

Antimonbestimmung im Hartblei.

Von Dr. H. BECKMANN, Hagen i. W.

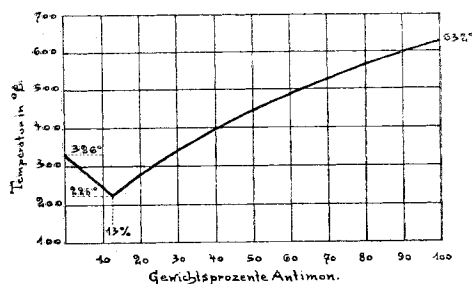
(Eingeg. d. 13./4. 1907.)

Zur Bestimmung des Antimongehaltes im Hartblei sind eine Reihe von Methoden vorgeschlagen und zum Teil auch im praktischen Gebrauch, mit denen es möglich ist, in der Gießerei selbst die Analyse vom Nichtchemiker vornehmen zu lassen, um verhältnismäßig oft und leicht den Gehalt der Legierung und damit ihre Härte zu kontrollieren. Die Methoden beruhen teils auf der Bestimmung des spezifischen Gewichts, teils auf vereinfachten chemischen Analysen, auf Bestimmung des elektrischen Widerstandes, der Härte usw.

Diese Methoden haben zumeist leicht ersichtliche Fehlerquellen oder aber sie sind zu zeitraubend. Die drei Forderungen, die man an eine solche Methode stellen muß, daß sie nämlich gestattet, mit ihrer Hilfe so schnell und so einfach als möglich bei hinreichender Genauigkeit zu arbeiten, sind darum meist nicht alle drei genügend erfüllt.

Die im folgenden vorgeschlagene Methode dürfte wohl diesen Bedingungen am besten und voll auf genügend entsprechen.

Bekanntlich verändert sich die Temperatur der Erstarrung einer Legierung je nach ihrer Zusammensetzung. Bei den beiden Komponenten Blei und



Antimon verläuft diese Änderung nach vorstehender Kurve derart, daß der Erstarrungspunkt, wenn man von reinem Weichblei ausgeht, zunächst um so tiefer liegt, je größer der Antimongehalt ist, und zwar bis zu einem Antimongehalt von 13%, von da ab steigt die Kurve wieder an.

Da nun das in der Technik meist gebräuchliche Hartblei einen Antimongehalt von unter 13% hat, so genügt es, wenn zunächst der erste Teil der Kurve in Betracht gezogen wird.

Es ist nun beim Hartblei dieser Zusammensetzung möglich, den Erstarrungspunkt schnell und hinreichend genau mit einem geeigneten Thermometer zu bestimmen, ohne daß es dazu besonderer Übung und Geschicklichkeit bedürfte. Hat man aber die Erstarrungstemperatur ermittelt, so ist damit, wie bemerkt, auch der Prozentgehalt leicht gefunden, wenn man eine Kurve besitzt, aus der die Abhängigkeit beider Werte voneinander zu entnehmen ist. Dazu läßt sich nun allerdings die oben angegebene Kurve nicht besonders bequem benutzen, und zwar aus folgendem Grunde.

Die Werte für die Temperaturen sind in der Weise gewonnen, daß das Thermometer bis zur

Kuppe des Fadens, wie bei allen exakten Temperaturmessungen eingetaucht wird. Wollte man das aber bei den gewöhnlichen Messungen in der Gießerei tun, so würde sich eine Reihe Unbequemlichkeiten ergeben, wie z. B. Verschmutzen des Thermometerrohres durch erstarrtes Blei, dazu müßte auch das Gefäß, in dem die Untersuchung vorgenommen wird, sehr unhandlich hoch und die Bleimenge, die zur Untersuchung nötig ist, ziemlich groß genommen werden. Taucht man indessen das Thermometer nur wenige Zentimeter tief ein, so ergeben sich Abweichungen, von etwa 10° gegenüber den richtigen Werten der Kurve. Es ist also dann nötig, für eine geringere Eintauchtiefe eine neue Kurve zu ziehen, die natürlich praktisch parallel mit der richtigen verläuft. Um nun für den gewöhnlichen Gebrauch die Messung noch einfacher zu machen, sind besondere Thermometer angefertigt, bei denen links von den Capillaren die gewöhnlichen Gradzahlen, rechts die zugehörigen Prozentzahlen aufgetragen sind, die ersteren zum Unterschied schwarz, die Prozente rot. Wie aus der Kurve ersichtlich ist, hat man pro 1% etwa 7,5° zur Verfügung; es lassen sich aber bei einer Einteilung an der Prozentskala in $\frac{1}{10}$ -Prozente diese noch bequem ablesen, wenn allerdings auch die Genauigkeit der Messung im allgemeinen etwas geringer ist. Die Bestimmung des Prozentgehaltes mit einem derart angefertigten Thermometer geschieht nun einfach in der Weise, daß man dasselbe in das flüssige Blei einige Zentimeter tief eintaucht und nun abwartet, bis das Blei zu erstarren beginnt; dann liest man direkt an der Kuppe des Quecksilberfadens ab, wieviel Prozente Antimon das Hartblei enthält.

Die Zeit der beginnenden Erstarrung ist sehr einfach mit genügender Genauigkeit zu erkennen; die Bleikristalle bilden sich dann in großer Menge, das Metall wird deutlich dickflüssig, breiig, und an der Wand des Gefäßes bildet sich ein Rand von metallischem Blei. Natürlich ist es zu empfehlen, während der Messung das Thermometer in dem flüssigen Blei hin und her zu bewegen oder sonst gut umzurühren. Für die Messung genügt unter Umständen ein kleiner Porzellantiegel voll Hartblei, wenn sich für gewöhnlich auch wohl größere Gefäße, Gießlöffel oder dgl. empfehlen. Die Messung selbst ist sehr rasch ausgeführt. Bei einiger Übung läßt sie sich in weniger als 5 Minuten machen. Das benutzte Thermometer muß allerdings von sehr guter Konstruktion und aus Jenaer Glas hergestellt sein; dann läßt es sich aber auch bei nur einiger Vorsicht beim Eintauchen und Hantieren ohne viel Gefahr des Zerbrechens sehr lange benutzen. Nach der Messung streift man das anhaftende Blei, solange es warm und breiig ist, ab.

Derartige Thermometer sind seit etwa $1\frac{1}{2}$ Jahren bei der Akkumulatorenfabrik - Aktiengesellschaft dauernd im Gebrauch und obwohl sie fortlaufend in den verschiedenen Betrieben auch von Meistern zur Kontrolle der Gießtöpfe benutzt werden, ist Bruch eines Thermometers doch verhältnismäßig sehr selten.

Es sei noch darauf hingewiesen, daß die Thermometer aus praktischen Gründen nur von 0% bis 100% geteilt sind, einmal, weil die Kurve, wie aus der Skizze hervorgeht, bei 13% einen Knick hat,

so daß man also z. B. aus den Thermometermessungen nicht würde entscheiden können, ob z. B. im Hartblei 12 oder 14% Antimon enthalten sind; dann aber auch läßt sich bei höherprozentigen Legierungen, also mit etwa 20 oder 30% Antimon, nur sehr schwer der Erstarrungspunkt genau bestimmen. Überhaupt ist die Bestimmung dieses Punktes um so leichter und genauer, je niedriger der Prozentgehalt ist. Will man aber für höhere Legierungen den Antimongehalt bestimmen, so tut man das am einfachsten in der Weise, daß man das Hartblei mit bestimmten Teilen Weichblei mischt und dann den Prozentgehalt der Mischung mit dem Thermometer bestimmt.

Einen wesentlichen Vorteil hat diese Methode noch vor wohl allen anderen, nämlich daß hier die lästige Störung der Saigerung in Wegfall kommt. Bekanntlich bilden sich beim Erstarren des Hartbleies antimonreichere und -ärmere Partien an verschiedenen Stellen des Gußstückes; nimmt man aber an dem erstarrten Hartblei irgend welche Antimonbestimmungen vor, so läuft man Gefahr, Stellen zu untersuchen, die mehr oder weniger Antimon enthalten, als dem wirklichen Mittel entspricht. Da bei der Thermometermethode zur Zeit der Messung die Saigerung noch nicht eingetreten ist, so benutzt man stets für die Probe das gleichmäßig gemischte Hartblei, entsprechend dem wirklichen mittleren Antimongehalt. Auch Bildung von Hohlräumen und dergleichen, wie sie sonst z. B. bei Benutzung des spezifischen Gewichtes für die Antimonbestimmung störend sein können, ist hier natürlich vermieden. Was die Genauigkeit anbetrifft, so ist diese, wie erwähnt, bei kleinen Prozentgehalten sehr groß, bei größeren etwas geringer; sie wird mit wachsendem Antimongehalt von 0,1 auf etwa 0,4% fallen, so daß man also bei 10% Antimon etwa mit 0,4% Differenz zu rechnen hätte. Die Differenz ist aber verhältnismäßig gering, so daß sie für alle praktischen Messungen zu vernachlässigen ist, zumal ja auch sogar für die gewöhnliche chemische Analyse die Gefahr eines Fehlers stets in der Saigerung liegt.

Ich glaube darum, daß diese Methode, nachdem sie sich, wie erwähnt, bereits längere Zeit im praktischen Betriebe bewährt hat, bei gediegener Ausführung der Thermometer, eine sehr bequeme Bestimmung für die Praxis bietet.

Thermometer für den genannten Zweck, deren Herstellung übrigens geschützt ist, werden in vorzüglicher Ausführung von der Spezialfirma Dr. Siebert & Kühn in Kassel geliefert und sind von dort jederzeit in beliebiger Anzahl zu beziehen. Die Instrumente werden sämtlich einzeln vom Verf. in bezug auf die Prozentskala geeicht, ehe die Teilung angebracht wird. Eventuell lassen sich natürlich auch für einige andere leichtschmelzende Legierungen ähnliche Thermometer herstellen.

Hagen i. W., 12./4. 1907.

Verfahren zur Zugutemachung von zinkhaltigem Gut mit Zinkhüttenrückständen.

Von G. STOLZENWALD-PLOESTI.

Die Verarbeitung der sich bei der Gewinnung des Zinks in Muffeln oder Retorten ansammelnden Rückstände ist bis jetzt noch nicht in befriedigender Weise gelungen, obschon sie einestheils dadurch wertvoll sind, daß sie noch Zink, welches bis jetzt verloren ging, und andererseits unausgenutzten Brennstoff enthalten. Es verursachte im Gegenteil die Beseitigung dieser Rückstände erhebliche Kosten. Bei der bisherigen Bearbeitung zinkhaltigen Gutes auf Zinkoxyd sind immer Zuschläge an Brennstoff, Kalkstein usw. erforderlich gewesen, die ebenfalls erhebliche Beschaffungskosten verursachen.

Man hat auch Vorschläge gemacht, zinkisches Gut und Rückstände von der Zinkgewinnung gemeinsam zu verhütten, ohne daß sich jedoch greifbare Vorteile ergeben hätten, weil man immer noch Brennstoff und anderweitige Zuschläge zu dem Gemisch der zu verarbeitenden Stoffe zusetzte.

Das Wesen der vorliegenden Erfindung des Verf. besteht darin, zinkhaltiges Gut (welches sich z. B. wegen des geringen Zinkgehaltes nicht mehr zur Verarbeitung auf Zink eignet) in Verbindung mit Zinkhüttenrückständen nutzbar zu machen, indem man diese beiden Stoffe ohne weitere Zuschläge an Brennstoff usw. in einem Fortschaufelungssofen erhitzt. Bei dem allmählichen Vorrücken der Stoffe zur Wärmequelle findet eine Reduktion des Zinkoxydes unter gleichzeitiger Entwicklung von Zinkdämpfen statt, welche letztere sich dann in der hinteren Ofenregion wieder zu Zinkoxyd oxydieren.

Die den Ofen verlassenden zinkoxydhaltigen Gase und Dämpfe können nach Belieben entweder gleich auf verunreinigtes hochprozentiges Zinkoxyd zur Gewinnung von Zink oder, falls das zinkhaltige Gut wertvollere Metalle enthält, zur Gewinnung dieser und handelsfertigen Zinkweißes, in zweckentsprechender Weise niedergeschlagen werden.

Die durch das Verfahren erzielten Vorteile liegen aber nicht nur in den bereits angedeuteten Ersparnissen, sondern noch wesentlich darin, daß die zur Zinkgewinnung dienende Arbeit und Zeit bedeutend verringert werden können. Während es bis jetzt nötig war, bei der Zinkgewinnung möglichst viel Zink aus den Rohstoffen auszutreiben, weil der darin verbleibende Rest an Zink verloren ging, und weil demgemäß viel Zeit und Brennstoff auf die Reduktionsarbeit verwendet werden mußte, kann es, wenn die Zinkhüttenrückstände nach dem vorliegenden Verfahren für sich allein bequem aufgearbeitet werden, nicht mehr darauf ankommen, ob etwas mehr oder weniger Zink in den Rückständen verbleibt.

Da in den Zinkhütten die Hauptreduktion auf Zink in etwa zwei Drittel der bisher üblichen Arbeitszeit vollendet ist und diese daher um ein Drittel verkürzt werden kann, erreicht man bei Anwendung des Verfahrens folgende Vorteile: