

# ÜBER DAS HEIZTISCHMIKROSKOP UND SEINE ZUSATZGERÄTE

Von LUDWIG KOFLER, Innsbruck

Mit 6 Abbildungen

Die ersten Versuche mit einem heizbaren Mikroskop wurden im Jahre 1877 von O. LEHMANN (1) zunächst mit einem einfachen Ölbadmikroskop unternommen. Später vervollkommnete er die Apparatur und konstruierte sein „Kristallisationsmikroskop“. Mit Hilfe dieser Einrichtungen hat LEHMANN im Laufe mehrerer Jahrzehnte eine große Fülle von Tatsachen gefunden und veröffentlicht. Obwohl später auch mehrere andere Autoren (2) auf die Vorteile der mikroskopischen Schmelzpunktbestimmung hinwiesen, konnte sich die Methode in den Laboratorien lange Zeit nicht einbürgern. Zum Teil mag dies darin begründet sein, daß beim chemischen Arbeiten ganz allgemein mikroskopische Methoden nicht in dem Ausmaß benützt werden wie sie es verdienen. Zum Teil war die geringe Verbreitung der Mikromethoden wohl auch dadurch verursacht, daß die früheren Apparaturen, die oft nur für ganz bestimmte Spezialzwecke gebaut waren, für die allgemeine Anwendung entweder zu kompliziert oder zu ungenau waren.

Unser im Jahre 1931 beschriebener Mikroschmelzpunktapparat mit thermoelektrischer Temperaturmessung (KOFLEK und HILBCK [3]) bewährte sich bei den eigenen Arbeiten und fand auch bald in anderen Laboratorien Anwendung. Einer größeren Verbreitung unserer Apparatur stand aber der hohe Preis des dazu erforderlichen Millivoltmeters entgegen. Aus diesem Grund nahmen wir unsere früher vergeblichen Versuche zur Konstruktion eines brauchbaren Thermometerapparates wieder auf und schließlich gelang es, den Apparat auch für Thermometerablesung einzurichten und dabei eine genügende Genauigkeit zu erzielen (4) (Österr. Patent Nr. 141.461).

Der Apparat besteht im wesentlichen aus einer elektrisch heizbaren Metallplatte, in deren Mitte eine kleine Öffnung den Durchtritt des Lichtes ermöglicht. Gegen die umgebende Luft ist der Apparat durch einen an der Peripherie angebrachten 6 mm hohen Metallrand geschützt, auf den eine Glasplatte aufgelegt wird. Unter der Oberfläche der Heizplatte verläuft ein seitlich mündender 6 cm langer Kanal, in den ein Stabthermometer eingepaßt ist. Die Temperaturskala des Thermometers wird mit Hilfe geeigneter Eichsubstanzen auf dem Apparat selbst festgelegt, wodurch man erreicht, daß das Thermometer genau die Temperatur anzeigt, die zwischen Objektträger und Deckglas, also an der Stelle herrscht, an der sich die zu schmelzende Substanz befindet. Die so geeichten Apparate zeigen daher korrigierte Schmelzpunkte an. Wir benützen zwei Thermometer, eines für Temperaturen zwischen  $\approx 20\text{—}230^\circ$  und eines für die höheren Temperaturbereiche von  $\approx 100\text{—}350^\circ$ .

Dieser Apparat hat sich nun schon seit 16 Jahren in vielen Laboratorien bewährt, ohne daß sich die Notwendigkeit von Änderungen ergab. Es wurde nur von verschiedenen Seiten wiederholt der Wunsch nach einer Vorrichtung geäußert, die ein Verschieben des mikroskopischen Präparates von außen her ohne Anfassen desselben und ohne Abheben der Glasplatte ermöglicht. Bei der Konstruktion eines Verschiebers mußte darauf geachtet werden, daß der Objektträger nicht im geringsten von der Heizplatte abgehoben wird, weil sonst die Genauigkeit der abgelesenen Temperaturen gefährdet ist. Seit kurzem werden nun die Apparate mit einem Verschieber hergestellt, der diese Forderungen erfüllt.

In unseren ersten Veröffentlichungen gebrauchten wir die Bezeichnung „Mikroschmelzpunktapparat“, weil wir das Gerät vor allem für die Schmelzpunktbestimmung benützten. Seit sich im Laufe der Jahre das Anwendungsgebiet des Apparates immer mehr erweiterte und sich infolgedessen die ursprüngliche Bezeichnung als zu eng erwies, bürgerte sich allmählich die Bezeichnung „Mikroheiztisch“ ein.

Der Mikroheiztisch wurde von Anfang an so eingerichtet, daß er auf jedem der üblichen Mikroskope verwendet werden kann, soweit sie mit einem Metallobjektstisch und nicht mit einem hitzeempfindlichen Hartgummitisch ausgerüstet sind. Da der Heizraum des Mikroheiztisches während des Arbeitens von einer Glasplatte bedeckt ist, können nur

Objektive verwendet werden, deren Objektabstand größer als 6 mm ist. Dabei lassen sich Vergrößerungen bis zu 220fach erreichen, was vollständig genügt. In der Regel ist es zweckmäßig, bei 60—100facher Vergrößerung zu arbeiten.

Infolge der geringen Anforderungen an die Vergrößerung und damit auch an den Beleuchtungsapparat, können einerseits auch recht einfache Mikroskope benützt werden; es ist schade, kostspielige Instrumente mit Einrichtungen zu verwenden, die für unsere Mikromethoden überflüssig sind, insbesondere dann, wenn das Mikroskop mit dem Heiztisch dort Aufstellung findet, wohin es gehört, im chemischen Laboratorium. Andererseits sind zur vollen Ausnützung aller Möglichkeiten, die der Mikroheiztisch bietet, am Mikroskop manche Einrichtungen notwendig und erwünscht, die an einfachen Mikroskopen teilweise fehlen. Z. B. ist zwar ein Kondensator überflüssig, eine Irisblende hingegen notwendig. Für viele Zwecke ist eine Polarisations-einrichtung unentbehrlich. Da man das Mikroskop mit dem Heiztisch nicht kippen kann, stellt ein Schrägblickaufsatz eine wesentliche Erleichterung beim Arbeiten dar.

Aus diesen Gründen haben sich die Optischen Werke C. Reichert auf unsere Anregung entschlossen, ein eigenes Heiztischmikroskop (Abb. 1) zu erzeugen, das alle oben erwähnten, für unsere Mikromethoden notwendigen und erwünschten Einrichtungen, aber keine überflüssigen Bestandteile enthält. Auf diesem Mikroskop ist der Heiztisch fest montiert, so daß die Apparatur jederzeit gebrauchsfertig ist. Das Mikroskop ist den Wärmeeinwirkungen gegenüber besonders widerstandsfähig.

Im folgenden soll ein kurzer Überblick über die wichtigsten Untersuchungsmethoden gegeben werden, die sich auf dem Heiztischmikroskop durchführen lassen, und über die Vorteile dieser Methoden gegenüber den Makromethoden (5).

Die Bestimmung des Schmelzpunktes zwischen Deckglas und Objektträger unter dem Mikroskop ist der Ausgangspunkt und die Grundlage unserer Mikromethoden. Die Überlegenheit der Mikro- vor der Makromethode beruht hier vor allem darauf, daß man unter dem Mikroskop das Verhalten jedes einzelnen Kriställchens oder Partikelchens vor, bei und nach dem Schmelzen genau verfolgen kann, wodurch man viel mehr kennzeichnende Eigenschaften einer Substanz erfährt. Bei zahlreichen organischen Substanzen wurde auf diese Weise eine Fülle von Eigenschaften festgestellt, die bisher der Beobachtung entgangen waren.

Vor allem erlaubt die Schmelzpunkt-Mikrobestimmung eine wesentlich empfindlichere Prüfung der Reinheit. Das Vorhandensein von Verunreinigungen erkennt man am vorzeitigen Schmelzen einzelner Teilchen. Es ist selbstverständlich, daß man bei der 60—100fachen mikroskopischen Vergrößerung noch wesentlich kleinere Mengen Verunreinigungen erkennen kann als im Kapillarröhrchen bei Beobachtung mit freiem Auge oder mit der Lupe.

Bei den meisten Stoffen sieht man während des Erhitzens vor dem Erreichen des Schmelzpunktes mannigfache, durch Sublimationsvorgänge bedingte Veränderungen. Die Temperatur, bei der die Sublimation beginnt, ferner die Form und das Aussehen dieser Sublimate sind für viele Substanzen kennzeichnend und für die Identifizierung wertvoll.

Unter dem Mikroskop läßt sich das Verhalten von Hydraten beim Erwärmen genauer verfolgen als bei der üblichen Schmelzpunktbestimmung im Kapillarröhrchen. Am häufigsten sieht man unter dem Mikroskop das Wasser entweichen und dann später die wasserfreie Substanz schmelzen. Bei anderen Stoffen erfolgt ein Schmelzen des Hydrates und bei weiterem Temperaturanstieg ein Wiedererstarren und schließlich das Schmelzen der wasserfreien Substanz.

Beim Entweichen des Kristallwassers gehen die Hydratkristalle unter Wahrung ihrer äußeren Form in mikrokristalline Aggregate der wasserfreien Substanz über. Dabei sieht man im durchfallenden Licht die vorher klaren durchsichtigen Kristalle trüb, braun oder schwarz werden (Abb. 2—5).

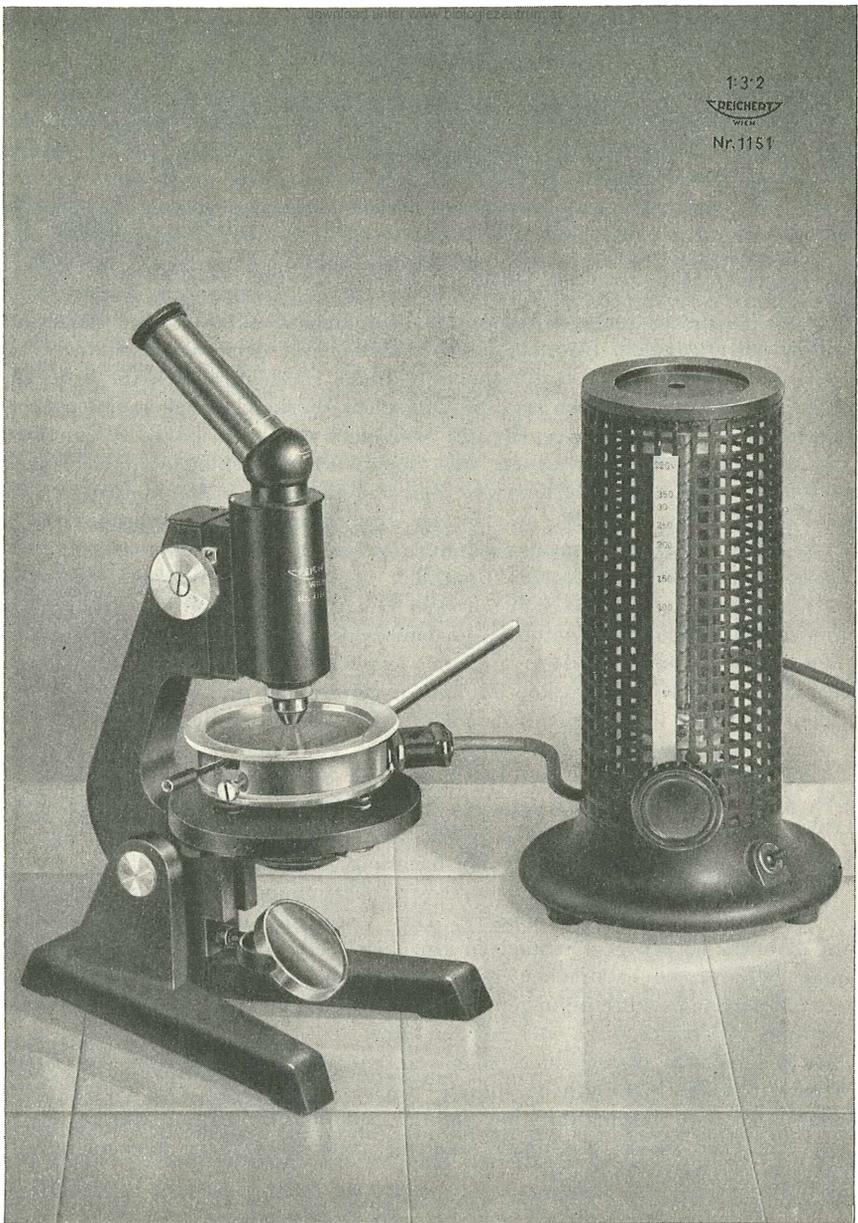


Abb. 1. Heitzmikroskop RCH der Optischen Werke C. Reichert nach KOFLER.

Die Bestimmung des Mischschmelzpunktes zur Entscheidung der Frage, ob zwei Substanzen identisch sind oder nicht, ist unter dem Mikroskop aufschlußreicher als die Bestimmung im Kapillarröhrchen. Denn bei der Makromethode läßt sich in der Regel nur feststellen, ob der Schmelzpunkt des Gemisches ebenso hoch und so scharf ist wie der der Einzelsubstanz. Unter dem Mikroskop hingegen kann man die Schärfe oder Unschärfe des Schmelzpunktes besser erkennen und dar-

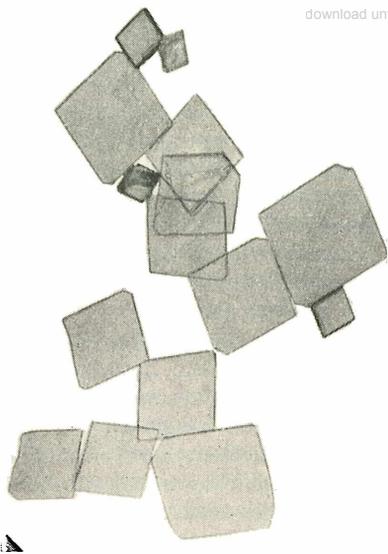


Abb. 2. Bei Raumtemperatur.

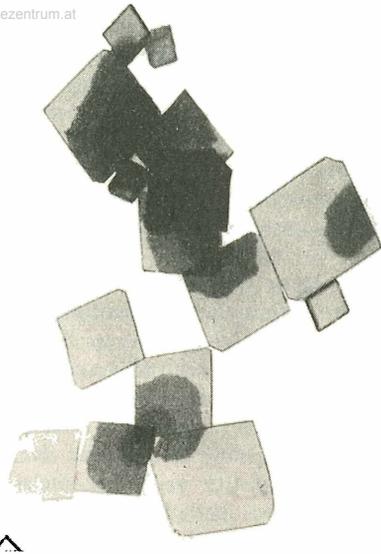


Abb. 3. Bei 65°

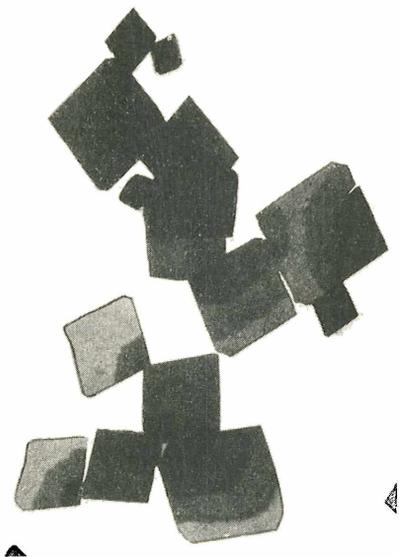


Abb. 4. Bei 80°.

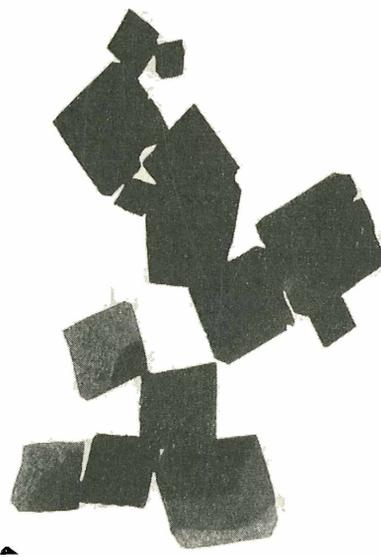


Abb. 5. Bei 90°.

Abb. 2—5. Entweichen des Kristallwassers beim Phloroglucin-Hydrat. Vergrößerung 100:1. Aufnahmen von H. SITTE.

über hinaus die Substanz in ihrem mikroskopischen Aussehen und in ihrem Verhalten beim Erhitzen z. B. bezüglich Sublimierbarkeit, Form der Sublimat usw. vergleichen. Dazu kommt noch die große Ersparnis an Substanz; man kann unter dem Mikroskop noch mit 0,5 bis 1  $\gamma$  Probe einen Mischschmelzpunkt bestimmen.

Zur weiteren Charakterisierung einer Substanz können auch die eutektischen Temperaturen benützt werden. Ein Gemisch zweier Substanzen beginnt bekanntlich bei einer ganz bestimmten, der eutektischen Temperatur zu schmelzen, die für jedes Stoffpaar ebenso charakteristisch ist wie der Schmelzpunkt für eine Einzelsubstanz. Zur mikroskopischen Bestimmung der eutektischen Temperatur wird das Gemisch zweier Substanzen zwischen Deckglas und Objektträger erhitzt. Wenn dann die eutektische Temperatur erreicht ist, schmilzt ein Teil der Substanz zu Tropfen zusammen, die aber nicht ganz klar sind, sondern noch Kristallreste der überschüssigen Komponente enthalten. Da man durch die eutektischen Temperaturen Substanzen mit gleichen oder ähnlichen Schmelzpunkten in der Regel leicht unterscheiden kann, eröffnet sich durch diese Methode eine fast unbegrenzte Möglichkeit zur Kennzeichnung und Identifizierung organischer Substanzen.

Auf dem Heizmikroskop läßt sich ferner mit Hilfe unserer Glaspulvermethode die Lichtbrechung von Schmelzen bestimmen. Zu diesem Zweck versetzt man das mikroskopische Präparat der zu prüfenden Substanz mit ein paar Stäubchen eines Glaspulvers von bekannter Brechzahl und vergleicht die Lichtbrechung der Schmelze mit der der Glassplitter. Bei Gleichheit der Lichtbrechung sind die Glassplitter in der Schmelze unsichtbar, bei Ungleichheit sind sie sichtbar, und zwar um so deutlicher, je größer der Unterschied in der Lichtbrechung zwischen den Glassplittern und der Schmelze ist. Für diese Bestimmung steht eine Skala von 23 Glaspulvern mit verschiedenen Brechzahlen zur Verfügung. Nach dem bisher Gesagten könnte man 2 Pulver der Skala suchen, zwischen denen die Lichtbrechung der zu prüfenden Schmelze liegt. In Wirklichkeit läßt sich jedoch der Brechungsexponent der Schmelze noch viel genauer ermitteln. Dies beruht auf der bekannten Tatsache, daß die Lichtbrechung von Flüssigkeiten mit steigender Temperatur abnimmt, während die Lichtbrechung der Gläser bei Temperaturänderung praktisch unverändert bleibt. Zur genauen Bestimmung wählt man auf Grund der Vorversuche von den beiden Gläsern, deren Lichtbrechung der der geschmolzenen Substanz am nächsten kommt, das Glas mit dem niedrigeren Index. Unmittelbar nach dem Schmelzen wird dann die Schmelze höher brechend sein als die Glassplitter. Bei weiterem Erhitzen nimmt die Lichtbrechung der Schmelze allmählich ab, bis schließlich bei Übereinstimmung der Lichtbrechung die Glassplitter verschwinden. Bei weiterem Temperaturanstieg tauchen die Glassplitter wieder auf, wobei man am Verhalten der Beckeschen Linie erkennen kann, daß die Schmelze jetzt niedriger brechend ist als die Glassplitter. Das Ergebnis wird dann beispielsweise folgendermaßen angegeben: „1,6010 bei 123—124°“. Das heißt, bei 123° sind die Glassplitter eben noch als niedriger brechend erkennbar, zwischen 123 und 124° sind sie in der Schmelze unsichtbar und bei 124° tauchen sie als höher brechend wieder auf. Zwischen 123 und 124° ist die Lichtbrechung der Schmelze gleich der des Glases 1,6010.

In den Tabellen unserer „Mikromethoden“ (5) sind für eine große Zahl organischer Substanzen die entsprechenden Lichtbrechungswerte angegeben, die sich sehr gut für die Identifizierung der Substanzen eignen. Darüber hinaus kann man die Glaspulvermethode auch zur Gehaltsbestimmung von Zweistoffgemischen benützen, wobei man in einem Diagramm auf der Abszisse die Mischungsverhältnisse und auf der Ordinate die Temperaturen aufträgt, bei denen Gleichheit der Lichtbrechung mit bestimmten Glaspulvern herrscht.

Auf dem Heitzmikroskop läßt sich auch die Rastsche Molekulargewichtsbestimmung durchführen (6, 5). Der große Vorteil der mikroskopischen Methode liegt hier darin, daß man das Schmelzen der letzten Kristalle wesentlich leichter und sicherer feststellen kann als bei der üblichen Beobachtung mit freiem Auge oder mit der Lupe. Die Bestimmung wird entweder zwischen Deckglas und Objektträger oder in einem zugeschmolzenen Kapillarröhrchen durchgeführt. Die

an sich vorteilhafte Bestimmung zwischen Deckglas und Objektträger läßt sich nur bei jenen Lösungsmitteln anwenden (z. B. bei Bornylchlorid, Tetrabrommethan, 2,4,6-Trinitrotoluol usw.), die keine allzu große Flüchtigkeit aufweisen. Bei den sehr stark flüchtigen Lösungsmitteln, wozu auch der am meisten gebrauchte Kampfer gehört, muß im zugeschmolzenen Kapillarröhrchen gearbeitet werden. Hierzu legt man in den Verschieberrahmen einen flachen Aluminiumblock ein, der eine Bohrung zur Aufnahme des Kapillarröhrchens und ein Fenster zur Beobachtung des unteren Teiles des Röhrchens aufweist. Die mikroskopische Arbeitsweise bietet hier bei Zweifeln über die Löslichkeit und Nichtmischbarkeit der flüssigen Phasen besseren Einblick als die makroskopische Arbeitsweise.

Mikromethoden können mit großem Erfolg auch auf dem Gebiet der *Thermoanalyse* angewendet werden. Unsere „Kontaktmethode“ ermöglicht mit einem einzigen mikroskopischen Präparat in wenigen Minuten eine „qualitative“ Analyse eines organischen Zweistoffsystems (5). Dadurch läßt sich die Frage, ob 2 organische Stoffe miteinander ein einfaches Eutektikum, Molekülverbindungen oder Mischkristalle bilden, ohne Aufnahme eines Schmelzdiagramms beantworten. Will man zum Studium der quantitativen Verhältnisse ein Schmelzdiagramm aufnehmen, so sind auch hierfür die mikroskopischen Methoden einfacher und leistungsfähiger als die klassischen Methoden der Thermoanalyse. Über die mikroskopischen Methoden zur thermischen Analyse wurde vor kurzem in dieser Zeitschrift ausführlicher berichtet (7).

Bei *Polymorphie*-Untersuchungen führte die Verwendung unserer Mikromethoden zu vielen neuen Erkenntnissen und zur Aufklärung mancher Irrtümer im Schrifttum. Eine ausführliche Darstellung des neuesten Standes der Polymorphiefrage von A. KOFLER befindet sich in diesem Heft.

Beim Arbeiten mit dem Heizmikroskop ergibt sich oft die Notwendigkeit, eine Substanz oder ein Substanzgemisch zwischen Deckglas und Objektträger rasch durchzuschmelzen, z. B. bei Polymorphieuntersuchungen, bei der Mikrothermoanalyse und bei der Kontaktmethode. Um für diese und ähnliche Zwecke den Mikroheiztisch nicht eigens auf die nur zum Durchschmelzen notwendige Temperatur bringen zu müssen, verwendeten wir einen einseitig elektrisch geheizten längeren Aluminiumblechstreifen, auf dem die gewünschten Temperaturbereiche nebeneinander jederzeit zur Verfügung standen und der seinen ursprünglichen Zweck als „Vorwärmer“ erfüllt. Aus dieser einfachen Einrichtung entwickelte sich dann die „Heizbank“, die jetzt nicht nur als Zusatzgerät zum Heizmikroskop, sondern unabhängig davon auch als selbständiger Apparat für mancherlei Zwecke verwendet werden kann.

Ähnliche Einrichtungen wurden, wie wir nachträglich sahen, schon vor 20 Jahren zur Bestimmung von Schmelzpunkten empfohlen (DENNIS und SHELTON [8], MOTOTARO MATSUI und HIRONDO KATO [9]). Dabei wird die Temperatur thermoelektrisch gemessen, so daß also die Verwendung eines Millivoltmeters notwendig ist. Diese beiden und eine etwas später von DOLIQUE (10) beschriebene Apparatur scheinen nur geringe Verbreitung gefunden zu haben; in der ausführlichen Besprechung der Schmelzpunktmethoden erwähnt SCHÜDEL (11) nur kurz das Verfahren von DOLIQUE.

Die Heizbank besteht im wesentlichen aus einem 38 mm breiten und 370 mm langen Metallkörper, auf dem durch einseitige elektrische Heizung ein Temperaturgefälle erzeugt wird. Der Metallkörper ist so beschaffen, daß der Temperaturabfall annähernd linear erfolgt. Die Heizbank umfaßt einen Temperaturbereich von  $\approx 265^{\circ}$  bis  $\approx 50^{\circ}$ .

Zum Ablesen der Temperatur dient eine Skala mit Temperaturlinien von  $2^{\circ}$  zu  $2^{\circ}$  und eine Ablesevorrichtung. Die letztere besteht aus einem entlang der Skala verschiebbaren Läufer mit Zeiger und Reiter. Mit Rücksicht auf den Einfluß der wechselnden Raumtemperaturen wird die Ablesevorrichtung jeweils zu Beginn des Arbeitens mit einer der der Heizbank beigegebenen Testsubstanzen eingestellt.

Zur Bestimmung eines Schmelzpunktes wird die Substanz unmittelbar auf die verchromte Oberfläche der Heizbank aufgebracht. Schon nach wenigen Sekunden

sieht man bei reinen Substanzen eine scharfe Grenze zwischen der flüssigen und der festen Phase. Wenn man nun den Läufer so einstellt, daß der Zeiger auf diese Grenze hinweist, so kann man auf der Skala die entsprechende Temperatur ablesen.

Die Bestimmung von Mischschmelzpunkten und die Bestimmung von eutektischen Temperaturen mit geeigneten Mischsubstanzen läßt sich auf der Heizbank ebenfalls in kürzester Zeit durchführen.

Da auf der Heizbank die Substanzen innerhalb weniger Sekunden auf die Schmelztemperatur gebracht werden, lassen sich hier die Schmelzpunkte auch bei vielen zersetzlichen Substanzen reproduzierbar bestimmen, bei denen man nach den üblichen Methoden keine zuverlässigen Werte erhält (z. B. Aspirin  $143^{\circ}$ , Morphin  $260^{\circ}$ , Rohrzucker  $189^{\circ}$ ).

Bei Hydraten läßt sich das Vorhandensein des Kristallwassers und das Verhalten des Hydrats beim Erhitzen (Entweichen des Kristallwassers, Schmelzen des Hydrats und der wasserfreien Substanz) besser verfolgen als im Kapillarröhrchen.

Die Heizbank ist daher für die Bestimmung des Schmelzpunktes der Kapillarröhrchenmethode nicht nur wegen der unvergleichlichen Zeitersparnis, sondern auch deshalb überlegen, weil die Bestimmung auf der Heizbank neben der Schmelztemperatur auch noch manche andere Aufschlüsse gewährt.

Das Heiztischmikroskop vermag die Heizbank jedoch nicht zu ersetzen. Denn die mikroskopische Beobachtung der Schmelzvorgänge enthüllt, wie schon oben erwähnt, eine Fülle von Eigenschaften einer Substanz. Dazu kommt, daß die Glaspulvermethode zur Bestimmung der Lichtbrechung von Schmelzen, ferner eingehendere Polymorphieuntersuchungen, die Kontaktmethode und manche unserer anderen Mikromethoden nur auf dem Mikroheiztisch unter dem Mikroskop durchführbar sind.

Sehr vorteilhaft ist jedoch die Verwendung der Heizbank neben dem Heizmikroskop, was, wie erwähnt, ihr ursprünglicher Zweck war. Die Heizbank ermöglicht beim Arbeiten mit dem Heizmikroskop eine sehr große Zeitersparnis.

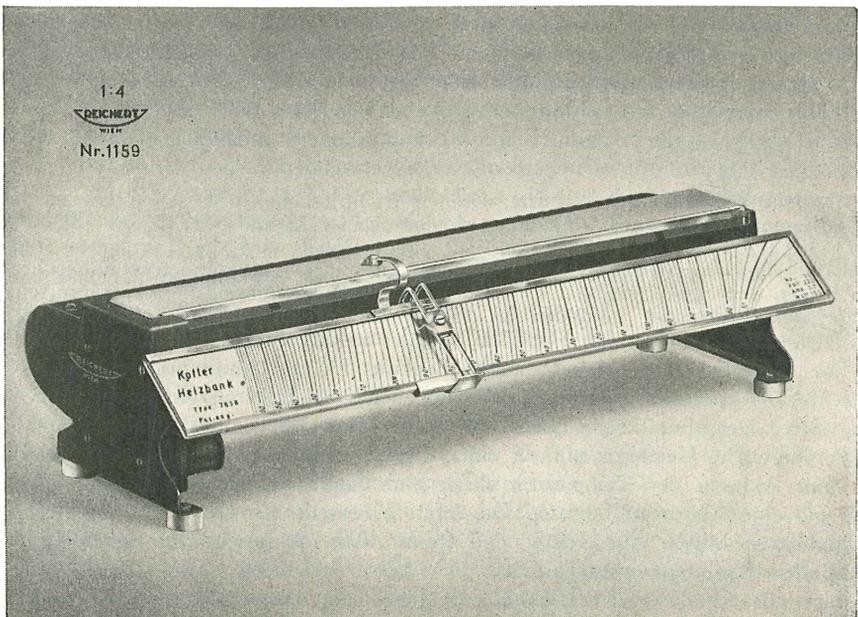


Abb. 6. Heizbank.

Außer den schon oben besprochenen sollen als weitere Beispiele noch die Mikrosublimation und die thermische Analyse angeführt werden. Wenn man sich bei sehr kleinen Substanzmengen überzeugen will, ob die Substanz flüchtig ist und ob man durch Mikrosublimation eine Fraktionierung oder Reinigung erreichen kann, ist es am besten, zunächst Versuche auf dem Mikroheiztisch unter dem Mikroskop durchzuführen. Wenn man aber bei etwas größeren Substanzmengen eine länger dauernde Mikrosublimation durchführen will, verwendet man hierfür mit Vorteil die Heizbank. Die Untersuchung der so gewonnenen Sublimate erfolgt dann in der üblichen Weise auf dem Heizmikroskop.

Bei der Mikrothermoanalyse ermöglicht die Heizbank in zweifacher Richtung eine große Zeitersparnis. Zunächst dadurch, daß man das Durchschmelzen der Objektträger-Deckglas-Präparate und die Herstellung der Kontaktpräparate auf der Heizbank durchführt. Darüber hinaus kann man aber in vielen Fällen auch die Punkte der primären Kristallisation in kürzester Zeit dadurch bestimmen, daß man die Mischung unmittelbar auf die Heizbank aufbringt und dann die leicht zu beobachtende Klarschmelzgrenze feststellt. Auf diese Weise läßt sich durch gleichzeitige Verwendung des Heizmikroskops und der Heizbank unsere Mikro-Thermoanalyse noch weiter vereinfachen. Dadurch wird es möglich, bei Systemen mit einfachem Eutektikum in 30—40 Minuten das Schmelzdiagramm aufzustellen.

## Summary

Although LEHMANN had, as early as 1877, carried through microscopical research work on the definition of melting points, the microscope was not able to assert itself successfully in this field for a long time. By the micro-heating apparatus, which was developed by the author and his fellow-workers, the application of the microscopical working method was steadily increased. At our suggestion, the Optical Works C. Reichert then constructed a heating-stage microscope, which contains all arrangements necessary for our methods, polarisation, iris diaphragm, oblique view, etc., but no useless parts.

The microscopical definition gives the possibility of a much better and more exact judgement of the identity, purity, and many other qualities of a substance than the melting point determination in the capillary tube. The definition of the refraction of light contributes to the further characterization of a substance and moreover permits the definitions of proportions in a two-substance mixture. The microscopical working method also offers advantages in the definition of molecular weight. The thermal analysis can be made simpler, more reliable and informative, by the heating table microscope.

The "hot bench" essentially consists of a long piece of metal heated at one side with a gaugeable temperature scale and was built as an additional apparatus for the heating stage microscope; it is used for quick information about melting point, for the full melting of microscopical object slide cover glass preparations, and for polymorphic investigation and thermal analysis. But the "hot bench" can also be used as an independent instrument and through it, organic substances can be identified by the definition of the melting point, by eutectic temperature and by the definition of the combined melting point, in a minimum space of time.

## Literatur

1. *Lehmann O.*, Z. Krist. 1877 I 97, Molekularphysik 1888. — 2. *Goldschmidt V.*, Verh. naturw. med. Ver. Heidelberg, N. F. S. 2. Heft (1893), zit. nach *Meyer*, Analyse und Konstitutionsvermittlung organischer Verbindungen, 4. Auflage 1922; *Siedentopf N.*, Z. Elektrochem. 12 (1906): 593; *Vorländer D.* und *Haberland*, Ber. dtsh. chem. Ges. 58 (1802), 2652 (1925); *Klein G.*, Mikrochem. Pregl-Festschrift und mehrere andere. — 3. *Kofler L.* und *Hilbck H.*, Mikrochem. 9 (1931): 38. — 4. *Kofler L.*, Mikrochem. 15 (1934): 242. — 5. *Kofler L.* und *A.*, Mikromethoden zur Kennzeichnung organischer Stoffe und Stoffgemische. Universitätsverlag Wagner, Innsbruck 1948. — 6. *Ekbom G.*, Collectanea Pharmaceutica Suecica I 1946; *Kofler L.* und *Brandstätter M.*, Mikrochem. 33 (1947): 20 und 34 (1949): 364. — 7. *Kofler A.*, Mikroskopie 1 (1947): 137. — 8. *Dennis L. M.* und *Shelton R. S.*, J. Amer. Soc. 52 (1930): 3128. — 9. *Mototaro Matsui* u. *Hirondo Kato*, J. Soc. chem. Ind. Japan [Suppl.] 35, 169 B—71 B (1932), zit. nach chem. Zentralbl. II (1932): 250. — 10. *Dolique R.*, J. Pharmacie et Chim. (8) 22 (1935): 441, zit. nach Chem. Zentralbl. I (1936): 1265. — 11. *Schudel H.*, Beiträge zur Bestimmung des Schmelzpunktes. Dissertation E. T. H. Zürich 1947.

# ZOBODAT - [www.zobodat.at](http://www.zobodat.at)

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Mikroskopie - Zentralblatt für Mikroskopische Forschung und Methodik](#)

Jahr/Year: 1950

Band/Volume: [5](#)

Autor(en)/Author(s): Kofler Ludwig

Artikel/Article: [Über das Heiztischmikroskop und seine Zusatzgeräte. 164-171](#)