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 $\mathrm{Sb_2O_3}$: restlose Löslichkeit in Weinsteinsäure (Tetroxyd löst sich nicht!).

C. DIE GEWINNUNG VON SCHWEFELANTIMON (CRUDUM).

Technisch reines Schwefelantimon, das unter der Bezeichnung "Crudum"¹) mit einem Gehalt an Sb₂S₃ 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 nichtverflüchtigender 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

¹⁾ sc. antimonium, d. i. eigentlich Rohantimon.

Crudum liefern. Erze mit 90% $\mathrm{Sb_2S_3}$ und darüber werden ausgeklaubt und direkt als Crudum verkauft.

Die Gewinnungsmethode ist sehr einfach; sie besteht in einem Seigerprozeß, d. i. im vorsichtigen Erhitzen unter Luftabschluß bis über den Schmelzpunkt des Sb₂S₃ (548°), wobei dieses ausfließt und von den Rückständen getrennt aufgefangen werden kann. Um Verluste zu vermeiden, ist vor allem wichtig, daß die Temperatur den Siedepunkt des Sb₂S₃ (ca. 990°) nicht erreicht.

Das Endprodukt soll strahlig kristallines Gefüge, Metallglanz und Graphitfarbe besitzen, was nur bei sehr langsamer Abkühlung zu erreichen ist (diese Forderungen müssen natürlich nur bei Arbeit auf ein Verkaufsprodukt erfüllt werden).

Es enthält stets etwas $\mathrm{Sb_2O_3}$ und sogar met. Sb (z. B. Crudum von Hunan: 77,17 % $\mathrm{Sb_2S_3}$, 19,08 % $\mathrm{Sb_2O_3}$, 2,54 % Sb, 1,10 % FeS, 0,05 % Unlsl.). Ungarisches Crudum enthält 1 bis 4 % FeS, 0,2 bis 3,4 % $\mathrm{As_2S_3}$, bis 0,6 % Cu, bis 3,7 % Pb.

Die Seigerrückstände sind fast stets noch so reich (12 bis 20% Sb), daß sie auf Oxyd oder Regulus verarbeitet werden müssen.

Die praktische Ausführung erfolgt in Tiegeln mit durchlochtem Boden, in Röhren oder Flammöfen. Die Arbeit in Tiegeln ist die ursprünglichste; sie kann mit den einfachsten Mitteln und in kleinstem Maßstabe ausgeführt werden und ist daher vor allem in China mit seinen oft außerordentlich kleinen Grubenbetrieben üblich. Flammöfen sind zwar sehr billig im Betrieb, doch ist es schwer möglich, in ihnen reduzierende Atmosphäre innezuhalten, die Verdampfungsverluste infolge Oxydbildung sind daher sehr hoch. Recht gut sollen sich stehende Röhren bewähren, welche auch kontinuierlichen Betrieb gestatten. Das Erz wird vor dem Eintrag auf Hasel- oder Walnußgröße zerkleinert.

1. Die Arbeit im Tiegel.

Tiegel aus feuerfestem Ton, Boden mit 4 bis 5 Löchern von je 10 bis 15 mm Durchmesser versehen. Fassungsvermögen 5 bis 25 kg. Das aus dem Erz durch die Bodenöffnungen ausseigernde Crudum sammelt sich in einem darunter angeordneten Sammelgefäß an, welches zum Zwecke der langsamen Abkühlung in Sand, Asche oder Kokslösche eingebettet ist, manchmal auch noch besonders erwärmt wird.

Bei der primitivsten Ausführung stehen die Tiegel einzeln oder in Reihen frei, von Brennstoff umgeben, der höchstens an 2 Seiten durch eine niedrige Mauer zusammengehalten wird. Meist sind sie aber in größerer Zahl in einem geschlossenen Ofenraum mit gemeinsamer Rostfeuerung vereinigt. Die Sammelgefäße stehen entweder in einem tiefen Sandbett innerhalb des Ofens, oder, besser, außerhalb und sind dann durch Tonröhren mit den Tiegeln verbunden. Diese Anordnung gestattet ein Auswechseln der Sammelgefäße ohne Störung des Betriebes. Schmelzdauer: 2 bis 12 Std.

Die Rückstände enthalten selten unter 12% Sb.

2. Die Arbeit in stehenden Röhren.

Sie ermöglicht einen kontinuierlichen Betrieb, daher Brennstoffausnutzung besser, Materialverbrauch geringer, Löhne niedriger.

Gewöhnlich sind 4 schwach konische Röhren (1 m lang, Durchmesser im Lichten oben 25 cm, unten 20 cm, Wandstärke 15 bis 20 mm) in einem Ofen (Fig. 87) vereinigt; sie stehen auf niedrigen, durch den Ofen hindurchgehenden Kanälen mit flacher Decke, welche an dieser Stelle Öffnungen für das ausgeseigerte Crudum besitzen; dieses läuft in die Sammelbehälter, welche auf Fahrgestellen von außen in die Kanäle geschoben werden. Zwischen

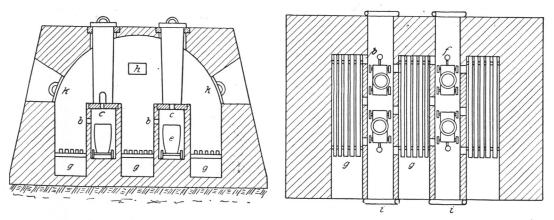


Fig. 87. Röhrenofen zum Seigern von Crudum. — Nach Schnabel.

Die Kanäle für die Aufnahme der auf Fahrgestellen f stehenden Tiegel e sind durch die Türen i verschlossen und stehen durch Öffnungen b, b mit dem Ofenraum in Verbindung; sie besitzen oben mit Löchern c versehene Teller, auf denen die Röhren stehen; g, g, g Feuerungen; h Fuchs; k, k Arbeitstüren.

(Aus Ullmann, Enzyklopädie d. Techn. Chemie, 2. Aufl., Bd. I.)

den Kanälen bzw. zwischen diesen und den Seitenwänden des Ofens liegen die langen schmalen Rostfeuerungen. Die Röhren gehen durch das Gewölbe hindurch und können mittels dicht schließender Deckel verschlossen werden. Beschicken von oben, Ausräumen der Rückstände durch seitliche verschließbare Öffnungen am Fuße der Röhren.

Einsatz einer Röhre: 250 kg; Schmelzdauer: 3 Std., Brennstoffaufwand: 64% des erzeugten Crudum. Ausbringen an Crudum: 50% des vorgelaufenen $\mathrm{Sb_2S_3}$. Lebensdauer der Röhren: 20 Tage.

3. Die Arbeit im Flammofen.

Man verwendet dazu einen kleinen Ofen mit nach der Mitte zu stark geneigter Sohle, die hier eine schräge Rinne bildet. Im übrigen besitzt er große Ähnlichkeit mit dem in Bd. I, Fig. 56, S. 91, abgebildeten Seigerofen für Reichschaum. Es ist anzunehmen, daß diese Methode zur Bewältigung größerer

Mengen und bei Aufstellung einer guten Niederschlagsanlage für die Oxyde die wirtschaftlich günstigsten Resultate liefert. Vor allem dürfte sie auch zur Verarbeitung feiner Aufbereitungsprodukte geeignet sein. Über Betriebsergebnisse ist nichts bekannt.

6. Literatur zur Antimongewinnung.

Bahlsen-Greulich in Ullmanns Enzyklopädie d. techn. Chemie, 2. Aufl., Bd. 1, S. 518 bis 540. — Berlin 1928, Urban & Schwarzenberg.

W. Borchers, Zinn, Wismut, Antimon; Bd. 4 der "Metallhüttenbetriebe". — Halle a. S. 1924, W. Knapp.

Ch. Yu Wang, Antimony. - London 1909, Ch. Griffin & Co. Ltd.