblende, Manganblende, Pyrit, Calcit, Quarz, Silber und Gold.

Das Gold ist grösstentheils als „Taubes-Gold“ vorhanden.

Tellur - Erzeugung aus Nagyager Tellur-Reicherzen bei der Zalathner k. ung. Hütte. Dem Wesen nach wird dort die Tellurgewinnung nach dem Verfahren von A. Löwe (J. pr. Ch. Bd. 60) durchgeführt.

200 k Tellur-Reicherz, Korngrösse 1 bis 1,5 mm, werden (in einem 0,9 m tiefen, 1 m breiten gusseisernen Kessel, welcher vorerst mit 600 k 66° Bé. Schwefelsäure gefüllt und angewärmt) in Partien von 1 k während der Dauer von 2 Stunden unter fortwährendem Umrühren zugesetzt. Das Kochen wird noch weitere 10 Stunden, bis Schwefelsäure nicht mehr entweicht und die zersetzte Masse nicht dickbreiig ist, fortgesetzt. Die abgekühlte zersetzte Masse wird in einen bleiernen Kasten gegeben und mit Wasser bis 15 bis 20° Bé. verdünnt. Der geklärten Lauge wird nun, um Silberverluste zu vermeiden, salzsäurehaltiges Wasser zugesetzt, nach wiederholtem Umrühren, welche Operation 48 Stunden beansprucht, die klare und silberfreie Lauge mittels Kautschukschlauch in einen tiefer liegenden Kasten abgezogen, in welchem das Tellur mittels 6 bis 7 Stück Zinkplatten gefällt wird; Fällungszeit: 6 Tage. Der Tellurschlamm wird mit heissem Wasser ausgewaschen, zur Entfernung des Zinkes mit verdünnter Salzsäure digerirt, nochmals gewaschen, schliesslich getrocknet, bez. im Porzellantiegel ohne Zuschlagsmittel eingeschmolzen.

Zur Erzeugung von 1 k Tellur wird an Materialien benöthigt:

200 k Schwefelsäure v. 66° Bé.
8 k Salzsäure
30 k Zink
0,6 cbm Holz.

Der Kupfergehalt der Nagyager Reichen-Tellur-Erze wechselt zwischen 0,25 bis 0,75 Proc. Daher kommt der hohe Kupfergehalt im Tellurpulver.

Der Verkaufspreis des Tellurs in Staubform ist für 1 k 40 Gulden. Im Bedarfsfalle kann die Hütte jährlich 150 bis 200 k Rohtellur erzeugen.

Das auf diese Weise erzeugte Rohtellur lag in Pulverform, hie und da kleine harte Körner enthaltend, zur Analyse vor, besass eine schwarze Farbe von mattem Aussehen.

Die quantitative Analyse nach vorhergegangener qualitativer Untersuchung wurde in folgender Weise ausgeführt. Gegen 5 g

Rohtellur wurde in Königswasser gelöst, das Chlorgas ausgetrieben, die Kieselsäure abgeschieden, im Filtrat derselben Blei mit verdünnter Schwefelsäure gefällt. In dem erhaltenen, von Chlor und Salpetersäure freien, eingengten Filtrate wurde das Tellur mit Schwefelsäure bei 80° als metallisches Tellur gefällt, auf ein bei 100° getrocknetes Filter gebracht, gewaschen und dann bei 100° getrocknet.

Im Filtrate wurde Kupfer und Arsen mit Schwefelwasserstoff gefällt und der Niederschlag in Salpetersäure gelöst, das Kupfer nach dem Einengen der Lösung in einer Platinschale mit Atzkali gefällt und im Filtrate der Kupferfällung das Arsen als arsensaure Ammon-Magnesia ausgeschieden.

In dem Filtrate der Schwefelwasserstoff-fällung geschah die Trennung des Eisenoxyds vom Zink, Kalk und der Magnesia mittels der Acetatmethode, und die Bestimmung der einzelnen Basen auf gewöhnliche Weise. Die Menge des Schwefels und der Schwefelsäure wurde in einer gesonderten Probe ermittelt. Die Analyse des ungetrockneten Rohtellurs ergab:

Kieselsäure	0,88
Blei	5,43
Tellur	73,21
Kupfer	12,65
Arsen	0,41
Eisen	1,01
Zink	0,32
Kalk	0,49
Magnesia	0,06
Schwefelsäure	0,83
Schwefel	1,32
Hygroskopisches Wasser	3,23
	99,84

Um aus dem Rohtellur „Reintellur“ darzustellen, wurde folgender Weg eingeschlagen: Das Rohtellur wurde in Königswasser gelöst, das Chlor ausgetrieben, die Kieselsäure abgeschieden und in das Filtrat derselben Schwefelsäure in der Wärme eingeleitet; das gefällte Tellur auf ein Filter gebracht und so lange mit heissem Wasser gewaschen, bis keine Chlor- und Schwefelsäure-Reaction eintrat. Das feinvertheilte Tellur von grauer bis schwarzer Farbe wurde getrocknet und im Wasserstoff-Strome zusammengesmolzen; es gab eine lebhaft glänzende krystallinische Masse von silberweisser Farbe, im Innern, Hohlräume aufweisend.

Das so erhaltene Tellur war frei von Selen, da sich beim Verbrennen der rettig-artige Geruch der Selenigsäure nicht wahrnehmen liess.

Ein anderes, sehr einfaches Verfahren zur Darstellung von Reintellur aus dem Rohtellur, das jedoch nicht die Gewinnung der Gesamtmenge des vorhandenen Tellurs zulässt, ist folgendes: Das getrocknete und

abgekühlte Rohtellur wird mit concentrirter Schwefelsäure (von der Dichte 1,845) behandelt. Das Tellur löst sich darin mit purpurrother Farbe auf, auch ein Theil der anderen Bestandtheile, wie Kupfer u. dgl. wird aufgenommen, während im Rückstande zum grössten Theile Bleisulfat, Gyps u. dgl. mit eingeschlossenem Tellur zurückbleibt. Die Schwefelsäure wird 48 Stunden unter öfterem Umrühren einwirken, hierauf klar absitzen gelassen, die klare Flüssigkeit in ein anderes Gefäss abgezogen, bedeckt, durch einige Zeit sich selbst überlassen und abermals von dem sich etwa gebildeten Bodensatze abgezogen.

Die schön purpurrothe Lösung wird nun unter ununterbrochenem Umrühren in ein grösseres Gefäss, mit kaltem Wasser gefüllt, in dünnem Strahle gegossen. Das Tellur fällt in intensiv schwarzen Flocken aus, während das Kupfer u. s. w. als Salz in Lösung bleibt. Das ausgeschiedene Tellur bringt man auf ein Filter und wäscht so lange mit heissem Wasser, bis keine Schwefelsäure-Reaction mehr eintritt.

Der Rückstand als auch das Filtrat enthalten noch Tellur (und zwar letzteres um so mehr, je höher die Temperatur beim Lösen oder beim Verdünnen mit Wasser war), und beide können vereinigt nach der ersten Methode aufgearbeitet werden; zuvor ist es gut, die Schwefelsäure zu entfernen.

Wien, am 28. Februar 1888.

Laboratorium Prof. Dr. J. Pohl.

Über eine Vorrichtung zum Filtriren.

Von

Dr. R. Hirsch.

In den Berichten d. deutsch. chem. Ges. 1886, S. 918 beschreibt O. N. Witt eine Vorrichtung zum Filtriren, bestehend aus einer vielfach durchlochtem Platte aus Glas, Metall oder Porzellan, welche in einen Trichter eingesetzt, durch ein kleines Filterscheibchen geschlossen und durch ein grösseres gegen den Trichter gedichtet wird.

Dieser Apparat (Fig. 45), welcher in Tausenden von Exemplaren, zumal in Fabriklaboratorien, verbreitet ist, zeigt häufig den Fehler, nicht völlig dicht zu schliessen, so dass das Filtrat, namentlich im Anfang des Saugens, trübe ist.

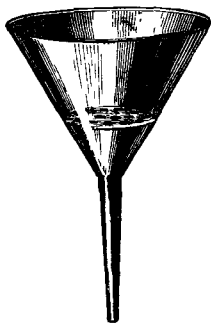


Fig. 45.

Um dieses zu vermeiden, habe ich Porzellantrichter anfertigen lassen, in welche die Filterplatte fest eingesetzt ist. Zum Dichten wird dann nur eine Filterscheibe benutzt, und der Trichter kann entleert und wieder gefüllt werden, ohne dass die Platte sich verrückt und dadurch undicht wird.

Der Apparat wird in bester Ausführung von der Firma Max Kaehler & Martini, Berlin W, Wilhelmstr. 50 angefertigt.

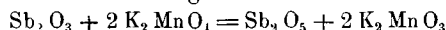
Huddersfield, 3. März 1888.

Neue maassanalytische Bestimmung von Antimonoxydverbindungen und Arsenigesäure.

Von

Dr. Adolf Jolles.

1. Antimonoxydverbindungen. Unter den mannigfachen, in der Literatur verzeichneten Bestimmungen von Antimonoxydverbindungen hat sich nur die jodometrische, d. i. die Oxydation des Antimonoxys in alkalischer Lösung durch Jod zu behaupten vermocht. Die Alkalität der Flüssigkeit ist von wesentlichstem Einflusse für die vollständige Oxydation des Antimonoxys, worauf bereits Mohr (Titrimethode S. 240) bei Besprechung der Unregelmässigkeiten, welche Streng's und Kessler's Methoden (Poggend. Ann. 118 S. 17) im Gefolge haben, hinwies, indem er die Behauptung aufstellte: „Wenn der zu oxydirende Körper in eine Säure übergeht, so muss die Einwirkung in alkalischer Flüssigkeit geschehen; wenn der zu oxydirende Körper in ein Oxyd übergeht, so muss die Einwirkung in saurer Flüssigkeit geschehen“. Ich habe diesen Mohr'schen Satz bei meiner Methode, welche auf dem Principe beruht, dass Antimonoxyd von einer alkalischen Kaliummanganatlösung (K_2MnO_4) vollständig zu Antimonsäure gemäss der Gleichung:



oxydirt wird, bestätigt gefunden. Auf die Bedeutung des Kaliummanganats als Oxydationsmittel habe ich bereits hingewiesen (Repert. 1887), und möchte ich hier nur bemerken, dass die Erscheinungen der vollendeten Oxydation so leicht zu erkennen sind, dass man bei einiger Übung nicht über einen Tropfen der zuzusetzenden Flüssigkeit im Ungewissen ist. Den glatten Verlauf der Reaction hat meine Methode mit der jodometrischen gemein, aber in einem Punkte möchte man ihr einen Vorzug vor der jodometrischen zusprechen, nämlich in der