

XVI. *Analyse eines Jamesonits aus Estremadura; vom Grafen F. Schaffgotsch.*

Das Mineral, dessen chemische Zusammensetzung ich auszumitteln versuchte, trägt die Aufschrift: »*Antimoine orifère de Valentia d'Alcantara; province Estremadura,*« und besitzt folgende äußere Charaktere. Es ist derb, und besteht aus kurz- und dickstängligen, verworren durch einander gewachsenen Zusammensetzungsstücken, welche rechtwinklig gegen die Hauptaxe vollkommen spaltbar, parallel mit der Hauptaxe dagegen nur unvollkommen, jedoch in mehreren Richtungen spaltbar sind, so daß der Längenbruch der Hauptaxe parallel gestreift erscheint. Außerdem zeigt das Mineral einen lebhaften Metallglanz, eine dunkel bleigraue Farbe und einen graulichschwarzen Strich. Die Härte fand ich etwas über der des Steinsalzes und das spezifische Gewicht  $\approx 5,616$  bei  $19^{\circ}$  C.

Hr. Prof. H. Rose, welcher mir gütigst gestattet, mich in seinem Privat-Laboratorium in chemischen Untersuchungen zu üben, liefs mich unter seiner unschätzbaren Leitung die Analyse des gedachten Minerals vornehmen.

Die Methode der Zerlegung war dieselbe, welche Hr. Prof. H. Rose im XV. Bd. dies. Annalen, S. 456 f., ausführlich beschrieben hat. — Eine gewogene Menge der fein gepulverten Substanz, 2,858 Grm., wurde in der kugelförmigen Erweiterung eines Glasrohrs der Einwirkung eines gleichmäßigen Stromes von getrocknetem Chlorgas ausgesetzt und mittelst einer Weingeistlampe schwach erhitzt, so daß die flüchtigen Chlorverbindungen des Antimons und Schwefels abdestillirten und in einer Glasflasche aufgefangen werden konnten, welche eine Auflösung von etwas Chlorwasserstoffsäure und Weinsäure enthielt.

Nach gänzlicher Verflüchtigung der Chloride wurde der abgesprengte Theil des Glasrohrs, worin sich die rückständigen Chlormetalle befanden, mit heissem Wasser ausgespült, und die durch Eisenchlorid stark gefärbte Auflösung, nach Hinzufügung von etwas Chlorwasserstoffsäure in einer Porcellanschale fast bis zur Trockniss abgedampft. Der Rückstand wurde mit Weingeist von 90° Tr. übergossen und das ungelöste Chlorblei auf ein gewogenes Filtrum gebracht. Nach dem Trocknen wog das Chlorblei 1,533 Grm., also das darin enthaltene metallische Blei 1,1424. Die abfiltrirte Flüssigkeit, welche natürlich keine Spur von Chlorblei und, wie ich meinte, überhaupt ausser Eisenchlorid kein Chlormetall mehr enthalten konnte, wurde durch Hinzufügung von Wasser stark milchig, was auf die Anwesenheit von Wismuth zu deuten schien. In der Absicht, dieses Metall mit Schwefelwasserstoff zu fällen, verjagte ich durch anhaltendes Kochen den Alkohol der Flüssigkeit, um das Niedersinken des zu bildenden Schwefelmetalls zu befördern. Ueberschüssig hinzugefügtes Schwefelwasserstoffwasser gab nun in der That einen nicht unbedeutenden Niederschlag von dunkelbrauner Farbe, der, wegen der Gegenwart von Eisenchlorid, ein Gemenge von Schwefelmetall und freiem Schwefel seyn mußte. Ich brachte ihn auf ein gewogenes Filtrum und fand sein Gewicht 0,060 Grm. Das in der abfiltrirten Auflösung nunmehr enthaltene Eisenchlorür wurde durch Erhitzen mit Salpetersäure in Chlorid verwandelt, und das durch Ammoniak gefällte Eisenoxyd geglüht und gewogen. Aus dem Gewichte des Oxydes, 0,1125 Grm., liefs sich mit Genauigkeit das Gewicht des mit dem erwähnten Schwefelmetall gemengten Schwefels ermitteln, da ein Atom Eisenchlorid oder Oxyd nothwendig die Fällung eines Atoms Schwefel bedingt. Das Schwefelmetall dessen wahres Gewicht ich auf diese Art zu 0,037 berechnete, wurde nun qualitativ geprüft. Ein Theil gab durch Reduction vor dem Lüthrohr eine Menge weifser Metall-

kügelchen, welche einen gelben Beschlag auf die umliegende Kohle absetzten, ein anderer Theil wurde in kochender Salpetersäure aufgelöst. Aetzkali fällte ein voluminöses, weißes Oxyd, welches auch vom größten Ueberschusse des Fällungsmittels selbst bei anhaltender Kochhitze nicht aufgelöst wurde. Hienach glaubte ich das geprüfte Metall mit Recht für Wismuth halten zu können, und berechnete seine Menge aus der bekannten Zusammensetzung des Schwefelwismuths zu 0,0302 Grm. Die vom Eisenoxyd abfiltrirte, stark ammoniakalische Flüssigkeit gab mit Hydrothionammoniak einen allmählig zunehmenden flockigen Niederschlag von weißer Farbe. Ich brachte ihn auf ein Filtrum und glühte ihn heftig beim Zutritt der Luft, bis sein Gewicht unverändert 0,015 Grm. betrug. Das Löthrohr erwies die erhaltene Substanz als Zinkoxyd; das metallische Zink betrug also 0,012 Grm.

Die als Vorlage gebrauchte Flasche, welche die flüchtigen Chloride aufgenommen hatte, enthielt alles Antimon und den größten Theil des Schwefels in aufgelöster Form, während der übrige Theil des letzteren in erstarrten Tropfen am Boden lag. Ich sonderte dieselben von der Flüssigkeit ab, und fand sie nach gehörigem Trocknen 0,124 Grm. schwer. Der schwefelsaure Baryt, welchen Chlorbaryum aus der sauren Flüssigkeit niederschlug, wog, völlig ausgewaschen und geglüht, 3,633 Grm. Ich digerirte ihn, um eine mögliche Verunreinigung durch weinsauren Baryt zu beseitigen, mit verdünnter Salzsäure, und filtrirte abermals. Die abfließenden Tropfen wurden nun durch Schwefelsäure sehr merklich getrübt, und das Gewicht des geglühten Niederschlages war auf 3,614 Grm. herabgesunken. Der darin enthaltene Schwefel wog 0,4986 Grm., also der gesamte Schwefel 0,6226 Grm. Aus der sauren antimonhaltigen Flüssigkeit entfernte ich nun das überschüssig hinzugesetzte Chlorbaryum durch Schwefelsäure und leitete Schwefelwasserstoffgas hindurch. Das gefällte Schwefelantimon wurde auf ein gewogenes Fil-

trum gebracht, und wog nach dem Trocknen 1,594 Grm. Hievon digerirte ich 1,536 Grm. mit Königswasser, das etwas Weinsäure enthielt. Der Schwefel wurde mit den angegebenen Vorsichtsmafsregeln bestimmt, und wog 0,6377 Grm., woraus sich durch einfache Rechnung als Gewicht des Antimons 0,9322 Grm. ergab. Die vom Schwefelantimon abfiltrirte Flüssigkeit, aus welcher Schwefelwasserstoff nichts mehr fällte, enthielt noch etwas Eisen, das als Chlorid übergegangen war. Ich neutralisirte sie mit kohlensaurem Natron und fügte Hydrothionammoniak hinzu. Das gefällte Schwefeleisen gab durch heftiges Glühen unveränderlich 0,037 Grm. Eisenoxyd; die gesammte Quantität des letzteren betrug hienach 0,1495 Grm. mit 0,1037 Grm. metallischem Eisen.

In Procenten gab die angeführte Untersuchung:

Blei	39,971
Antimon	32,616
Schwefel	21,785
Eisen	3,627
Wismuth	1,055
Zink	0,121
	<hr/>
	99,475.

Eine zweite Analyse gab mir 21,52 Proc. Schwefel, eine dritte 40,47 Blei und 0,36 Zink, eine vierte 21,53 Schwefel, 39,79 Blei und 33,03 Antimon. Das Zinkoxyd wurde hiebei durch Glühen des kohlensauren Salzes und das Antimon durch Reduction des Schwefelmetalls mittelst Wasserstoff erhalten.

Was nun die Art und Weise betrifft, nach welcher die einzelnen Bestandtheile zusammenzupaaren seyn möchten, so scheint das Mineral wesentlich eine Verbindung von Schwefelantimon mit Schwefelblei zu seyn, beträchtlich verunreinigt durch Schwefelzink, Schwefelwismuth und Schwefeleisen. Es erfordern nämlich die 39,971 Th. Blei 6,212 Th. Schwefel, um  $PbS$ , und die 32,616 Th.

Antimon 12,201 Theile Schwefel, um  $\text{SbS}^3$  zu bilden, welche Schwefelmengen sich ungefähr wie 1 : 2 verhalten. Dieses Verhältniß ist noch genauer nach der vierten Analyse, wo die dem Blei und Antimon entsprechenden Schwefelmengen 6,18 und 12,35 betragen. Da aber im Ganzen 21,785 Proc. Schwefel gefunden wurden, so bleiben davon 3,369 im Ueberschuß, und müssen unter das Zink, Wismuth und Eisen vertheilt werden. Es bedarf aber das Zink 0,210 Schwefel, um Zinkblende, und das Wismuth 0,210 Schwefel, um Wismuthglanz zu bilden, so daß für das Eisen 2,919 übrig bleiben. Ist das eingemengte Schwefeleisen gewöhnlicher Magnetkies:



so fordern die 3,627 Eisen 2,458 Schwefel; es giebt aber, nach Stromeyer's Untersuchung, auch ein natürliches Schwefeleisen:  $\text{FeS} + \text{FeS}^3$ , und um dieß zu bilden sind 2,868 Schwefel erforderlich.

Aus allem diesen würde folgen, daß das untersuchte Mineral nichts anderes als ein mit etwa  $8\frac{1}{2}$  Proc. fremden Beimengungen verunreinigter Jamesonit sey, eine Annahme, welche auch mit den physischen Eigenschaften des Minerals vollkommen harmonirt. Außer Cornwallis, war, wie ich glaube, bisher kein Fundort des Jamesonits bekannt, und nur in sofern schien mir das Resultat meiner Untersuchung der Mittheilung nicht ganz unwerth.

## XVII. *Neue Schwefelkies-Bildung* von J. Nöggerath und G. Bischof.

### 1. Mittheilung von J. Nöggerath.

Der Präsident des niederrheinischen landwirthschaftlichen Vereins, Hr. Baron von Carnap auf Bornheim, welcher von dem Fürsten zu Salm-Dyck die Mineralquellen von Roisdorf vor Kurzem in langjährigen Bestand