

# Ein Schmelzpunktbestimmungsapparat für hohe Temperaturen

von

**Emil Schwinger.**

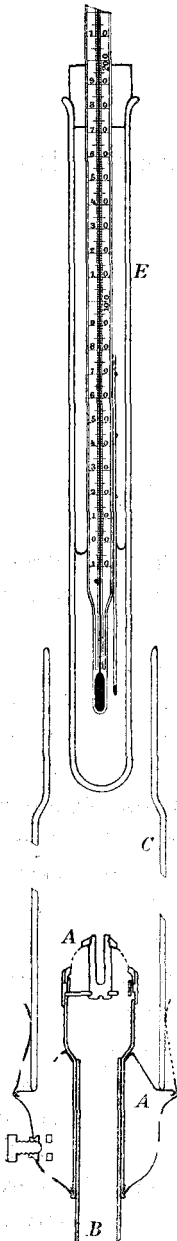
Aus dem chemischen Institut der Universität Graz.

(Mit 1 Textfigur.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 24. April 1913.)

Die rasche und hinreichend genaue Bestimmung hochgelegener Schmelzpunkte ist mit den bisher üblichen Apparaten nicht immer eine ganz leichte Aufgabe. Es dürfte daher von Interesse sein, wenn ich im Folgenden einen von mir zusammengestellten Schmelzpunktbestimmungsapparat beschreibe, der sich leicht und billig beschaffen läßt und rasch gute Resultate liefert.

Auf das obere Ende eines Bunsenbrenners (umstehende Fig. *B*) wird der äußere Teil eines sogenannten »Auerlicht-Sparbrenners« (*A*) soweit hinaufgeschoben, wie die Abbildung zeigt. Nötigenfalls umwickelt man das Brennerrohr mit etwas Asbestpapier. Auf den Auerbrenner wird ein dazugehöriger Zylinder (*C*) gesteckt. Am besten eignen sich dafür die Zylinder aus Jenaer Glas mit runder, die Beobachtung nicht störender Fabriksmarke. Der Zylinder stellt ein außerordentlich leicht regulierbares Luftbad dar, in welches ein Salpeterbad eingesenkt wird. Dieses besteht aus der 18 bis 20 *cm* langen, nicht allzu dünnwandigen Eprouvette *E*, die an ihrem oberen Ende in einem Stativ befestigt ist und je nach Bedarf eine kleinere oder größere Menge eines geschmolzenen, äquimolekularen Gemisches von Kali- und Natronsalpeter enthält. Dieses zylindrische Salpeterbad hat gegenüber den sonst üblichen



Maßstab: 1 : 2.

kugelförmigen manche Vorzüge: Die Spannungen sind darin bedeutend geringer; daher braucht der geschmolzene Salpeter nicht nach dem Gebrauch ausgegossen zu werden, sondern kann in der Eprouvette erstarren, ohne daß ein Zerspringen derselben zu befürchten wäre. Das Bad ist, selbst wenn sich darin feine Luft- oder — bei hoher Temperatur — Sauerstoffbläschen bilden, noch genügend durchsichtig, um eine bequeme Beobachtung zu gestatten. Die Salpeterschicht kann so hoch gewählt werden, daß sich der Quecksilberfaden eines gekürzten Thermometers ganz darin befindet und man so den korrigierten Schmelzpunkt leicht bestimmen kann. Das verhältnismäßig kleine Bad bedarf zu seiner Erhitzung nur wenig Wärme<sup>1</sup> und ist daher rasch auf die gewünschte Temperatur zu bringen. Durch den es umgebenden Heißluftmantel wird es recht gleichmäßig erwärmt.

Das Thermometer ist in der üblichen Weise mit einem eingeschnittenen Kork befestigt.

Zur genauen Regulierung der Gaszufuhr ist es sehr zweckmäßig, an dem Gashahn einen 10 bis 15 *cm* langen Zeiger anbringen zu lassen, der auf einer Skala einspielt.

Der Hauptvorteil des beschriebenen Schmelzpunktbestimmungsapparates liegt in seiner raschen und bequemen Handhabung. Man kann das Bad nach einigem Vorwärmen mit kleiner Flamme rapid bis in die Nähe der gewünschten Temperatur aufheizen. Ein Kleinstellen der Heizflamme bedingt ein fast augen-

<sup>1</sup> Der Gasverbrauch ist so gering, daß man bei häufigerem Gebrauch das Bad ständig etwas über dem Schmelzpunkt des Salpetergemisches (zirka 220°) hält.

blickliches Aufhören des Ansteigens der Badtemperatur, denn das heizende Medium, die erhitzte Luft, wird sogleich durch nachströmende kühlere Luft ersetzt. Die Einstellung auf eine bestimmte Temperatur ist leicht durchführbar und fast unabhängig von Zugluft. Die mit dem Apparat ermittelten Schmelzpunkte zeigen gute Übereinstimmung. Eine Temperatur von  $550^{\circ}$  ist leicht zu erreichen. Von großem Vorteil ist noch der Umstand, daß der Apparat verhältnismäßig wenig Wärme seitlich ausstrahlt, wodurch das Arbeiten bedeutend angenehmer wird.

Verwendet man an Stelle des Zylinders ein längeres Glasrohr von entsprechenden Dimensionen und an Stelle des Salpeterbades ein Schwefelsäurebad, so ist der Apparat auch für tiefere Temperaturen zu benützen. Es empfiehlt sich in diesem Falle, für die Badflüssigkeit eine weitere Eprouvette zu wählen.

Zum Schlusse sei erwähnt, daß sich der Apparat unter Weglassung des Salpeter-, beziehungsweise Schwefelsäurebades vorzüglich zum gleichmäßigen Erwärmen kleiner Substanzmengen eignet. Man kann zum Beispiel in einer schräg eingespannten Eprouvette, deren unteres Ende sich unmittelbar ober der Öffnung des Zylinders befindet, stundenlang Nitrobenzol zum gelinden Sieden erhitzen, ohne daß ein Steigrohr vonnöten wäre. Zu Krystallisationsversuchen mit Substanzen mit geringer Lösungsgeschwindigkeit ist die Vorrichtung daher sehr gut zu verwenden.

---