© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/;www.zobodat.at

Original-Mitteilungen an die Redaktion.

Zur analytischen Untersuchung von Mieser Wulfeniterzen.

Von **E. Dittler** in Wien.

Bei der Untersuchung verschiedener Wulfenitvorkommen aus Mies in Kärnten, die dort ganz ähnlich den Bleierzvorkommen von Bleiberg auftreten, ergab sich mir die Notwendigkeit eine Methode auszuarbeiten, die es ermöglichte, neben dem hauptsächlich als Gangart vorhandenen Ca auch die Elemente Pb, Mo und Zu möglichst exakt in einer einzigen Probe zu bestimmen[1]. Als Mineralien kommen neben Wulfenit, Bleiglanz und Bournonit insbesondere Kalkstein und Dolomit in Frage, die sich unter Umständen derart durchsetzen, daß eine Isolierung kaum möglich ist. Die Erze finden sich absätzig als Schnüre, Schalen und Knoten und werden begleitet von Galmei, Schwefelkies, Cerussit, Anglesit, Greenockit, Gips, Limonit, Hämatit und Calcit, die in Hohlräumen dicht nebeneinander angetroffen werden.

Der Analysengang wäre folgender:

1. Ca. 1 g feinstgebeutelte Durchschnittsprobe wird in einer kleinen flachen Porzellanschale mit etwas Wasser befeuchtet, mit 10—12 cm^3 HCl bis zur Vertreibung der CO_2 digeriert, dann 5 cm^3 HNO_3 (d 1,4) hinzugegeben und auf dem Wasserbad zur Vertreibung der Stickoxyde eingedampft. Ganz einzudampfen ist wegen der Bildung basischer Salze nicht zu empfehlen. Aus der stärker oder schwächer auftretenden Gelbfärbung kann man auf den Molybdängehalt schließen. Ist der Rückstand noch schwarz gefärbt, so müssen zwecks vollständigen Aufschlusses noch einige Tropfen Salpetersäure und Salzsäure in obigem Verhältnisse zugesetzt werden. Beim Eindampfen fällt $PbCl_2$ heraus, falls größere Mengen von diesem Elemente vorhanden sind.

2. Es werden nun 6 cm^3 H_2O und 1 cm^3 H_2SO_4 konz. aus einem Proberöhrchen vorsichtig zugesetzt und über der offenen Flamme bis zum Auftreten von SO_3-Dämpfen unter beständigem Umrühren erhitzt. Am Rande der Schale auftretende Blaufärbung

[1] Einzelmethoden zur Bestimmung von Pb, Mo, Zu sind zur Genüge bekannt: Fr. P. Treadwell, Analytische Chemie, und G. Lunge und E. Berl. Chemisch-technische Untersuchungsmethoden; es fehlt aber an einem Hinweis ihrer praktischen Anwendbarkeit auf den oben erwähnten speziellen Fall.

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/;www.zobodat.at

deutet auf Molybdän. Hierauf wird mit 50 cm³ kaltem Wasser verdünnt, auf dem Wasserbade erwärmt und zwei- bis dreimal mit 50 cm³ H_2O mit 12 Tropfen konzentrierter H_2SO_4 durch ein 9 cm Barytfilter dekantiert, um die Molybdänsalze zu lösen. Der Rückstand darf beim Eindampfen mit einem Tropfen H_2SO_4 keine Blaufärbung mehr aufweisen. Bleisulfat ist in konzentrierter warmer H_2SO_4 löslich, daher darf nicht zu weit eingedampft werden. Der Rückstand besteht aus Blei-Calciumsulfat und unlöslicher Gangart, die nun voneinander zu trennen sind. Häufig befindet sich in diesem Niederschlag auch Sb_2O_3, das bei größeren Mengen durch das Ausziehen mit H_2SO_4 nicht vollständig in das Filtrat gebracht werden kann und mit saurer Seignettesalzlösung[1] entfernt werden muß. Das sich bildende Antimonylsulfat wird nämlich sehr leicht in Säure und Oxyd gespalten, das beim $PbSO_4$-Niederschlag verbleibt.

3. Den Pb-, Ca-Sulfat- und Gangartrückstand behandelt man mit Ammonacetatlösung[2] und kocht ca. eine halbe Stunde, sodann befeuchtet man nach dem Auswaschen mit heißem Wasser mit etwas H_2S-Wasser, um sich von der Reinheit der Gangart zu überzeugen. Ist noch $PbSO_4$ vorhanden, so tritt augenblicklich Schwarzfärbung ein. Man löst dann mit einigen Tropfen HCl und filtriert. Im Filtrat kann man nach Vorschrift das Pb mittels H_2S fällen und bestimmen.

4. Sollen Pb und Ca bestimmt werden, so werden beide Elemente nach dem Ausziehen mit Ammonacetat mit H_2SO_4 gefällt, in einem Neubauer-Platintiegel gewogen, dann in HCl gelöst, das Ca als Oxalat gefällt und das Pb aus der Differenz bestimmt.

Bei der Lösung mit konzentrierter Ammonacetatlösung geht ebenso wie das Bleisulfat auch das Calciumsulfat in Lösung; wahrscheinlich bilden sich basische Acetate[3], die getrennt werden müssen. Lunge-Berl gibt in seinem bekannten Handbuche[4] an, in diesem Falle von dem wieder ausgeschiedenen Blei- und Calciumsulfat abzudekantieren, 200 cm³ Wasser und einige Tropfen H_2SO_4 in das Becherglas zu geben und nach längerem Erwärmen vom nun reinen Bleisulfat abzufiltrieren. Erfahrungsgemäß wird hierbei nicht alles Calcium gelöst, und es erscheint daher zweckmäßiger,

[1] In alkalischer Seignettesalzlösung ist auch $PbSO_4$ löslich, was vermieden werden soll. Man löst 100 g Seignettesalz in möglichst wenig Wasser und füllt auf 200 cm³ auf. Zum Gebrauch säuert man mit einigen Tropfen konzentrierter H_2SO_4 an.

[2] Man löst von diesem Salze so viel, daß ein Bodenkörper verbleibt und gibt NH_3 bis zur alkalischen Reaktion hinzu.

[3] Der Vorgang ist bei Blei nach F. P. Treadwell folgender:

$$2PbSO_4 + 2(NH_4)C_2H_3O_2 + 2NH_4OH = O < \begin{matrix} Pb-C_2H_3O_2 \\ Pb-C_2H_3O_2 \end{matrix} + 2(NH_4)_2SO_4 + H_2O.$$

[4] G. Lunge und E. Berl, Chem.-techn. Untersuchungsmethoden. II. 664. 1910.

© Biodiversity Heritage Library, http://www.biodiversitylibrary.org/;www.zobodat.at

nach obiger Methode zu verfahren, wenn es sich darum handelt, neben Pb auch Ca zu bestimmen.

5. Die SO_4-saure Lösung neutralisiert man mit NH_3 unter Zusatz von Methylorange und entfernt nach Zusatz von etwas NH_4Cl das Fe. Bei viel Fe wird die Fällung nach bekannter Vorschrift wiederholt. Dann kommen noch 20 cm^3 NH_3 hinzu, und nun wird H_2S bis zur Sättigung eingeleitet, bis der Geruch nach H_2S auftritt. Meist ist neben Mo auch etwas Zn vorhanden, das bestimmt werden muß. Es werden daher vor dem H_2S-Einleiten auf je 100 cm^3 Flüssigkeit 5 g Ammonrhodanat zugesetzt, um das ZnS auszusalzen und nach dem Einleiten 12—14 Stunden stehen gelassen; vom ZnS wird durch ein Filter abgegossen und mit der von F. P. Treadwell vorgeschriebenen Waschflüssigkeit (5 g NH_4CNS, 2 cm^3 farblosen $(NH_4)_2S$ in 100 cm^3 H_2O) gewaschen. Das ZnS wird am besten nach Vollhard mittels HgO in ZnO übergeführt. Im Filtrat fällt man nach bekannter Methode das Mo durch Ansäuern der ammoniakalischen Lösung [1].

Mineralogisches Institut der Universität Wien.

Ueber die Funken und den Geruch beim Aneinanderschlagen von Mineralien.

Von **A. Johnsen** in Kiel.

I.

Obwohl R. J. Hauy bereits im Jahre 1787 jedes Mineral in eine von vier Härtegruppen einordnete, je nachdem es Quarz, Glas, Kalkspat zu ritzen oder nicht zu ritzen vermochte, wären doch bis zu der sich hieran anlehnenden Härtestufung durch F. Mohs (1822) das Kratzen mit dem Fingernagel, das Ritzen auf einer Glasscheibe, das Schaben mit dem Messer und das Schlagen am Feuerstahl die üblichen Methoden der Härteprüfung. Die hierbei speziell dem Stahl zugeschriebene Rolle wird aus A. G. Werner's Feststellung (1774) ersichtlich, daß Diamant, Korund, Granat, Quarz, Flint, Schwefelkies und Feldspat die Feile unter Funkenbildung angreifen, daß dagegen Flußspat und Zinkblende dies nicht tun, sondern sich mit dem Messer schaben lassen. Ähnlich äußern sich C. v. Linné (1770), R. Kirwan (1785) u. a. Später fand man, daß die Stahlfeile nur von denjenigen Mineralien angegriffen wird, deren Härte in der Mohs'schen Skala mindestens an $H = 6$ heranreicht. Dementsprechend sagt C. Hintze in seinem Handbuch (1904) vom Arsenkies mit der Härte $H \leq 6$ ausdrücklich, daß er am Stahl funke.

[1] Diese Methode hat gegenüber der Druckmethode unleugbare Vorteile.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Centralblatt für Mineralogie, Geologie und Paläontologie

Jahr/Year: 1919

Band/Volume: 1919

Autor(en)/Author(s): Dittler Emil

Artikel/Article: Zur analytischen Untersuchung von Mieser Wulfeniterzen. 225-227