

# Zeitschrift für angewandte Chemie.

1893. Heft 24.

## Über Edelmetallverluste während des Abtreibens in verschiedenen hohen Temperaturen.

Von

Richard Oehmichen.

Die mir oft gebotene Gelegenheit, mit verschiedenen Hütten Gold- und Silberfunde eigener und fremder Gekrätzpartien auszutauschen, zeigte, dass die von mir festgestellten Werthe meist höher waren als die concurrirenden. Bei persönlichen Besuchen konnte ich leicht feststellen, dass die niederen Gehalte der Hütten in Folge eines viel zu heissen und damit auch unrichtigen Abtreibens der Proben resultirten. Vielseitige Versuche in unserem Laboratorium ergaben, dass nur solche Gehalte Anspruch auf Richtigkeit machen können, sonstiges exactes Arbeiten selbstverständlich vorausgesetzt, die durch Abtreiben in den Temperaturgrenzen der Glättebildung gefunden wurden.

Sämmtliche Versuchsproben wurden in Freiburger Sandtiegeln beschickt, Freiburger Windofen eingeschmolzen und Koksprobir-Ofen abgetrieben. Die Temperaturen wurden durch die von der Deutschen Gold- und Silber-Scheideanstalt für keramische Zwecke gelieferten Pyrometer bestimmt, die Bleikönige auf Capellen reinster Knochenasche, die auch von da geliefert worden, abgetrieben.

Um eine lebhaftete Luftzuführung und ein recht fleissiges Treiben zu bewirken, waren die benutzten Muffeln an allen 3 Seiten mit Ausschnitten in der Hinterwand, ausserdem mit 2 Löchern versehen. Als Originalmuster diente eine grössere Partie erledigter Proben, die, um alle metallischen Partikel zu entfernen, durch ein Sieb, mit 1600 Maschen auf 1 qc, gerieben wurde; das so erhaltene Muster wurde gut gemengt, gleichmässig in starken Schichten ausgebreitet und in schachbrettartige Felder eingetheilt, worauf von den correspondirenden Feldern die Einwage gemacht.

Je 6 Proben wurden gleichzeitig eingeschmolzen und abgetrieben. Die Bleikönige wogen bei I 28 g, die höchste Differenz unter denselben 0,6 g. 1<sup>a</sup> 1 2 2<sup>a</sup> 3 3<sup>a</sup> sind die Coupellen, 1 1<sup>a</sup> hinten in der Muffel. P. die Pyrometer.

Es wurden zuerst die vorderen Bleie, dann die mittleren, zuletzt die hinteren Reguli aufgesetzt, die Muffel geschlossen. Innerhalb 20 Secunden trieben alle Bleie, das Abtreiben dauerte 34 Minuten und blickten sämmtliche Proben innerhalb 25 Secunden.

Nach Anfang des Treibens wurden die Pyrometer auf kleine Coupellen aufgesetzt und ergaben Folgendes:

Der Pyrometer bei 1. 1a, 900° entsprechend, schmolz nach einer Minute zu einer Kugel.

Derselbe bei 2. 2a sinterte nach 3 Minuten an den Kanten.

Der Pyrometer bei 3. 3a Aluminium, schmolz in gleicher Zeit 620°.

1	P.	1a
○		○
2	P.	2a
○		○
3	P.	3a
○		○

Die Coupellen 1. 1<sup>a</sup> und 2. 2<sup>a</sup> waren von Glätte frei, die Coupellen 3. 3<sup>a</sup> zeigten starken Glättkranz. Die Körner hatten gut geblickt und sahen unter der Lupe rein weiss aus.

Eingewogen waren je 25 g Gekrätz. Die Resultate sind folgende:

### I. Partie.

No. 1.	25 g bringen	101 mg			
- 1a.	25 -	98,5 -			
	50 g	199,5 mg	auf 100 g	399 mg	
2 Körner geschieden	34,5	⊙	-	-	69 ⊙
				330	⊙
			auf 100 g	69	⊙

No. 2.	25 g bringen	103 mg			
- 2a.	25 -	104 -			
	50 g	207 mg	auf 100 g	414 mg	
2 Körner geschieden	35,6	-	-	-	71,2 ⊙
				342,8	⊙
			auf 100 g	71,2	⊙

No. 3.	25 g bringen	108 mg			
- 3a.	25 -	108 1/2 -			
	50 g	216 1/2 mg	auf 100 g	433 mg	
beide Körner geschieden	36	⊙	-	-	72 ⊙
				361	⊙
			auf 100 g	72	⊙

### II. Partie.

No. 1.	25 g bringen	120 mg			
- 1a.	25 -	122 -			
	50 g	242 mg	auf 100 g	484 mg	
2 Körner geschieden	41	-	-	-	82 ⊙
		201 mg		402	⊙
			auf 100 g	82	⊙

No. 2.	25 g bringen	128 1/2 mg			
- 2a.	25 -	130 -			
	50 g	258 1/2 mg	auf 100 g	517 mg	
2 Körner geschieden	43,8	-	-	-	87,6 -
				429,4	⊙
			auf 100 g	87,6	⊙

No. 3.	25 g bringen	134 mg	
- 3a.	25 - -	134 -	
	50 g	268 mg	auf 100 g 536 mg
2 Körner geschieden	45	90	90
			446
			auf 100 g 90

## III. Partie.

No. 1.	10 g br.	1191 mg	⊙	Mittel 1189 auf k 118,9	⊙
- 1a.	10 - -	1187 -	⊙		
No. 2.	10 - -	1201 -	⊙	Mittel 1199 auf k 119,9	⊙
- 2a.	10 - -	1197 -	⊙		
No. 3.	10 - -	1218 -	⊙	Mittel 1215 auf k 121,5	⊙
- 3a.	10 - -	1213 -	⊙		

Die Bleikönige wogen 27,3 bis 27,5 g.

Als weiterer Versuch wurde gleichzeitig unter vorher beschriebener Anwendung der Pyrometer in der Mitte der Muffel Controlproben eingesetzt, um den Coupellenzug zu bestimmen, derart, dass genau dieselben Bleikönige wie diejenigen der Gekrätzreguli zuzüglich  $\frac{2}{10}$  g Messing, entsprechend dem Kupfer- und Zinkgehalt in dem Normalmuster, mit annähernd demselben Gold- und Silbergehalte eingeschmolzen wurden. Die Bleikönige wogen 27 g. Das Abtreiben dauerte 26 Minuten. Die Proben blickten innerhalb  $1\frac{1}{2}$  Minute gleichzeitig ab. Die vorderen Coupellen zeigten reichlich starken Glättekranz. Die hinteren waren ohne Glätte getrieben. Die Körner waren auch unter der Lupe fehlerfrei anzusehen.

1	1b	1a
○	○	○
2	2b	2a
○	○	○
3	3b	3a
○	○	○

Die Resultate der eingewogenen Proben:

No. 3.	25 g bringen	110 $\frac{1}{2}$	
- 3a.	25 - -	111	
	50 g	221 $\frac{1}{2}$	auf 100 g 443
2 Körner geschieden	8,6	17,2	17,2
			das dazu gehörige Controlmuster 425,8
No. 3b.	eingewogen	110	⊙ 3,8
	ausgewogen	107,4	⊙ 3,6
	Differenz	2,6	⊙ $\frac{2}{10}$ auf 100 g ber.
			Differenz 10,4

Dennoch statthafter Coupellenzug.

No. 2.	25 g bringen	105	
- 2a.	25 - -	106	
		211	auf 100 k 422
2 Körner geschieden	8,35	16,7	16,7
			Controlmuster 405,3
No. 2b.	eingewogen	110	⊙ 3,9
	ausgewogen	105,3	⊙ 3,7
	Differenz	4,7	⊙ $\frac{2}{10}$ auf 100 g ber.
			18,8
No. 1.	25 g bringen	103	
- 1a.	25 - -	102	
		205	auf 100 k 410
2 Körner geschieden	0,8	16	16
			394
			Controlmuster 16

No. 1a.	eingewogen	110	⊙ 3,9
	ausgewogen	104,5	⊙ 3,5
	Differenz	5,5	⊙ $\frac{4}{10}$ auf 100 k
			Differenz 22

Die Gehalte und Coupellenzugsverluste sind in den beiden Proben 1 und 2 in Folge zu hoher Temperatur zu grosse und daher zu verwerfen.

## Hüttenwesen.

Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs im Eisen. Göttig (Verh. Gewerbl. 1893 S. 321) prüfte eingehend die verschiedenen Verfahren zur Bestimmung des Kohlenstoffes. Über die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffes auf nassem Wege gelangt er zu folgenden Schlüssen:

1. Bei dem Verfahren von Gmelin macht sich, da die Kühlvorrichtung fehlt, der Übelstand geltend, dass eine erhebliche Menge der Kolbenflüssigkeit in die zur Aufnahme der Feuchtigkeit bestimmte Schwefelsäure-Trockenflasche übergeht, worin auch, trotz des negativen Untersuchungsbefundes, im Hinblick auf die Möglichkeit, dass doch etwas  $\text{CO}_2$  zurückgehalten werden kann, eine kleine Fehlerquelle liegt.

Ausserdem hat sich ergeben, dass die von Gmelin angegebene Erhitzungsdauer für graphitreiches Eisen nicht ausreicht, sondern auf etwa  $1\frac{1}{4}$  Stunde zu erhöhen ist, und dass trotzdem die Resultate zum Theil etwas zu niedrig ausfallen können.

2. Die Jüptner'sche Methode gibt für graphitreiche Eisenarten mit Anwendung der 4 bis 5fachen Menge Chromsäure im Vergleich zu der Quantität des angewendeten Eisens zu niedrige Resultate, zumal wenn eine Schwefelsäure von geringer Concentration verwendet wird, deren spec. G. sich dem von Jüptner angewendeten unteren Grenzwerthe 1,4 nähert. Die Gründe hierfür liegen einmal darin, dass Kohlenwasserstoffe oxoxydirt entweichen, andertheils in der That-sache, dass es schwer hält, bei einer geringen Menge des Sauerstoffspenders den Graphit vollständig zu oxydiren. Verwendet man aber, wie Gmelin, 10 bis 12mal so viel Chromsäure, als die Menge der Eisenprobe beträgt, so ist diese Methode bei etwa gleicher Genauigkeit der vorigen vorzuziehen, weil die Kühlvorrichtung ein energisches Kochen gestattet und die Anwendung des Chlорcalciums anstatt der Schwefelsäure zum Trocknen eine kleine Fehlerquelle ausschliesst. Es bedarf jedoch auch hier, wenn man sicher gehen will, keinen Graphit im Rückstand zu finden, einer etwas längeren Erhitzungsdauer, als Jüptner angibt, etwa 1 Stunde, wobei immerhin die Resultate zum Theil ein wenig zu niedrig ausfallen können.

3. Die Modification des Jüptner'schen Verfahrens mit Benutzung von glühendem  $\text{CuO}$  liefert ohne erhebliche Vermehrung des Aufwandes an Zeit und Mühe ebenso gleichmässig gute Re-