

Ein Apparat für Schmelzpunktbestimmung hochschmelzender Substanzen.

Von

Fr. Kutscher und Otori.

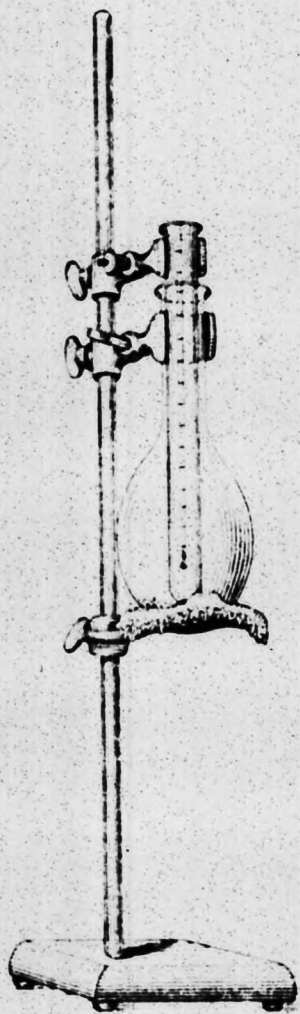
Mit einer Abbildung.

(Aus dem physiologischen Institut der Universität Marburg.)

(Der Redaktion zugegangen am 18. Juni 1904.)

Für gewöhnlich ist bekanntlich die Anordnung der Apparate zu Schmelzpunktbestimmungen folgende: Ein kleiner Glas Kolben wird mit konzentrierter Schwefelsäure gefüllt. In die Schwefelsäure taucht ein leeres Reagensglas, das bis nahe an den Boden des Kölbchens reicht. Substanz und Thermometer werden in das Reagensglas eingeführt, sind also von Luft umgeben. Nach diesem Prinzip sind die viel gebrauchten Apparate von Anschütz-Schulz und von Roth konstruiert. Dieselben ermöglichen jedoch nur Bestimmungen bis höchstens 300° C. Bei höheren Temperaturen muß man eine andere Badflüssigkeit wählen. Man benutzt dann Paraffin, Silbernitrat oder Kalisalpeter. Mit den letztgenannten Substanzen machten wir leider die unangenehme Erfahrung, daß sie beim Erkalten und Starrwerden zuweilen den Kolben sprengten. Weiter ist die Arbeit mit diesen Körpern für den Experimentator nicht ganz gefahrlos, denn man kann die Vorgänge, die sich im Schmelzröhrchen abspielen, meist nicht von ferne betrachten, sondern muß häufig sehr nahe an den Apparat heranrücken. Dadurch wird man aber der Möglichkeit ausgesetzt, beim Sprung des Kolbens durch die stark erhitzte Badflüssigkeit bespritzt und verletzt zu werden. Diese Übelstände haben wir in letzter Zeit, wo es sich für uns darum handelte, häufig hochschmelzende Substanzen durch ihren Schmelzpunkt zu identifizieren, besonders empfunden. Um ihnen zu entgehen, haben wir folgenden Apparat konstruiert: In

einen kleinen, langhalsigen Quarzkolben wird ein gut passendes Reagensglas aus gewöhnlichem Glas derart eingefügt, daß sein geschlossenes Ende ungefähr 1 cm vom Boden des Kölbchens entfernt bleibt. Das Thermometer mit der an der Quecksilber-



kugel durch Platindraht befestigten Substanz wird in das Reagensgläschen in gewöhnlicher Weise eingebracht. Eine besondere Badflüssigkeit wird von uns also nicht benutzt, sondern die zu untersuchende Substanz ist nur von einem doppelten Luftmantel umgeben. Das äußere Quarzkölbchen kann wegen des gewählten Materials entweder direkt, ohne daß man Gefahr läuft, es zu sprengen, erhitzt werden, oder man schaltet besser zwischen Flamme und Kölbchen einen Asbestteller. Man vermeidet dann auch eine Überhitzung der Substanz. Zur Bestimmung des Explosionspunktes kann unser Apparat, der eine Modifikation des von Hodgkinson¹⁾ vorgeschlagenen darstellt, ebenfalls benutzt werden. Wir brachten bei explosiblen Körpern die Substanz in weite konisch geformte Schmelzröhrchen, die wir direkt an der Thermometerkugel befestigten. Bei einer

derartigen Form des Schmelzröhrchens fanden in unseren Versuchen die Verpuffungen oder Entflammungen statt, ohne den Apparat zu schädigen. Die obenstehende Abbildung zeigt den von uns verwandten Apparat.

¹⁾ Ch. News, Bd. 71, S. 76 (1894).