

## Neue Apparate und Beobachtungsmethoden.

### Heizmikroskop mit elektrischer Heizung.

Von C. Doelter.

(Mit 1 Textfigur.)

O. LEHMANN hat im Jahre 1877 zuerst ein brauchbares Kristallisationsmikroskop konstruiert, ich ersetze die Gasheizung durch die elektrische in meinem im Jahre 1904<sup>1</sup> gefertigten Erhitzungsmikroskope, welches ich nunmehr umgestaltet und verbessert habe und dessen Ausführung die Firma C. REICHERT in Wien besorgt hat; es soll hier eine kurze Beschreibung erfolgen.

Es sind vorwiegend zwei Aufgaben, denen das Instrument gerecht werden soll: 1. Untersuchung von Kristallplatten, Schlifren bei höheren Temperaturen, insbesondere unter Anwendung von polarisiertem Lichte; 2. Untersuchungen von Schmelz- und Kristallisationsvorgängen, also hauptsächlich Bestimmung von Erstarrungspunkten, Schmelz- und Umwandlungspunkten, Verhalten der Körper in verschiedenen Gasen, Messung der Kristallisationsgeschwindigkeit u. dergl. Da bei den verschiedenen Aufgaben auch zumeist verschiedene Temperaturen erforderlich sind und bei den zuletzt genannten Arbeiten polarisiertes Licht weiter nicht benötigt wird, so war es zweckmäßig, zwei verschiedene Öfen zu benützen, obgleich man auch beide Untersuchungsarten in demselben Ofen vornehmen könnte; es muß aber hervorgehoben werden, daß, je kleiner der angewandte Ofen, um so größer die mögliche lineare Vergrößerung, aber umgekehrt um so kleiner die zu erzielende Höchsttemperatur ist.

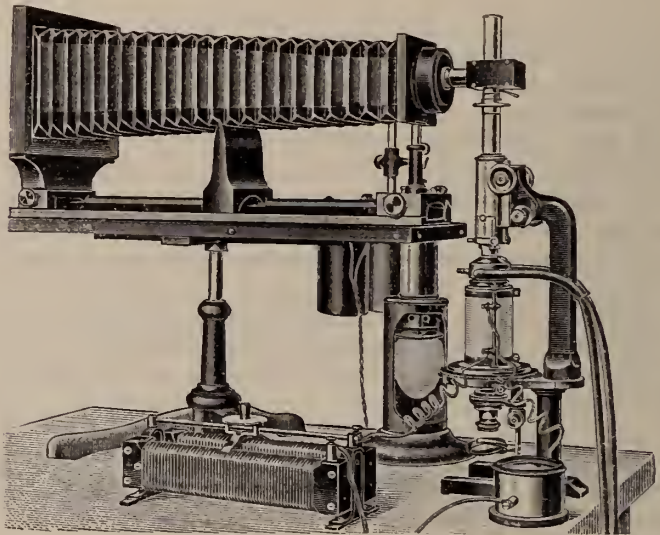
Den Vorteil der elektrischen Heizung gegenüber der Gasheizung brauche ich wohl nicht auseinanderzusetzen; abgesehen davon, daß man die hier notwendigen Temperaturen mit Gas nicht immer erreicht, ist bei der Gasheizung die Temperaturbestimmung zu unsicher, da an verschiedenen Teilen der Gasflamme oft recht verschiedene Temperaturen herrschen, und eine langsame Änderung der Temperatur, wie sie oft notwendig ist, nicht so gut durchführbar ist. Das LEHMANN-SIEDENTOPF'sche<sup>2</sup> Erhitzungsmikroskop,

<sup>1</sup> Sitzungsber. Wiener Akad. 113. 1904. Abt. I.

<sup>2</sup> Zeitschr. f. Elektrochemie. 13. 1906. No. 32.

welches Temperaturen bis  $800^{\circ}$  gibt, ist für einen speziellen Zweck, für die Untersuchung der flüssigen Kristalle, bestimmt, bei welchem auch rasche Abkühlung eintreten soll.

Für die oben zuerst genannten Arbeiten benütze ich einen Ofen von nur 80 mm Höhe und 12 mm Lichte. Das Präparat ruht bei beiden Öfen circa in der Mitte derselben oder in der oberen Hälfte; unter diesem ist das Thermoelement (Platin-Rhodium-Element) befestigt. Die Drähte laufen in Rinnen in den Mikroskopisch und sind isoliert. Man kann entweder den Schliff direkt auflegen oder als Unterlage des Präparates benütze ich wie schon früher kleine Quarzschälchen von HERAEUS. Es ist sehr darauf zu



achten, daß der Lötknopf des Thermoelementes sich in unmittelbarer Nähe des Quarzschälchens oder des Präparates befinde.

Zur Unterbringung des Schliffes oder Schälchens dient ein kleiner Platindreifuß, auf welchem die Kristallplatte aufgelegt wird; das Thermoelement wird hier entweder von unten eingeschoben (wie im Falle 2) oder es kann von oben herabgelassen werden. Will man nun bei geringfügig erhöhter Temperatur, etwa bei  $300^{\circ}$ , Schliffe beobachten, so genügt es, das Präparat auf die Öffnung des Ofens aufzulegen, man kann dann auch eine Glasplatte benützen und das Thermoelement so anbringen, daß in diese Platte eine Vertiefung gebohrt wird, welche den Knopf des Thermoelementes aufnimmt, so daß man die Temperatur der Glasplatte erhält.

Das Mikroskop hat einen Auszugstabus; um aber stärkere

Vergrößerungen zu erhalten, kann noch ein Einsatztubus mit einem stärkeren Objektiv in den großen Tubus eingeschaltet werden.

Für den Ofen I können natürlich stärkere Vergrößerungen verwendet werden wie für den höheren Ofen. Die Untersuchungen im polarisierten Lichte werden durch einen drehbaren Nicol als Polarisor ermöglicht, welcher unter dem Objektische, auf welchem der Ofen ruht, angebracht ist, während der Analysator im Mikroskoptubus angebracht ist, außerdem ist noch ein auf das Okular aufzustülpendes Nicol vorhanden. Der Tisch des Mikroskopes ist auch drehbar, er hat eine Kreisteilung und zwei Schrauben, um den Ofen mit dem Objekt verschieben zu können, was bei stärkeren Vergrößerungen nötig ist. Der Mikroskoptubus ist behufs Zentrierung mit zwei Schrauben versehen.

Was das Arbeiten mit polarisiertem Licht anbelangt, so macht sich von  $700^{\circ}$  der Einfluß des eigenen Lichtes bemerkbar, und bei  $980^{\circ}$  ist dieses schon störend, man muß daher durch eine starke künstliche Lichtquelle, als welche am besten eine Bogenlampe dient, das rote Licht des Öfchens übertönen. Bis gegen  $1180^{\circ}$  sind Untersuchungen im polarisierten Lichte sehr gut durchführbar; bei höheren Temperaturen ist dies weniger gut der Fall, ich habe noch über  $1280^{\circ}$  Interferenzfarben nachgewiesen, glaube aber, daß die Untersuchungen weiter hinauf nicht mehr genau sind.<sup>1</sup>

Der kleinere Ofen gibt Temperaturen bis ca.  $1200^{\circ}$ , beide Öfen werden von HERÆUS hergestellt.

Der zweite, höhere Ofen dient mehr zu Schmelz- und Kristallisationsversuchen und muß höhere Temperaturen bis gegen  $1600^{\circ}$  ergeben; er hat eine Heizröhre von 10 cm, ist ca. 12 cm hoch. Die Befestigung des zu untersuchenden Objektes erfolgt hier am besten auf einem Platinring, der das Schälchen trägt; dieser Ring wird von oben an drei mit demselben verbundenen Platinfäden eingehängt.

Den Verschuß des Ofens bildet oben eine Quarzglasplatte, die sich in einem Kupferring befindet, welcher durch sein Gewicht erstere an den Ofen andrückt.

Ein Hauptvorteil der Öfen ist der, daß die Erhitzung beliebig reguliert und die Temperatur sehr lange konstant gehalten werden kann. Zur Regulierung der Temperatur benütze ich drei Widerstände von 96 Ohm, 53 Ohm und 5 Ohm; die ersteren gestatten Ausschaltung von  $3\frac{1}{2}$  bzw.  $4\frac{1}{2}$  Ohm, während bei dem letzten, einem RÜHSTRATT'schen Schiebewiderstand von 5 Ohm, für jede Windung ein Ausschalten von ca. 0,65 Ohm gestattet ist. Vermittelt dieser Widerstände, von welchen aber die zwei ersten in einen zusammengezogen werden können, kann die Stromstärke von  $\frac{1}{2}\frac{1}{10}$  Ampère geändert werden, und dies gestattet, von  $5$  zu  $5^{\circ}$  die Temperatur zu verändern.

Kühlung der Linse. — Es gibt verschiedene Arten der

Kühlung, am besten erwies sich eine Kühlung durch ein sehr breites, ringartiges Reservoir, in welchem fortwährend das Wasser der Wasserleitung durchfließt; auf der einen Seite ist der Zuleitungsschlauch, auf der andern der Ableitungsschlauch auf der Figur p. 568 ersichtlich; je nach Bedarf kann man das Wasser schneller oder langsamer durchfließen lassen. Tatsächlich hat bei einer Ofentemperatur von  $1200^{\circ}$  das Wasser im Reservoir ca.  $10^{\circ}$  C.

WRIGHT und LARSEN bilden im American Journal 1909, Januarheft, 27, ein Heizmikroskop ab, welches dem von mir im Jahre 1904 konstruierten sehr ähnlich ist, nur daß sie nicht die Linse kühlen, sondern den Ofen selbst, welcher übrigens mit meinem sonst vollkommen gleich ist. (Ich bemerke, daß die amerikanischen Autoren es nicht für notwendig gefunden haben, zu erwähnen, daß ihr Instrument dem meinen von 1904 gleicht, so daß der uneingeweihte Leser glauben muß, es läge hier etwas ganz Neues vor.) Ich ziehe die Kühlung der Linse der des Ofens vor, da durch letztere große Temperaturunterschiede an verschiedenen Teilen der Heizröhre hervorgerufen werden, wodurch eine starke Luftzirkulation in dieser verursacht wird, was die nötige Temperaturkonstanz beeinträchtigt. Abgesehen davon, daß auch die Haltbarkeit des Ofens durch solche Temperaturdifferenzen nicht gefördert wird, wirkt ja die Abkühlung direkt dem Zwecke des Ofens entgegen, ohne irgendwelche Vorteile zu bieten.

Vergrößerungen. — Sehr starke Vergrößerungen sind naturgemäß hier wegen des zu großen Abstandes des zu untersuchenden Gegenstandes ausgeschlossen; sie sind in vielen Fällen auch nicht nötig, nur bei Beobachtung der Kristallisationsvorgänge hoch schmelzender Stoffe, z. B. Silikate, Gesteine, Schlacken, sind sie sehr erwünscht, aber gerade in diesem Falle muß der höhere Ofen II angewendet werden, und bei diesem kann man nur von 25 bis 132 vergrößern; ich verwende 4 verschiedene Objektive und stärkere Okulare, namentlich 3, 4, 5.

Um die Vergrößerung zu steigern, wird in den Tubus ein zweites, stärkeres Mikroskop oben eingeschoben, so daß man dann unter Anwendung des ausgezogenen Tubus zur Maximalvergrößerung von 132, aber, falls das stärkste Objektiv angewendet wird, sogar auf 375 für Ofen I kommt. In den meisten Fällen genügen Vergrößerungen von 20 bis 80, und bei sehr hohen Temperaturen,  $1400-1600^{\circ}$ , sind stärkere Vergrößerungen nicht gut möglich.

Von großer Wichtigkeit ist insbesondere bei Bestimmung von Umwandlungspunkten, Kristallisationsbeobachtungen das Photographieren der verschiedenen Stadien. Der photographische Apparat ist horizontal, damit man rasch abwechselnd photographieren und beobachten kann, und auf dem Mikroskoptubus ein Prisma angebracht, welches gestattet, sowohl auf den photo-



graphischen Apparat als auch auf das Objekt einzuschalten. Um gute Bilder zu erhalten, ist es nötig, ein rotes Farbenfilter zu gebrauchen und auch rote Platten anzuwenden (am besten bewährten sich PERUZ-Platten). Es ist zweckmäßig, namentlich bei Schmelz- und Kristallisationsversuchen, in Intervallen von 50 zu 50<sup>0</sup> Bilder aufzunehmen, um die Veränderungen genau zu fixieren.

Sehr wichtig ist auch das Arbeiten mit Gasen, um Veränderungen, Schmelzen, Reaktionen in Gasen zu beobachten. Ein im Mikroskoptisch angebrachtes Nickelröhrchen ermöglicht den Zufluß eines beliebigen Gases; dieses kann durch ein zweites Röhrchen im obersten Teile des Ofens wieder abgeleitet werden. Bei Arbeiten mit Wasserstoffgas und ähnlichen Fällen, wo auch eine ganz geringe Diffusion vermieden werden soll, wird eine besondere Verschußplatte oben angeschraubt, die Quarzglasplatte hindert dann das Gas am Entweichen; außerdem hat der Ofen einen eigenen lackierten Mantel, welcher oben und unten mit Mennige gedichtet wird, so daß das Gas nicht entweichen kann.

### Personalialia.

Dr. George Thurland Prior, seit 1887 Assistent im Mineral Department des British Museum in London, ist von den Trustees zum Keeper of Minerals ernannt worden. Er ist der Nachfolger von L. Fletcher (vergl. dies. Centralbl. 1909 p. 444).

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

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

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

Jahr/Year: 1909

Band/Volume: [1909](#)

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

Artikel/Article: [Heizmikroskop mit elektrischer Heizung. 567-571](#)