

Original-Mitteilungen an die Redaktion.

Zur analytischen Untersuchung von Mieser Wulfenitserzen.

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 Zn möglichst exakt in einer einzigen Probe zu bestimmen¹. Als Mineralien kommen neben Wulfenit, Bleiglanz und Bourbonit insbesondere Kalkstein und Dolomit in Frage, die sich unter Umständen derart durchsetzen, daß eine Isolierung kaum möglich ist. Die Erze finden sich absätzig als Schüre, 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 feinstgebelte Durchschnittsprobe wird in einer kleinen flachen Porzellanschale mit etwas Wasser befeuchtet, mit 10—12 cm³ HCl bis zur Vertreibung der CO₂ digeriert, dann 5 cm³ HNO₃ (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 Anschlusses noch einige Tropfen Salpetersäure und Salzsäure in obigem Verhältnisse zugesetzt werden. Beim Eindampfen fällt PbCl₂ herans, falls größere Mengen von diesem Elemente vorhanden sind.

2. Es werden nun 6 cm³ H₂O und 4 cm³ H₂SO₄ konz. aus einem Proberöhrchen vorsichtig zugesetzt und über der offenen Flamme bis zum Auftreten von SO₃-Dämpfen unter beständigem Umrühren erhitzt. Am Rande der Schale auftretende Blaufärbung

¹ Einzelmethoden zur Bestimmung von Pb, Mo, Zn 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.

deutet auf Molybdän. Hierauf wird mit 50 cm³ kaltem Wasser verdünnt, auf dem Wasserbade erwärmt und zwei- bis dreimal mit 50 cm³ H₂O mit 12 Tropfen konzentrierter H₂SO₄ durch ein 9 cm Barytfilter dekantiert, um die Molybdänsalze zu lösen. Der Rückstand darf beim Eindampfen mit einem Tropfen H₂SO₄ keine Blaufärbung mehr aufweisen. Bleisulfat ist in konzentrierter warmer H₂SO₄ 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 Sb₂O₃, das bei größeren Mengen durch das Ausziehen mit H₂SO₄ nicht vollständig in das Filtrat gebracht werden kann und mit saurer Seignettesalzlösung¹ entfernt werden muß. Das sich bildende Antimonylsulfat wird nämlich sehr leicht in Säure und Oxyd gespalten, das beim PbSO₄-Niederschlag verbleibt.

3. Den Pb-, Ca-Sulfat- und Gangarückstand behandelt man mit Ammonacetatlösung² und kocht ca. eine halbe Stunde, sodann befeuchtet man nach dem Auswaschen mit heißem Wasser mit etwas H₂S-Wasser, um sich von der Reinheit der Gangart zu überzeugen. Ist noch PbSO₄ vorhanden, so tritt augenblicklich Schwarzfärbung ein. Man löst dann mit einigen Tropfen HCl und filtriert. Im Filtrat kann man nach Vorschrift das Pb mittels H₂S fällen und bestimmen.

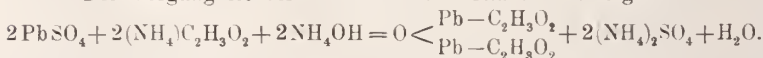
4. Sollen Pb und Ca bestimmt werden, so werden beide Elemente nach dem Ausziehen mit Ammonacetat mit H₂SO₄ gefällt, in einem Neubauer-Platintiegel gewogen, dann in HCl gelöst, das Ca als Oxalat gefällt und das Pb aus der Differenz bestimmt.

Bei der Lösung mit konzentrierter Ammonacetatlösung geht ebenso wie das Bleisulfat auch das Calciumsulfat in Lösung; wahrscheinlich bilden sich basische Acetate³, die getrennt werden müssen. LUNGE-BERL gibt in seinem bekannten Handbuche⁴ an, in diesem Falle von dem wieder ausgeschiedenen Blei- und Calciumsulfat abzudekantieren, 200 cm³ Wasser und einige Tropfen H₂SO₄ 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 PbSO₄ 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 H₂SO₄ an.

² Man löst von diesem Salze so viel, daß ein Bodenkörper verbleibt und gibt NH₃ bis zur alkalischen Reaktion hinzu.

³ Der Vorgang ist bei Blei nach F. P. TREADWELL folgender:



⁴ G. LUNGE und E. BERL, Chem.-techn. Untersuchungsmethoden. II. 664. 1910.

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 $20 \text{ cm}^3 \text{ NH}_3$ 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 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ in $100 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}$) 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 Lösung¹.

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 anlehenden 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 unlegbare 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](#)