

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1892. Heft 5.

Die Verwendung des elektrischen Stromes für trockene metallurgische Proben.

Von

Dr. W. Borchers.

Der elektrische Strom findet bekanntlich in chemischen Fabriken, Hüttenbetrieben und Bergwerksanlagen eine sich mehr und mehr ausbreitende Verwendung, sei es für elektrolytische Zwecke, sei es zur Beleuchtung, sei

quemlichkeiten und Belästigungen, welche mit ihrer Inbetriebsetzung und Bedienung verbunden sind.

Für eine Reihe nasser Proben hat sich ja die Zuhilfenahme des elektrischen Stromes schon seit langer Zeit bewährt. Classen's „quantitative Analyse durch Elektrolyse“ (Berlin 1886) enthält eine reichliche Auswahl erprobter Methoden und handlicher Apparate. Ich will mich daher nur auf die trockenen Proben beschränken und für diese einige Apparate angeben, welche die Erwärmung der Beschickung in einer Weise er-

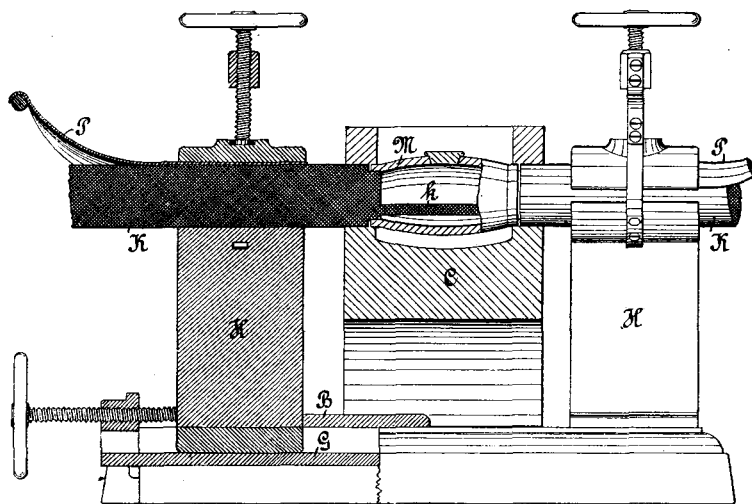


Fig. 64.

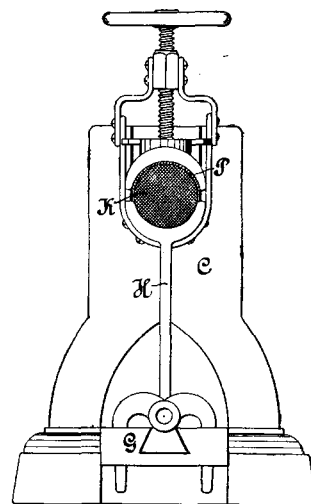


Fig. 65.

es schliesslich zur Kraftübertragung. Wo und für welche specielleren Zwecke auch immer eine Stromquelle bereits vorhanden ist, ja auch dort, wo eine vorhandene Kraftmaschine nicht voll ausgenutzt ist, und wäre es auch nur für wenige Stunden während des Tages, ist es ganz gewiss angezeigt, die Möglichkeit einer ausgedehnteren Verwendung des elektrischen Stromes für Laboratoriumszwecke in's Auge zu fassen. Ich denke hierbei zunächst an die metallurgischen, die Probirlaboratorien, für deren Betrieb die Elektrizität augenscheinlich manche Vortheile zu bieten scheint, als da sind: Erleichterung der Arbeit, Zeit- und Brennmaterialersparniss. Die Öfen dieser Laboratorien suchen allerdings mit wenigen Ausnahmen in Bezug auf Brennmaterialausnutzung vergeblich ihresgleichen, ganz abgesehen von den Unbe-

möglichen, dass bei Beendigung der Reaction das benutzte Schmelzgefäss in den äusseren Theilen seiner Wandungen kaum warm geworden ist. In Bezug auf Zuschläge und sonstige Ausführungsbedingungen ist übrigens durchaus keine Aenderung bewährter Probirmethoden beabsichtigt.

Das Princip der in Nachstehendem beschriebenen Apparate ist bereits in einem im Herbste vorigen Jahres von mir veröffentlichten Buche (vergl. Borchers: Elektrometallurgie, Braunschweig, S. 62 und 63) besprochen. Es brauchte in der That nur die Form derselben den verschiedenartigen Arbeiten des Probirers angepasst zu werden.

Die Figuren 64 und 65 zeigen einen für Röstoperationen geeigneten Apparat zum Theil in Ansicht, zum Theil im Schnitt. Zwischen die 25 bis 30 mm dicken Kohlestäbe K wird

ein etwa 4 mm dicker und 50 mm langer Kohlestift *k* eingefügt. Letzterer ist von einer etwas ausgebauchten Scharmotte- oder Magnesiамuffe *M* umgeben, welche das Röstgut aufzunehmen hat. Diese Muffe nöthigenfalls vor Abkühlung zu schützen, oder zur Vermeidung von Luftzutritt zu dem Röstgute in Kohlepulver einpacken zu können, ist ein Scharmottetrog *C* vorgesehen, welcher gleichzeitig auch als Halter für offene Röstscherben zu dienen haben würde. Zu solchen offenen Röstscherben, also für Röstoperationen, welche bei Luftzutritt ausgeführt werden sollen, würde man Gefässe zu benutzen haben, welche entstehen würden, wenn man eine der Muffen *M* durch einen Horizontalschnitt halbirte.

Die Kohlen *K* werden in Halter *H* eingeklemmt, von welchen einer in einem kleinen Geleise *G* behufs Herstellung festen Contacts zwischen den Kohlestäben gegen den andern vermittelt einer Schraube oder einer Feder vorgeschoben werden kann. Schraubenmutter und damit auch die Schraube (bei Benutzung einer Feder das Widerlager für diese) sind, wie aus den Figuren ersichtlich, leicht abnehmbar, damit der Halter, wenn eine Reinigung des Geleises nöthig sein sollte, aus diesem hervorgezogen werden kann. Das Geleise ist übrigens zum Schutze gegen einfallendes Kohle- oder Scharmottepulver u. dgl. durch ein mit dem beweglichen Halter verbundenes Eisenblech *B* verdeckt.

Die Stromleitungen, welche man in Kupferbleche *P* enden lässt, klemmt man, die Kohlen *K* sattelförmig bedeckend, mit diesen in die Halter ein, oder befestigt sie auf andere geeignete Weise an den Haltern, welche auf einer isolirenden Unterlage montirt sind.

Ein zweiter Apparat (Fig. 66 und 67) soll zur Ausführung von Reductions- und Niederschlags-Schmelzproben dienen, welche die Anwendung eiserner Tiegel gestatten bez. erfordern. Der eiserne Tiegel *T* wird von einer eisernen Zange *Z* gehalten, welche durch den Keil *W* zusammengeklammert werden kann. Letzterer vermittelt gleichzeitig die Zuleitung des Stromes; er ist an einer kleinen Kurbel befestigt, welche mit einem Pole der Elektrizitätsquelle in Verbindung steht. Dass gerade eine Zange gewählt wurde, den Tiegel während der Schmelzoperation zu halten und die Stromzuführung zu vermitteln, ist in der Absicht geschehen, das Schmelzgefäss nach beendeter Reaction gleich greifen und seinen Inhalt in einen Einguss (vergl. Kerl: Met. Probirk., Leipzig, 1882 S. 136 und Tafel VII, Fig. 133; auch Balling: Probirk., Braunschweig, 1879 S. 22 und 23) überführen zu können. Vom

Boden des Tiegels ausgehend, stellt ein 4 bis 6 mm dicker Kohlestift *k* mit einem etwa 30 mm dicken Kohlestabe *K* oberhalb des Tiegels leitende Verbindung her. Der stärkere Kohlestab wird von einer auf drei Füßen ruhenden Zange *z* aus gut leitendem Metalle gehalten. Diese letztere wird für die Dauer der Probe mit dem andern Pole der Elektrizitätsquelle in Verbindung gebracht.

Den Schmelztiegel umgibt und bedeckt, soweit letzteres nicht schon von der Kohle *K* besorgt wird, ein Scharmottemantel *C* und

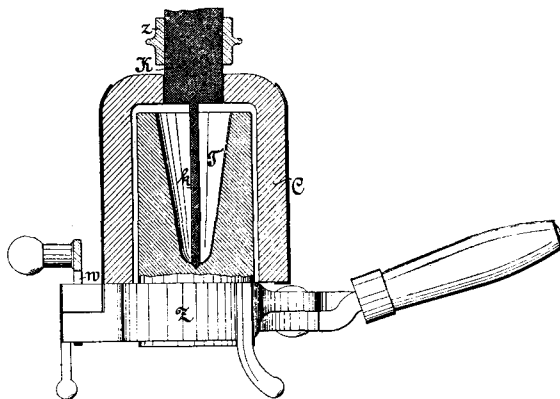


Fig. 66.

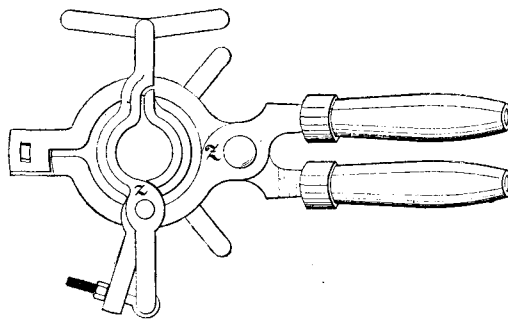


Fig. 67.

diesen wieder, um ein Zerfallen desselben in Folge von entstehenden Rissen zu verhüten, eine Schutzhülle aus dünnem Eisenblech oder Drahtgeflecht. In dem oberen Theile des Scharmottemantels ist eine verschliessbare kleine Öffnung angebracht, durch welche man den Gang der Operation im Tiegel beobachten kann.

Fig. 66 zeigt den ganzen Apparat, grösstentheils im Schnitt, Fig. 67 den Kohle- und den Tiegelhalter in Ansicht von oben.

Schmelzproben, wie sie in dem vorstehend beschriebenen Apparate ausgeführt werden können, verlangen eine nur mässig hohe Temperatur; die nun folgenden beiden kleinen Schmelzöfen, in welchen das eigentliche Schmelzgefäss durch einen Kohle- oder Graphittiegel gebildet wird, gestatten die Anwendung höchster Temperaturen, ermöglichen somit die schwierigsten Reductionen. Diese

Apparate eignen sich z. B. auch für Eisenproben. Einer derselben wird durch die Fig. 68 und 69 dargestellt.

Der gusseiserne Tiegelhalter besteht aus der Fussplatte *F* mit darauf befestigter oder in einem Stücke mit dieser gegossenen Backe *B* und einer zweiten frei beweglichen Backe *S*, welche durch das schmiedeeiserne Band *Z* mit Schraube oder Feder an *B* herangezogen werden kann. In beiden Backen ist eine Nuth ausgespart zur Aufnahme der kleinen Eisenplatte *G*. Diese Anordnung erfüllt einen doppelten Zweck, einmal die Unterstützung des Tiegels *T*, dann die Führung der Backe *S* beim Anziehen gegen *B*. Wenn nöthig, d. h. sobald der Tiegel zu kurz wird,

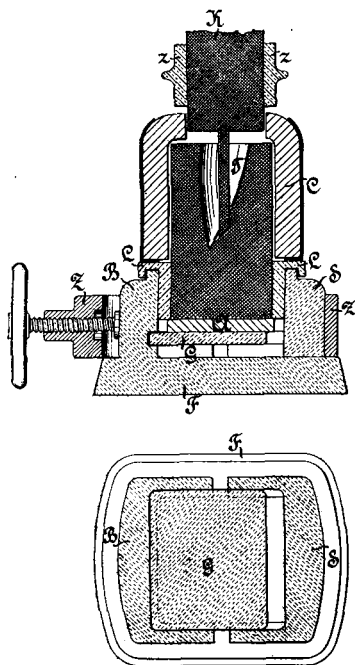


Fig. 68 und 69.

legt man unter denselben kleine Scharmotte- oder Asbestplatten *A*. Man kann nämlich unter Umständen gute und dichte Kohlebez. Graphittiegel mehrere Male benutzen, da sich die erstarrte Beschickung oft sehr leicht ohne sonderliche Beschädigung des Tiegelinnern loslösen lässt. Die Aussenwandungen des Tiegels werden überhaupt nicht angegriffen, da die Heizung von dem Innersten der Beschickung ausgeht. Man hat also nur nöthig, den oberen, durch Ausbrennen und Ausbröckeln sich abnutzenden Theil von Zeit zu Zeit etwas abzuschneiden bez. abzuschleifen und die Tiegelhöhlung vermittle eines passend geformten Bohrers etwas zu vertiefen.

Um nicht nur für jede Tiegelform und Grösse besonderer Halter zu bedürfen, be-

nutzt man geeignete, der äusseren Tiegelgestalt entsprechende Formstücke *L* aus gut leitendem Metalle. Dieselben bestehen, ähnlich den Lagerschaalen, der Wellen und Zapfenlager, aus zwei Theilen und können einfach in die Backen *B* und *S* eingehängt werden.

Die übrigen Theile des Apparates, Scharmottehülle *C*, Kohlestäbe *k* und *K*, sowie Kohlehalter *z* entsprechen ganz denjenigen des zuvor beschriebenen Apparates und bedürfen keiner nochmaligen Beschreibung.

Bis auf einige unwesentliche Einzelheiten zeigt Fig. 68 den Apparat im Verticalschnitt; Fig. 69 gibt einen Horizontalschnitt durch den Tiegelhalter in der Höhe *X*, das Band *Z* abgenommen gedacht. Aus dieser Figur ist die Art der Führung der beiden Gussstücke *B* und *S* durch die Platte *G* ersichtlich.

In Fig. 70 schliesslich habe ich noch einen Tiegelhalter dargestellt, welcher Tiegel mit verschiedenen Durchmessern, wenn letztere nicht zu sehr von einander abweichen, einzuklemmen gestattet. In die Fussplatte *F* ist eine Schraubenspindel *S* eingelassen. Die Schraubenmutter *M* ist an ihrem äusseren Umfange mit Aussparungen versehen, in welche Federn *E* aus etwa 1 mm dicken und 5 mm breiten Metallblechstreifen

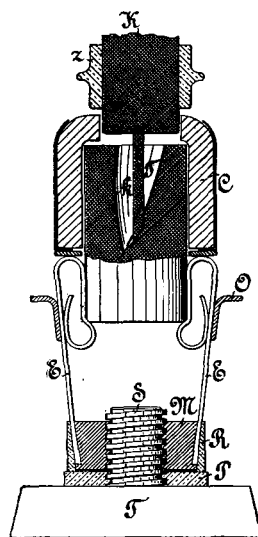


Fig. 70.

durch den ringförmigen Keil *R* eingeklemmt werden können. Die Anzahl dieser Federn richtet sich nach dem Umfange der Schraubenmutter und der Tiegel, sollte jedoch in Rücksicht auf guten Contact mit dem Kohletiegel unter 8 nicht heruntergehen. Auf diese Federn lässt sich je nach der Grösse des zu benutzenden Tiegels ein weiterer oder engerer Ring *O* aus Eisenblech aufschieben, wodurch das Einklemmen grösserer oder kleinerer Tiegel ermöglicht wird. Bevor man die Klemmvorrichtung auf die Spindel aufschraubt, legt man um dieselbe einen mit der Stromquelle in Verbindung stehenden Metallring *P*. Die übrigen Buchstaben *T*, *k*, *K*, *C*, *z* bezeichnen dieselben Theile, wie bei den beiden zuletzt beschriebenen Apparaten.

Die Arbeitsweise mit den verschiedenen Apparaten ist im Allgemeinen folgende: Wäh-

rend bei dem zuerst beschriebenen Apparate die Beschickung erst nach Zusammenstellung sämtlicher Theile desselben gemacht zu werden braucht, empfiehlt es sich, in die Tiegel zunächst den dünnen Kohlestift einzuführen, dann die Beschickung in den Tiegel einzuschütten und etwas festzustampfen und, nach Überstülpen der Scharmottehülle über den Tiegel, den dicken Kohlestab vorsichtig bis zu inniger Berührung unter sanftem Drucke auf den kleinen Kohlestab herabzulassen und festzuklammern. Man kann nun den Stromkreis schliessen, indem man dafür sorgt, dass anfangs nur so viel Strom durch den dünnen Kohlestift geht, als nöthig ist, denselben eben in's Glühen zu bringen. Später steigert man die Stromdichte je nach Wärmebedarf der Probe bis auf höchstens 5 Ampère und 1 qmm Querschnitt des in der Beschickung stehenden Kohlestiftes.

Durch geeignete sehr einfache Regulatoren hat man es in der Hand, die Stromdichte und damit die Wärmezufuhr zu dem Tiegel momentan vom Maximum bis auf Null zu reduciren und zwischen diesen Grenzen beliebig zu verändern.

Versuche, über welche ich schon in meiner Elektrometallurgie Mittheilung gemacht habe, ergaben, dass eine Stromdichte von 6 Ampère auf 1 qmm Querschnitt des kleinen Kohlestabes genügt, innerhalb der zu reducirenden Beschickung eine Temperatur zu erzeugen, bei welcher Thonerde durch Kohle zu Aluminium reducirt wird. Ich will daher als durchschnittliche Stromdichte für die meisten Proben eine solche von 5 Ampère auf 1 qmm Kohlequerschnitt bei den folgenden Vergleichen zu Grunde legen.

Nach Benutzung der verschiedensten Sorten von Kohlestäben, wie sie für Bogenlampen gebraucht werden (2 und 3 mm dicke Stifte wurden besonders für diesen Zweck hergestellt), kann ich für Berechnungen folgende Durchschnittszahlen als hinreichend genau empfehlen: Um einen Strom von 1 Ampère durch einen Kohlestift von 1 qmm Querschnitt und 10 mm Länge hindurch zu schicken, sind bei den für diese Versuche zu wählenden Temperaturen und Stromdichten etwa 0,3 Volt elektromotorische Kraft erforderlich.

Eine schwierige Reduction, wie sie in den beiden zuletzt beschriebenen Apparaten ausgeführt werden kann, würde demnach für einen Kohlestift von 4 mm im Durchmesser und 45 mm Länge einen Strom von 60 Ampère und 8 Volt, also 480 Voltampère erfordern, entsprechend einem Kraftaufwande von 0,8 Pferd. Wenn sich nun die Dauer der hartnäckigsten Probe auf etwa 15 bis

20 Minuten beschränkt, trotzdem man anfangs nicht einmal die volle Hitze geben, also auch nicht den ganzen Strom aufwenden darf, so ergibt sich als Kohlenverbrauch für eine Eisenprobe z. B. die geringe Menge von 0,25 bis 0,3 k. Der Preis der hierbei verbrauchten Kohlestifte fällt kaum in's Gewicht. Das ganze Meter eines 4 mm starken Kohlestiftes kostet nur wenige Pfennige, und wird für eine Probe höchstens 0,05 m verbraucht. Begreiflicher Weise hält das Material der Tiegel bei dieser Art der Wärmezufuhr bedeutend besser, als wenn es im Wind- oder Gebläseofen oder auch im Muffelofen von Aussen her geheizt und, wie bei ersteren beiden Öfen, direct mit glühendem Brennmateriel oder der Schlacke desselben in Berührung kommt.

Zellerfeld i. H., im Februar 1892.

Destillationsröhren.

Die Destillationsröhren nach Friedrichs beruhen auf demselben Princip wie der neulich beschriebene Rückflusskühler; die Erweiterungen der Röhren sind flach, wodurch eine gleichmässige Abkühlung bewirkt wird.

Die Röhren können ähnlich den Le Bel-Henninger'schen und Glinsky'schen Röhren mit Platinsiebchen bez. Sperrkugeln versehen werden. — Zu beziehen von Greiner & Friedrichs, Stützerbach in Thüringen.

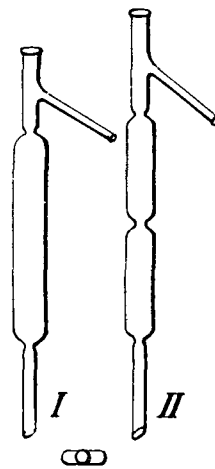


Fig. 71.

Über den Cochenillecarmin.

Von

Dr. Sigmund Feitler,

Assistent am chem.-technolog. Laboratorium der techn. Hochschule in Brünn.

Die Cochenille, einer der ältesten, kostbarsten Farbstoffe, hat gegenwärtig durch die neueren Azofarbstoffe die hervorragende Rolle, die sie in der Färberei gespielt hat, eingebüsst. Nichtsdestoweniger zählt jedoch