

Original-Mitteilungen an die Redaktion.

Bemerkungen über die Unterschiede in den Angaben von Schmelzpunkten der Silikate.

Von H. Leitmeier in Wien.

Schmelzpunkte von Silikaten, die mittels der thermischen Methode (Aufnahme der Zeit-Temperatur-Erhitzungskurve) im geophysikalischen Institute in Washington bestimmt wurden und Werte, die durch optische Methoden namentlich von C. DOELTER und seinen Schülern gefunden worden waren, weisen bedeutende Differenzen auf, die oft bis 100^o betragen, in einem extremen Falle beim Anorthit sogar über diese Zahl hinausgehen.

In diesem Centralblatt hat R. NACKEN¹ über Schmelzpunktbestimmungen an Silikaten mit Hilfe der optischen Methode berichtet und hat bei seinen Untersuchungen Schmelzpunkte erhalten, die mit den Angaben der Forscher des geophysikalischen Institutes in Washington recht gut übereinstimmen.

R. NACKEN schloß daraus, daß seine Versuchsanordnung Fehler vermeide, die den bisher üblichen optischen Bestimmungen des Schmelzpunktes anhaften.

Die Bestimmung der Silikatschmelzpunkte nach neueren Methoden wurde bisher fast ausschließlich von den beiden erwähnten Instituten vorgenommen und es ist in jeder Weise auf das freudigste zu begrüßen, daß nun auch von anderer Seite mit der größten Sorgfalt derartige Bestimmungen ausgeführt werden. Gerade dadurch ist ein Austausch der Erfahrungen, die mehr oder weniger unabhängig voneinander gesammelt worden sind, möglich, was für die Wissenschaft nur von Vorteil sein kann.

Es sei mir nun gestattet, auf Grund der langjährigen Erfahrung der DOELTER'schen Schule einige Bemerkungen zu den Untersuchungen R. NACKEN's zu machen, von denen ich wohl voraussetzen darf, daß sie, auch wenn ich zu anderen Resultaten kommen sollte, in keiner Weise als polemisch, sondern lediglich als wissenschaftlicher Gedankenaustausch aufgefaßt werden.

R. NACKEN führt zunächst als Fehlerquellen der Bestimmungen mit dem DOELTER'schen Heizmikroskop den Umstand an, daß bei hohen Temperaturen die Konturen des Präparates selbstleuchtend werden und daß es dadurch sehr unsicher sei, das Verschwinden der scharfen Konturen zu erkennen. Die Ränder sind meist selbstleuchtend, und erst wenn die Abrundung weit fortgeschritten ist, wird die Erscheinung (des Abrundens) deutlich.

¹ R. NACKEN, Dies. Centralbl. 1913. p. 328.

Dieser Umstand erschwert allerdings die Arbeit und gibt ihr auch einen subjektiven Anstrich. Doch bei einiger Übung gelingt es ganz gut trotz dieser Erscheinung, den Schmelzbeginn zu erkennen, namentlich auch dadurch, daß man bei ununterbrochener Beobachtung deutlich das Fortschreiten dieser Erscheinung wahrnimmt. Der Schmelzbeginn wird im Heizmikroskop ja nicht allein dadurch sichtbar, daß die Konturen des Präparatteilchens verwischt werden, sondern vor allem dadurch, daß sich die Splitterchen allmählich abrunden, was namentlich bei länglichen Splintern — solche wird man bei Untersuchungen im Heizmikroskop vor allem ins Auge fassen — ziemlich leicht zu beobachten ist. Übrigens würde ja ein derartiger Fehler nicht zu niedrige, sondern zu hoch bestimmte Schmelzpunkte geben; es kann also schon deshalb ein eventueller solcher Fehler nicht die tatsächlich bestehenden Differenzen zwischen den Angaben der Schmelzpunkte erklären.

Mit vollem Rechte betont R. NACKEN, daß sich durch schlechten Kontakt der Lötstelle des Thermoelementes mit der zu untersuchenden Substanz Fehler von nicht zu unterschätzender Bedeutung ergeben müßten. Bei dem DOELTER'schen Heizmikroskop (Beschreibung siehe dieses Centralbl. 1900. p. 567) ist aber ein derartiger Fehler von vorneherein ausgeschlossen, da zwischen Lötknopf und dem Schälchen aus Kieselglas, das das zu untersuchende Pulver trägt, ein inniger Kontakt besteht, der vor jeder neuen Untersuchung auf das sorgfältigste geprüft wird. Außerdem hat der Ofen eine Länge von 11 cm, ist also um 3 cm länger als der, mit dem R. NACKEN gearbeitet hat. Luftströmung ist durch den vollkommenen Abschluß mit zwei Kieselglasplatten ausgeschlossen.

R. NACKEN denkt weiter daran, daß adsorbiertes Wasser bei feinem Pulver Verunreinigungen nach sich ziehe, die ihrerseits wieder auf den Schmelzpunkt von Einfluß seien. Ich glaube wohl kann, daß diese überaus geringen Spuren irgendwelche merkliche Rolle spielen können.

R. NACKEN denkt auch an Zersetzungserscheinungen bei langsamem Erhitzen, namentlich an das Verflüchtigen von Alkalien und die dadurch veränderte chemische Zusammensetzung der Silikate. Dies wäre eine Erscheinung, die gar wohl im Bereiche der Möglichkeit liegen würde, über die aber bei Mineralien, wie R. NACKEN selbst betont, fast gar keine Untersuchungen vorliegen. Herr Prof. Stock in Breslau hatte die Liebenswürdigkeit, mich auf die Möglichkeit einer solchen Veränderung in Analogie mit den Gläsern aufmerksam zu machen. Es kann sich dabei zunächst darum handeln, daß Natrium entweicht; dann würde der Schmelzpunkt erhöht werden, da ja hoher Alkalien-Gehalt im allgemeinen einen niedrigen Schmelzpunkt bedingt. Wenn eine Zerlegung in Komponenten eintreten würde, dann wäre es sicher ganz gut denk-

bar, daß die eine niedriger schmelzen würde und ein niedriger Schmelzpunkt vorgetäuscht würde. Hier wären Untersuchungen anzustellen, die allerdings nicht leicht durchzuführen sind. Der Nachweis des Abganges des Alkalis wäre allerdings analytisch sehr einfach, der Nachweis der Spaltung und der Identifizierung der Komponenten aber wäre wohl nicht so einfach, um so mehr, als es sich dabei um keine vollständige Zerlegung handeln wird. Wie dem auch sei, bei Alkalisilikaten kann mit einer solchen Veränderung, über deren Dimensionen allerdings nicht einmal Vermutungen vorliegen, immerhin gerechnet werden. Ob aber so weit gehende Differenzen dadurch ausgeglichen werden können, bleibe dahingestellt.

Was ist aber nun die Ursache der Verschiedenheiten, die nicht gelegnet werden können?

Ich habe an einer anderen Stelle den großen Einfluß der Korngröße auf die Höhe des Schmelzpunktes von Silikaten festgestellt¹, und zwar sowohl bei langsamer, wie bei rascher Erhitzung. R. NACKEN arbeitete bei seinen Bestimmungen mit Mineralplättchen, die mehrere Quadratmillimeter groß waren. Ich halte es nun für sehr wahrscheinlich, daß hierin die Differenzen der Werte R. NACKEN's mit den im Institute C. DOELTER's bestimmten zu suchen seien. So bestimmte ich den Adularschmelzpunkt durch sehr langsames Erhitzen mit 1145° oder rund 1150°. Der Schmelzpunkt wurde zuerst mit dem Heizmikroskop zu 1170° bestimmt. Bei der langsamen Erhitzung im horizontal gestellten Platinwiderstandsofen nach HERÄUS wurde durch sehr langsames Erhitzen bis zur Temperatur von 1145° fortgeschritten. Es kamen in einem Doppelschiffchen gleichzeitig zwei Korngrößen zur Anwendung, schlemmfeines Pulver und Körner, die durch ein Sieb von der Lochgröße von 4 mm eben noch durchgingen. (Nähere Angaben der Ausführung der Versuche und der Apparatur siehe in der Zeitschr. f. anorg. Chem. 1. c.) Es wurde nun diese Temperatur 32 Stunden lang ununterbrochen einwirken gelassen und es hatte sich ein durchscheinendes milchiges Glas gebildet: die Schmelze war flüssig geworden. Die groben Körner aber waren nicht geschmolzen, kaum zusammengesintert. Bei einer rascheren Erhitzung ist daher eine Differenz von 50°, R. NACKEN fand für Adular 1200°, durchaus nicht ausgeschlossen. Beide Adulare waren eisenfrei.

In der Fortsetzung dieser Untersuchungen arbeitete ich mit künstlichem, reinem Anorthit. Der Schmelzpunkt wurde zuerst im Heizmikroskop mit 1400° bestimmt. Darauf wurde schlemmfeines Pulver in der gleichen Weise wie der Adular erhitzt. Bei einer Temperatur von 1390° hatten sich nach sechsständiger Erhitzung glasige Teile im Präparat gebildet, wie ich nach rascher Abkühlung unter dem Mikroskop sehen konnte. Eine weitere Erhitzung mußte wegen Gefährdung des Ofens unterbleiben.

¹ H. LEITMEIER, Zeitschr. f. anorg. Chemie. 81. p. 209. 1913.

Die Amerikaner fanden für künstlichen Anorthit nach der thermischen Methode 1550⁰. E. DITTLER fand mittelst der gleichen Methode, aber bei sehr langsamer Erhitzung, 1370⁰.

Anorthit vom Vesuv, vollkommen wasserhell, ergab mir neuerdings bei Bestimmung unter dem Heizmikroskop den Schmelzbeginn bei 1285⁰; bei 1340⁰ war der ganze Anorthit geschmolzen. Die Erhitzungsdauer zwischen diesen Temperaturpunkten betrug 80 Minuten, die Temperatursteigerung war somit eine rasche. R. NACKEN fand 1485⁰.

In der vorerwähnten Arbeit habe ich die Unterschiede der thermisch bestimmten und der optisch bestimmten Schmelzpunkte auf die Verschiedenheit der Methode zurückgeführt. Die rasche Erhitzung einer verhältnismäßig großen Materialmenge gibt bei der thermischen Methode stets zu hochliegende Schmelzpunkte. Die kurze Zeit der Erhitzung genügt nicht zur Überwindung der bei den meisten Silikaten recht großen Schmelzträgheit.

Beitrag zur Kenntnis der optischen Verhältnisse des Periklas.

Von Otto Westphal in Leipzig.

Mit 1 Textfigur.

Die Angaben über die Brechungsindizes des Periklas weichen ziemlich stark voneinander ab. Nach SOMMERFELDT¹ hat man dies auf beigemengte Stoffe zurückzuführen.

Der Genannte bestimmte an Kristallen, die durch Schmelzen von MgO im elektrischen Flammenbogen erzeugt wurden:

$$\begin{aligned} n(\text{Rot}) &= 1,7298 \\ n_{na} &= 1,7350 \\ n(\text{Blau}) &= 1,7360. \end{aligned}$$

Ebenfalls für künstliche Periklaskristalle fand MALLARD² die Werte:

$$\begin{aligned} n(\text{Li}) &= 1,7307 \\ n(\text{Na}) &= 1,7364 \\ n(\text{Te}) &= 1,7416. \end{aligned}$$

Für meine Untersuchungen stand mir künstlicher Periklas von Staffurt zur Verfügung. Er zeigte durchweg das Oktaeder als 1—4 mm große, helle, ein wenig gelbliche Kristalle. Seine Analyse ergab:

MgO	99,25 %
Glühverlust	0,99 „
Unlös. Rückst.	0,31 „
	<hr/>
	99,55 %.

¹ Dies, Centralbl. 1907. p. 212.

² Bull. soc. fr. min. 1893. 16. p. 16.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

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

Jahr/Year: 1913

Band/Volume: [1913](#)

Autor(en)/Author(s): Leitmeier Hans

Artikel/Article: [Bemerkungen über die Unterschiede in den Angaben von Schmelzpunkten der Silikate. 513-516](#)