

Briefliche Mittheilungen an die Redaction.

Ueber zwei neue elektrische Oefen und über Schmelzpunktsbestimmungen.

Von **C. Doelter** in Graz.

Im Jahrgang 1901, p. 679 dieser Zeitschrift beschrieb H. TRAUBE einen zu synthetischen Versuchen geeigneten elektrischen Ofen; ich selbst gab in TSCHERM. Min.-petr. Mitth. Bd. XXI Heft 1 die Beschreibung eines solchen. Sehr zweckmässig erscheinen zwei neue von HERAEUS in Hanau construirte Oefen, von denen namentlich der eine für Schmelzpunktsbestimmungen geeignet ist.

Der eine dieser Oefen ist ein Röhrenofen von 44 cm Länge und einem inneren Durchmesser von 2 cm. Die Heizspirale aus dünnem Platinblech ist um ein offenes Porzellanrohr aus schwer schmelzbarem Porzellan der Kgl. Porzellanmanufaktur Berlin gewickelt, welches von einem weiteren Chamotterrohr umgeben ist, so dass zwischen beiden eine Luftschicht bleibt. Das ganze ist in eine Trommel aus Eisenblech montirt und steht horizontal auf einem Fussgestell. Der Vortheil des Ofens ist, dass er sehr constante Temperaturen giebt und dass die Temperatur nicht nur beliebig (bis 1500°) gesteigert werden kann, sondern dass man durch entsprechende Regulirung des Vorschalt-Widerstandes (es ist dies ein Widerstand mit Nebeneinanderschaltung von der Firma Voigt & Haefner in Frankfurt a. M.), sehr langsam steigende Temperaturen erhalten kann, und er daher zur Bestimmung der Schmelzpunkte sehr verwendbar ist, da man die Vorgänge im Ofen beobachten kann. Die Röhre kann zu anderen Zwecken z. B. bei Arbeiten mit Gasen an den kalten Enden verschlossen werden. Bei Schmelzpunktsbestimmungen verschliesse ich sie mit Glimmerplatten, um die Vorgänge beobachten zu können.

Der zweite Ofen lässt es zu, grössere Tiegel zu erhitzen, er ist besonders zu synthetischen Versuchen geeignet, aber auch zu Schmelzversuchen; sein innerer Heizraum hat einen Durchmesser von 6 cm und eine Höhe von 11 cm, es ist ein Vertical-Ofen. Die Heizspule ist mit dünner Platinfolie umgeben, durch welche der elektrische Strom durchgeleitet wird. Der Deckel ist durchbohrt, um das Thermo-Element einführen zu können. Der Ofen hat zwei Mäntel und wird der Zwischenraum durch Quarzpulver ausgefüllt, sonst ist er dem von mir in TSCHERMAK'S Min. Mitth. Bd. 21 p. 24

beschriebenen sehr ähnlich. Er giebt eine Maximaltemperatur welche 1300° beträgt¹, man kann allerdings noch höhere Temperaturen erreichen durch weiteres Ausschalten des Widerstandes, doch ist dies nicht rathsam, da Schmelzen der Platinfolie eintreten kann. Die Temperatur steigt von 1100° sehr langsam, was bei Schmelzpunktsbestimmungen erforderlich ist. Beide Oefen sind, da die Heizspulen leicht herauszunehmen sind, unschwer zu repariren.

Der erste Röhrenofen kann sehr gut zur Bestimmung der Schmelzpunkte verwendet werden, weil derselbe gestattet die Vorgänge zu beobachten. Es geschieht dies mit einem Fernrohr; das Mineralsplitterchen ist auf einem Platinträger befestigt und wird beobachtet, auch kann man jeden Augenblick dasselbe herausziehen und näher untersuchen; es ist dies nothwendig, denn der Beginn des Schmelzens ist nicht so leicht zu erkennen, und man erhält viel zu hohe Temperaturen, wenn man nur den Moment der bereits vollzogenen Schmelzung beobachtet. Daher sind z. B. die neuerdings von BRUN gemessenen Schmelzpunkte viel zu hoch², z. Th. ganz exorbitant hoch.

Derselbe verwendet ein Sauerstoffgebläse, bei dem die Temperatur sehr rapid steigt und nicht constant erhalten werden kann; da er auch zur Beobachtung jedesmal den Deckel entfernen muss, so ist es kaum möglich den Punkt des Schmelzens genau zu eruiren, sondern nur den des vollzogenen Schmelzprocesses, man wird daher unbedingt zu hohe Temperaturen erhalten. Abgesehen davon ist die Anwendung der SEGER'schen Schmelzkörper für technische Zwecke wohl gestattet, nicht aber für genaue wissenschaftliche Untersuchungen; überdies geben sie nach BRUN nur von 20° zu 20° Temperaturen an; da diese Schmelzkörper ausserdem sich näher an den Ofenwandungen befinden, so werden sie auch höhere Temperaturen geben müssen. Auch ist bei der rapiden Steigerung in einem Gebläseofen die Masse des geschmolzenen Minerals zu berücksichtigen, was bei den BRUN'schen Versuchen nicht geschah, daher eine Reihe von Fehlerquellen, welche zu theilweise ganz abnormen Resultaten führte. Für niedrig schmelzende Mineralien wie manche Granate, Hornblende, Augite sind seine Temperaturen mit meinen früheren noch ziemlich übereinstimmend, bei höheren aber nicht mehr, obgleich er die Reihenfolge der Plagioklasse genau so findet wie ich, was er nicht erwähnt, wohl aber anführt »que tout était à faire«, was im Hinblick auf die vielfach übereinstimmende Reihenfolge der Mineralien unberechtigt erscheint.

Die Abweichungen von der Reihenfolge, welche sich in BRUN's Arbeit gegenüber meiner und auch der von JOLY-CUSACK³ findet, sind

¹ Bei 110 Volt, 10—11 Ampère.

² Arch. d.sc.phys. et nat. Genève 1902 (N. Jahrb. f. Min. etc. 1902. II).

³ On the Melting points of Minerals 1886. Die Schmelzpunkte CUSACK's sind zumeist noch niedriger als die von mir zuerst gefundenen (vergl. N. Jahrb. f. Min. etc. 1899. I. — 196 —; II. — 357 —).

aber zum grossen Theil auf Irrthümer zurückzuführen. Man begreift wohl, dass nach jener Methode zu hohe Schmelzpunkte erhalten wurden, doch müssten alle gleichmässig höher sein, aber es ist nicht erklärlich, dass BRUN für so viele Mineralien einen niedrigeren Schmelzpunkt erhielt, als die bisherigen Forschungen es ergaben, und die auch mit den älteren qualitativen Untersuchungen im Widerspruch stehen, so erhält er für Cyanit nur 1300°, also viel weniger als für Anorthit, 1500°, nur wenig mehr als für manchen Augit, während ich T_1 1360, T_2 1400° erhielt, für Obsidian erhielt er 830°, für den äusserst schwer schmelzbaren Eisenglanz auch nur 1300°, während er für Anorthit, Apatit ganz exorbitante Zahlen erhält, und für einen Olivin gar 1750°, also wie für Platin, während ich für Monticellit nur wenig mehr als 1400° finde. Es dürften also zahlreiche Fehlerquellen bei seiner Methode unterlaufen, welche auf die nicht richtige Bestimmung seiner Vergleichsobjekte und besonders auf die wenig constante Temperatur seines Ofens zurückzuführen sind, abgesehen davon, dass die Masse des Krystalls verschieden war.

Allerdings sind in meiner ersten Arbeit, als ich nur mit Gasöfen arbeiten konnte, die Schmelzpunkte alle um 30–40° zu nieder angegeben, was ich theilweise bei Anwendung des elektrischen Ofens bereits in meiner Arbeit: Neue Bestimmung von Schmelzpunkten verbessern konnte; immerhin sind durch meine jetzigen weiteren Arbeiten mit den eben beschriebenen Öfen noch Correcturen möglich gewesen, und konnte die Genauigkeit der Methode bedeutend gebessert werden. Wenn man bedenkt, dass bei einem Körper, dessen Schmelzpunktsbestimmung viel weniger Schwierigkeit bietet: dem Kupfer so grosse Differenzen für den Schmelzpunkt sich ergaben, circa 40°, und erst jetzt der richtige Schmelzpunkt bestimmt werden konnte, so wird man gerade bei Körpern, bei denen der Punkt des Schmelzens so schwer zu beobachten ist, sich leicht um 2–3 Procent irren können.

Vor Allem muss man aber ein zuverlässiges Thermometer benützen, und diess haben wir bisher nur im Thermo-Element aus Platin und Platin-Rhodium. Ausserdem kann man nur Metalle und Salze, die durch genaue wissenschaftliche Untersuchungen auf ihren Schmelzpunkt vielfach geprüft sind, verwenden, nicht aber die annähernde Resultate gebenden technischen Pyrometer.

Ich halte die directe Messung mittelst der Thermo-Elemente für die einzig richtige. Durch die Arbeiten der physikalischen Reichsanstalt, insbesondere durch HOLBORN und WIEN, ist diese Methode sehr entwickelt worden, und die Temperaturbestimmung ist eine sehr genaue, jedenfalls ist diese Methode der durch Vergleich mit Körpern, deren Schmelzpunkt auch keineswegs sicher ist, vorzuziehen. Immerhin liegt aber noch in der Methode der absoluten Schmelzpunkte etwas unsicheres, subjektives, was auch

dadurch bewiesen wird, dass in verschiedenen Oefen auch nach derselben Methode noch kleine Differenzen sich ergeben; wir müssen uns daher hauptsächlich an die relativen Schmelzpunkte halten, welche für Mineralogen und Geologen von besonderer Wichtigkeit sind.

Man erhält für die absoluten Schmelzpunkte andere Resultate wenn man feinstes Pulver oder grössere Stücke verwendet, die Differenzen können, wie ich mich vermittelst des elektrischen Ofens überzeugete, recht erheblich sein. Bei den meisten Versuchen wird nicht die Temperatur des schmelzenden Mineralen gemessen, welche die richtige Schmelztemperatur giebt, sondern die des Raumes, unter Vernachlässigung der Schmelzwärme. Die Feuerung muss aber grösser sein bei grösseren Massen als bei kleinen, man kann allerdings, wenn man ein Mineral bei denselben Temperaturen durch lange Zeit erhält, dies wieder ausgleichen, dazu gehören aber 6—8 Stunden, bei grossen Krystallen vielleicht noch mehr¹.

Es sind noch andere Fehlerquellen vorhanden, auf die ich in meiner ausführlichen Arbeit über Schmelzpunkte zurückkommen werde. Jedenfalls ist es nothwendig, wenn man die Temperatur des Raumes misst, statt der des schmelzenden Minerals, immer gleiche Mengen Mineral zu verwenden. Bei Splintern erhält man, auch wenn sie sehr klein sind, etwas höhere Schmelzpunkte als bei feinstem Pulver. Leider ist die Methode des directen Eintauchens des Thermometers in das schmelzende Mineral, welche ich für die richtigste halte, nicht immer anwendbar, auch muss das Schutzrohr entfallen, da es zu geringe Temperaturen verursacht, daher auch in meiner Arbeit: »Neue Bestimmungen von Schmelzpunkten« zumeist noch um ca. 20° zu niedere Temperaturen erhalten werden.

Am schwierigsten ist aber die Beobachtung des Schmelzpunktes selbst. Vielfach hat man sich einfach damit begnügt, grössere oder kleinere Mengen zu erhitzen, und die Temperatur des vollkommen geschmolzenen Minerals zu bestimmen, dies ist aber nicht richtig, man erhält zu hohe Temperaturen, und kann die Differenz sehr beträchtlich sein. Es ist bei den meisten Mineralien, auch wenn man, wie ich dies in dem Röhrenofen durchführte, den Schmelzprocess genau mit dem Fernrohr beobachtete, nicht möglich, genau den Punkt des Schmelzens festzustellen.

Da der Schmelzpunkt kaum zu bestimmen ist, so habe ich zwei Punkte bestimmt:

1. den Beginn des Schmelzens, bei welchem der grössere Theil des Minerals in Glas umgewandelt ist, und wo man unter dem Mikroskop beobachten kann, dass die Splitter oder Körnchen rund geschmolzen sind,

¹ Vergl. auch JOLY: Congrès géologique VII Session p. 689. Die geologischen Folgerungen desselben theile ich nicht, auch sind seine zweiten Schmelzpunkte p. 699 sehr zweifelhaft.

2. den Punkt der vollkommenen Flüssigkeit; zwischen diesen, aber weit eher bei dem ersten Punkt (welchen ich T_1 nannte), liegt der Schmelzpunkt. Die Differenz zwischen T_1 und T_2 ist bei Angiten, Hornblenden, Olivin sehr gering, ungefähr 20° , oft weniger, bei Feldspathen, Nephelin, Quarz, Cyanit weit grösser, $40-80^\circ$.

BRUN hat durchwegs den Punkt T_2 angenommen, was ich nicht für richtig halte, trotzdem vergleicht er diesen Punkt mit meiner Temperatur T_1 (z. B. bei Anorthit), offenbar weil er meine Ausführungen nicht beachtet oder nicht verstanden hat; der Schmelzpunkt des Anorthits, wie ihn BRUN auffasst, war in meiner ersten Arbeit auf 1150° bestimmt, allerdings etwas niedriger als ich seither genauer bestimmen konnte, aber jedenfalls dürfte dieser Punkt immerhin dem richtigen doch näher gelegen sein als der BRUN'sche, bei welchem Andalusit, Cyanit, Eisenglanz, also lauter längst als vor dem Löthrohr unschmelzbar bekannte Mineralien, leichter als Anorthit schmelzen sollen.

Meine neuen Bestimmungen wurden nach 3 verschiedenen Methoden vorgenommen:

1. An feinem Pulver mit eingetauchtem Thermolement,
2. an winzigen Spaltblättchen oder Splitterchen,
3. an kleinen Tetraëdern aus feinem Pulver geformt.

Die Methode 2 giebt immer etwas höhere Schmelzpunkte als 1 und 3, ca. $10-15^\circ$, da die Masse immerhin eine Rolle spielt, nur wenn man stundenlang bei derselben Temperatur belässt, kann man diesen Fehler eliminiren. Sie dürfte aber für vergleichende Schmelzpunkte von Wichtigkeit sein.

Die Resultate nach diesen drei Methoden ergeben ungefähr dieselbe Reihenfolge, wie ich sie in meiner Arbeit: Neue Bestimmungen von Schmelzpunkten (Tscherm. Min. Mitth. Bd. XX Heft 1) gegeben habe, nur für den Anorthit und Labrador wurde ein etwas höherer Schmelzpunkt gefunden; dieselben sind schwerer schmelzbar wie Mikroklin, bei den übrigen Mineralien sind die Unterschiede ca. $10-25^\circ$. Ich habe neuerdings mit über 100 verschiedenen Mineralvarietäten Versuche angeführt um auch den Einfluss der chemischen Zusammensetzung bemessen zu können. Der Schmelzpunkt des Albits erhöht sich gegen früher um ca. 25° , der des Anorthits um 35° , für ersteren erhält man T_1 1135–1145, für letzteren T_1 1165–1180, T_2 ist 1175 für ersteren, T_2 1195–1205 für letzteren; für Leucit erhielt ich T_1 1275–1295, T_2 1300–1310, für Augite, Hornblende, Nephelin erhöhen sich die seinerseits angegebenen Zahlen um ca. $10-20^\circ$. Für Orthoklas erhielt ich T_1 1190, T_2 1200–1210, für Magnetit T_1 1195, T_2 1210. Bei Glimmer, Augiten, Hornblenden, Olivinen schwankt je nach der chemischen Zusammensetzung der Schmelzpunkt ganz bedeutend. Ausser Quarz und Korund sind Eisenglanz, Monticellit, Bronzit, Cyanit, Andalusit, Chromit die am schwersten schmelzbaren der gesteinsbildenden Mineralien.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Centralblatt für Mineralogie, Geologie und Paläontologie](#)

Jahr/Year: 1902

Band/Volume: [1902](#)

Autor(en)/Author(s): Doelter Cornelius

Artikel/Article: [Ueber zwei neue elektrische Oefen und über Schmelzpunktsbestimmungen. 426-430](#)