

Die äußere Form der Steinchen wird durch das Brennen nicht verändert. Dagegen kann man an denjenigen Steinchen, die auf eine den S. K. 03 überschreitende Temperatur erhitzt worden waren, kleine Risse erkennen, was wohl auf das Schwellen des Quarzes<sup>2)</sup> oder auf den Übergang des  $\alpha$ -Quarzes in  $\beta$ -Quarz zurückzuführen ist.

Bis zu S. K. 03 erhitzt, ist die Farbe der Steinchen rein weiß, höher erhitzt besitzen die Steinchen eine gelblichweiße Farbe.

Die Porosität der Steinchen nimmt mit dem Ansteigen der Temperatur allmählich ab, ist aber selbst bei den Steinchen, die bei S. K. 13 gebrannt wurden, noch sehr groß, so daß auch bei Anwendung einer höheren Temperatur kein Dichtbrennen stattfindet.

Zur Gewinnung von Schamotte für Zinkmuffeln brennt man die Tonschollen nur mäßig hoch.

[A. 162.]

<sup>2)</sup> Vgl. auch O. Mühlhäuser, Metall u. Erz 15, 207 [1918].

## Schmelzpunktsbestimmung mittels elektrischer Heizung.

Von SIEGFRIED LAURENS MALOWAN.

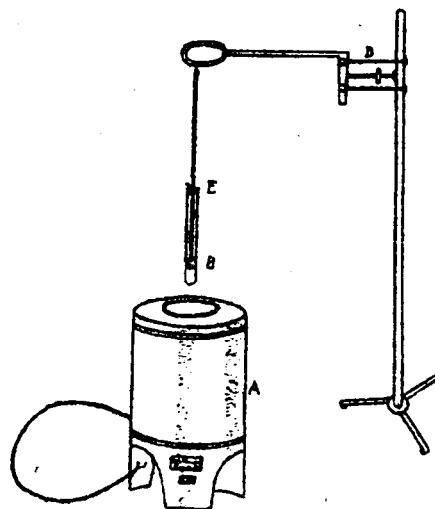
(Eingeg. 28.10. 1918.)

Die Mechanisierung der manuellen Tätigkeit wird in den chemischen Laboratorien schon weit durchgeführt. — Bekannt ist, wie die selbsttätige Gewichtsauflegung bei den analytischen Wagen durchgeführt wird, die Titriergefäße mittels Zentralluftdruck gefüllt werden, und wie das Vakuum das Filtern erleichtert u. a. m. Die Fällung und Bestimmung fast aller Metalle vermag man mittels Elektrolyse mit größter Genauigkeit durchzuführen, mittels der Schnellmethoden auch in ungeahnt kurzer Zeit, wobei die menschliche Hilfeleistung auf ein Minimum beschränkt ist. Die Elektrizität liefert in bequemster Weise die nötige Energie zum Heizen der verschiedenen Öfen, wie Verbrennungs-, Tiegel- und Marsöfen und Widerstandsöfen mit Kohle als Elektroden- und Füllmaterial für den Gebrauch bis zu den höchsten Temperaturen.

Es soll hier beschrieben werden, wie ein elektrischer Tiegelofen von W. C. Heraeus, Hanau, als Schmelzpunktsbestimmungsapparat verwendet werden kann. Bis jetzt war man genötigt, konzentrierte Schwefelsäure, Glycerin oder Paraffinöl als Heizbäder zu gebrauchen, indem man diese in Gefäßen verschiedenster Konstruktion mit offener Flamme erhitzte. Das war kein reinliches Arbeiten. Gar oft sind die Gefäße durch den raschen Temperaturwechsel in Mitleidenschaft gezogen worden, ferner konnten Brandwunden und Verletzungen neben dem Material- und Zeitverlust die Folge sein. Das alles ist bei der Benutzung des Tiegelofens ausgeschlossen; dabei ist die Handhabung in jeder Weise bequem und zuverlässig.

In der Abbildung ist A der Tiegelofen, welcher bei einer Maximalspannung von 150 Volt wie eine Glühlampe an die elektrische Leitung angeschaltet werden kann. — Ebensogut ist jedoch mit höherer Spannung bis 220 Volt und einem regulierbaren Vorschaltwiderstand zu arbeiten, um die Stromstärke dem Bedarf entsprechend regulieren zu können. — B sind zwei ineinandergeschobene Probierröhrchen, deren Böden etwa 15 mm voneinander entfernt und deren Seitenwände durch einen schmalen Luftraum voneinander getrennt sind.

Das innere Röhrchen, in dem sich die Schmelzpunktsröhren nach der Anzahl der Bestimmungen geordnet befinden, ist durch einen doppelt durchbohrten Gummistopfen verschlossen. Durch die Bohrungen führen erstens ein dünnes gebogenes Glasrohr, zweitens ein bis nahe zum Boden des Gefäßes reichendes Thermometer. Bei E wird das äußere Probierröhrchen mittels einer dünnen Drahtschlinge am Thermometer und an dem Gummistopfen befestigt. —



Bei D befindet sich eine federnde Klammer zur Befestigung des Schmelzpunktapparates, welcher wie der Ströhlein-Apparat durch Gleiten dem Stativ entlang in verschiedenen Höhen eingestellt werden kann.

Die Schmelzpunktsbestimmung wird vorgenommen, indem man in das innere Röhrchen die Schmelzpunktsröhren gleiten läßt, den Apparat schließt und befestigt und derart einstellt, daß der Boden des äußeren Röhrchens sich 5 mm unter dem Tiegelrand in der Mitte des elektrischen Ofens befindet. Zuerst heizt man mit einem Strom von 3,5—4 Amp., bis die Quecksilbersäule um etwa 10° gestiegen ist, geht dann auf 1,5—2 Amp. herunter. In gleicher Geschwindigkeit wie bei anderen Apparaten steigt der Faden — auch wenn der Strom nach Beendigung des Versuches unterbrochen wird —, um bald hernach das Optimum der Steighöhe zu erreichen.

Ein Vorteil des Verfahrens ist, außer den schon genannten, die größere Schnelligkeit des Arbeitens, die durch Änderung der Stromstärke beliebig variierbar ist. Um dieses zahlenmäßig zu belegen, mögen folgende Angaben dienen. Die Abkühlung der konzentrierten Schwefelsäure von 100° auf 50° dauert doppelt so lang wie die des elektrischen Ofens, und Glycerin gebraucht eine noch längere Zeit. Mit einer Druckluftleitung kann durch Ausblasen der inneren Tiegelwandungen mit kalter Luft die Abkühlung noch wesentlich beschleunigt werden. — Durch gleichmäßige Erwärmung der Tiegelwandungen und damit des Schmelzpunktsröhren wird ein gleichmäßiges Resultat und eine genauere Bestimmung als bei anderen Methoden ermöglicht werden.

[A. 160.]