

nierschlacken hinzu, so daß man unter Berücksichtigung der Verarbeitung der Zwischenprodukte ohne Essenverluste mit einem Gesamtverlust von 8 bis 10% rechnen muß.

## B. DIE HERSTELLUNG VON HANDELSOXYD.

Unter Handelsoxyd oder Antimonweiß versteht man reines Antimontrioxyd, das möglichst wenig durch Tetroxyd und andere Metallverbindungen verunreinigt ist. Es wird als Ersatz für das giftige und an der Luft grau werdende Bleiweiß verwendet, ohne allerdings dessen Deckkraft zu besitzen. Außerdem dient es zur Herstellung von Antimonpräparaten (z. B. Brechweinstein) usw.

Es entsteht bei der verflüchtigenden Röstung in den hierfür bereits oben (S. 238 ff.) beschriebenen Öfen bei Einhaltung gewisser Bedingungen, zu denen vor allem die Verhinderung einer nachträglichen Oxydation des erzeugten Trioxydes auf dem Wege zur Niederschlagungsanlage durch überschüssige Luft gehört, weshalb hier mit CO-Überschuß in den Abgasen des Röstofens gearbeitet werden muß<sup>1)</sup>; noch vollständiger läßt sich dieses Ziel beim Arbeiten im Muffelofen erreichen. Die Menge und Qualität des so gewonnenen Handelsproduktes hängt natürlich weitgehend von dem Gehalt der Erze an flüchtigen Verunreinigungen, in erster Linie also an As und Pb, ab, während das die Farbe in noch stärkerem Maße als das gelbe PbO beeinträchtigende braune CdO verhältnismäßig selten auftritt. Jedenfalls ist das am Anfang und am Ende der Niederschlagungsanlage aufgefangene Produkt stets unrein und muß reduziert werden, doch ist seine Menge um so geringer, das Ausbringen an Handelsoxyd um so besser, je reiner die Erze sind. Um ferner eine Verunreinigung durch mitgerissene Kohle- oder Kokspartikeln zu vermeiden, soll als Brennstoff dienende Holzkohle vorher gewaschen, Koks abgeseibt werden. Durch einen Gehalt an Schwefelantimon oder Oxysulfid wird die Farbe des Produktes rötlich; eine solche läßt sich also auf ungenügende Oxydation, sei es infolge zu hoher Beschickungssäule, zu vielen Brennstoffes oder zu geringen Zuges, schließen. Sie tritt vor allem bei Inbetriebsetzung einer Anlage nach Auskühlung der Kanäle auf, solange der Zug noch schlecht ist.

Aus dem Gesagten geht hervor, daß man stets damit zu rechnen hat, daß ein Teil des gewonnenen Oxydes reduziert werden muß. Jede Anlage zur Erzeugung von Handelsoxyd soll daher mit einer Reduktionsanlage verbunden sein; dies bietet außerdem den Vorteil, daß man in der Lage ist, je nach der herrschenden Marktlage, auch das reine Oxyd auf Regulus (der dann nicht mehr raffiniert zu werden braucht) zu verarbeiten.

Neben den Röstschachtöfen werden wohl auch Muffelöfen (Rasse-Courbet-Prozeß, Frz. Pat. 362455) verwendet, die zwar ein besseres Ausbringen an Handelsoxyd ergeben und die Verarbeitung von Feinerz gestatten, dafür aber wesentlich teurer im Betrieb sind. Sie enthalten mehrere von einem gemeinsamen Heizkanal umspülte Muffeln mit genau regelbaren Öffnungen für den Luftzutritt;

<sup>1)</sup> Wegen der großen Giftigkeit des CO sei vor einem Betreten der Kanäle vor deren gründlicher Lüftung eindringlichst gewarnt!

die mit den Oxyden beladenen Muffelgase treten gesondert von den Heizgasen in eine unter den Muffeln befindliche Kammer ein und gelangen von da durch einen gemeinsamen Kanal in die Kondensationsanlage.

Von allergrößter Wichtigkeit, nicht nur für die restlose Erfassung aller mit den Ofengasen entweichenden Oxyde, sondern auch für die Gewinnung eines marktfähigen Produktes, ist eine richtig funktionierende

**Kondensations- und Niederschlagungsanlage** (fälschlich nur „Kondensationsanlage“ genannt, obgleich sie außer dem „Kondensieren“, d. h. der Überführung aus dem gasförmigen in den tropfbar flüssigen oder festen Zustand, die mindestens ebenso wichtige Aufgabe hat, den erzeugten Nebel oder hochdispersen Staub niederzuschlagen).

Während zur Niederschlagung solcher Stäube, bei denen es sich lediglich um die Gewinnung ihres Metallinhaltes bzw. um die Verhütung einer Belästigung der Nachbarschaft handelt, jede beliebige Anlage (Sackfilter, elektrische Gasreinigung, nasse Kondensation) verwendet werden kann, muß hier besonders noch darauf geachtet werden, daß zur Erzielung eines möglichst hochdispersen Oxydes die eigentliche Kondensation, d. h. die Überführung in den festen Zustand, und damit die Abkühlung möglichst plötzlich erfolgt; doch darf andererseits eine Kondensation von Wasserdampf nicht stattfinden, d. h. die Abkühlung soll nicht bis unter dessen Taupunkt sinken, da sonst das Oxyd feucht und unverkäuflich wird; aus demselben Grunde ist natürlich die Anwendung der nassen Niederschlagung ausgeschlossen, die höchstens zur Nachreinigung geeignet und hier trotz ihrer großen Mängel häufig noch angewendet wird.

Am besten eignen sich solche Apparate, bei denen zugleich mit der Niederschlagung des Staubes eine rasche Abkühlung der Gase erfolgt, d. h. sog. Röhrenapparate. Diese können mit einer Vorrichtung zur elektrischen Staubbildung verbunden sein (s. S. 465); doch kann man auch von einer solchen absehen und eine Apparatur nach Art der im folgenden beschriebenen benutzen. Der Verbindungskanal mit dem Oxydofen sei möglichst weit und kurz, damit die hier besonders leicht auftretenden Verstopfungen vermieden werden.

Der hier abgebildete Röhrenapparat (s. Fig. 86) besteht aus einer großen Anzahl serienweise hintereinander geschalteter, innen mit säurefestem, nicht abblätterndem Anstrich versehenen Blechröhren; diese sitzen auf einem gemauerten oder aus Eisenbeton hergestellten, in einzelne Sammelkammern unterteilten Kanal auf. Häufig besitzen sie zur Vergrößerung der kühlenden Oberfläche Rippen (nach Art der Rippenheizkörper); dagegen hat sich die ebenfalls manchmal angewendete Wasserberieselung der ersten Rohre wegen starker Bildung sehr festhaftender, harter, wärmeisolierender Krusten im Innern nicht bewährt. Auch die von Herrenschildt vorgeschlagene Hosenform ist weniger geeignet als die Ausbildung in Gestalt senkrechter, oben durch einen ebenfalls unterteilten Blechkanal verbundener Rohre.

Der Boden der unteren, sauber verputzten Kammern ist nach der durch einen Holzdeckel mit Filzdichtung verschlossenen Räumöffnung hin geneigt (Austrag von Hand) oder von trichterförmiger Gestalt (Austrag mit Schnecke).

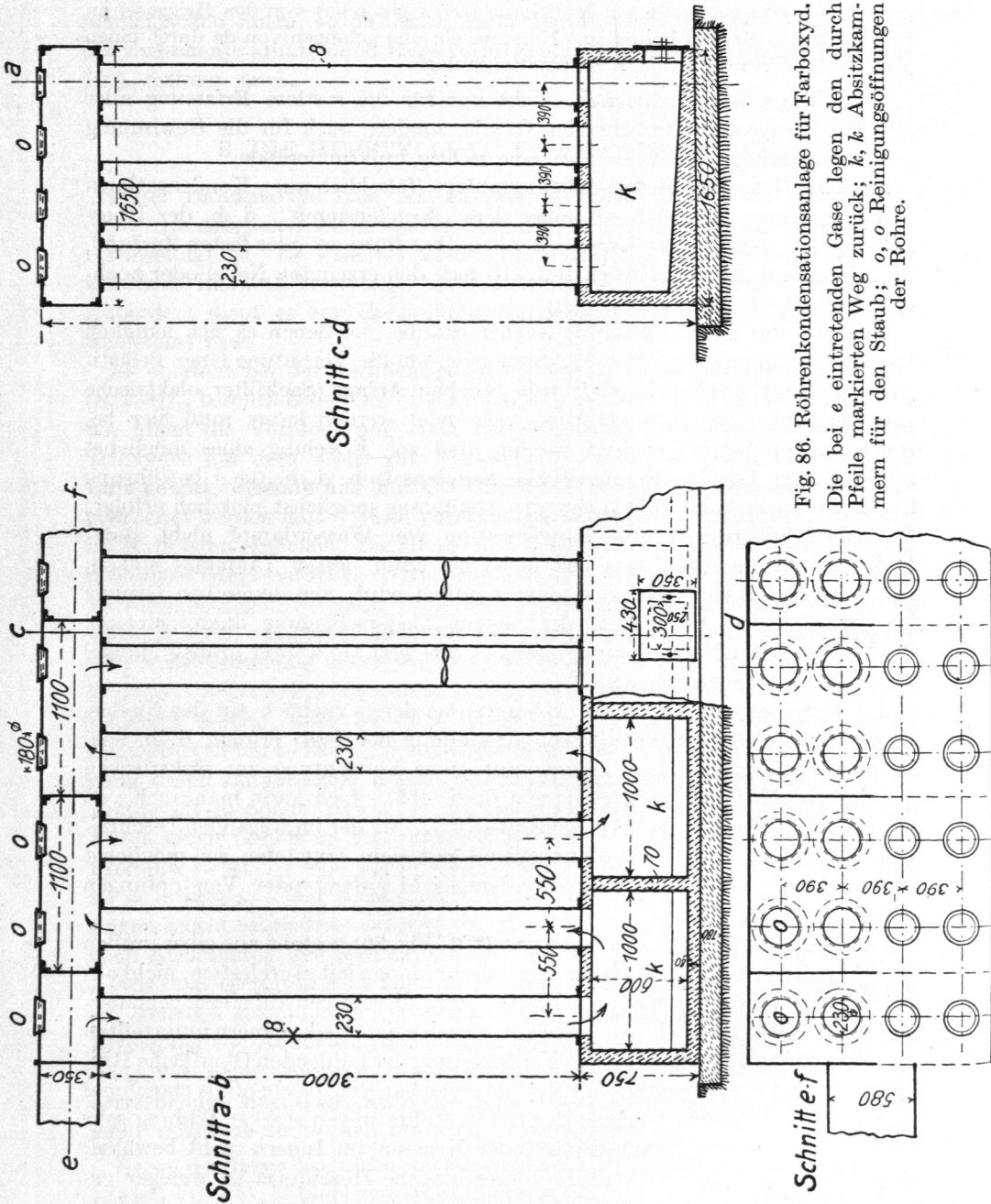


Fig. 86. Röhrenkondensationsanlage für Farboxyd. Die bei e eintretenden Gase legen den durch Pfeile markierten Weg zurück; k, k Absitzkammern für den Staub; o, o Reinigungsöffnungen der Röhre.

Über jeder Röhre befindet sich eine verschließbare Reinigungsöffnung. Eintrittstemperatur 350 bis 750°, Austrittstemperatur ca. 100°.

Zur Nachreinigung, d. h. zum Niederschlagen der letzten (meist durch As verunreinigten) Oxydmengen dienen, wie gesagt, nasse Einrichtungen, besser

Sackfilter, die sich, falls die Temperatur nicht unter den Taupunkt sinkt, trotz des Säuregehaltes der Gase noch am besten bewährt haben. Die den Gastransport besorgenden Exhaustoren befinden sich zweckmäßig zwischen Röhrenapparat und Nachreinigungsanlage.

Um eine Verunreinigung des Handelsoxydes durch Rost u. dgl. zu vermeiden, soll es nur mit hölzernem Werkzeug (Schaufeln z. B.) in Berührung kommen. Um ferner Verunreinigung durch Staub zu verhindern, soll es stets in geschlossenen Holzbehältern mit Deckel aufgespeichert und möglichst rasch in Fässer verpackt werden. Hierzu verwendet man Faßpackmaschinen mit einer Rüttelvorrichtung, welche ein sehr festes Packen ermöglichen. Inhalt eines Fasses: 400 bis 500 kg.

### Die Eigenschaften des Handelsoxyds.

Gutes Oxyd soll mindestens 82% Sb (als Trioxyd) und darf höchstens wenige Zehntel Prozent As enthalten; es soll „amorph“, d. h. möglichst feinkristallin und schwer sein (Tetroxyd ist spezifisch leichter als Trioxyd): aus dem Nettogewicht einer Faßfüllung kann man häufig schon auf die Qualität schließen. Es soll fest an den Fingern haften, doch sich beim Drücken nicht zusammenballen. Die Farbe muß rein weiß sein, läßt sich jedoch objektiv nur durch Vergleich mit Sorten von anerkannter Güte feststellen.

Probe auf  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ : restlose Löslichkeit in Weinsteinensäure (Tetroxyd löst sich nicht!).

### C. DIE GEWINNUNG VON SCHWEFELANTIMON (CRUDUM).

Technisch reines Schwefelantimon, das unter der Bezeichnung „Crudum“<sup>1)</sup> mit einem Gehalt an  $\text{Sb}_2\text{S}_3$  bis zu 97% gehandelt wird, dient als Ausgangsmaterial für schwefelhaltige Antimonverbindungen (z. B. Goldschwefel), Feuerwerkskörper, zur Herstellung von Zündhölzern, Rubinglas, Farben usw. Soweit der recht beschränkte Markt aufnahmefähig ist, ist es natürlich bequemer und billiger, dieses in der Natur vorkommende Produkt in reinstem Zustand als solches oder nach einem einfachen Seigerprozeß direkt zu verkaufen, als es auf Oxyd oder Metall zu verarbeiten. Aber auch als eine Art Aufbereitungsprozeß dient die Gewinnung von Crudum als Mittel zur Trennung der reicheren Erzsorten in ein von Gangart praktisch freies und daher für die Niederschlagsarbeit oder die Röstreduktionsarbeit mit nichtverflüchtiger Röstung geeignetes Produkt und in einen antimonärmeren Rückstand, der die Gangart und die Hauptmenge der Verunreinigungen enthält und daher für die verflüchtigende Röstung geeigneter ist.

Als Ausgangsmaterial sind nur die reinsten, vor allem blei- und arsenärmsten Stückerze bis herab zu 45% Sb geeignet; Feinerze werden besser direkt auf Regulus verarbeitet, da sie, wenigstens in den verwendeten Tiegeln oder Röhren, zu dicht liegen und daher zu reiche Rückstände bzw. zu wenig

<sup>1)</sup> sc. antimonium, d. i. eigentlich Rohantimon.