

Carl Krug

Lötrohrprobier- kunde

Second Edition

Lötrohrprobierkunde

Anleitung zur qualitativen und quantitativen
Untersuchung mit Hilfe des Lötrohres

von

Dr. Carl Krug

a. o. Professor an der Technischen
Hochschule zu Berlin

Zweite
vermehrte und verbesserte Auflage

Mit 30 Textabbildungen



Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH 1925

ISBN 978-3-662-40622-9

ISBN 978-3-662-41102-5 (eBook)

DOI 10.1007/978-3-662-41102-5

Softcover reprint of the hardcover 2nd edition 1925

**Alle Rechte, insbesondere das der Übersetzung
in fremde Sprachen, vorbehalten.**

Vorwort zur ersten Auflage.

Vorliegende kurzgefaßte Anleitung zur Lötrohrprobierkunde soll zeigen, wie man die wichtigsten Bestandteile der Mineralien mit einfachen Hilfsmitteln schnell und sicher bestimmen kann.

Das Lötrohr ist ein unentbehrliches Hilfsmittel für diejenigen, die auf Reisen Mineralien bestimmen wollen.

Die Lötrohrverfahren sind derartig einfach, daß man in wenigen Wochen das Lötrohr zu handhaben lernt. Nach einem Buch allein lassen sich allerdings die Handgriffe schwer erlernen, es ist nötig, daß der Lernende von einem Erfahrenen unterwiesen wird.

Bedient man sich zum Bestimmen der Mineralien der Tafeln von Franz v. Kobell¹⁾ und des vorliegenden Leitfadens, in dem die Reaktionen genau beschrieben sind, so ist es selbst für diejenigen, die nur sehr geringe Kenntnisse in der Mineralogie und Chemie besitzen, ein leichtes, beinahe jedes vorkommende Mineral schnell und sicher zu bestimmen. Aus diesem Grunde sollten besonders Beamte und Kaufleute, die in die Kolonien gehen, die kleine Mühe nicht scheuen, sich die nötigen Kenntnisse und Fertigkeiten im Lötrohrprobieren anzueignen.

Bei der Abfassung des Buches habe ich darauf Rücksicht genommen, daß auf Reisen ein gut eingerichtetes Laboratorium nicht zur Verfügung steht. Deshalb habe ich nach Möglichkeit Reaktionen auf nassem Wege vermieden und durch solche auf trockenem Wege ersetzt, weil trockene Reagenzien leichter

¹⁾ Franz v. Kobells Tafeln zur Bestimmung der Mineralien. Bearbeitet von K. Oebbeke. München: J. Lindauersche Buchhandlung (Schöpping).

mitzuführen sind. Aus demselben Grunde habe ich mikrochemische und spektralanalytische Untersuchungen nicht aufgenommen, weil diese empfindliche Apparate erfordern. Ich hielt es aber für notwendig, die wichtigsten quantitativen Bestimmungen aufzunehmen, damit man in der Lage ist, an Ort und Stelle z. B. den Silbergehalt in einem Bleiglanz, den Goldgehalt in einem Pyrit, den Zinn- oder Quecksilbergehalt in einem Erz zu bestimmen.

Bei der Beschreibung der quantitativen Proben habe ich mich streng, zum Teil wörtlich an die Vorschriften gehalten, die in dem klassischen Werk von Plattner gegeben sind¹⁾.

Ich hoffe, daß dieses Buch dazu beitragen wird, der Lötrohrprobierkunde neue Freunde zuzuführen, und besonders denjenigen, die in die Kolonien gehen, um nutzbare Mineralien zu suchen, ein zuverlässiger Ratgeber sein wird.

Berlin, im September 1914.

Carl Krug.

Vorwort zur zweiten Auflage.

In der vorliegenden zweiten Auflage habe ich einige in der Zwischenzeit bekanntgewordene Reaktionen aufgenommen.

Der Umfang des Buches ist dadurch nur unwesentlich vergrößert worden, so daß es die alte handliche Form beibehalten hat.

Berlin, im November 1924.

Carl Krug.

¹⁾ Carl Friedrich Plattners Probierkunst mit dem Lötrohre. Bearbeitet von Friedrich Kolbeck. Leipzig: Verlag von Johann Ambrosius Barth.

Inhaltsverzeichnis.

Qualitative Lötrohrproben.		Seite
Die Lötrohrflamme		1
Das Lötrohr		4
Weitere Gerätschaften		6
Unterlagen für die zu erhitzenden Körper		7
Reagenzien		9
Reaktionen der einzelnen Elemente		12
Systematischer Gang für Lötrohruntersuchungen		28

Quantitative Lötrohrproben.		
Gerätschaften		39
Unterlagen		44
Das Zurichten des Probiergutes		45
Die Silberprobe		45
Die Goldprobe		62
Die Zinnprobe		68
Die Quecksilberprobe		70
Zusammenstellung der für das Lötrohrprobieren nötigen Gerätschaften und Chemikalien nebst un- gefährlicher Preisangabe		72
Sachverzeichnis		75

Verzeichnis der Abbildungen.

		Seite
Abb.	1. Lötrohrlampe von Foster	1
..	2. Oxydationsflamme	3
..	3. Reduktionsflamme	4
..	4. Lötrohr	4
..	5. Fletcherergebläse	5
„	6. Abichscher Mörser	6
„	7. Kohlenbohrer mit Spatel	6
..	8. Platinlöffel	8
..	9. Maßstab von Harkort	39
..10-12.	Schmelzofen oder Kohlenhalter	40—41
..	13. Schmelzofen mit eingesetztem Tiegel	41
..	14. Schmelzofen mit eingesetztem Röstschalchen	41
„	15. Mengkapsel	42
..	16. Elfenbeinlöffel	42
..	17. Probierbleimaß	42
„	18. Holzzylinder für Sodapapierzylinder	43
„	19. Kapelleneisen	43
..	20. Kapellenbolzen	43
..	21. Kapellenstativ	43
..	22. Halter aus Bimsstein	44
..	23. Kohletiegel	44
„	24. Tonschalchen zum Rösten	44
„	25. Reduktionsflamme für das Ansieden	49
„	26. Oxydationsflamme für das Abtreiben	53
..	27. Oxydationsflamme für das Feintreiben	56
..	28. Glühstativ (zusammenlegbar)	64
„	29. Platinring mit Schutzblech	67
..	30. Glasrohr mit Beschickung für die Quecksilberprobe	71

Qualitative Lötrohrproben.

Die Lötrohrflamme.

Als Lötrohrlampe benutzt man auf Reisen am besten die von Foster empfohlene Lampe. Diese besteht aus einem mit Deckel verschließbaren zylindrischen Gefäß aus vernickeltem Eisenblech von 6 cm

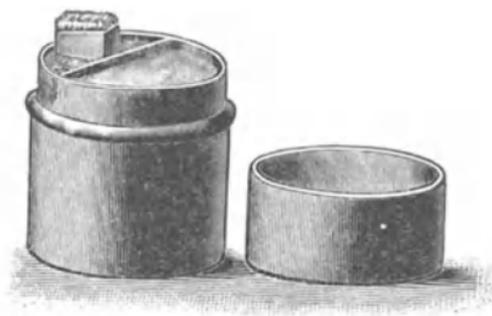


Abb. 1. Lötrohrlampe von Foster.

Höhe und 4 cm Durchmesser (Abb. 1). Der Docht-
halter, durch den ein mehrfach zusammengelegter
grober Docht gesteckt wird, ist am oberen Rande
festgelötet. Gespeist wird die Lampe mit festen
Fetten (Paraffin, Stearin oder Talg.). Am geeig-
neten ist Paraffin von niedrigem Schmelzpunkt. Vor
dem Gebrauch wird das Paraffin durch Erwärmen der
Lampe über einer kleinen Spiritusflamme geschmolzen,
späterhin genügt die Temperatur der Flamme, um das
Paraffin flüssig zu erhalten. Der Docht, der weder zu

fest noch zu locker im Dochthalter sitzen muß, wird parallel zur Dille schräg nach unten geschnitten. Diese Lampe hat vor denen, die mit flüssigen Brennstoffen (Rüböl, Gemisch von Alkohol und Terpentin) gespeist werden, gerade auf Reisen den großen Vorzug, daß einmal feste Körper bequemer mitzuführen sind als Flüssigkeiten, und zweitens, daß bei etwaigem Umwerfen der Lampe der Brennstoff nicht verloren ist. Fällt diese Lampe um, so läßt man das Fett erstarren und bringt es mit Hilfe eines Messers wieder in die Lampe. Ist das Fett durch Sand verunreinigt, so schmilzt man es in einer kleinen Porzellanschale ein und gießt es von dem am Boden der Schale befindlichen Sand ab. Nach dem Gebrauch zieht man den Docht, ehe das Fett erstarrt, mit der Pinzette etwas heraus, um die Lampe für einen neuen Versuch vorzubereiten.

In Ermangelung einer Lampe kann man für die meisten Versuche eine starke Stearinkerze (Wagenkerze) benutzen, deren Docht man nach der Seite etwas umbiegt, nach der die Lötrohrflamme gerichtet wird. Der Docht muß frei an verkohlten Fasern und erhärteten Teilen sein. In Laboratorien benutzt man vielfach Leuchtgas und verwendet dabei den von Hirschwald konstruierten Brenner. Man darf aber nicht außer acht lassen, daß Leuchtgas stets schwefelhaltig ist, und die Prüfung einer Substanz auf Schwefel in diesem Fall leicht zu falschen Resultaten führt. Eine Spiritusflamme kann man für Lötrohruntersuchungen nicht verwenden, da man mit einer nicht leuchtenden Flamme keine Reduktionswirkungen hervorbringen kann. Eine einfache Spirituslampe ist aber auf Reisen unentbehrlich, um Substanzen zu erhitzen bzw. zu glühen.

Mit Hilfe der Lötrohrflamme kann man oxydierende und reduzierende Wirkungen hervorbringen.

Eine oxydierende Flamme erhält man dadurch, daß man die Lötrohrspitze bis etwa zu einem Drittel in die Flamme eintaucht, parallel zum Docht und nur einige Millimeter über demselben hält (Abb. 2). Wenn man nun kräftig bläst, erhält man eine lange nicht leuchtende Flamme, in der der glühende Kohlenstoff vollkommen verbrannt ist. Eine gute Oxydationsflamme enthält einen scharf begrenzten inneren blauen Kegel, vor dessen Spitze sich der heißeste Teil der Flamme befindet¹⁾. Kommt es weniger auf starkes Erhitzen als auf eine gute Oxydationswirkung an, so hält man den zu oxydierenden Körper einige Millimeter (2–4) vor diesen blauen Kegel, damit

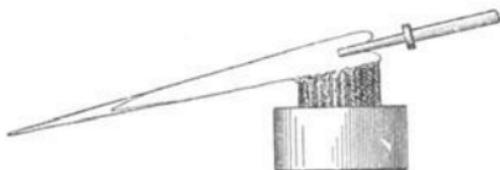


Abb. 2. Oxydationsflamme.

reichlicher Luftzutritt vorhanden ist²⁾. Zur Erzielung einer reinen Oxydationsflamme ist es nötig, daß der Docht frei von verkohlten Fasern und erhärteten Teilen ist, damit neben dem blauen Kegel keine gelben Streifen entstehen, die reduzierend wirken.

Eine reduzierende Flamme erhält man dadurch, daß man die Lötrohrspitze etwas höher über den Docht hält, dieselbe nur wenig oder fast gar nicht in die Flamme eintaucht und mit einem mäßigen Luftstrom bläst. Die Flamme soll in ihrer Richtung nur abgelenkt werden, so daß noch glühender Kohlenstoff

¹⁾ Eine gute Oxydationsflamme ist so heiß, daß man vor dem blauen Kegel das Ende eines 0,1 mm starken Platindrahtes zur Kugel schmelzen kann.

²⁾ Bei einer reinen Oxydationsflamme erscheint die mit Vanadin versetzte Boraxperle nach dem Erkalten rein gelb.

darin enthalten ist (Abb. 3). Der zu reduzierende Körper soll von der Flamme ganz umspült werden,



Abb. 3. Reduktionsflamme.

damit keine Luft zu demselben gelangen kann¹⁾. Bringt man den Körper zu tief in die Flamme, so überzieht er sich mit Ruß und wird nicht heiß genug.



Abb. 4.
Lötrohr.

Das Lötrohr.

Man benutzt fast allgemein die schon von dem Schweden Gahn²⁾ und seinem Schüler Berzelius³⁾ empfohlene Form (Abb. 4). Die Länge des Rohres muß sich nach dem Auge des Arbeitenden richten. Durchschnittlich besitzt das Rohr *AB*, das mit einem Trompetenmundstück versehen ist, eine Länge von 20 cm. *C* ist ein Windkasten, der die beim Blasen mitgerissene Feuchtigkeit zurückhält. Auf das Seitenrohr *D* ist eine Platinspitze *d* aufgesteckt, die am besten aus einem Stück gedreht ist. Zweckmäßig verwendet man zwei Spitzen von verschiedenem Durchmesser. Die engere, mit einer Bohrung von 0,4 mm, dient zur Ausführung qualitativer Untersuchungen,

die weitere, mit einer Bohrung von 0,5 mm, findet bei

¹⁾ Mit einer reinen Reduktionsflamme gelingt es leicht, die violette Oxydationsboraxperle des Mangans farblos zu blasen. ²⁾ 1745—1818. ³⁾ 1779—1848.

quantitativen Proben Anwendung. Nach längerem Gebrauch verstopft sich manchmal die Spitze durch anhaftenden Ruß. Um diesen zu entfernen, glüht man die Platinspitze einige Zeit in der Spitze einer Spiritusflamme aus.

Für ein gutes Gelingen der Lötrohrproben ist es unbedingt nötig, einen ununterbrochenen Luftstrom durch die Flamme zu blasen. Um dies zu erreichen, darf man die Luft nicht aus den Lungen nehmen, sondern holt durch die Nase Atem, füllt den Mund mit Luft an und drückt diese mit Hilfe der Backenmuskeln in das Lötrohr. Verfährt man auf diese Weise,

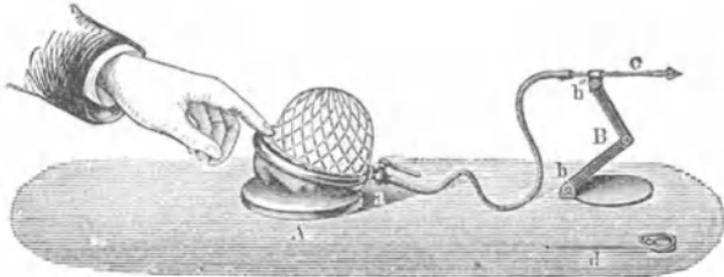


Abb. 5. Fletcherergebläse.

so schadet das Blasen der Gesundheit in keiner Weise. Anfangs macht das richtige Atmen etwas Schwierigkeit, aber bald lernt man ohne Mühe längere Zeit ununterbrochen zu blasen. Da das anhaltende Blasen bei quantitativen Proben leicht ermüdet, so hat man verschiedene Lötrohrgebläse konstruiert, von denen das von Fletcher (Abb. 5) angegebene für Reisen wohl am meisten zu empfehlen ist. Durch das Handgebläse A wird der Windstrom erzeugt, der durch den Hahn a reguliert und durch einen Gummischlauch zum Standlötrohr B fortgeleitet wird. Da besonders in den Tropen der Gummi bald brüchig und unbrauchbar wird, tut man gut, nach dem Gebrauch des Gebläses die Gummiteile abzunehmen und in einer gut

schließenden Blechbüchse, in der sich ein mit Petroleum getränkter Leinenlappen befindet, aufzubewahren.



Abb. 6.
Abichscher
Mörser.

Weitere Gerätschaften.

Eine Lupe.

Eine Pinzette mit Platinspitze von der Art, daß die beiden Platinspitzen beim Druck sich öffnen, so daß man Mineralsplitter bequem halten kann, um sie hinsichtlich ihrer Schmelzbarkeit oder in bezug auf Färbung, die sie der Flamme erteilen, prüfen kann. Das andere spitze Ende dient zum Fassen kleiner Metall-

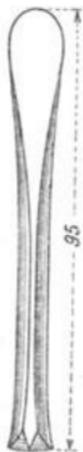


Abb. 7.
Kohlen-
bohrer
mit
Spatel.

körner usw.

Ein kleiner Hammer und Amboß aus gehärtetem Stahl.

Ein Abichscher Mörser zum Zerkleinern sehr harter Mineralien (Abb. 6).

Ein Mörser mit Reibkeule aus Hartporzellan. (Nach dem Gebrauch wird der Mörser durch Scheuern mit feinem Sand gereinigt.)

Ein Achatmörser mit Reibkeule. (Nach dem Gebrauch wird der Mörser durch Scheuern mit feuchter Knochenasche gereinigt.)

Eine Kneifzange, um von Mineralien kleine Stücke abbrechen zu können, ohne den Stufen zu schaden.

Eine eiserne Pinzette, um den Docht der Lampe höher oder tiefer zu stellen.

Ein Kohlenbohrer, dessen Ende als Spatel zu benutzen ist (Abb. 7).

Ein Magnetstab.

Eine Schere zum Schneiden des Lampendochtes.

Ein Kobaltglas.

Unterlagen für die zu erhitzenden Körper.

Holzkohle. Am besten eignet sich vollkommen ausgekohlte dichte und trockene Fichtenkohle ohne Astknoten. Von dieser schneidet man sich parallel-epipedische Stücke von etwa 80—100 mm Länge, 20 bis 30 mm Breite und 10—15 mm Dicke, und zwar so, daß die Jahresringe zweier Seiten annähernd senkrecht überschritten werden. Soll eine Probe auf Kohle erhitzt werden, so macht man sich mit Hilfe des Kohlenbohrers an einer Schmalseite, einige Millimeter vom Rande entfernt, eine flache Grube, legt die Probe hinein und hält die Kohle etwas geneigt, damit ein etwa entstehender Beschlag sich auf derselben der Länge nach absetzen kann. Zerknistert die Probe, so pulvert man dieselbe, feuchtet sie mit Wasser an und streicht sie in die Grube. Will man eine Probe reduzieren, so erhitzt man sie entweder für sich allein oder mit einem Reduktionsmittel gemengt in einer tieferen Grube. Das Mengen geschieht entweder in der Handfläche oder auf einem Stück Papier mit Hilfe eines eisernen Spatels.

Platindraht. Von ungefähr 0,4 mm Stärke und 45 mm Länge, an einem Ende zu einem Öhr umgebogen. Um den Draht halten zu können, steckt man ihn entweder in ein Stückchen Kork oder schmilzt ihn in eine ausgezogene Glasröhre ein. Für den Gebrauch erhitzt man das Öhr mit der Lötrohrflamme, taucht den heißen Draht in Borax oder Phosphorsalz und schmilzt das Salz zu einer Perle. Nötigenfalls kann man durch wiederholtes Eintauchen die Perle vergrößern¹⁾.

¹⁾ Kleine Perlen lassen die Farben meistens besser erkennen.

Nachdem man sich überzeugt hat, daß die Perle klar und ganz farblos ist, erhitzt man sie, berührt die zu untersuchende gepulverte Substanz und behandelt sie entweder mit der Oxydations- oder Reduktionsflamme. Sulfide, arsen- und antimonhaltige Substanzen röstet man vorher auf Kohle ab. Ist die Perle zu dunkel gefärbt, so schlägt man sie nach dem Erkalten auf dem Amboß ab, macht sich eine neue Perle und schmilzt etwas von der abgeschlagenen Perle ein. Den Draht reinigt man am besten in einem Reagensglas durch verdünnte warme Salzsäure und Abspülen mit Wasser. Niemals darf man an den Platindraht Substanzen bringen, die sich mit Platin

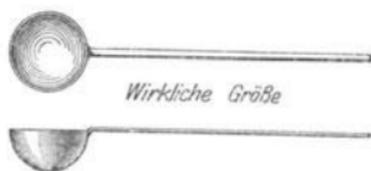


Abb. 8. Platinlöffel.

legieren und dieses brüchig machen; z. B. Metalle und solche Körper, die auf Kohle einen Beschlag geben (Arsen, Antimon, Schwefel u. a. m.). Derartige Substanzen

müssen entweder auf Kohle abgeröstet werden oder man schmilzt die Borax- oder Phosphorsalzperle auf Kohle ein¹⁾. An Stelle des Platindrahtes kann man auch einen Magnesiastab von 15 cm Länge und 1 mm Stärke verwenden²⁾.

Ein **Platinlöffel** von der Größe und Form von Abb. 8. Er dient zum Schmelzen von Substanzen mit saurem schwefelsauren Kali oder Salpeter. Beim Gebrauch steckt man den Stiel in ein Stückchen Kork. Auch hierbei ist zu beachten, daß Substanzen, die sich mit Platin legieren, im Platinlöffel nicht geschmolzen werden dürfen.

¹⁾ Kurz vor dem Erstarren drückt man die Perle mit der Pinzette breit und zieht sie etwas hoch. Durch die dünne Schicht lassen sich die Farben gut erkennen.

²⁾ Zu beziehen von E. Hildebrandt, A.-G. Berlin-Pankow, Florastr. 8.

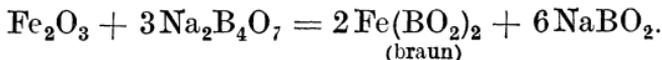
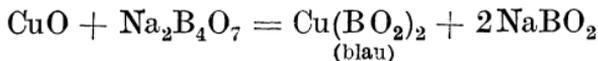
Glasröhren. Von 6—8 mm Durchmesser und 60—70 mm Länge, an einem Ende zugeschmolzen, und von 80—100 mm Länge an beiden Enden offen. Sie dienen zum Erhitzen von Substanzen, die entweder bei Luftzutritt oder für sich Sublimate und Destillate bilden. Um beim Erhitzen in der offenen Röhre ein Herausfallen der Substanz zu verhüten, biegt man das Rohr unter einem stumpfen Winkel, legt die Substanz in den Winkel und hält das Rohr so, daß der längere Schenkel als Esse wirken kann. Vor dem Gebrauch müssen die Glasröhren gut getrocknet sein. Man erhitzt bei langsam steigender Temperatur, damit die Substanzen sich nicht unoxydiert verflüchtigen oder sintern.

Gipsplatten. Zur Erzeugung von Jodidbeschlägen (Blei, Wismut).

Reagenzien.

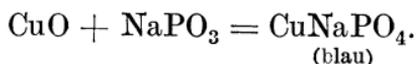
Soda. Wasserfreies kohlen-saures Natron (Na_2CO_3). Besonders zu beachten ist, daß die Soda frei von Sulfaten ist. Prüfung auf Sulfate (S. 13).

Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 10 \text{H}_2\text{O}$). Man kauft vorteilhaft geschmolzenen Borax. Wenn dieser nicht zu bekommen ist, schmilzt man ihn im Platinlöffel und pulvert ihn nach dem Erkalten. Er bildet schon in niedrigen Temperaturen mit Metalloxyden leicht schmelzbare Verbindungen (Metaborate), die oftmals charakteristisch gefärbt sind. Kieselsäure wird hierbei leicht gelöst.



Phosphorsalz. Ammoniumnatriumphosphat ($\text{NH}_4\text{NaHPO}_4 + 4\text{H}_2\text{O}$). Es geht beim Glühen unter

Abgabe von Ammoniak und Wasser in Natriummetaphosphat über ($\text{NaPO}_3 + \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$) und bildet mit Metalloxyden, ebenso wie Borax gefärbte Verbindungen. Man verwendet am besten geschmolzenes und gepulvertes Salz, das aber hygroskopisch ist und deshalb in gut schließender Flasche aufbewahrt werden muß. Das Salz muß zu einem klaren Glas schmelzen. Da das Salz wegen des starken Schäumens leicht von Draht abtropft, schmilzt man es besser vorher auf Kohle zur Kugel und nimmt diese an den Draht. Kieselsäure wird nicht gelöst und schwimmt als sogenanntes Skelett in der Perle. Bei sehr langem Schmelzen kann sie gelöst werden, indem sich unter Verlust von Phosphorsäure Natriumsilikat bildet:



Salpeter. Kaliumnitrat (KNO_3), wird zu oxydierenden Schmelzungen gebraucht.

Kaliumbisulfat (KHSO_4). Das wasserfreie Salz wird gepulvert und in gut schließender Flasche aufbewahrt. Es dient zum Aufschließen und zur Austreibung flüchtiger Substanzen, die am Geruch oder an der Farbe zu erkennen sind.

Kobaltnitrat ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 + 6\text{H}_2\text{O}$). In wäßriger Lösung Kobaltlösung oder Kobaltsolution genannt. Für Reisen nimmt man das Salz mit und löst bei Bedarf 1 Teil Salz in 10 Teilen Wasser auf. Die Lösung hebt man zweckmäßig in einer Tropfflasche auf, da man für eine Probe nur 1–2 Tropfen gebraucht. Es dient zur Erkennung einzelner Erden und Metalloxyde, die beim Glühen damit charakteristische Färbungen annehmen.

Ameisensaures Natrium (HCOONa). Verwendet man an Stelle des giftigen Cyankaliums zu Reduktionen. Es reduziert energischer als Soda.

Zink in dünnen Stangen. Mit Säuren erwärmt, entwickelt es Wasserstoff, der reduzierend auf Metallsalzlösungen wird. Einige seltene Metalle werden an der charakteristischen Farbe ihrer Lösungen erkannt.

Kupferoxyd (CuO). Dient zur Erkennung von Chlor, Brom und Jod.

Magnesiumband oder Draht. In Stücken von etwa 5 mm Länge. Dient zur Erkennung der Phosphorsäure.

Zinn, in Form von Stanniol, dient zu Reduktionen. Man schneidet etwa 10–12 mm breite Streifen, rollt sie fest auf und berührt damit die auf Holzkohle eingeschmolzene Perle, die etwas Zinn aufnimmt. Nachdem die Perle etwas Zinn aufgenommen hat, darf man dieselbe nicht lange mehr mit der Flamme anblasen.

Silberblech. Meistens verwendet man eine blank geschleuerte Silbermünze. Dient zum Nachweis von Schwefelverbindungen. (Heparprobe.)

Turnersche Mischung. Ein Gemenge von 1 Teil Flußspat und $1\frac{1}{2}$ Teilen saurem schwefelsauren Kali. Dient zur Erkennung geringer Mengen von Lithion.

Ein Gemenge von $4\frac{1}{2}$ Teilen saurem schwefelsauren Kali und 1 Teil fein gepulvertem völlig borsäurefreiem Flußspat dient zum Erkennen von Borsäure.

Jodschwefel. Gleiche Teile von trockenem Jodkalium und Schwefel. Dient zur Unterscheidung von Blei und Wismut.

Reagenzpapiere. Rotes und blaues Lackmuspapier. Kurkumapapier. Fernambukpapier.

Eisenvitriol.

Graphit. Sehr feines Pulver und möglichst aschefrei

Eisenpulver.

Probierblei.

Silber (goldfrei).

Salzsäure vom spez. Gew. 1,124.

Salpetersäure vom spez. Gew. 1,2.

Schwefelsäure, konzentriert.

Natronlauge oder Kalilauge. Man nimmt zweckmäßig festes Ätznatron oder Ätzkali in kleinen Stücken und löst davon die nötige Menge in Wasser (1 Teil in 2—3 Teilen Wasser).

Phosphorsäure. Glasig in kleinen Stücken. Für den Gebrauch löst man die nötige Menge in Wasser.

Ammoniak.

Methylalkohol.

Reaktionen der einzelnen Elemente.

Die in diesem Kapitel vorkommenden Abkürzungen haben folgende Bedeutung:

B. = Boraxperle, O. = Oxydationsfeuer,
 P. = Phosphorsalzperle, R. = Reduktionsfeuer,
 es bedeutet also B. O. Verhalten zur Boraxperle im Oxydationsfeuer. P. R. Verhalten zur Phosphorsalzperle im Reduktionsfeuer.

Sauerstoff. Durch Glühen der betreffenden Substanz in der einseitig geschlossenen Glasröhre freigemacht, bringt er einen an die Mündung der Röhre gehaltenen glimmenden Holzspan zum Brennen.

Wasserstoff. Kommt als solcher nicht zur Untersuchung. Wasser setzt sich beim Erhitzen der Substanz in der einseitig geschlossenen Glasröhre an den kälteren Teilen in Form von Tropfen ab. Das Wasser reagiert auf Lackmuspapier entweder neutral, sauer oder alkalisch. Aus der Menge desselben kann man oftmals schließen, ob dasselbe hygroskopisches oder Kristallwasser ist.

Stickstoff. Kommt als solcher nicht zur Untersuchung. Salpetersaure Salze verpuffen auf Kohle erhitzt. Mit der zweifachen Menge saurem schwefelsauren Kali gemengt und im einseitig geschlossenen

Glasrohr erhitzt, entweicht salpetrige Säure, deren braune Färbung am deutlichsten zu erkennen ist, wenn man oben in das Glasrohr hineinsieht.

Schwefel. Heparprobe. Man mengt die Probe mit 2–3 Teilen Soda und 1 Teil Borax¹⁾ und erhitzt das Gemenge auf Kohle in der Reduktionsflamme. Die geschmolzene und noch heiße Masse bringt man auf ein blankes und mit einem Tropfen Wasser benetztes Silberblech. Enthält die Probe Schwefel, so bildet sich ein brauner bis schwarzer Fleck von Schwefelsilber²⁾. Da Selen und Tellur dieselbe Reaktion geben, so darf man nicht versäumen, auf diese zu prüfen.

Hat man durch die Heparprobe Schwefel nachgewiesen, so ist noch zu untersuchen, ob der Schwefel als Sulfat oder als Sulfid vorhanden ist. Zu diesem Zweck erhitzt man die Probe in der offenen Glasröhre. Ein stechender Geruch nach schwefliger Säure beweist das Vorhandensein eines Sulfides. Verbindungen mit hohem Schwefelgehalt (FeS_2) geben, in dem einseitig geschlossenen Glasrohr erhitzt, ein rotgelbes Destillat, das sich an den kälteren Teilen kondensiert.

Selen. Verhält sich zum Silberblech wie Schwefel. Erhitzt man die Probe auf Kohle mit der Oxydationsflamme bis zum Rotglühen, so nimmt man einen Geruch nach faulem Rettig wahr. Enthält die Probe viel Selen, so bemerkt man einen braunen Rauch und in geringer Entfernung von der Probe auf der Kohle einen metallischen, stahlgrauen Beschlag, der oftmals einen roten Saum besitzt. Bläst man den Beschlag mit der Reduktionsflamme an, so verschwindet er mit kornblumenblauem Schein. In der

1) Der Boraxzusatz hat den Vorteil, daß das entstehende Schwefelnatrium nicht in die Kohle geht, sondern sich leicht von dieser trennen läßt.

2) Der Fleck läßt sich mit feuchter Holzkohle oder Seesand wieder entfernen.

offenen Glasröhre erhitzt, erhält man ein rotes bis stahlgraues Sublimat und ebenfalls einen Geruch nach faulem Rettig. In der einseitig geschlossenen Glasröhre erhitzt, erhält man dasselbe Sublimat, aber keinen Geruch nach faulem Rettig. Um geringe Mengen nachzuweisen, mengt man die Substanz mit einigen Körnchen Soda und Salpeter und erhitzt im einseitig geschlossenen Glasrohr. Nach dem Schmelzen zerschlägt man das Glasrohr, mengt die Schmelze mit Salmiak und erhitzt im einseitig geschlossenen Glasrohr. Bei Anwesenheit von Selen entsteht zunächst ein unten schwarzes, oben rot gefärbtes Sublimat. Nach einiger Zeit geht die Farbe des ganzen Sublimats in Rot über.

Tellur. Erhitzt man gediegen Tellur in der offenen Glasröhre, so schmilzt es und brennt mit blaugrüner Flamme. Der dabei entstehende Rauch setzt sich am kälteren Teil der Röhre als grauweißer Beschlag ab. Erhitzt man den Beschlag, so schmilzt er zu kleinen wasserhellen Tropfen. Erhitzt man Telluride im Reagenzglas mit viel konzentrierter Schwefelsäure bei ganz allmählich steigender Temperatur, so färbt sich die Schwefelsäure bei einer bestimmten Temperatur purpurrot¹⁾. Erhitzt man stärker, so verschwindet die rote Farbe und kehrt auch bei der Abkühlung nicht wieder. Oder man vermengt die gepulverte tellurhaltige Substanz mit Soda und etwas Holzkohlenstaub und erhitzt das Gemisch im einseitig geschlossenen Glasrohr bis zum Schmelzen. Nach dem Erkalten gibt man einige Tropfen kochendes Wasser hinzu. Bei Gegenwart von Tellur färbt sich das Wasser nach kurzer Zeit purpurrot.

Phosphor. Die mit Schwefelsäure angefeuchtete Probe am Ohr des Platindrahtes in der Oxydations-

¹⁾ Es bildet sich Tellurschwefeltrioxyd (TeSO_3).

flamme erhitzt, färbt diese blaugrün. Da einige andere Substanzen die Flamme ebenfalls grün färben, so muß man noch folgende Probe ausführen. Die durch Erhitzen völlig getrocknete Substanz wird nach dem Erkalten in ein einseitig geschlossenes Glasrohr geschüttet und mit ein oder zwei Stückchen Magnesiumband oder -draht vermengt, so daß das Magnesium von der Substanz bedeckt ist. Darauf erhitzt man das Glasrohr mit der Lötrohrflamme, bis ein Aufglimmen zu bemerken ist. Nach dem Erkalten zerschlägt man das Glasrohr im Porzellanmörser und befeuchtet die zum Teil dunkelbraun gewordene Masse mit einem Tropfen Wasser. Bei Gegenwart von Phosphorsäure nimmt man deutlich einen Geruch nach Phosphorwasserstoff (Geruch nach faulen Fischen) wahr.

Arsen. Arseniate und Arsenite geben auf Kohle, sowohl in der Reduktions- als auch in der Oxydationsflamme weit von der Probe entfernt, einen grauen oder weißen Beschlag von arseniger Säure, der beim Daraufblasen mit der Reduktionsflamme mit schwach hellblauem Schein verschwindet. Der Arsenrauch riecht deutlich nach Knoblauch. Bei Anwesenheit von viel Schwefel kann der Geruch nach Knoblauch durch den Geruch nach Schwefeldioxyd leicht verdeckt werden. In diesem Fall mengt man die Probe mit ungefähr dem gleichen Gewicht Bleioxyd, wodurch der Geruch nach Knoblauch deutlicher wird. In der geschlossenen Glasröhre erhitzt, erhält man ein schwarzes Sublimat, das in dickeren Schichten Metallglanz besitzt (Arsenspiegel). Bei Gegenwart von Schwefel entsteht ein gelbrotes Sublimat. Arsenverbindungen färben die Flamme fahlblau und geben Arsenrauch.

Antimon. Auf Kohle erhitzt, geben Antimonverbindungen im Oxydations- und Reduktionsfeuer nahe

an der Probe einen dicken grauen oder weißen Beschlag von Antimonoxyd. Der weiße Antimonrauch ist geruchlos. Der Beschlag läßt sich mit der Oxydationsflamme ohne Schein, mit der Reduktionsflamme mit schwach grünblauem Schein vertreiben. Mit Kobaltlösung geglüht, färbt sich der Beschlag schmutzig grün. In der geschlossenen Glasröhre erhitzt, erhält man ein weißes Sublimat. Bei Gegenwart von Schwefel entsteht ein kirschrotes Sublimat.

Chlor. Sättigt man eine am Platindraht eingeschmolzene Phosphorsalzperle in der Oxydationsflamme mit Kupferoxyd¹⁾, bringt dann etwas von der zu untersuchenden Probe an die Perle und erhitzt diese in der Reduktionsflamme, so wird die Flamme azurblau gefärbt. Mit saurem schwefelsauren Kali gemengt und in dem geschlossenen Glasrohr erhitzt, geben Chloride ein gelbgrünes Gas mit Chlorgeruch.

Brom. Setzt man die Probe der kupferoxydhaltigen Phosphorsalzperle hinzu (siehe Chlor) und bringt diese in die Reduktionsflamme, so wird die Flamme blaugrün gefärbt. Mit saurem schwefelsauren Kali gemengt und in dem geschlossenen Glasrohr erhitzt, erhält man rotgelbe Dämpfe und Geruch nach Brom.

Jod. Setzt man die Probe der kupferoxydhaltigen Phosphorsalzperle hinzu (siehe Chlor) und bringt diese in die Reduktionsflamme, so wird die Flamme smaragdgrün gefärbt. Mit saurem schwefelsauren Kali gemengt und in dem geschlossenen Glasrohr erhitzt, erhält man violette Dämpfe. Zum Teil sublimiert Jod und setzt sich an den kälteren Teilen des Glasrohres als rötlich schwarzer Spiegel ab.

Fluor. Mengt man Fluorverbindungen mit der vierfachen Menge saurem schwefelsauren Kali und erhitzt die Masse (von oben beginnend) in der einseitig

¹⁾ Die Perle muß so viel Kupferoxyd enthalten, daß sie schwarz (graphitglänzend) aussieht.

geschlossenen Glasröhre bis zum Schmelzen, so entweicht wasserhaltige Flußsäure, die das Glas ätzt. Die Ätzung erkennt man sehr leicht, wenn man nach dem gründlichen Ausspülen der Schmelze das Glasrohr trocknet und mit einer spitzen Nadel über die raue Stelle des Glases fährt. Eine sichere Reaktion ist nach Berzelius folgende. Man mengt die feingepulverte Substanz mit vorher auf Kohle geschmolzenem und danach gepulvertem Phosphorsalz, bringt das Gemenge in ein beiderseits offenes Glasrohr ganz nahe an das eine Ende. Dann erhitzt man so, daß die Lötrohrflamme das Gemenge unmittelbar trifft. Durch die Wirkung des schmelzenden Phosphorsalzes bildet sich wasserhaltige Fluorwasserstoffsäure, die an der Gelbfärbung von feuchtem Fernambukpapier, oder an der Ätzwirkung auf dem Glas erkannt wird.

Kohlenstoff. Organische Körper entwickeln beim Erhitzen im einseitig geschlossenen Glasrohr Gase mit brenzlichem Geruch. Kohlensaure Salze, in der Boraxperle am Platindraht geschmolzen, verlieren unter Aufbrausen ihre Kohlensäure. Cyanverbindungen mit saurem schwefelsauren Kali im geschlossenen Glasrohr erhitzt, geben charakteristischen Geruch nach bitteren Mandeln.

Graphit gibt, im einseitig geschlossenen Glasrohr erhitzt, oftmals eine nicht geringe Menge Wasser. Im Platinlöffel über einer Spiritusflamme erhitzt, verändert er sich nicht. Er färbt ab. Als feines Pulver mit Salpeter im Platinlöffel bis zum Glühen erhitzt, verpufft er.

Anthrazit gibt, im einseitig geschlossenen Glasrohr erhitzt, meistens etwas Wasser, aber keine brenzlich riechenden Gase. An der Kerzenflamme entzündet er sich nicht. Mit Kalilauge gekocht, erteilt er der Lauge keine Färbung. Er färbt nicht ab.

Steinkohle. Entzündet sich an der Kerzenflamme und brennt mit leuchtender Flamme unter Rauchentwicklung. In der einseitig geschlossenen Glasröhre erhitzt, entstehen brenzlich riechende Gase und bräunliche und gelbe Teertropfen. Das Pulver mit Kalilauge gekocht, färbt diese nicht oder nur schwach gelb.

Braunkohle. Entzündet sich an der Kerzenflamme und brennt mit rußender Flamme. In der einseitig geschlossenen Glasröhre erhitzt, entstehen brenzlich riechende Gase, bräunliche und gelbe Teertropfen und saures Wasser. Das Pulver mit Kalilauge gekocht, färbt diese braun.

Borsäure. Färbt für sich, oder durch Befeuchten der Probe mit Schwefelsäure frei gemacht, im Ohr des Platindrahtes erhitzt, die Lötrohrflamme gelbgrün. Nach Turner erkennt man geringe Mengen von Borsäure folgendermaßen. Man pulvert die zu untersuchende Substanz sehr fein, vermengt das Pulver mit 3—4 Teilen eines Flusses, der aus $4\frac{1}{2}$ Teilen saurem schwefelsauren Kali und 1 Teil fein gepulvertem, völlig borsäurefreiem Flußspat besteht, nebst wenig Wasser zu einem Teige, streicht diesen in das Ohr eines Platindrahtes und schmilzt ihn in der blauen Lötrohrflamme zusammen. Während die Masse schmilzt, bildet sich Fluorborsäure, die ausgetrieben wird und dabei die äußere Flamme grün färbt. Bei Anwesenheit von Kupfer versagt die Turnersche Probe, da eine flüchtige Fluorkupferverbindung entsteht, die die Flamme grün färbt. In diesem Fall verfährt man folgendermaßen. In einer kleinen Porzellschale übergießt man die fein gepulverte Substanz mit einigen Kubikzentimeter konzentrierter Schwefelsäure und gibt nach und nach unter Umrühren tropfenweise Methylalkohol hinzu. Darauf erwärmt man vorsichtig, bis der Alkohol siedet und entzündet die

entweichenden Dämpfe. Der Borsäuremethylester brennt mit grüner Flamme.

Kieselsäure. Schmilzt man Kieselsäure mit einer am Platindraht befindlichen Sodaperle zusammen, so wird die an und für sich milchig trübe Sodaperle durchsichtig. Die Menge der Kieselsäure darf nicht zu groß sein und muß nach und nach zugesetzt werden. Die Perle kann durch Metalloxyde gefärbt sein. Wird ein Silikat in feinen Splintern in der Phosphorsalzperle am Platindraht geschmolzen, so werden die meisten Silikate so zerlegt, daß die Basen vom Phosphorsalz gelöst werden und die Kieselsäure als „Skelett“ in der heißen Perle schwimmt, oder bei leicht zerlegbaren Silikaten in Form kleiner gelatinöser Wolken zurückbleibt¹⁾.

Alkalien.

Die meisten sind an der Färbung zu erkennen, die sie beim Erhitzen am Platindraht der Lötrohrflamme erteilen. Der Draht muß rein sein, d. h. die Lötrohrflamme nicht färben. Es ist zweckmäßig, für diese Proben einen besonderen Draht zu verwenden, ihn nach jedem Gebrauch mit warmer verdünnter Salzsäure zu reinigen und mit reinem Wasser abzuspülen. Da Chloride die Färbung am deutlichsten zeigen, befeuchte man die Probe mit einem Tropfen Salzsäure. Zum Erhitzen verwende man die blaue nicht leuchtende Flamme. Sulfate erhitzt man vorher einige Zeit auf Kohle mit der Reduktionsflamme. Das hierdurch entstandene Sulfid befeuchtet man mit Salzsäure.

Kali. Die Kalisalze färben die Flamme violett. Ein Gehalt an Natron verdeckt die violette Farbe.

¹⁾ Bei langem Schmelzen kann die Kieselsäure gelöst werden, indem sich unter allmählicher Verflüchtigung von Phosphorsäure schließlich Natriumsilikat bildet.

Um Kali neben Natron zu erkennen, betrachte man die Flamme durch ein tiefblau gefärbtes Kobaltglas. Enthält die Substanz Kali, so erscheint die Flamme violett oder ponceaurot gefärbt. Bei Abwesenheit von Kali wird die gelbe Natronfärbung ausgelöscht, wenn wenig Natron vorhanden ist. Bei großen Natronmengen erscheint die Flamme blau gefärbt. Enthält die zu untersuchende Probe organische Substanzen, so müssen diese vorher durch Glühen zerstört werden, weil sie durch das Kobaltglas betrachtet, die Flamme ebenfalls violett erscheinen lassen.

Natron. Natronsalze färben die Flamme rötlich gelb.

Lithion. Lithionsalze färben die Flamme karminrot. Sehr geringe Mengen von Lithion erkennt man nach Turner auf folgende Weise. Die fein gepulverte Probe rührt man mit einem Gemenge von 1 Teil Flußspat und $1\frac{1}{2}$ Teilen saurem schwefelsauren Kali und wenig Wasser zu einem Teig an, bringt diesen an den Platindraht und erhitzt in der blauen Flamme. Man nehme von der zu untersuchenden Substanz 1 Teil und von der Turnerschen Mischung 2 Teile. Die leicht störende Kaliflamme vermeidet Poole dadurch, daß er statt der Turnerschen Mischung ein Gemenge von 2 Teilen reinem Gips und 1 Teil Flußspat verwendet.

Ammoniak. Ammoniakverbindungen mit Soda gemengt und im einseitig geschlossenen Glasrohr erhitzt, entwickeln Ammoniak, das an seinem Geruch erkannt wird.

Alkalische Erden.

Reagieren nach starkem Glühen auf Kohle alkalisch. Beim Glühen zeigen sie Phosphoreszenz. Sie werden voneinander unterschieden entweder durch die Flammenfärbung oder durch ihr Verhalten zu Kobaltlösung.

Baryterde färbt die Flamme gelbgrün.

Strontianerde färbt die Flamme purpurrot.

Kalkerde färbt die Flamme gelbrot.

Magnesia. Mit einem Tropfen Kobaltlösung befeuchtet und stark im Oxydationsfeuer geglüht, nimmt sie eine blaßfleischrote bis violette Färbung an. Enthalten Magnesiumsilikate färbende Oxyde, so tritt die rote Farbe nicht auf.

Tonerde. Zeigt beim Glühen Phosphoreszenz, ist unschmelzbar, wird, mit einem Tropfen Kobaltlösung befeuchtet und stark im Oxydationsfeuer geglüht, schön blau gefärbt (Thénards Blau). Die blaue Farbe ist besonders gut zu erkennen, wenn man die oberste Schicht entfernt. Zu beachten ist, daß einige Silikate, Phosphate und Borate ebenfalls eine blaue Farbe annehmen, selbst wenn sie keine Tonerde enthalten. Kieselsäure, phosphorsaure und borsäure Alkalien geben ein blaues Glas, während Tonerde unschmelzbar ist.

Metalle oder deren Oxyde.

Die Metalloxyde erteilen in den meisten Fällen der am Platindraht eingeschmolzenen Borax- oder Phosphorsalzperle charakteristische Färbungen. Erscheint die Perle zu dunkel gefärbt oder gar schwarz, so entfernt man den größten Teil der Perle vom Draht dadurch, daß man, so lange die Perle noch flüssig ist, mit dem Ballen der Hand kräftig auf den Tisch schlägt, und so die Perle in ein Porzellanschälchen abstößt. Meistens bleibt am Draht noch soviel haften, daß eine neue angeschmolzene Perle eine deutliche Färbung zeigt. Andernfalls kann man das Abgestoßene grob pulvern und einen Teil davon in einer neuen Perle auflösen. Unbedingt nötig ist es, sich davon zu überzeugen, daß an dem Draht nicht noch Reste von früheren Perlen haften. Die Perle muß also vor dem Zusatz der zu untersuchenden Substanz vollkommen

klar und farblos sein. Andernfalls muß man den Draht durch Scheuern mit feinem Sand und Abspülen mit Wasser reinigen. Auch das Eintauchen in warme verdünnte Salzsäure ist oftmals zweckmäßig. Metalle und Substanzen, die Schwefel, Arsen oder Antimon enthalten, dürfen nicht an den Platindraht gebracht werden, da das Platin sich mit diesen Körpern legiert und brüchig wird. Schwefel, Arsen oder Antimon müssen vorher durch Rösten der Substanz auf Kohle entfernt werden. Das Rösten darf anfangs nicht bei zu hoher Temperatur vorgenommen werden, damit die Substanz nicht schmilzt, und die tiefer liegenden Teile vor der Oxydation geschützt werden. Das Röstgut wird gepulvert und dann an die Perle gebracht. Scheidet die Substanz leicht Metall ab, so schmilzt man die Perle auf Kohle ein.

Eisenoxyd. Auf Kohle mit der Reduktionsflamme behandelt, wird es magnetisch.

B. O. je nach der aufgelösten Menge in der Hitze gelb bis dunkelrot, nach dem Erkalten farblos bis dunkelgelb. B. R. flaschengrün. Die flaschengrüne Perle ist leicht zu erhalten, wenn man die auf Kohle eingeschmolzene Perle mit Stanniol berührt und kurze Zeit weiterbläst¹⁾. P. O. und P. R. wie bei Borax.

Nickeloxydul. B. O. je nach der aufgelösten Menge in der Hitze violett bis rotbraun, nach dem Erkalten gelb bis braun. B. R. anfangs grau und trübe von fein verteiltem metallischen Nickel, später farblos und klar, da das Nickel sich am Draht absetzt.

Kobaltoxydul. B. O., B. R., P. O., P. R. blau.

Manganoxyd. B. O. je nach der aufgelösten Menge in der Hitze schwarz bis amethystfarbig, kalt rot bis farblos. B. R. farblos. Phosphorsalz gibt die-

¹⁾ Die Farbe ist gut zu erkennen, wenn man die Perle während des Erstarrens mit einer Pinzette hochzieht und breit drückt.

selben Färbungen wie Borax, nur heller und schöner. Sodaperle¹⁾ im Oxydationsfeuer in der Hitze grün, nach dem Erkalten blaugrün, besonders schön nach Zusatz von etwas Salpeter.

Zinkoxyd. Auf Kohle erhitzt, stark phosphoreszierend; in der Hitze gelb, nach der Abkühlung weiß. Auf Kohle mit der Reduktionsflamme behandelt, verflüchtigt es sich und gibt nahe an der Probe einen in der Hitze gelben, nach dem Erkalten weißen Beschlag. In einigen Fällen wird der Beschlag erst erhalten, wenn man die Probe vorher mit Soda mengt. Bringt man auf den Beschlag einen Tropfen Kobaltlösung und glüht mit der Oxydationsflamme, so nimmt er eine gelbgrüne Farbe an²⁾.

Kadmiumoxyd. Auf Kohle mit der Reduktionsflamme behandelt, verflüchtigt es sich und gibt weit von der Probe entfernt einen dunkelgelben bis braunroten Beschlag (pfauenschweifartig).

Zinnoxid. Auf Kohle erhitzt, stark phosphoreszierend; in der Hitze gelb, nach der Abkühlung weiß. Mit Kobaltlösung befeuchtet und geglüht blaugrün werdend³⁾. Mit ameisensaurem Natrium (2—3fache Menge) gemengt und auf Kohle reduzierend geschmolzen, erhält man metallisches Zinn. Man erkennt das Zinn am leichtesten, wenn man die Salzmasse samt der Holzkohle heraussticht, in einer kleinen Porzellanreischale verreibt und die Kohle und Salzmasse mit Wasser vorsichtig fortschlämmt. Am Boden der Schale befinden sich breitgedrückte Stücke und glänzende Flitter von metallischem Zinn.

Uranoxyd. P. O. heiß gelb, kalt grüngelb. P. R. grün. Die Gegenwart von Eisen stört das Erkennen der Farbe. In diesem Fall löst man die Uranoxyd

¹⁾ Die Sodaperle ist undurchsichtig.

²⁾ Es bildet sich Kobaltozinkat. $ZnO + Co(NO_3)_2 = CoZnO_2 + 2NO_2 + O$. ³⁾ Es bildet sich Kobaltostannat.

enthaltende Phosphorsalzperle in einem Porzellanschälchen in verdünnter Salzsäure und gibt etwas metallisches Zinn hinzu. Die Lösung färbt sich grün mit einem bläulichen Schein. Das Eisen wird hierbei zu farblosem Eisenchlorür reduziert.

Bleioxyd. Auf Kohle mit der Reduktionsflamme erhitzt, erhält man metallisches Blei und gleichzeitig einen in der Hitze zitronengelben, nach der Abkühlung schwefelgelben Beschlag, der einen weißen Saum von kohlenurem Blei besitzt. Schmilzt man metallisches Blei mit der Oxydationsflamme auf Kohle ein, so wird die Flamme blau gefärbt, und die Kohle beschlägt wie oben angegeben. Das Bleikorn ist nach dem Erkalten metallisch blank und geschmeidig. Aus bleihaltigen Substanzen kann man das Blei ababscheiden, indem man die Substanz mit Soda gemengt, auf Kohle reduzierend schmilzt.

Zum Unterschied von Wismut, das einen ähnlichen Oxydbeschlag gibt, mengt man das Bleioxyd mit einem Gemisch, bestehend aus gleichen Teilen von gepulvertem trockenen Jodkalium (KJ) und gepulvertem Schwefel. Dieses Gemenge, auf einer Gipsplatte oxydierend angeblasen, gibt einen eigelben Bleijodidbeschlag.

Wismutoxyd. Auf Kohle mit der Reduktionsflamme erhitzt, erhält man metallisches Wismut und gleichzeitig einen in der Hitze dunkelorange gelben, nach der Abkühlung zitronengelben Beschlag mit weißem Saum. Das Wismutkorn ist nach dem Erkalten trübe und spröde. Aus wismuthaltigen Substanzen kann man das Metall abscheiden, indem man die Substanz mit Soda gemengt, auf Kohle reduzierend schmilzt. Zum Unterschied von Blei mengt man das Oxyd mit Jodkalium und Schwefel (siehe Blei). Der auf der Gipsplatte entstehende Wismutjodidbeschlag ist schokoladenbraun mit rotem Anflug. Mit

Ammoniakdampf behandelt, wird der braune Beschlag rot.

Kupferoxyd. Auf Kohle mit der Reduktionsflamme erhitzt, erhält man metallisches Kupfer. Leichter zu erhalten, wenn man das Oxyd mit Soda mengt und reduzierend schmilzt. Sticht man die Schmelze heraus, verreibt sie in einem Porzellanmörser und schlämmt Kohle und Salzmasse vorsichtig ab, so bemerkt man auf dem Boden der Schale breitgedrückte rote Metallkörner und Flitter. B. O. und P. O. in der Hitze grün, nach dem Erkalten blaugrün. B. R. und P. R. in der Hitze farblos, nach dem Erkalten ziegelrot und undurchsichtig (Abscheidung von Kupferoxydul). Die mit Salzsäure befeuchtete Probe färbt die Flamme anfangs azurblau, später grün.

Quecksilberoxyd. Erhitzt man Quecksilberverbindungen mit trockener Soda oder gepulvertem Eisen, gemengt in dem einseitig geschlossenen Glasrohr, so erhält man an den kälteren Teilen des Glases ein graues Sublimat von metallischem Quecksilber. Mit der Lupe betrachtet, sieht man deutlich Metalltröpfchen. Drückt man das Sublimat mit einem Holzstab gegen das Glas, so erhält man größere Quecksilberkugeln.

Silberoxyd. Auf Kohle mit der Reduktionsflamme erhitzt, leicht zu Metall reduzierbar. Das Korn ist glänzendweiß und geschmeidig. Schmilzt man Silber mit der Oxydationsflamme auf Kohle ein, so erhält man einen sehr schwachen rotbraunen Beschlag (Unterschied von Blei). Silberverbindungen mit Soda gemengt, auf Kohle reduzierend geschmolzen, geben metallisches Silber. P. O. gelbes bis opalartiges Glas mit rötlichem Schein. (Nur sehr geringe Mengen verwenden.)

Molybdänsäure. P. O. heiß gelbgrün bis dunkelgrün, nach dem Erkalten farblos bis grün. P. R.

heiß schmutzig dunkelgrün, kalt schön grün. Geringe Mengen von Molybdänsäure lassen sich dadurch nachweisen, daß man die Substanz im Platinlöffel mit einem Gemisch von Soda und Salpeter bis zum Aufschließen erhitzt. Molybdänglanz schmilzt man vorsichtig in Platinlöffel mit dem dreifachen Volumen Salpeter, wobei ein Verpuffen eintritt. Die Schmelze löst man in einer kleinen Porzellanschale unter mäßigem Erwärmen in Wasser auf, gießt nach dem Absetzen die Lösung vom Rückstand ab, macht sie mit Salzsäure schwach sauer, erwärmt und legt ein Stück metallisches Zink hinein. Dort, wo das Zink sich befindet, färbt sich die Lösung sehr bald schön dunkelblau¹⁾. Die blaue Färbung erhält man bei molybdänsauren Salzen auch dadurch, daß man die Substanz in einer Porzellanschale mit konzentrierter Schwefelsäure erhitzt und tropfenweise Alkohol zusetzt. Nach dem Erkalten erhält man die Färbung besonders an der Schalenwandung.

Die Lotröhrflamme wird durch Molybdän gelbgrün gefärbt.

Wolframsäure. P. O. farblos bis gelb. P. R. heiß schmutzig grün, nach dem Abkühlen blau. Bei Zusatz von Eisenoxyd heiß gelb, kalt blutrot. Da Titansäure bei Gegenwart von Eisenoxyd ebenfalls eine blutrote Perle gibt, so verfährt man zur Bestätigung folgendermaßen. Man schmilzt die Substanz mit der fünffachen Menge Soda im Platinlöffel, kocht die Schmelze in einer kleinen Porzellanschale mit Wasser und gießt nach dem Absetzen die klare Lösung von dem Rückstand ab. Zu der klaren Lösung gibt man Salpetersäure bis zur schwachsauren Reaktion, wodurch sich anfangs weiße Wolframsäure abscheidet, die beim Erhitzen gelb wird. Nach dem

¹⁾ Wolframsäure gibt, ebenso behandelt, erst nach einiger Zeit eine blaue Färbung.

Trocknen kann man die Wolframsäure in der Phosphorsalzperle prüfen. Behandelt man den gelben Rückstand mit Salzsäure und gibt metallisches Zink dazu, so erhält man beim Erwärmen eine blaue Farbe (siehe Molybdänsäure).

Vanadinsäure. B. O. farblos bis gelb. B. R. heiß bräunlich, nach dem Abkühlen schön smaragdgrün. Schmilzt man vanadinhaltige Substanzen (Sulfide müssen vorher auf der Kohle geröstet werden) im Platinlöffel mit Soda und Salpeter, kocht dann die Schmelze mit Wasser, säuert mit Schwefelsäure schwach an und gibt metallisches Zink hinzu, so färbt sich die Lösung beim Erwärmen nacheinander grün, blaugrün, blau, violett und schließlich blauviolett.

Chromoxyd. B. O. heiß gelb bis dunkelrot, kalt gelbgrün bis reingrün. B. R. schön smaragdgrün. Sodaperle im Oxydationsfeuer heiß dunkelbraungelb, kalt undurchsichtig gelb. Besonders deutlich, wenn man ein Körnchen Salpeter einschmilzt, ohne weiter zu blasen. Chromverbindungen mit Phosphorsäure eingedampft, geben smaragdgrüne Lösungen¹⁾.

Titansäure. P. O. heiß gelb, kalt farblos. P. R. violett. Bei einem Eisengehalt, der sich aber durch Zinnzusatz entfernen läßt, blutrot. Enthält die Titansäure Substanzen, die obige Reaktionen verdecken, schmilzt man die feingepulverte Substanz mit der achtfachen Gewichtsmenge saurem schwefelsauren Kali im Platinlöffel bei gelinder Rotglut. Nach dem Erkalten übergießt man die Schmelze in einem Porzellanschälchen mit warmem (nicht kochendem) Wasser und rührt einige Zeit um. Die Lösung, die die Titansäure enthält, gießt man in eine größere Porzellanschale, setzt einige Tropfen Salpetersäure hinzu, verdünnt mit mindestens der sechsfachen

¹⁾ Das Eindampfen muß bis zur Sirupdicke getrieben werden. Nach dem Abkühlen erscheint die Farbe deutlich.

Menge Wasser und kocht einige Minuten. Die Titansäure fällt in weißen Flocken aus. Man filtriert, wäscht das Filter mit salpetersäurehaltigem Wasser aus und prüft die getrocknete Titansäure in der Phosphorsalzperle.

Systematischer Gang bei Lötrohruntersuchungen.

A. Prüfung ohne Reagenzien.

1. Prüfung im einseitig geschlossenen Glasrohr.
2. Prüfung im offenen Glasrohr.
3. Prüfung auf Kohle.
4. Prüfung auf Flammenfärbung.

B. Prüfung mit Reagenzien.

1. Prüfung mit Soda.
2. Prüfung mit Kaliumbisulfat.
3. Heparreaktion.
4. Perlenfärbung.
5. Prüfung mit Kobaltlösung.
6. Aufschließen mit Soda und Salpeter.

A. Prüfung ohne Reagenzien.

1. Prüfung im einseitig geschlossenen Glasrohr.

Man bringe von der Substanz einige Stückchen in das Glasrohr und erhitze zuerst gelinde, beobachte eintretende Veränderungen, dann erhitze man stärker und schließlich bis zum Glühen. Da der Luftzutritt so gut wie ausgeschlossen ist, findet keine Oxydation statt. Hierbei können folgende Erscheinungen auftreten.

Farbenänderung.

Hydrate der Eisen-, Kupfer-, Nickel- und Kobaltsalze (Wasserabgabe).

Zinkoxyd, Zinnoxid, Titansäure: weiß in gelb,
kalt weiß.

Bleikarbonat: weiß in rotbraun, kalt gelb.

Eisenoxyd: rot in schwarz, kalt rot.

Wismutoxyd: gelb in rotbraun, kalt gelb.

Kadmiumsulfid: gelb in zinnoberrot, kalt gelb.

Bleioxyd: gelb in rotbraun, kalt gelb.

Quecksilberoxyd: rot in schwarz, kalt rot.

Abgabe von Wasser.

Neutral: Kristallwasser.

Sauer: Schwefelsäure (blaues Lackmuspapier wird rot).

Basisch: Einige Ammoniaksalze (rotes Lackmuspapier wird blau).

Es entweicht ein farbloses, geruchloses Gas.

Kohlensäure: Einige Karbonate.

Sauerstoff: Einige Superoxyde. Einige salpeter-, chlor-, chrom-, brom- und jodsaure Salze.

Es entweicht ein farbloses, riechendes Gas.

Schwefeldioxyd: Einige Sulfate.

Schwefelwasserstoff: Wasserhaltige Sulfide.

Ammoniak: Einige Ammoniaksalze.

Es entweicht ein gefärbtes, riechendes Gas.

Stickstoffdioxyd (rotbraun): Einige Nitrate.

Chlor (grünlichgelb): Einige Chloride und Chlorate.

Brom (braun): Einige Bromide und Bromate.

Jod (violett): Einige Jodide und Jodate.

Es entsteht ein Sublimat.

a) Weißes Sublimat.

Ammoniaksalze.

Quecksilberchlorid: Schmilzt vor dem Sublimieren.

Quecksilberchlorür: Sublimiert ohne zu schmelzen.

Arsentrioxyd: Sublimiert ohne zu schmelzen.
Kristallinisches Sublimat.

Antimonoxyd: Schmilzt vor dem Sublimieren.
Sublimat besteht aus glänzenden Nadeln.

Tellurdioxyd: Schmilzt vor dem Sublimieren. Das amorphe Sublimat schmilzt bei hoher Temperatur zu kleinen Kugeln.

b) **Farbiges Sublimat.**

Schwefel. Heiß gelbbraun, kalt gelb: Schwefelreiche Sulfide.

Arsen. Schwarzer Metallspiegel: Einige Arsenverbindungen. Heiß rotbraun, kalt rotgelb. Arsensulfide.

Antimonsulfide: Heiß schwarz, kalt rotgelb.

Zinnober: Schwarz, beim Reiben rot.

Selen: Rötlich bis grauschwarz.

Quecksilbernitrat: Orange gelb.

2. Prüfung im offenen Glasrohr.

Siehe Seite 9. Das Erhitzen (Rösten) geschieht bei langsam steigender Temperatur. Hierbei können folgende Erscheinungen auftreten.

Es entweicht ein farbloses, riechendes Gas.

Schwefeldioxyd. Stechender charakteristischer Geruch: Schwefel und Schwefelmetalle.

Selendioxyd. Geruch nach faulem Rettich: Selen und Selenmetalle.

Es entsteht ein Sublimat.

Arsentrioxyd. Weit von der Probe entfernt, weißes Sublimat: Arsen und Arsenmetalle.

Antimonoxyd. Nahe an der Probe weißes Sublimat: Antimon und Antimonmetalle.

Tellurdioxyd. Weißes, zu farblosen Tropfen schmelzbares Sublimat: Tellur und Tellurmetalle.

3. Prüfung auf Kohle.

Siehe Seite 7. Man hält die Kohle so, daß die Probe nur von der Spitze der äußeren Flamme getroffen wird und bläst nur so lange, bis eine Veränderung der Substanz zu bemerken ist. Man achte besonders auf folgende Erscheinungen:

Entweicht ein charakteristisch riechender Dampf?

Entsteht auf der Kohle ein Beschlag¹⁾?

Wie sieht derselbe in der Hitze und wie nach dem Erkalten aus?

Ist der Beschlag nah an der Probe oder weit davon?

Verschwindet der Beschlag beim erneuten Anblasen, und wird die Spitze der Flamme dabei gefärbt?

Phosphoresziert die Substanz beim Erhitzen und nimmt sie nach dem Befeuchten mit Kobaltlösung und erneutem Glühen eine Färbung an²⁾?

Die Substanz verpufft.

Salpetersaure, chlorsaure, bromsaure und jodsaure Salze³⁾.

Die Substanz bläht sich auf.

Borsaure Salze⁴⁾ und Alaun.

Die Substanz gibt einen Beschlag⁵⁾.

Arsen. Beschlag weiß, weit von der Probe entfernt. Verschwindet beim Anblasen mit der Re-

¹⁾ Man darf sich nicht durch die beim Verbrennen der Kohle zurückbleibende Asche täuschen lassen. Man überzeuge sich vorher, wieviel Asche zurückbleibt und wie diese aussieht. Sulfide mengt man vorher mit Soda.

²⁾ Man glühe die Substanz, lasse sie dann erkalten, bringe einen Tropfen Kobaltlösung darauf und glühe wiederum eine Zeitlang. Verwendet man zuviel Kobaltlösung, so entsteht die charakteristische Färbung nicht, sondern die Substanz sieht schwarz aus.

³⁾ Siehe Seite 16. ⁴⁾ Siehe Seite 18.

⁵⁾ Für den Fall, daß die Substanz keinen Beschlag gibt, menge man sie mit Soda (2—3fache Menge), damit

- duktionsflamme mit hellblauem Schein. Knoblauchgeruch.
- Antimon. Beschlag bläulichweiß, nah an der Probe. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme mit grünblauem Schein. Rauch geruchlos.
- Selen. Beschlag stahlgrau. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme mit blauem Schein. Geruch nach faulem Rettich.
- Tellur. Beschlag weiß mit rotem bis dunkelgelbem Rand. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme mit grünem Schein.
- Blei. Beschlag heiß zitronengelb, kalt schwefelgelb mit blauweißem Saum. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme mit blauem Schein. Metallkorn geschmeidig, grau, glänzend.
- Wismut. Beschlag heiß orange gelb, kalt zitronengelb. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme ohne farbigen Schein. Metallkorn spröde, rötlich weiß und matt.
- Kadmium. Beschlag dunkelgelb bis rotbraun mit bunten Anlauffarben. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme ohne farbigen Schein.
- Zink. Beschlag heiß gelb, kalt weiß, phosphoresziert, läßt sich durch Anblasen nicht vertreiben. Mit Kobaltlösung befeuchtet und geglüht gelbgrün.
- Zinn. Beschlag heiß gelb, kalt weiß, phosphoresziert, läßt sich durch Anblasen nicht vertreiben. Mit Kobaltlösung befeuchtet und geglüht blaugrün.
- Molybdän. Beschlag heiß gelbweiß, kalt weiß. Mit Oxydations- oder Reduktionsflamme angeblasen, läßt er sich unter Zurückbleiben einer dunkel kupferroten metallisch glänzenden Stelle vertreiben.

eine Reduktion der nichtflüchtigen Oxyde zu Metall erfolgt und dieses oxydiert wird.

Silber. Beschlag nach langem Blasen rotbraun (sehr dünner Beschlag). Metallkorn geschmeidig, weiß und glänzend.

Die Substanz phosphoresziert.

Diese Erscheinung zeigen Baryum, Strontium, Kalzium, Magnesia, Tonerde, Zinkoxyd und Zinnoxid.

Die ersten drei sind durch die Färbung zu unterscheiden, die sie der nichtleuchtenden Lötrohrflamme erteilen.

Zinkoxyd und Zinnoxid sind in der Hitze gelb gefärbt und werden nach dem Erkalten wieder weiß. Zinnoxid läßt sich zu Metall reduzieren; Zinkoxyd nicht.

Magnesia und Tonerde geben mit Kobaltlösung stark geblüht eine gefärbte Masse. Magnesia fleischrot, Tonerde blau.

4. Prüfung auf Flammenfärbung.

Basen¹⁾.

(K. G. bedeutet durch ein blaues Kobaltglas betrachtet.) Sulfate sind vorher auf Kohle reduzierend zu erhitzen) (vgl. S. 19).

Kalium: violett. K. G. rotviolett.

Natrium: rötlich gelb. K. G. unsichtbar oder schwach blau.

Lithium: karminrot: K. G. violettrot.

Baryum: gelbgrün. K. G. blaugrün.

Strontium: karminrot. K. G. purpurrot.

Kalzium: gelbrot. K. G. grüngrau.

Säuren.

Molybdänsäure: gelbgrün (ähnlich wie Baryum).

Phosphorsäure: gelbgrün¹⁾.

Borsäure: rein grün²⁾.

¹⁾ Am deutlichsten nach dem Befeuchten mit Salzsäure.

²⁾ Am deutlichsten nach dem Befeuchten mit Schwefelsäure.

B. Prüfung mit Reagenzien.

1. Prüfung mit Soda.

Man mengt die Substanz mit 2 bis 3 Teilen Soda und erhitzt das Gemenge im einseitig geschlossenen Glasrohr.

Metallbeschlag: mit Hilfe eines Holzspanes zu Kugeln vereinbar. Quecksilber.
Geruch nach Ammoniak. Ammonsalze.

Man mengt die Substanz mit 2 bis 3 Teilen Soda und schmilzt das Gemenge reduzierend auf Kohle¹⁾. Das hierbei sich ausscheidende Metallkorn hat folgende Eigenschaften²⁾.

Rote Farbe: geschmeidig. Kupfer.
Graue Farbe: geschmeidig. Beschlag heiß zitronengelb, kalt schwefelgelb mit blauweißem Saum. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme mit blauem Schein. Blei.
Rötlich weiße Farbe: spröde. Beschlag heiß orangegelb, kalt zitronengelb. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme ohne farbigen Schein. Wismut.
Weiße Farbe: spröde. Beschlag blauweiß, nahe an der Probe. Verschwindet beim Anblasen mit der Reduktionsflamme mit grünblauem Schein.

Antimon.

Weiße Farbe: geschmeidig. Beschlag heiß gelb, kalt weiß, phosphoresziert; läßt sich durch An-

¹⁾ Hierbei benutzt man eine tiefe Grube.

²⁾ Oftmals ist es zweckmäßig, die Schmelze herauszusteichen, im Porzellanmörser unter Wasser zu verreiben und das Nichtmetallische abzuschlämmen. Die hierbei zurückbleibenden Metallfitter oder Körner nimmt man mit einer Pinzette heraus und schmilzt sie in einer flachen Grube auf Kohle oxydierend ein. Die hierbei entstehenden Beschläge sind für die einzelnen Metalle charakteristisch.

blasen nicht vertreiben. Mit Kobaltlösung befeuchtet und geglüht blaugrün. Zinn¹⁾.
 Weiße Farbe: geschmeidig, glänzend. Geringer, rotbrauner Beschlag nach langem, gut oxydierendem Blasen. Silber.

2. Prüfung mit Kaliumbisulfat.

Man mengt die Substanz mit 2 bis 3 Teilen Kaliumbisulfat und erhitzt das Gemenge im einseitig geschlossenen Glasrohr.

Es entweicht ein farbloses, geruchloses Gas unter Aufbrausen. Kohlensäure.

Es entweicht ein farbloses, riechendes Gas.

Salzsäure.

Es entweicht ein farbloses, stechend riechendes Gas, das Glas ätzt. Fluorwasserstoffsäure.

Es entweicht ein gefärbtes Gas:

Gelbgrünes Gas. Chlor.

Rotbraunes Gas. Brom.

Violettes Gas. Jod.

Rotes Gas. Geruch nach Stickstoffdioxyd.

Salpetersäure.

3. Heparreaktion.

Man mengt die Substanz mit 2 bis 3 Teilen Soda und 1 Teil Borax und schmilzt reduzierend auf Kohle. Schwefelsäure²⁾.

4. Perlenfärbung.

Man schmilzt die Substanz, nötigenfalls nach vorhergegangenem Rösten auf Kohle³⁾, in einer Boraxperle am Platindraht ein.

¹⁾ Die Reduktion geht mit ameisensaurem Natrium leichter vonstatten als mit Soda.

²⁾ Sulfidschwefel ist schon beim Erhitzen der Probe im offenen Glasrohr gefunden.

³⁾ Siehe Seite 8, Platindraht.

Die Farbe der Boraxperle ist:

Im Oxydationsfeuer	Im Reduktionsfeuer
heiß: gelb — dunkelrot	heiß: flaschengrün
kalt: farblos — dunkelgelb	kalt: flaschengrün ¹⁾
	Eisen
heiß: violett — rotbraun	heiß: gelbgrau
kalt: gelb — braun	kalt: grau (trübe)
	Nickel
heiß: blau	heiß: blau
kalt: blau	kalt: blau
	Kobalt
heiß: schwarz — rotviolett	heiß: farblos
kalt: rotviolett — hellrot	kalt: farblos — rosa
	Mangan ²⁾
heiß: gelb	heiß: grün
kalt: farblos	kalt: grün
	Uran
heiß: grün	heiß: farblos
kalt: blaugrün	kalt: ziegelrot (trübe)
	Kupfer
heiß: gelb — dunkelrot	heiß: braun
kalt: farblos — email- blaugrau	kalt: braun (trübe)
	Molybdän
heiß: farblos — gelbbraun	heiß: farblos — gelb
kalt: farblos — emailweiß	kalt: gelbbraun
	Wolfram
heiß: farblos — gelb	heiß: bräunlich
kalt: grüngelb	kalt: smaragdgrün
	Vanadin
heiß: gelb — dunkelrot	heiß: grün
kalt: gelbgrün — grün	kalt: smaragdgrün
	Chrom ³⁾
heiß: gelb	heiß: gelb — braun
kalt: farblos	kalt: gelb — braun
	Titan

¹⁾ Leichter auf Kohle unter Zusatz von metallischem Zinn zu erhalten (siehe Seite 22).

²⁾ Manganoxyd, in der Sodaperle oxydierend eingeschmolzen, erteilt dieser in der Hitze eine grüne Farbe. Nach der Abkühlung ist die Perle blaugrün (türkisfarben). Die Farbe tritt besonders schön auf, wenn man zu der heißen Perle ein Körnchen Salpeter zusetzt, ohne weiter zu blasen.

³⁾ Chromoxyd, wie oben in der Sodaperle eingeschmolzen, erteilt dieser eine gelbe Farbe.

Da die meisten Oxyde der Phosphorsalzperle dieselbe Farbe erteilen wie der Boraxperle, so sind hier nur diejenigen aufgeführt, die ein abweichendes Verhalten zeigen.

Die Farbe der Phosphorsalzperle ist:

Im Oxydationsfeuer	Im Reduktionsfeuer
heiß: gelbgrün — dunkelgrün	heiß: dunkelgrüngrau
kalt: farblos — grün	kalt: grün
	Molybdän
heiß: farblos — gelb	heiß: schmutziggrün
kalt: farblos	kalt: blau
	bei Zusatz von Eisenoxyd
	heiß: gelb
	kalt: blutrot
	Wolfram
heiß: schmutziggrün	heiß: rötlichgrün
kalt: grün	kalt: smaragdgrün
	Chrom
heiß: gelb	heiß: gelb
kalt: farblos	kalt: violett
	bei Zusatz von Eisenoxyd
	kalt: blutrot
	Titan

5. Prüfung mit Kobaltlösung.

Man befeuchtet die Probe nach vorhergegangenem Glühen auf Kohle mit einem Tropfen Kobaltlösung¹⁾ und glüht mäßig²⁾. Die Substanz wird gefärbt:

Blau: Tonerde, Kieselsäure³⁾.
 Violett-fleischrot: Magnesia.

¹⁾ Verwendet man zuviel Kobaltlösung, so erscheint die Probe nach dem Glühen schwarz oder grau.

²⁾ Diese Prüfung kann nur bei solchen Substanzen angewendet werden, die nach dem Glühen im Oxydationsfeuer farblos oder nahezu farblos sind.

³⁾ Das kieselsaure Kobaltoxydul ist fast immer geschmolzen und glasig, während Tonerdeblau matt er-

Grün (gelbgrün):	Zinkoxyd.
Grün (blaugrün):	Zinnoxid.

6. Aufschließen mit Soda und Salpeter.

Man mengt die Substanz mit dem zwei- bis dreifachen Volumen Soda unter Zusatz von etwas Salpeter und schmilzt das Gemenge vorsichtig im Platinlöffel bis zum ruhigen Fließen. Nach dem Erkalten verreibt man die Masse im Porzellanmörser mit Wasser, gießt die Flüssigkeit in ein Reagenzglas, erwärmt mäßig, läßt absitzen, gießt die klare Flüssigkeit in ein Reagenzglas ab¹⁾, säuert mit verdünnter Schwefelsäure schwach an, bringt ein Stück Zink in die Flüssigkeit und läßt dieses einige Zeit wirken.

Die Lösung färbt sich zuerst blau, dann schwarzbraun und nach einiger Zeit (etwa $\frac{1}{2}$ Stunde) schmutziggrün. Molybdän.

Die Lösung färbt sich anfangs grün, dann blaugrün, blau, violett, zuletzt blauviolett. Vanadin.

Das aus der wässrigen Lösung der Schmelze durch Säure abgeschiedene weiße Pulver färbt sich nach und nach violett. Titan.

Die Lösung färbt sich allmählich tief himmelblau. Wolfram.

scheint. Zeigt die Substanz nach dem Durchglühen keine blaue Farbe, so ist keine Tonerde zugegen. Glüht man bis zum Schmelzen, so erscheint die blaue Farbe des kieselsauren Kobaltoxyduls, wenn Kieselsäure zugegen ist.

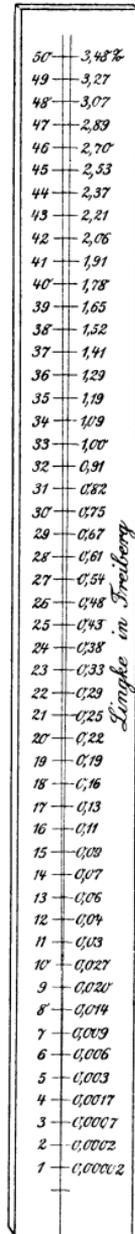
¹⁾ Die Lösung muß farblos sein. Ist sie durch Mangan grün gefärbt, so erwärmt man sie mit wenig Alkohol, filtriert den ausgeschiedenen Braunstein, vertreibt den Alkohol durch Kochen und behandelt die nun farblose Flüssigkeit weiter. Ist die Schmelze durch Chrom gelb gefärbt, so lassen sich obige Reaktionen nicht ausführen.

Quantitative Lötrohrproben.

Gerätschaften.

Probierwage mit Gewichtssatz¹⁾. Die Wage muß bei einer Belastung von 200 mg noch deutlich 0,1 mg anzeigen. Sie muß so gearbeitet sein, daß sie bequem zusammengelegt und aufgebaut werden kann, um auf Reisen mitgenommen zu werden. Um die Wage vor Luftzug zu schützen, umgibt man sie mit einem zusammenlegbaren Glasgehäuse. Als Gewichtseinheit dient der Probierzentner = 100 mg.

Maßstab für kleine Silber- und Goldkörner (Abb. 9). Dieser Stab, zuerst von Harkort angegeben, dient dazu, kleine Körner, deren Gewicht auf der Wage nicht mehr bestimmt werden kann, zu messen, um auf diese Weise ihr Gewicht zu ermitteln. Harkort hat dieses Verfahren so weit ausgearbeitet, daß man mit hinreichender Genauigkeit den Silbergehalt eines Erzes bestimmen kann, selbst wenn es nur 0,005% Silber enthält. Die Erfahrung hat gezeigt, daß man bis zu einem Silbergehalt von 0,45% im Erz das Gewicht des Kornes mit Hilfe des Maßstabes richtiger bestimmen kann als auf der Wage. Das richtige Messen der Körner erfordert etwas Übung. Man verfährt so, daß man das von der Kapelle genommene



¹⁾ Die Firmen Max Hildebrand, früher August Lingke, Freiberg i. Sachsen und H. Hoffmann, früher F. H. Kulle, Clausthal i. Harz, liefern derartige Wagen und Gewichte.

Abb. 9.
Maßstab v.
Harkort.

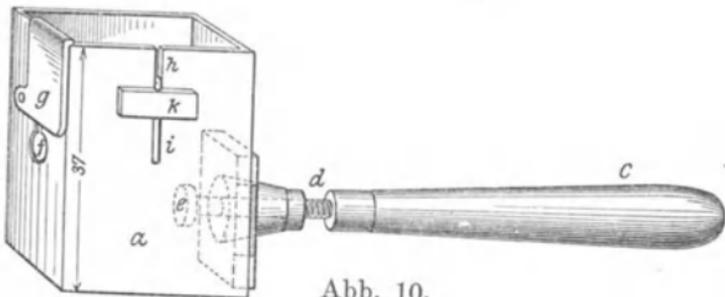
Silberkorn mit Hilfe einer feinen Pinzette zwischen die beiden konvergierenden Linien legt und unter Benutzung einer Lupe, bei senkrechter Stellung der Augen, so lange verschiebt, bis das Korn von den Linien eben tangiert wird. Links sind die Nummern der Teilstriche angegeben, und rechts das Gewicht in Prozenten für 1 Probierzentner = 100 mg Einwage.

Plattner¹⁾ hat eine Tabelle angegeben, die es ermöglicht, auch das Gewicht der Goldkörner mit Benutzung des Maßstabes zu bestimmen.

Tabelle für Goldkörner.

Teilstrich	Prozente	Teilstrich	Prozente	Teilstrich	Prozente
26	1,065	17	0,298	8	0,031
25	0,946	16	0,248	7	0,021
24	0,838	15	0,205	6	0,013
23	0,737	14	0,166	5	0,008
22	0,645	13	0,133	4	0,0039
21	0,561	12	0,105	3	0,0016
20	0,485	11	0,081	2	0,0005
19	0,416	10	0,061	1	0,00006
18	0,353	9	0,044		

Schmelzofen oder Kohlenhalter (Abb. 10–14).
a Kasten aus Eisenblech, *b* Kohle, *c* Handhabe mit



Schraube *d* und Platte *e* zum Einzwängen der Kohle in den Kasten, *f* Öffnung zum Einleiten der Lötrohrflamme

¹⁾ Probierkunst mit dem Lötrohre. 7. Aufl. Seite 30.

mit nach oben gehendem Spalt *s*, der mit einem beweglichen Eisenblech *g* mehr oder weniger geschlossen werden kann, je nachdem eine höhere oder niedrigere Temperatur erzeugt werden soll. *h* Einschnitt zur Auf-

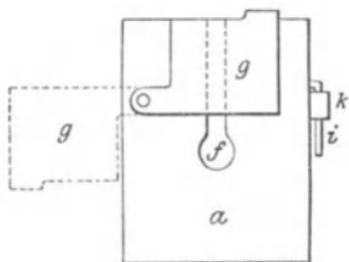


Abb. 11.

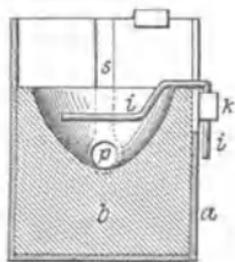


Abb. 12.

nahme des Platindrahtes *i*, dessen nach unten gebogenes Ende in die Hülse *k* gesteckt wird. Das andere ringförmige Ende dient zur Aufnahme des Röstschalchens *m*, oder des Schmelztiegels *n*. Das am Draht-

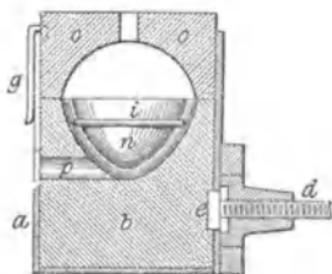


Abb. 13.

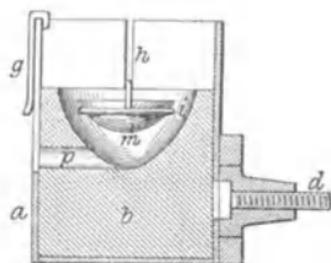


Abb. 14.

Schmelzofen oder Kohlenhalter

ring hängende Platinblech *l* dient zum Schutze der Kohle gegen Verbrennen. Es wird dem Kanal *p* gegenüber eingehängt. *o* Deckkohle mit Öffnung *q*. Die in den Platinring eingesetzten Röstschalchen oder Schmelztiegel dürfen die Kohle nicht berühren.

Mengkapsel (Abb. 15) aus Messing oder Horn, dient zum Mengen der Beschickung und zum bequemen Einschütten in einen Sodapapierzylinder.

Löffel aus Elfenbein, poliert (Abb. 16).

Pinsel. Zum Reinigen der Wagschale, der Mengkapsel und des Restschälchens.

Probierbleimaß¹⁾ (Abb. 17). Es besteht aus einer 35 mm langen und 7–8 mm weiten Glasröhre. In diese

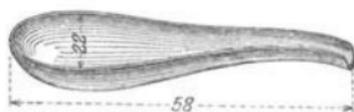


Abb. 15.
Mengkapsel.



Abb. 16.
Elfenbeinlöffel.



Abb. 17.
Probierbleimaß.

paßt genau hinein ein Holzzylinder mit Teilstrichen 5, 10, 15 und 20. Schiebt man die Glasröhre so hoch, daß der untere Rand derselben mit dem Teilstrich 5 zusammenfällt, so faßt der oben freigewordene Raum der Glasröhre ungefähr 5 Probierzentner Kornblei²⁾.

Probierbleisieb. Um stets Probierblei von gleicher Korngröße anzuwenden, siebt man das käufliche ge-

¹⁾ Da es nicht darauf ankommt, ob man etwas mehr oder weniger Probierblei zu einer Probe verwendet, so ersetzt man das zeitraubende Abwägen des Bleies durch Abmessen.

²⁾ Es ist nötig, stets Probierblei von derselben Korngröße anzuwenden, wie bei der Einteilung des Maßes.

körnte Proberblei durch ein kleines Sieb, dessen Boden Löcher hat, in die eine Stecknadel von mittlerer Stärke paßt.

Massiver Holzzylinder (Abb. 18). 7 mm stark. Dient zum Anfertigen der Sodapapierzylinder.

Kapelleneisen nebst Bolzen. Die zum Abtreiben des Werkbleies nötigen Kapellen aus Knochenasche

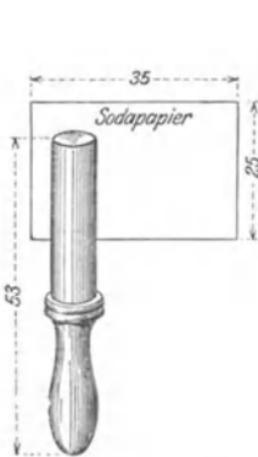


Abb. 18.
Holzzyylinder für
Sodapapierzylinder.

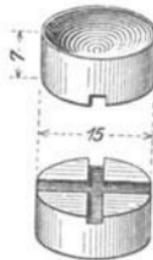


Abb. 19.
Kapelleneisen.



Abb. 20.
Kapellenbolzen.



Abb. 21.
Kapellenstativ.

schlägt man in eine eiserne Form von 17 mm Durchmesser (Abb. 19). Um ein Herausfallen der Kapelle zu verhindern, ist die Form (Kapelleneisen) innen rauh. Der aus Stahl bestehende Bolzen (Abb. 20) ist an der Kugelfläche poliert. An der Unterseite ist das Kapelleneisen kreuzweise eingefeilt, um es, wenn es heiß ist, bequem mit Hilfe einer Pinzette von dem Stativ abheben zu können.

Stativ (Abb. 21). Dient zum Halten des Kapelleneisens während des Treibens. Man setzt das Kapellen-

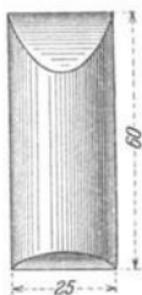


Abb. 22.
Halter aus
Bimsstein.

eisen so ein, daß das eingefeilte Kreuz zwischen die Arme des Statives zu liegen kommt.

Spatel aus Eisen, poliert. 95 mm lang. Dient zum Mengen der Beschikung.

Halter aus **Bimsstein** (Abb. 22). 60—65 mm hoch und 25 mm stark, an beiden Enden mit Vertiefungen versehen, um Kohlschälchen und Kohletiegel bequem halten zu können.

Unterlagen.

Kohletiegel (Abb. 23).

Tonschälchen (Abb. 24).

Sodapapier¹⁾. Bei quantitativen Proben schüttet man die beschickte Probe in einen Zylinder aus

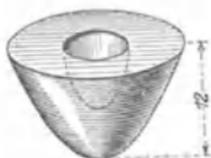


Abb. 23.
Kohletiegel.



Abb. 24.
Tonschälchen zum Rösten.

Sodapapier, um beim Einschmelzen ein Verstäuben der Probe zu verhindern.

Einseitig geschlossene Glasröhren. Dienen für die Ausführung der Quecksilberprobe. Die Glasröhre hat eine Länge von 16—18 cm und einen Durchmesser von 6—7 mm.

¹⁾ Das Sodapapier ist käuflich zu haben.

Das Zurichten des Probiergutes.

Vor Ausführung der eigentlichen Probe ist es nötig, mit der zu untersuchenden Substanz einige Vorarbeiten zu unternehmen. Hierher gehört vor allen Dingen das Herstellen einer richtigen Durchschnittsprobe. Hiervon hängt gerade beim Lötrohrprobieren sehr viel ab, da für die Einwage nur eine sehr kleine Menge des Erzes verwendet werden kann. Von der Durchschnittsprobe nimmt man von verschiedenen Stellen des auf Papier ausgebreiteten Erzes zusammen ungefähr 1 g, trocknet das Erz, wenn es feucht ist¹⁾, und verreibt es im Achatmörser so fein als möglich. Von dieser Probe entnimmt man dann einen Probierzentner zur Ausführung der quantitativen Bestimmung.

Die Silberprobe.

Es sollen hier nur Erze berücksichtigt werden; hauptsächlich Bleiglanz und eigentliche Silbererze, die entweder rein oder verwachsen mit Schwefelkies, Kupferkies, Arsenkies, Antimonglanz, Zinkblende usw. vorliegen.

Abwiegen und Beschicken der Probe.

Das Abwiegen geschieht auf der auf Seite 39 beschriebenen Wage. Von Erzen, in denen das Silber gleichmäßig verteilt ist, genügt eine einfache Einwage. Läßt sich aber von dem Erz schwer eine Durchschnitts-

¹⁾ Das Trocknen darf nicht bei zu hoher Temperatur erfolgen, weil einige Erze, besonders Schwefel- und Arsenverbindungen, durch Röstung eine teilweise Zersetzung und somit eine Gewichtsveränderung erleiden. Zweckmäßig breitet man das Erz auf einem Uhrglas aus und legt dieses auf ein Gefäß, in dem sich siedendes Wasser befindet.

probe nehmen, so tut man gut, zwei- oder dreimal je einen Zentner abzuwägen und jede Probe für sich zu behandeln, um dann aus den Resultaten das Mittel zu nehmen.

Nachdem man 1 Zentner Probemehl abgewogen hat, schüttet man es in die auf Seite 42 beschriebene Mengkapsel, reinigt über derselben das Wageschälchen mit dem Pinsel und beschickt die Probe mit Probierblei und Boraxglas. Wieviel Probierblei zu einer Probe nötig ist, richtet sich danach, wieviel andere Metalle außer Silber in dem zu untersuchenden Erz enthalten sind. Enthält das Erz nicht über 7% Kupfer oder 10% Nickel, so genügen für 1 Zentner Erz 5 Zentner Probierblei, das in dem auf Seite 42 beschriebenen Maße gemessen wird. Enthält das Erz aber über 7% Kupfer, so muß der Bleizusatz entsprechend vermehrt werden. Nach Plattners Erfahrungen beschickt man mit folgenden Mengen:

- 1 Ztr. Kupferglanz mit etwa 80% Kupfergehalt mit 15 Ztr. Probierblei.
- 1 Ztr. Kupferindig mit etwa 65–66% Kupfergehalt mit 12 Ztr. Probierblei.
- 1 Ztr. Buntkupfererz mit etwa 55–60% Kupfergehalt mit 12 Ztr. Probierblei.
- 1 Ztr. Fahlerz mit etwa 30–40% Kupfergehalt mit 10 Ztr. Probierblei.
- 1 Ztr. Kupferkies mit etwa 30–34% Kupfergehalt mit 10 Ztr. Probierblei.
- 1 Ztr. Silberkupferglanz mit etwa 30–31% Kupfergehalt mit 10 Ztr. Probierblei.
- 1 Ztr. Bournonit mit etwa 12–13% Kupfergehalt mit 7 Ztr. Probierblei.

Da man aber nicht immer weiß, wieviel Kupfer das Erz enthält, so nimmt man lieber etwas mehr Blei, als nötig ist, um sicher zu sein, daß die Trennung

des Silbers vom Blei vollständig ist. Ein Überschuß von Blei schadet nicht, sondern verzögert nur etwas die Ausführung der Probe.

Die für die Probe nötige Boraxmenge richtet sich nach der Schmelzbarkeit des Erzes und nach der Menge der zu verschlackenden Bestandteile. Selbst für eine strengflüssige Probe genügt ein gehäuftes Löffelchen voll (Abb. 16 S. 42). Sollte wider Erwarten diese Menge nicht genügen, so kann man noch eine kleine Menge nachsetzen. In den meisten Fällen kommt man mit einem gestrichenen Löffel voll aus ($\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$ Zentner). Erz und Beschickung mengt man nun mit einem Eisenspatel sorgfältig durcheinander und schüttet das Ganze in einen Sodapapierzylinder. Den Sodapapierzylinder fertigt man auf folgende Weise an. Man legt, wie in Abb. 18 gezeigt ist, das Stück Sodapapier gegen den Holzzylinder und rollt das Papier fest darum. Das überstehende Ende faltet man mit Hilfe eines Eisenspatels mehrmals zusammen und drückt es fest an den Holzzylinder. Schließlich drückt man den zusammengefalteten Teil ohne Drehung fest gegen die Tischplatte und zieht den Holzzylinder heraus. Dann faßt man den Papierzylinder mit Zeigefinger und Daumen der linken Hand, stellt das zugefaltete Ende auf den Mittelfinger, faßt mit demselben Finger der rechten Hand die Mengkapsel, hält den Sodapapierzylinder etwas schräg und steckt die Schnauze der Mengkapsel so weit in den Papierzylinder, als zum sicheren Hineinschütten des Gemenges gerade nötig ist. Hierauf drückt man mit Daumen und Zeigefinger das Papier fest an die Schnauze der Mengkapsel, klopft mit dem Eisenspatel sanft gegen die Mengkapsel und läßt so das Gemenge langsam in den Papierzylinder gleiten. Sobald die Mengkapsel leer ist, streicht man mit einem Pinsel die noch zurückgebliebenen Reste des Gemenges in den Papier-

zylinder. Nun drückt man, während man den Papierzylinder auf dem Mittelfinger stehen läßt, mit Hilfe einer Pinzette den leeren Teil des Papierzylinders breit, wickelt den zusammengedrückten Teil von oben zusammen und biegt die beiden Enden etwas nach oben¹⁾.

Das Ansieden der Probe.

Das Ansieden der Probe nimmt man in einem Kohletiegel (Abb. 23, S.44) mit Hilfe der Lötrohrflamme vor. Zu diesem Zweck bohrt man den Kohletiegel etwas tiefer und weitet ihn oben mit einem Messer so aus, daß der Durchmesser etwa $\frac{1}{3}$ mehr beträgt als der des Papierzylinders, damit man die Lötrohrflamme auch zwischen den Papierzylinder und die Tiegelwand leiten kann, um ein schnelles Einschmelzen zu erzielen. Den Papierzylinder legt man so in den Kohletiegel, daß das zuletzt verschlossene Ende sich oben befindet. Mit dem Finger drückt man dann die Probe fest in den Tiegel und setzt diesen in den Halter aus Bimsstein (Abb. 24). Nun hält man den Tiegel etwas schräg gegen die Flamme und leitet auf die Probe eine reine, aber anfangs nicht zu starke Reduktionsflamme, so daß der obere Teil des Papierzylinders beinahe von der Flamme bedeckt wird. Schon nach wenigen Sekunden wird das Sodapapier verkohlt, die Kohle aber nicht eher zerstört, als bis der Borax an die einzelnen Erzteile angeschmolzen ist, und so ein Verblasen des Erzes verhindert wird. Nachdem man die Kohle des oberen Teiles des Papierzylinders zerstört hat, bildet sich aus einem Teil der Beschickung flüssige Schlacke, in der sich geschmolzene Bleikügelchen zeigen. Sobald dies eingetreten ist, hält man

¹⁾ Das Verschließen des Papierzylinders muß vorsichtig geschehen, damit nicht etwa der zusammengefaltete Boden aufgeht, oder das Papier an der Seite aufreißt.

den Tiegel mit einer Neigung von etwa $30-35^{\circ}$ gegen die Flamme und bedeckt die ganze Probe mit einer starken, aber reinen Reduktionsflamme (Abb. 25).

Während man diese Flamme anwendet, verflüchtigen sich schon zum Teil Schwefel, Arsen, Antimon, Zink usw., aber der größte Teil derselben und die mit Schwefel und Arsen verbundenen Metalle schmelzen mit dem Blei zusammen. Die Gangart aber, und ein Teil der oxydierbaren nicht flüchtigen Metalle schmelzen mit dem Borax zu einer Schlacke. Bei strengflüssigen Erzen besonders scheint es öfters so, als ob die Schlacke vollkommen frei von

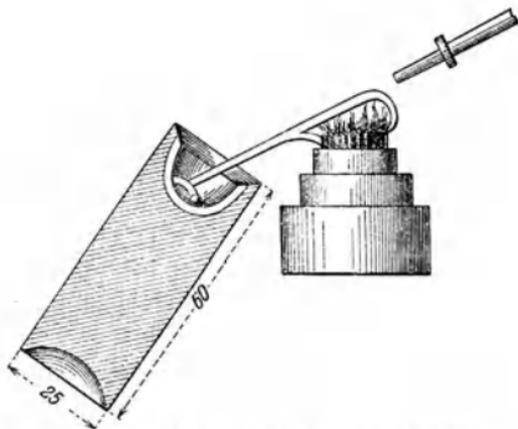


Abb. 25. Reduktionsflamme für das Ansieden.

Bleikügelchen wäre, aber es befinden sich am Boden oftmals noch ungeschmolzene Teile der Beschickung, die man nur mit der Flamme treffen kann, wenn man den Kohletiegel während des Blasens etwas dreht und nach einer anderen Seite so lange neigt, bis sich die Probe durch weiteres Fortfließen im Tiegel gewendet hat. Dieses Wenden muß auch bei den leichtflüssigsten Proben geschehen. Hierbei hebt sich der Boden des Papierzylinders heraus und kommt verkohlt oben auf oder zur Seite zu liegen. In einer reinen Reduktionsflamme kann man die Kohle nur schwer zerstören, deshalb muß man die Flamme so leiten, daß nur die Schlacke da getroffen wird, wo keine Papierkohle liegt. Nun kann Luft hinzutreten, und in kurzer

Zeit ist die Kohle verbrannt. Darauf bedeckt man wieder die ganze Schlacke mit der Reduktionsflamme, damit für den Fall, daß sich etwas Blei oxydiert hat, dieses wieder zu Metall reduziert wird und sich mit dem Hauptkorn vereinigt.

Enthält dann die Schlacke, die stets mit der Reduktionsflamme bedeckt war, und deren Lage man öfters neben der Bleikugel verändert hat, keine Bleikügelchen mehr, und ist sie ebenfalls ganz dünnflüssig zur Kugel zusammengeschmolzen, so kann man sicher sein, daß sie kein Silber mehr enthält.

Solange man die Schlacke mit der Reduktionsflamme behandelt, ist es nicht nötig, auch die Bleikugel vollkommen mit der Flamme zu bedecken, sondern nur sie soweit zu treffen, daß das Blei vollkommen flüssig bleibt, um die aus der Schlacke kommenden Bleikügelchen aufzunehmen.

Für den Fall, daß sich bei einer weniger guten Reduktionsflamme die Schlacke auf der Kohle ausbreiten sollte, und sich darin Bleikügelchen zeigen, muß man das Hauptbleikorn mit der Reduktionsflamme bedecken und den Tiegel so drehen, daß die vielleicht silberhaltigen Bleikügelchen sich mit dem Hauptkorn vereinigen.

Ist endlich die Schlacke, frei von Blei, zur Kugel geschmolzen und ganz dünnflüssig, so wendet man eine Oxydationsflamme an und leitet die Flamme aus etwas weiterer Entfernung nur auf das noch unreine Bleikorn. Jetzt verflüchtigen sich nach und nach Schwefel, Arsen, Antimon und Zink, während Eisen, Zinn, Kobalt, ein Teil des Nickels und Kupfers oxydiert werden und als Oxyde von der Schlacke aufgenommen werden. Das gesamte Silber, der größte Teil des Kupfers und Nickels bleiben aber beim Blei.

Gegen Ende oxydiert sich auch ein Teil des Bleies und wird von der Schlacke aufgenommen. Da die

Schlacke ständig mit der Kohle in Berührung ist, so wird das Bleioxyd unter Brausen zu Metall reduziert. Die Schlacke besitzt jetzt nicht mehr Kugelform, sondern hat sich ausgebreitet. Die kleinen Bleikörner zeigen sich am Rande der Schlacke und können durch Drehen des Tiegels zum Teil wieder mit dem Hauptkorn vereinigt werden¹⁾.

Sobald die flüchtigen Bestandteile entfernt sind, wird das Blei stärker oxydiert und rotiert. Das Brausen der Schlacke wird lebhafter. Nachdem das Blei wenigstens 1 Minute lang in lebhafter Bewegung gewesen ist, ist das Ansieden beendet²⁾. Nun neigt man den Tiegel etwas, damit das Bleikorn sich zur Seite begibt und sich von der Schlacke, von der es oftmals ganz umgeben ist, trennt. Dann hört man mit Blasen auf und läßt das Bleikorn erstarren.

Nach dem Erkalten faßt man das neben der Schlacke liegende Bleikorn mit einer Pinzette, bricht so weit als möglich die anhaftende Schlacke los, legt das Korn auf den Amboß, bedeckt es mit einem Stück Papier und beseitigt durch einige Hammerschläge etwa noch anhaftende Schlacke. Dann schlägt man das Blei zu einem Würfel.

Ist das Ansieden richtig ausgeführt, so besitzt das silberhaltige Blei (Werkblei) eine weiße Farbe und ist geschmeidig. Sieht es dagegen schwarz aus, so enthält es gewöhnlich noch etwas Schwefel und muß durch eine nochmalige Oxydation, wie eben beschrieben, davon befreit werden. Die gänzliche Entfernung des Schwefels und auch der übrigen flüchtigen Bestandteile ist nötig, weil das unreine Werkblei spröde

¹⁾ Das aus dem Bleioxyd reduzierte Blei ist so gut wie silberfrei. Ein merklicher Verlust an Silber ist dadurch nicht zu befürchten.

²⁾ Diese Zeit ist nötig, um sicher zu sein, daß der Schwefel entfernt ist.

ist und beim Entschlacken leicht Teile verlorengehen können. Außerdem gerät beim späteren Treiben schwefelhaltiges Blei in starke Bewegung und spritzt.

Das Abtreiben des Werkbleies.

Das Haupttreiben. Das Abtreiben des Werkbleies (die Trennung des Silbers vom Blei) geschieht auf einer Kapelle aus Knochenasche.

Zur Herstellung der Kapelle füllt man das Kapelleneisen (Abb. 19, S. 43) schwach gehäuft mit gesiebter Knochenasche an, setzt den Bolzen (Abb. 20) senkrecht darauf und schlägt durch einige leichte Hammerschläge die Knochenasche fest, so daß die gekrümmte Fläche des Bolzens überall den inneren Rand des Kapelleneisens berührt. Dann setzt man das Kapelleneisen in das Stativ¹⁾ (Abb. 21) und glüht die Kapelle mit Hilfe einer Oxydationsflamme an allen Stellen stark aus²⁾. Nach dem Abätmen legt man das zum Würfel geschlagene Werkblei mit Hilfe einer Pinzette vorsichtig auf die heiße Kapelle, hält die Kapelle horizontal und erhitzt das Blei mit einer kräftigen Oxydationsflamme, so daß es schnell mit glänzender Oberfläche schmilzt. Enthält das Werkblei viel Kupfer oder Nickel, so dauert das Schmelzen (Antreiben) etwas länger oder kann sogar bei Anwesenheit von viel Kupfer verhindert werden. In diesem Fall setzt man dem Werkblei gleich auf der Kapelle etwas reines Blei (etwa 3—4 Zentner) zu, worauf dann das Antreiben glatt vor sich geht.

¹⁾ Das eingefeilte Kreuz kommt zwischen die Arme des Stativs.

²⁾ Das Ausglühen (Abätmen) bezweckt die Feuchtigkeit auszutreiben. Teibt man auf einer nicht abgeätmeten Kapelle, so wird durch den entweichenden Wasserdampf flüssiges Blei emporgeschleudert. Auf diese Weise können erhebliche Verluste entstehen.

Ist das Werkblei eingeschmolzen, bringt man die Lötrohrspitze etwas tiefer in die Flamme, damit diese eine feine blaue Spitze bekommt und entfernt die Kapelle etwas von der Flamme, so daß das Blei noch eben flüssig bleibt¹⁾. Auf diese Weise kann Luft zu dem Blei treten, und die Oxydation beginnt. Die hierbei entstehenden Oxyde von Blei und Kupfer werden von dem Luftstrom an den Rand geführt und erstarren, wenn das Treiben bei derrichtigen Temperatur ausgeführt wird, hinter dem Korn zu einer festen Masse²⁾, während das Bleikorn schöne Regenbogenfarben zeigt³⁾ (Abb. 26).

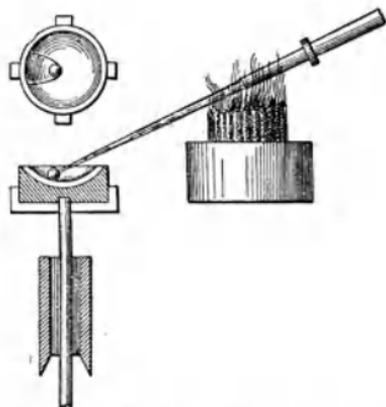


Abb. 26. Oxydationsflamme für das Abtreiben.

Ist die Temperatur während des Treibens zu hoch, so färbt sich der äußere Teil der Flamme blau, und das Blei fängt an zu verdampfen. Hierdurch wird leicht Silber mechanisch fortgerissen, und die Glätte erstarrt nicht auf der Kapelle, sondern breitet sich aus und wird teilweise von der Kapelle aufgesaugt. Auch hierdurch können Verluste an Silber eintreten.

Ist die Temperatur während des Treibens zu niedrig, so erstarrt das Bleikorn (die Probe erfriert). In diesem Fall bringt man das Korn durch eine etwas stärkere

¹⁾ Das Blei darf nicht von der blauen Flamme getroffen werden.

²⁾ Enthält das Werkblei Kupfer, so sieht die Masse (Glätte) fast schwarz aus, bei Abwesenheit von Kupfer rötlich gelb.

³⁾ Enthält das Werkblei sehr viel Silber, so sind die Regenbogenfarben kaum zu sehen.

Flamme wieder zum Schmelzen. Das Erfrieren schadet der Probe weit weniger als ein zu heißes Treiben, vorausgesetzt, daß es nicht mehrere Male geschieht.

Durch das Treiben wird das Bleikorn immer kleiner, während die Schlackenmenge größer wird und das Blei zum Teil umschließt, so daß das Treiben verlangsamt wird. Nun neigt man die Kapelle, ohne das Treiben zu unterbrechen, etwas zur Seite, damit das Korn vermöge seiner Schwere aus der Schlacke herauskommt, sich zur Seite begibt und für die Oxydation eine größere Oberfläche bekommt. Ist das Treiben so weit fortgeschritten, daß das Korn bei einer an Silber nicht sehr reichen Probe etwa die Größe eines Senfkornes erreicht hat, bei silberreichen Proben dagegen 3- bis 5mal so groß ist, entfernt man die Kapelle nach und nach von der Flamme. Auf diese Weise kühlt sich das Bleikorn allmählich ab und wird beim Erstarren der Schlacke langsam und unzertrennt aus dieser herausgehoben. Bei schneller Abkühlung wird das Korn plötzlich herausgestoßen, wodurch leicht kleine Bleiteile verspritzen.

Hat man bei einer sehr silberreichen Probe das Werkblei zu weit abgetrieben, so wird während des Erstarrens aus dem Blei eine grauweiße zerreibliche Masse ausgestoßen, die reich an Silber ist und leicht von dem Blei abbröckelt. Zeigt sich diese Erscheinung, so legt man eine geringe Menge Probierblei auf das Bleisilberkorn und schmilzt es mit diesem zusammen.

Bei sehr silberreichen Proben darf man deshalb das Haupttreiben nicht zu weit ausdehnen.

Ist das Haupttreiben beendet und das Korn unversehrt von der Schlacke emporgehoben, so nimmt man das Kapelleneisen mit Hilfe einer Pinzette vom Stativ, setzt es auf den Amboß und läßt völlig erkalten.

Dann hebt man mit einer Pinzette die Glätte, an der das Bleikorn sich befindet, heraus (an der auch

stets von der Knochenasche etwas hängen bleibt) und entfernt mit den Fingern die Glätte. In den meisten Fällen gelingt es leicht, die Glätte vollständig vom Korn zu entfernen, man tut aber dennoch gut, das Korn auf einen sauberen Amboß zu legen und durch einige leichte Hammerschläge etwa daran befindliche Glätte zu entfernen. Außerdem hat man beim späteren Feintreiben den Vorteil, daß das breitgeschlagene Korn auf der Kapelle da liegen bleibt, wo man es hinlegt.

Das Feintreiben. Das Feintreiben erfordert mehr Übung und Aufmerksamkeit als das Haupttreiben.

Große Sorgfalt ist auf die Herstellung der Kapelle zu legen. Dieselbe muß ganz glatt, ohne Risse und nicht so dicht sein wie beim Haupttreiben, weshalb man zu ihrer Herstellung außer der gesiebten noch geschlammte Knochenasche verwendet, weil sich letztere nicht so fest zusammenpressen läßt und eine glatte Oberfläche bildet.

Nachdem man die Glätte vom Haupttreiben von der Kapelle entfernt hat, lockert man die zurückgebliebene, nicht von Glätte durchdrungene Knochenasche mit einem eisernen Spatel auf und schüttet soviel geschlammte Knochenasche darauf, daß das Kapelleneisen damit ausgefüllt ist. Dann schlägt man mit dem sorgfältig abgewischten und trockenen Bolzen die neue Kapelle, die frei von Unebenheiten sein muß. Die fertige Kapelle muß nun wieder wie vor dem Haupttreiben gut ausgeglüht werden. Enthielt die geschlammte Knochenasche etwas Feuchtigkeit, so zeigt die Kapelle nach dem Glühen feine Risse, auch können kleine Teile losgelöst sein. In diesem Fall nimmt man das Kapelleneisen vom Stativ herunter, legt es auf den Amboß, setzt den trockenen und ganz sauberen Bolzen nochmals auf und schlägt einige Male schwach mit dem Hammer darauf. Auf diese Weise erhält man dann eine ganz glatte Oberfläche.

Nun stellt man das Kapelleneisen wieder auf das Stativ, legt mit Hilfe einer Pinzette das von Glätte gereinigte Werkbleikorn so auf die Kapelle, daß es nicht in der Mitte liegt, sondern etwas näher dem von der Flamme abgekehrten Rand. Die Kapelle hält man so weit nach rückwärts geneigt, daß die Stelle der Kapelle, auf welcher das Korn sich befindet, horizontal liegt. Dies gewährt folgenden Vorteil. Nachdem man das Werkbleikorn eingeschmolzen hat, bringt man die Kapelle allmählich in die senkrechte Stellung, wodurch das treibende Korn nach der Mitte der Kapelle gleitet, und etwa dem Korn anhaftende mechanische Verunreinigungen auf dem Rande liegenbleiben. Das Treiben geht dann ungestört vor sich, und das fertige Silberkorn nimmt Kugelgestalt an, die für das spätere Messen des Kornes unbedingt nötig ist.

Nachdem man nun das Werkbleikorn auf die oben angegebene Stelle der Kapelle gelegt hat, erhitzt man

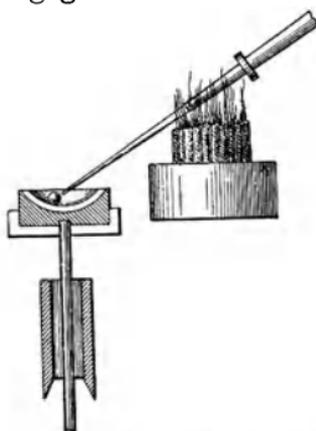


Abb. 27. Oxydationsflamme für das Feintreiben.

es mit einer möglichst niederwärts gerichteten sehr spitzen Oxydationsflamme (Abb. 27), indem man die Kapelle anfangs, wie oben angegeben, so hält, daß das Korn nicht nach der Mitte gleiten kann. Wenn das Korn eingeschmolzen ist und das Treiben begonnen hat, bringt man die Kapelle allmählich in die senkrechte Stellung, so daß das Korn nach der Mitte gleitet. Nun hält man die Kapelle so, daß man nicht das Korn trifft, sondern die Kapellenmasse

rings um das Korn herum sich in lebhaftem Glühen befindet.

Um dies zu erreichen, bewegt man die Kapelle in kleinen Kreisen und hält sie, wenn nötig, etwas gegen die Flamme geneigt. Die Kapellenmasse in unmittelbarer Nähe des Kornes muß stets so heiß gehalten werden, daß das Korn, ohne daß es von der Flamme getroffen wird, ständig treibt und nicht erfriert. Sollte das Erfrieren eintreten, so berührt man das Korn einen Augenblick mit der Flamme, wodurch das erstarrte Korn schmilzt und das Treiben von neuem beginnt. Danach hält man die Kapelle wieder, wie oben beschrieben, und beendet das Treiben.

Im Gegensatz zum Haupttreiben sammelt sich beim Feintreiben die entstehende Glätte nicht hinter dem Korn an und erstarrt dort, sondern sie zieht sich in die Knochenasche ein. Je vollkommener dies geschieht, d. h. je trockener die Oberfläche der Kapelle beim Feintreiben bleibt, desto besser geht das Treiben von statten. Aus diesem Grunde ist es nötig, die um das Werkbleikorn befindliche Kapellenmasse stets so heiß zu halten, daß das Korn nicht in der Glätte schwimmt und sich nicht damit überzieht.

Einige Sekunden vor Beendigung des Treibens treten bei sehr silberreichem Werkblei ähnliche Regenbogenfarben auf, wie man sie beim Haupttreiben silberarmen Werkbleies beobachten kann. Sobald das Silber rein ist, verschwinden die Farben (das Silber blickt); nun muß man mit dem Erhitzen aufhören¹⁾ und das Silberkorn allmählich erstarren lassen.

Beim Feintreiben von silberarmem Werkblei kann man das eben erwähnte Farbenspiel nicht beobachten. Ist das Blei verschlackt, so erstarrt das Silberkorn auf der Kapelle. Sobald dies eintritt, verstärkt man

¹⁾ Erhitzt man das Korn nach dem Blicken weiterhin, so verflüchtigt sich etwas Silber. Das Korn sieht dann matt weiß aus, und die Kapelle hat einen dünnen hellrotbraunen Beschlag.

die Hitze kurze Zeit, um den letzten Rest von Bleioxyd, der das Silberkorn überzieht und am schwersten verschwindet, zu entfernen. Dann mildert man die Hitze und entfernt die Kapelle allmählich von der Flamme. Betrachtet man das erkaltete Korn mit der Lupe, so muß es, wenn das Treiben richtig vonstatten gegangen ist, rein weiß aussehen, rund sein und eine glatte spiegelnde Oberfläche besitzen. Ist dies nicht der Fall, so muß man das Korn noch einmal kurze Zeit erhitzen.

Das langsame Abkühlen des Silberkornes ist deshalb nötig, weil das flüssige Silber Sauerstoff absorbiert, der beim Entweichen die Decke des schon oberflächlich erstarrten Kornes durchbricht¹⁾, wodurch leicht kleine Silberteile fortgeschleudert werden.

Nicht immer gelingt das Feintreiben in der eben geschilderten Weise.

Enthält das Werkblei so viel Kupfer, daß das entstehende Bleioxyd für die Oxydation des Kupfers nicht ausreicht, so enthält das Silberkorn nach dem Blicken noch erhebliche Mengen von Kupfer. Man erkennt dies daran, daß das Silberkorn nicht ganz rund ist, sondern sich nach dem Abkühlen etwas ausgebreitet hat. Oftmals enthält auch das an und für sich weiße Korn schwarze Flecke. In diesem Fall legiert man das Korn sofort auf der Kapelle mit etwa $\frac{1}{2}$ —1 Zentner zusammengesmolzenem Proberblei und treibt es auf einer anderen Stelle der Kapelle fein.

Wird die beim Feintreiben entstehende Glätte nicht vollkommen von der Kapelle aufgesaugt, sondern schwimmt das treibende Korn in der Glätte, eine Erscheinung, die dadurch verursacht sein kann, daß entweder die Temperatur der das Korn umgebenden

¹⁾ Diese Erscheinung nennt man Spratzen.

Kapellenmasse nicht hoch genug ist, oder auch dadurch, daß die Kapelle zu fest geschlagen ist, so verfährt man folgendermaßen. Man unterbricht sofort das Treiben, läßt das Korn erkalten und bricht es mit der Pinzette, wenn es groß genug ist, aus der Glätte heraus. Ist es hierfür zu klein, so legt man auf das in der Glätte liegende Korn ein kleines Stück Probierblei und schmilzt es damit zusammen. Nach dem Erkalten bricht man es dann mit der Pinzette heraus, bringt es auf den Amboß, befreit es durch einige leichte Hammerschläge von etwa anhaftender Glätte und treibt es auf einer neu geschlagenen und abgeätmeten Kapelle fein.

Bemerkt man, daß dem treibenden Werkbleikorn etwas losgelöste Knochenasche anhaftet, die weiterhin das Treiben beeinträchtigen würde oder die Ursache wäre, daß das Silberkorn nicht vollkommen rund erstarren würde, so unterbricht man ebenfalls das Treiben, schmilzt das Korn mit einem kleinen Stück Probierblei zusammen und hält die Kapelle etwas schräg, damit das Korn sich nach einer anderen Stelle der Kapelle begibt und sich von der anhaftenden Knochenasche löst. Auf dieser neuen Stelle treibt man dann das Korn fein.

Nachdem das feingetriebene Silberkorn auf der Kapelle ohne zu spratzen erkaltet ist, faßt man es, wenn es zum Wägen groß genug ist¹⁾, vorsichtig mit der Kornzange und drückt es mit kräftigem Druck seitlich zusammen, wobei der größte Teil der anhaftenden Kapellenmasse sich löst. Dann legt man es auf den Amboß, dreht es um 90°, drückt es mit der Kornzange wieder kräftig zusammen, bürstet die letzten Reste der Kapellenmasse mit der Kornbürste ab und wägt es.

¹⁾ Etwa 0,5 mg schwer.

Für den Fall, daß man fürchtet, das Korn könne, während man es auf die Wage legen will, aus der Pinzette herausspringen, kann man folgenden kleinen Kunstgriff anwenden. Ein kleines Stück Holz, etwa ein Streichholz, spitzt man fein an und bringt an das spitze Ende einen Tropfen Wachs oder Paraffin. Nach dem Festwerden des Tropfens tupft man vorsichtig auf das Silberkorn, das daran hängenbleibt, und kann so, ohne Gefahr, das Korn zu verlieren, dasselbe auf die Wage legen. Durch einen sanften seitlichen Druck gegen das Wageschälchen trennt sich das Korn vom Wachs, ohne daß etwa Wachs an dem Schälchen hängenbleibt.

Ist das Korn zum Wägen zu klein, so stellt man das Kapelleneisen nach dem Erkalten auf ein Stück Papier, dessen Seiten man aufgebogen hat. Nun fährt man mit der Spitze eines Messers zwischen Korn und Kapellenmasse und hebt das Korn vorsichtig heraus, ohne das Korn dabei aber zu berühren, damit es nicht die runde Gestalt verliert und zum Messen die geeignete Form behält. Dann legt man das Korn auf das Papier, legt vorsichtig den Mittelfinger auf das Korn und reibt es einige Male, ohne es zu drücken, auf dem Papier hin und her. Auf diese Weise gelingt es, etwa anhaftende Kapellenmasse zu entfernen.

Dann bringt man es unter den oben angegebenen Vorsichtsmaßregeln auf den Maßstab (Abb. 9, S. 39) und bestimmt den Gehalt des Erzes an Silber.

Hat man wenig Übung im Messen der Körner, oder ist der Silbergehalt des Erzes so gering, daß bei einer Einwage von 1 Probierzentner das Silberkorn so klein ausfällt, daß man es nicht mehr fassen kann, so tut man besser, von dem Erzpulver mehrmals je 1 Probierzentner abzuwägen und diese Proben nacheinander anzusieden. Man erhält dann zwei, drei oder mehr Werkbleikönige. Dann legt man je zwei und zwei

auf eine Kapelle und unternimmt damit ein Haupttreiben und so weiter fort, bis man nur noch einen Werkbleikönig hat, der klein genug ist, um feingetrieben zu werden. Auf diese Weise erhält man ein Silberkorn, das einer Einwage von mehreren Probierzentnern entspricht und groß genug ist, damit es mit Sicherheit gewogen oder gemessen werden kann.

Damit eine solche Konzentrationsprobe aber richtige Resultate gibt, ist es notwendig, daß das Probierblei ganz frei von Silber ist. Man muß durch eine blinde Probe sich davon überzeugen oder gegebenenfalls das aus dem Probierblei stammende Silber von dem Gewicht des aus den einzelnen Proben erhaltenen Kornes in Abzug bringen.

Sowohl beim Ansieden als auch besonders beim Treiben erleidet man durch die Oxydierbarkeit des Silbers einen geringen Verlust¹⁾, der von der Größe des Silberkornes und von der Menge des verwendeten Probierbleies abhängig ist.

Plattner²⁾ hat durch sorgfältige Versuche den bei richtiger Treibhitze stattfindenden Kapellenzug für jeden wägbaren Silbergehalt bis zu 1% herunter bei verschiedenen Bleimengen ermittelt.

Die Goldprobe.

Ebenso wie das Silber läßt sich auch das Gold mit Hilfe des Lötrohrs quantitativ in Erzen bestimmen. Da das Gold weder beim Ansieden noch beim Treiben oxydiert wird, so findet kein Kapellenzug statt. Das nach dem Feintreiben erhaltene Korn besteht fast niemals aus reinem Gold, sondern enthält mehr oder

¹⁾ Der Probierer nennt ihn Kapellenzug.

²⁾ Carl Friedrich Plattners Probierkunst mit dem Lötrohre, 7. Auflage, Seite 415.

weniger Silber, von dem es noch auf nassem Wege geschieden werden muß.

Für die Untersuchung kommen in Betracht:

Erze, mit gediegen Gold, das stets silberhaltig ist.

Erze in denen das Gold an Tellur gebunden ist.

Goldhaltiger Schwefel-, Kupfer- und Arsenkies.

Hat man ein eigentliches Golderz zu probieren, das nur sehr wenig Silber enthält, so genügt eine Einwage von einem oder von wenigen Probierzentnern, um ein genügend großes Korn zu erhalten. Man verfährt dann genau so, wie bei der Silberprobe angegeben ist. An der Farbe des ausgebrachten Kornes kann man erkennen, ob es sich um reines Gold oder um silberhaltiges Gold handelt, denn schon 2% Silber geben dem Gold eine messinggelbe Farbe. Da es sehr selten vorkommt, daß das Gold silberfrei ist, so muß das Korn der Scheidung unterworfen werden. Besitzt es dagegen reine Goldfarbe, so kann es entweder gewogen oder auf dem Maßstab¹⁾ gemessen werden.

Für die Scheidung mit Salpetersäure ist es nötig, daß die Goldsilberlegierung auf 1 Teil Gold mindestens 2—2,5 Teile Silber enthält, weil bei einem geringeren Silbergehalt das Silber entweder gar nicht oder nur teilweise von der Salpetersäure gelöst wird.

Hat das zu scheidende Korn eine dunkelgelbe Farbe, so muß man es mit der 2,5fachen Menge goldfreien Silbers legieren. Bei lichtmessinggelber Farbe genügt die zweifache Menge Silber. Besitzt das Korn eine rein weiße Farbe, so legiert man es mit reichlich halb so viel Silber, als das Korngewicht ausmacht.

Das Zusammenschmelzen mit Silber nimmt man in einer Vertiefung auf Holzkohle vor und erhält

¹⁾ Siehe Seite 40.

das Metallkorn längere Zeit flüssig, damit sich das Gold gut mit dem Silber legieren kann. Nach dem Erkalten plattet man das Korn auf dem Amboß zwischen Papier aus, glüht es auf Kohle noch einmal aus, um ihm die Sprödigkeit zu nehmen. Bei sehr

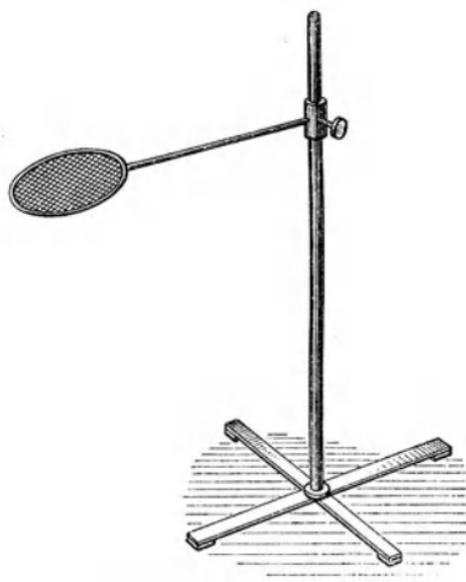


Abb. 28. Glühstativ (zusammenlegbar).

kleinen Körnern ist das Ausplatten nicht nötig. Dann tut man die Legierung in einen kleinen Porzellantiegel, gibt einige Kubikzentimeter chlorfreie Salpetersäure vom spezifischen Gewicht 1,2 hinzu, bedeckt den Tiegel mit einem passenden Uhrglas, stellt ihn auf ein Drahtnetz (Abb. 28) und erwärmt den Inhalt mäßig über der Lampenflamme. Das Silber löst sich in der erwärmten Säure schnell auf, und das Gold bleibt als braunes

Pulver zurück. Nachdem die Entwicklung der gelbbraunen Dämpfe aufgehört hat, stellt man den Tiegel etwas tiefer und kocht einige Minuten mäßig. Nach dem Erkalten des Tiegels gießt man die Säure mit Hilfe eines kleinen Glasstabes vorsichtig ab, gießt reichlich Wasser¹⁾

¹⁾ Da man auf Reisen destilliertes Wasser nicht zur Verfügung hat, so bildet sich bei Verwendung von Quell- oder Regenwasser eine Trübung von Chlorsilber. Hierdurch wird das Gold durch etwas Chlorsilber verunreinigt. Der hierdurch entstehende Fehler ist aber so klein, daß er vernachlässigt werden kann.

in den Tiegel¹⁾, gießt das Wasser wieder vorsichtig ab und wiederholt dieses Auswaschen einige Male. Nach dem Abgießen des letzten Waschwassers stellt man den Tiegel auf das Drahtnetz und trocknet das Gold allmählich über der Lampenflamme.

Ist die Menge des Goldes so groß, daß man es unmittelbar auf die Wage bringen kann, so muß man es vor dem Wägen vollkommen trocknen. Zu diesem Zweck schüttet man es in den Platinlöffel und glüht es in der Spitze einer Spiritusflamme.

In den meisten Fällen ist die Menge sehr gering. Man verfährt dann wie folgt.

Man mengt das Gold im Porzellantiegel mit etwa 1 Ztr. Probierblei und wenig Borax, schüttet das Gemenge in die Mengkapsel, dann in einen Sodapapierzylinder und schmilzt es mit der Reduktionsflamme im Kohletiegel zusammen. Nach dem Erkalten entschlackt man das goldhaltige Blei²⁾ und treibt es auf einer Kapelle fein. Das Goldkorn wird dann, wenn es groß genug ist, ausgewogen oder auf dem Maßstab gemessen, wenn es zum Wägen zu klein ist.

Hat man reine Kiese oder Erze, die sehr kiesig sind und wenig Silber enthalten, auf Gold zu probieren, so wendet man nach Plattner folgendes Verfahren an³⁾.

Von der fein geriebenen Substanz wägt man 24–36 Probierzentner in Posten von je 3 Zentner ab, bringt jede Post in ein mit Rötel ausgestrichenes Tonschälchen

¹⁾ Ist das Gold sehr fein verteilt, so schwimmen oftmals feine Goldteilchen auf dem Wasser, die man mit dem Glasstab herunterstoßen muß, um sie beim Abgießen des Wassers nicht zu verlieren.

²⁾ Stark goldhaltiges Blei ist spröde. Das Klopfen des Bleikönigs muß man deshalb zwischen Papier vornehmen.

³⁾ Plattners Probierkunst mit dem Lötrohre, 7. Aufl., Seite 425.

(Abb. 24, S. 44) und röstet, wie auf Seite 67 beschrieben ist. Sobald man keine schweflige Säure mehr bemerkt, läßt man erkalten, zerreibt das Röstgut im Achatmörser und glüht hierauf noch so lange auf dem Tonschälchen, bis man gar keinen Geruch von schwefliger Säure mehr wahrnimmt. Das Röstgut bringt man dann in ein Porzellangefäß und fügt so viel Salzsäure (spez. Gew. 1,124) hinzu, als nötig ist, um die entstandenen Oxyde aufzulösen. Das Porzellangefäß bedeckt man mit einem Uhrglas und erwärmt es über der nur schwach brennenden Lampenflamme, wodurch sich die bei der Röstung entstandenen Metalloxyde und Salze sowie das sich gleichzeitig bildende Chlorsilber auflösen. Ist das geröstete Erz frei von solchen Metalloxyden, die sich in Salzsäure unter Chlorentwicklung lösen, so bleibt das Gold metallisch zurück. Enthält es aber derartige Oxyde, namentlich Manganoxydoxydul, so löst sich auch Gold. Gangart, die von Salzsäure nicht gelöst wird, bleibt zurück.

Nach der Lösung dampft man das Ganze bis zur Trockne ab, behandelt die zurückbleibende Masse in der Wärme mit einer hinreichenden Menge von Wasser, um die löslichen Chloride von dem jetzt unlöslichen Chlorsilber und den anderen unlöslichen Teilen zu trennen, fügt zur Ausfällung des in der Lösung befindlichen Goldes eine schwach schwefelsaure Lösung von Eisenvitriol hinzu, rührt um und läßt absetzen. Hat sich die Flüssigkeit geklärt, so filtriert man, wäscht den Niederschlag bzw. Rückstand mit Wasser aus und trocknet das Filter, ohne es auseinander zu legen, in einem Porzellanschälchen über der Lampenflamme. Hierauf entfaltet man das trockene Filter, schüttet zu dem daraufliegenden Pulver 5 Ztr. Probierblei und 1 Löffel voll Boraxglas, mengt das Ganze auf dem Filter vorsichtig durch-

einander, legt dieses wieder zusammen, schneidet den oberen Teil davon, soweit er nicht mit der Beschickung in Berührung gekommen ist, mit der Schere ab, wickelt den unteren Teil, in welchem sich die Beschickung befindet, fest zusammen und legt ihn in einen Kohletiegel. Nun sucht man zuerst durch eine schwache Oxydationsflamme das Papier zu verkohlen und größtenteils zu zerstören und schmilzt dann das Ganze mit einer guten Reduktionsflamme zusammen. Das Werkblei treibt man dann ab. Man behandelt das goldhaltige Silberkorn weiter, wie bei der Scheidung des Goldes vom Silber angegeben ist.

Das Rösten der Kiese.

Man spannt in den in Abb. 10 abgebildeten Schmelzofen oder Kohlenhalter ein Kohlenprisma ein, in das man vorher eine Gasse nach der Grube gebohrt hat, die in den untersten Teil der Grube mündet. Dann setzt man den Platindraht und das Platinblech (Abb. 29) ein und setzt das Tonschälchen mit dem Erz auf den Platindraht, wie in Abb. 14 S. 41 angegeben ist. Dann lei-

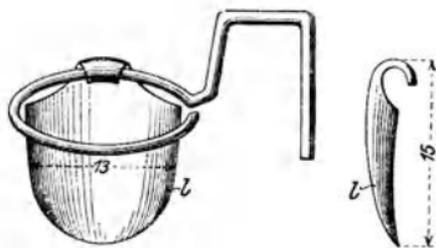


Abb. 29. Platinring mit Schutzblech.

tet man durch die Gasse *p* anfangs eine nicht zu starke Oxydationsflamme, wodurch das Schälchen zum schwachen Glühen kommt¹⁾. Die Spitze der blauen Flamme soll hierbei nicht in den Ofen hineinragen. Wenn keine schweflige Säure mehr entweicht,

¹⁾ Das Erz darf nicht bis zum Sintern oder gar bis zum Schmelzen erhitzt werden.

hört man mit Glühen auf und läßt erkalten. Dann zerreibt man das Röstgut im Achatmörser und glüht noch einmal auf demselben Schälchen und in demselben Ofen, bis man gar keinen Geruch nach schwefeliger Säure mehr wahrnimmt.

Die Zinnprobe.

Der in der Natur vorkommende Zinnstein ist selten so rein, daß man, ohne vorhergehende Reinigung des Erzes, durch Reduktion reines Zinn erhält. Enthält das Erz Schwefel, Eisen und Kupfer (Zinnkies) und außerdem noch Arsen, so muß das Erz vor der Reduktion durch Rösten von den flüchtigen Bestandteilen, und das Röstgut durch Behandeln mit Salzsäure von den Oxyden des Eisens und Kupfers befreit werden.

Man mengt im Achatmörser 1 Ztr. äußerst fein geriebenes Erz mit 20—30 mg gepulvertem Graphit, tut das Gemenge in ein mit Rötöl ausgestrichenes Tonschälchen und röstet, wie auf Seite 67 beschrieben ist. Man röstet solange bei Rotglut, bis man keinen Geruch der flüchtigen Bestandteile mehr bemerkt. Dann läßt man erkalten und zerreibt das Röstgut mit dem zum Teil noch unverbrannten Graphit im Achatmörser, weil sich oftmals, besonders in den unteren Schichten, noch unvollkommen geröstete Erzteile vorfinden. Das Röstgut bringt man wieder in das Tonschälchen und fährt mit dem Rösten nun bei höherer Temperatur fort, bis fast aller Graphit verbrannt ist und kein Geruch von flüchtigen Bestandteilen, besonders Arsen, mehr wahrzunehmen ist. Das gut geröstete Erz hat ein mattes erdiges Aussehen und liegt locker im Tonschälchen. Hierauf schüttet man das Röstgut in ein kleines Porzellangefäß und übergießt es mit so viel Salzsäure vom spez. Gew. 1,124,

daß die Säure etwa 0,5 cm über dem Pulver steht. Das Porzellangefäß bedeckt man mit einem Uhrglas und erhitzt mit kleiner Flamme 4—5 Minuten lang, ohne daß die Säure in starkes Kochen gerät. Die Oxyde des Eisens, Kupfers, Mangans, Zinks, Wismuts und Antimons gehen in Lösung. Nach dem Abkühlen hebt man das Uhrglas ab, spült mit einigen Tropfen Wasser das am Uhrglas befindliche Erzpulver in das Porzellangefäß und gießt nach dem Absetzen die klare, oftmals gelb oder grün gefärbte Lösung vorsichtig mit Hilfe eines Glasstabes ab. Zur Entfernung der Säure läßt man aus einer Pipette vorsichtig am Rand des Porzellangefäßes Wasser einfließen, ohne das Erzpulver aufzurühren, gießt das Wasser wieder ab und wiederholt das Waschen 3- bis 4 mal. Da der Zinnstein ein hohes spezifisches Gewicht besitzt, gelingt das Waschen bei einiger Vorsicht, ohne Erz zu verlieren. Nach dem Waschen stellt man das Porzellangefäß auf das Drahtnetz und erwärmt vorsichtig über kleiner Flamme, bis das Erzpulver vollkommen trocken ist.

Das auf diese Weise gereinigte Erz wird nun mit Zyankalium geschmolzen und das darin enthaltene Zinn zu Metall reduziert.

Zu diesem Zweck bringt man in einen kleinen Porzellantiegel¹⁾ ungefähr 20 mg gepulvertes Zyankalium, schüttet darauf das völlig trockene Erz und bedeckt es mit etwa 300 mg Zyankalium. Den Tiegel stellt man in den, in einem Schmelzofen (Abb. 13) befindlichen Platinring²⁾ und bedeckt den Ofen mit einer

¹⁾ Von Prof. Richter angegeben und bei Max Hildebrand, früher Aug. Lingke u. Co. in Freiberg in Sachsen zu beziehen. Bei vorsichtiger Behandlung kann man mehrere Schmelzungen in einem Tiegel ausführen.

²⁾ Das Einsetzen des Platinbleches ist nicht nötig, weil die Kohle durch den Tiegel vor dem schnellen Verbrennen geschützt ist. Zwischen Tiegel und Kohle muß

durchlochtem Deckkohle *o*. Zuerst leitet man durch die Gasse der Kohle nur eine schwache Flamme, verstärkt diese dann allmählich und richtet sie nach der Spitze des Tiegels *n*. Nach 4—5 Minuten hört man mit dem Blasen auf und klopft einige Male sanft gegen den Kohlenhalter, um die einzelnen flüssigen Zinnkörner zu einem Korn zu vereinigen. Nach dem Erkalten legt man den Tiegel in eine Porzellanschale, gießt warmes Wasser hinein und löst durch öfteres Umrühren die Salzmasse auf. Die Lösung gießt man ab, wäscht das Zinnkorn noch einige Male mit warmem Wasser und wägt es nach dem Trocknen.

Hatte man die Oxyde des Eisens, des Kupfers und des Antimons durch Röstung und darauffolgende Behandlung mit Salzsäure entfernt, so ist das ausgebrachte Zinnkorn rein weiß und geschmeidig. Enthält es Kupfer und Antimon, so ist es spröde. Eisenhaltiges Zinn ist zwar geschmeidig, aber in fein zertheiltem Zustande unter Wasser magnetisch. Wolfram und Titan, in geringer Menge im Erz enthalten, stören nicht, da sie zum größten Teil in die Schlacke gehen.

Größere Mengen von Wolfram ergeben ein durch etwas Wolfram verunreinigtes Zinnkorn. Um dies zu vermeiden, muß man die Wolframsäure¹⁾ nach dem Behandeln des Erzes mit Salzsäure und Auswaschen der Säure mit Wasser mit Ammoniak ausziehen.

Die Quecksilberprobe.

Das Hauptquecksilbererz, dessen Untersuchung hier beschrieben werden soll, ist der Zinnober.

etwas freier Raum vorhanden sein. Die Kohle muß entsprechend weit ausgebohrt werden.

¹⁾ Die Wolframsäure bleibt als schweres gelbes Pulver zurück.

In ein einseitig geschlossenes Glasrohr von 16 cm Länge und 6–7 mm Durchmesser bringt man mit Hilfe eines langen zusammengerollten Stückes glatten Papiers je nach Reichhaltigkeit des Erzes 50 oder 100 mg Erz, schüttet darauf das 3- bis 4fache Volumen völlig trockene Soda und zuletzt ein spiralgig aufgerolltes, gewogenes Stück Goldblech von 20×13 Millimeter Seitenlänge und ungefähr 300–400 mg Gewicht¹⁾.

Anfangs erhitzt man das geschlossene Ende des horizontal gehaltenen Glasrohres in einer Spiritusflamme und zuletzt einige Minuten mit der Lötrohrflamme. Das entweichende Quecksilber legiert sich mit dem Gold. Etwa an dem Glasrohr niedergeschlagene Quecksilberteile vereinigt man mit dem Gold, indem man die Spirale an dem Glase hin- und hergleiten läßt. Dann nimmt man die Spirale mit Hilfe eines Drahtes heraus und legt sie auf die Wage²⁾.



Abb. 30.

Die Gewichtszunahme ist Quecksilber. Für den Fall, daß das Goldblech feucht ist, bringt man es in ein Glasrohr und hält dieses einige Zeit in siedendes Wasser³⁾.

¹⁾ Siehe Abb. 30.

²⁾ Der mit Quecksilber legierte Teil der Goldspirale darf das Wageschälchen nicht berühren.

³⁾ Nach dem Wägen rollt man das Goldblech auf, legt es in eine kleine Porzellanschale und glüht es bei allmählich steigender Temperatur. Zuletzt kann man es noch in der Spitze der Spiritusflamme ausglühen, um den Rest des Quecksilbers zu vertreiben. Nach dem Erkalten ist das Goldblech für eine neue Probe zu benutzen.

Zusammenstellung der für das Lötrohr- probieren nötigen Gerätschaften und Chemikalien nebst ungefährer Preisangabe¹⁾.

I. Für qualitative Untersuchungen.

1 Lötrohr	3,50 M.
2 Platinspitzen	17—20 „
1 Lötrohrlampe	3,— „
1 Spirituslampe	0,75 „
1 Blechflasche für Spiritus	3,— „
1 Pinzette mit Platinspitzen	12,— „
1 Pinzette aus Eisen	0,50 „
1 Hammer und Amboß	3,30 „
1 Lupe	2,25 „
1 Abichscher Mörser	8,— „
1 Porzellanmörser	0,60 „
1 Achatmörser	5,— „
1 Kneifzange für Mineralien	1,80 „
1 Kohlenbohrer mit Spatel	0,90 „
1 Magnetstab	0,70 „
1 Schere	1,50 „
1 Kobaltglas	0,15 „
1 Platindrahtalter	1,70 „
5 Platindrähte	6—8 „

¹⁾ Auf die angegebenen Preise kommt jetzt (Oktober, November 1924) ein Aufschlag von ungefähr 20—30^o/_o.

Vollständige Lötrohrrüstungen sind bei den schon angeführten Firmen in Clausthal i. Harz und in Freiberg i. S. zu haben. Außerdem in Berlin u. a. bei Dr. Robert Muencke, Chausseestr. 8; Paul Altmann, Luisenstraße 47; Vereinigte Fabriken für Laboratoriumsbedarf Luisenstr. 52; Fameda A.-G. Berlin-Tempelhof, Ringbahnstraße 20—21 usw.

1 Platinlöffel	50,— M.
1 Strichtafel	0,45 ..
25 einseitig geschlossene Glasröhren	0,75 ..
25 offene Glasröhren	1,25 ..
1 Tropfflasche	0,25 ..
2 kleine Porzellanschalen	0,20 ..
2 Gipsplatten	0,20 ..
10 Reagenzgläser	0,30 ..
1 Reagenzglasgestell (zusammenlegbar)	1,25 ..
4 Flaschen für flüssige Reagenzien zu 30 ccm mit Schrift	3,60 ..
17 Flaschen für feste Reagenzien zu 15 ccm mit Schrift	11,— ..
Soda, Borax, Salpeter, Kaliumbisulfat, Ameisen- saurer Natrium, Phosphorsalz, Kobaltnitrat, Kupferoxyd, Eisenpulver, Magnesiumband, Jodkalium, Schwefel, Turnersche Mischung, Zink in Stangen, Atzkali, Stanniol, Phos- phorsäure (glasig), Eisenvitriol, Lackmus- papier, Kurkumapapier, Fernambükpapier, Salzsäure, Salpetersäure, Schwefelsäure, Ammoniak	3,— ..
1 Silberblech	0,10 ..
10 Holzkohlen	2,— ..
100 g Paraffin	1,— ..

II. Für quantitative Untersuchungen.

1 Wage mit Glasgehäuse und Gewichtssatz ¹⁾ .	175,— M.
1 Maßstab	9,— ..
1 Schmelzofen (Kohlenhalter)	3,50 ..
1 Platinschild mit Platindraht	30,— ..
10 Kohlen für den Schmelzofen und Deckkohlen	2,— ..
1 Fletchergebläse	6,— ..
10 Röstschälchen	0,30 ..
10 Kohletiegel	0,30 ..
2 Mengkapseln	1,20 ..
1 Elfenbeinlöffel	0,50 ..
1 Bleimaß	0,90 ..
1 Bleisieb	1,65 ..

¹⁾ Für die meisten Zwecke genügt eine Wage ohne Glasgehäuse in einfacherer Ausführung. Dieselbe kostet mit Gewichtssatz (0,5 mg bis 2 g) 50 M.

1 Eisenspatel	0,30 M.
1 Pinsel	0,05 „
1 Bimssteinhalter	0,40 „
1 Holzstempel für Sodapapier	0,20 „
Sodapapier im Etui	0,35 „
1 Kapellenstativ	1,25 „
2 Kapelleneisen mit Bolzen	3,— „
1 Kornzange	1,20 „
1 Kornbürste	1,— „
Probierblei (1 kg 1,20 M.)	0,20 „
Gesiebte Knochenasche (1 kg 5 M.), geschlämmte Knochenasche (1 kg 7,50 M.)	0,15 „
5 g Silber (goldfrei)	0,70 „
2 kleine Porzellanschalen	0,40 „
2 kleine Porzellantiegel für Goldscheidung	0,50 „
1 Glühstativ	7,50 „
1 Trichterring	0,60 „
3 Porzellantiegel für die Zinnprobe	0,75 „
10 g Zyankalium in Flasche mit Glasstopfen und Schrift	0,75 „
10 Glasröhren für die Quecksilberprobe	0,30 „
2 Goldbleche	3,— „
Trichter, Uhrgläser, Glasstäbe, Filter, Rötel, Pipetten	1,— „

Für längere Reisen empfiehlt es sich, in einer besonderen Kiste einen Vorrat an Chemikalien mitzuführen, aus dem dieselben für den täglichen Bedarf ergänzt werden können.

Sachverzeichnis.

- AbichscherMörser6.
Abtreiben 52.
Ameisensäures Natrium 10.
Ammoniak 20.
Ansieden 48.
Anthrazit 17.
Antimon 15.
Arsen 15.
- Barvterde** 20.
Bleioxyd 24.
Borax 9.
Boraxperlen 36.
Borsäure 18.
Braunkohle 18.
Brom 16.
- Chlor** 16.
Chromoxyd 27.
- Eisenoxyd** 22.
- Flamme** 1.
Feintreiben 55.
Fletchergebläse 5.
Fluor 16.
- Gerätschaften** 6.
Glasröhren 9.
Goldprobe 62.
Graphit 17.
- Heparprobe** 13.
Holzkohle 7.
- Jod** 16.
Jodschwefel 11.
- Kadmiumoxyd** 23.
Kali 19.
Kaliumbisulfat 10.
- Kalkerde 21.
Kapelle 43.
Kapelleneisen 43.
Kapellenzug 61.
Kieselsäure 19.
Kobaltlösung 10.
Kobaltoxydul 22.
Kohlenstoff 17.
Kohletiegel 44.
- Lithion** 20.
Lötrohr 4.
Lötrohrlampe 1.
- Magnesia** 21.
Magnesiumband 11.
Manganoxyd 22.
Maßstab 39.
Mengkapsel 42.
Molybdänsäure 25.
- Natron** 20,
Nickeloxydul 22.
- Oxydationsflamme** 3.
- Phosphor** 14.
Phosphorsalz 9.
Phosphorsalzperlen 37.
Phosphorsäure 12.
Platindraht 7.
Platinlöffel 8.
Probierbleimaß 42.
Probierbleisieb. 42.
Probierwage 39.
- Quecksilberoxyd** 25.
Quecksilberprobe 70.
- Reagenzpapiere** 11.
Reduktionsflamme 4.
Rösten 67.
- Salpeter** 10.
Sauerstoff 12.
Schmelzofen 40.
Schwefel 13.
Selen 13.
Silberoxyd 25.
Silberprobe 45.
Soda 9.
Sodapapier 44.
Steinkohle 18.
Stickstoff 12.
Strontianerde 20.
- Tellur** 14.
Titansäure 27.
Tonerde 21.
Tonschälchen 44.
Turnersche Mischung 11.
- Unterlagen** 7.
Uranoxyd 23.
- Vanadinsäure** 27.
- Wasserstoff** 12.
Wismutoxyd 24.
Wolframsäure 26.
- Zink** 11.
Zinkoxyd 23.
Zinn 11.
Zinnoxid 23.
Zinnprobe 68.