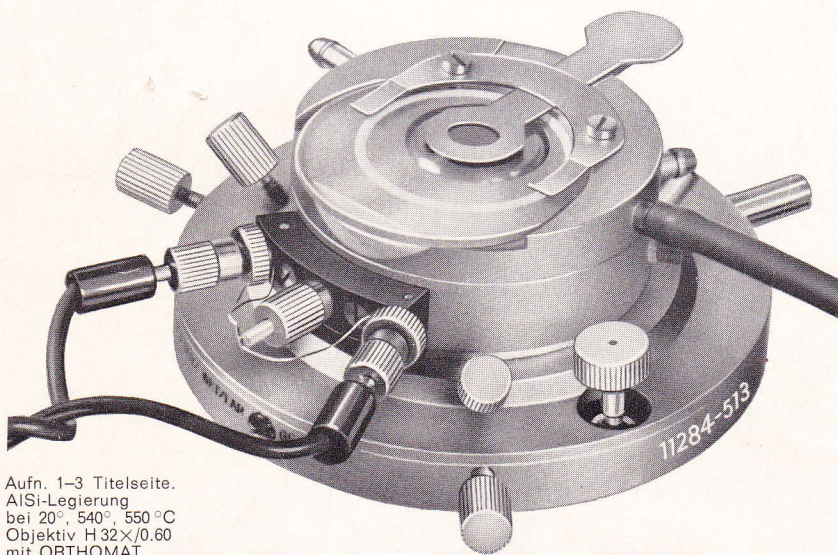


LEITZ - Mikroskop - Heiztisch 1350°

für die Hochtemperatur-Mikroskopie im Durch- und Auflicht



Aufn. 1-3 Titelseite.
AlSi-Legierung
bei 20°, 540°, 550 °C
Objektiv H32X/0.60
mit ORTHOMAT
Aufnahmen: R. Anschütz,
Wiss. Abt. LEITZ-Werke

Anwendungsbereich

Mikroskopische Untersuchungen von festen oder flüssigen Substanzen unter natürlicher oder Schutzgasatmosphäre bei Temperaturen bis 1350 °C
z. B. Identitäts- und Reinheitsprüfung von anorganischen Salzen durch Schmelzpunktbestimmung.
Bestimmung eutektischer Temperaturen mit Testsubstanzen.
Ermittlung von Rekristallisations- und Sublimationstemperaturen.
Durchführung quantitativer Analysen höher schmelzender Stoffgemische durch Zustandsdiagramme.
Beobachtung von Modifikationserscheinungen.

1591
396
1203

513-73

Aufbau und Funktion

Der wassergekühlte Mikroskop-Heiztisch 1350° ist für Auf- und Durchlichtbeobachtung gebaut. Er ist in Verbindung mit unseren Mikroskopen METALLUX®, ORTHOLUX® und PANPHOT® verwendbar und wird dort auf den Objektisch gesetzt, der mit zwei Bohrungen für die Befestigungsschrauben zu versehen ist. Geheizt wird mit Niederspannung über einen Regeltransformator mit Feinregulierung. Durch laufendes Einregulieren auf die maximale Stromstärke von ca. 18 A bei 12 V Betriebsspannung ist es möglich, die Höchsttemperatur in ca. 2½ Minuten zu erreichen. In der auswechselbaren Heizpatrone befindet sich eine Metallaufgabe für Objektträger aus Saphir, Sintertonerde oder Platin, außerdem können zur Untersuchung von Schmelzen auch Platintiegel eingesetzt werden. Probe und Kessel sind durch eine um 360° drehbare Platte aus Quarzglas abgedeckt. Ist die Fläche über der Probe zugekühlt, so kann sie durch geringfügiges Drehen der Platte durch ein sauberes Flächenelement ersetzt werden. Außerdem schließt die Quarzglasplatte den Heiztisch gasdicht ab, so daß auch Beobachtungen unter Schutzgasatmosphäre möglich sind. Das Schutzgas

wird über eine Gaswaschflasche in den Heiztisch eingelassen. Zur Messung der Temperatur dient ein Thermoelement. Als Meßinstrument wird ein Galvanometer der Güteklasse 0,5 mit einer Ablesemöglichkeit bis 1400 °C geliefert, jedoch sollte eine Spitzenbelastung des Tisches über 1350 °C hinaus grundsätzlich vermieden werden. Im Tischunterteil befinden sich zwei Zentrierschrauben zur Orientierung des Objektes. Mit zwei weiteren Zentrierschrauben läßt sich die Probe auch parallel zur Oberfläche des Tisches ausrichten.

Einzelne Bauelemente

Kessel

An dem doppelwandigen Kessel befinden sich außen die beiden Schraubanschlüsse für die Stromzuführung und die Anschlußbuchsen für das Meßinstrument sowie zwei Tüllen für die Kühlung des Heiztischunterteils und ein Anschlußstutzen zur Schutzgasspülung. Die Kesselwände sind mit Bohrungen für das Thermoelement und die beiden stromführenden Leitungen versehen. Thermoelement und Stromzuführung sind durch keramische Isolierungen kurzschlußsicher verlegt. Oben und unten wird der Kessel durch ein Quarzglasfenster gasdicht abgeschlossen.

Heizelemente und Wasserkühlung

Die Heizpatrone ist auswechselbar und mit einem keramischen Gewinde zur Aufnahme des Heizdrahtes aus Platin-Rhodium versehen. Diese Anordnung bietet neben völliger Kurzschlußsicherheit noch den Vorteil größtmöglicher Lebensdauer. In Laboratoriumsversuchen wurde bei 1350 °C Dauerbelastung* eine mittlere Lebensdauer von über 50 Stunden erzielt. Am oberen Ende der Heizpatrone befindet sich eine Metallaufgabe** für die Objektträger bzw. Platintiegel. Die Aufheizgeschwindigkeit beträgt im Normalfall 4–6 °C/min. Es kann aber je nach Verwendungszweck auch wesentlich schneller aufgeheizt werden (max. 1350 °C in ca. 2½ min.).

Entsprechend den unterschiedlichen Problemstellungen ist die Abkühlgeschwindigkeit des Mikroskop-Heiztisches in weiten Grenzen regelbar, z. B. von Höchsttemperatur auf 150 °C in ca. 5 min. Durch Einlassen von Schutzgas kann die Abkühlung noch beschleunigt werden.

* Wir empfehlen jedoch eine Dauerbelastung nicht über 1300 °C hinaus, da sich hierbei die Lebensdauer der Heizpatrone erheblich verlängert.

** Für die Aufnahme der Tiegel ist eine besondere Metallaufgabe vorgesehen.

© = registriertes Warenzeichen

Abb. 4
Grobkristalliner Tantal bei 20 °C
Obj. 10X/0.18 mit ORTHOMAT
Aufn.: R. Anschütz, Wiss. Abt. LEITZ-Werke.



Abb. 5
Wachstum der Oxydhäute
nach 5 min bei 350 °C



Abb. 6
Wachstum der Oxydhäute
nach 10 min bei 350 °C



Materialproben und Objektträger

Eine kleine Menge des zu untersuchenden Probematerials (Substanzen in fester, pulverförmiger Form etc.) wird auf den Objektträger aus Saphir, mit dem der Heiztisch in der Grundausrüstung bestückt ist, gebracht. Mit diesem Objektträger läßt sich bei ausgezeichneter Transparenz die volle Leistung des Heiztisches im Durchlicht bis 1350 °C ausnutzen. Für Untersuchungen im Auflicht wird mit Vorteil ein Objektträger aus Sinter-tonerde benutzt. Diese Objektträger sind billig, so daß sie nach Gebrauch durch einen neuen ersetzt werden können. Für Arbeiten im Auflicht, bei denen Objektträger und Probe nicht miteinander reagieren dürfen, stehen zwei verschiedene Platintiegel zur Verfügung. Platintiegel sind auch für die Untersuchung von Schmelzen geeignet.

Thermoelement und Meßgerät

Für Untersuchungen bis 1350 °C wird der Mikroskop-Heiztisch mit einem Thermoelement aus Platin-Rhodium geliefert. Das Thermoelement ist metallisch mit der Objektträgerauflage zu einer Einheit verbunden. Durch diese Form der Temperaturübertragung wird eine zuverlässige Messung der in Probennähe effektiv vorhandenen Temperatur gewährleistet. Als Meßinstrument dient ein Galvanometer mit einer Ablesemöglichkeit bis 1400 °C. Eine Dauerbelastung des Tisches über 1300 °C hinaus sollte vermieden werden.

Zentriervorrichtungen zum Orientieren und Ausrichten des Objektes

Der Heiztisch besitzt eine im Unterteil eingebaute Zentriervorrichtung zum Orientieren der Objekte mit einem Verstellbereich von ± 3 mm. Mit zwei weiteren Zentrierschrauben läßt sich die Probe auch parallel zur Oberfläche des Tisches ausrichten. Dies ist wichtig, wenn sich bei höheren Temperaturen die Oberfläche der Probe verwirft oder lokal aufschmilzt.

Heiztisch-Oberteil

Das abschraubbare, doppelwandige Oberteil des Heiztisches enthält die Strahlungsschutzplatte mit der darüberliegenden, planparallelen Quarzglasplatte. Die Quarzglasplatte ist drehbar, so daß bei Sichtbehinderung durch verdampfte Substanzen schnell ein neues Flächenelement in den Strahlungsgang gebracht werden kann. Dabei bleibt der Kessel stets gasdicht abgeschlossen. Ein verschiebbarer Blendenlöffel über der Quarzglasplatte kann als zusätzlicher Strahlungsschutz verwendet werden.

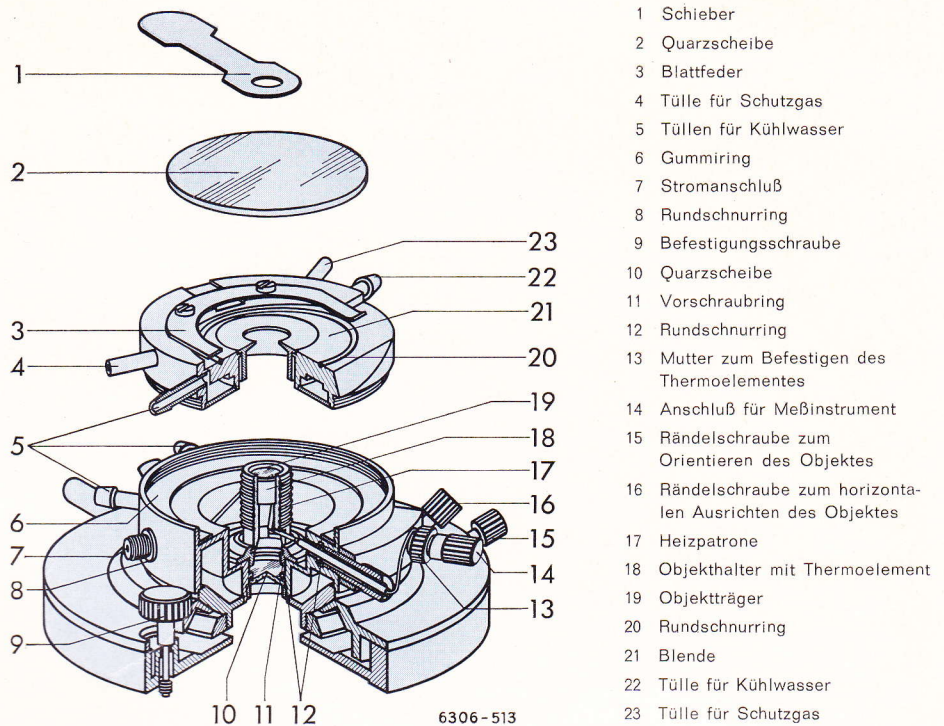


Abb. 7 Querschnitt durch den Heiztisch 1350°

Optische Ausrüstung

Kondensor

Der Heiztisch gestattet keine hohen Beleuchtungsaperturen. Außerdem erfordert er einen Kondensor mit großem Arbeitsabstand. Beide Forderungen erfüllt unser Großfeldkondensor OPWUP, der auch zur Beobachtung feiner Kristalle mit dem Objektiv H 32 \times /0.60 im Durchlicht vollkommen ausreicht.

Okulare

Periplan 10 \times M, GF 16 \times , GF 25 \times

Objektive*

Für Hellfeld im Auf- und Durchlicht

5 \times /0.09**
10 \times /0.18
H 20 \times /0.40
H 32 \times /0.60

Für Hellfeld im Auf- und Durchlicht sowie Phasenkontrast-Auflicht in Verbindung mit dem Phaco-Opak zum Metallmikroskop METALLUX

Phaco 5 \times /0.09
Phaco 10 \times /0.18
Phaco H 20 \times /0.40
Phaco H 32 \times /0.60

Diese Objektive sind am unveränderten Phaco-Opak des METALLUX zu verwenden.

Eichung

Zur Kontrolle der einwandfreien Funktion des Heiztisches und des Meßinstrumentes empfiehlt sich eine Eichung mit Hilfe geeigneter chemisch reiner Substanzen.

Wir schlagen vor:

Für 115 °C durch den Schmelzkörper Nr. 9715 der Fa. Merck, Darmstadt

394 °C durch Kaliumbichromat pro analysi
593 °C Bariumnitrat pro analysi
870 °C Lithiumfluorid pro analysi
961 °C Silber
1063 °C Gold
1083 °C Kupfer

} reinst

* Im Auf- und Durchlicht werden Objektive für Tubus ∞ verwendet.

** In der Kombination 5 \times /0.09 mit dem Okular Periplan 10 \times M am METALLUX wird das Sehfeld durch die obere Öffnung des Ofens eingeschränkt.



Abb. 8 Leucit ist ein pseudokubischer Kristall, der aus feinsten Lamellen aufgebaut ist. Im polarisierten Licht treten diese deutlich hervor.

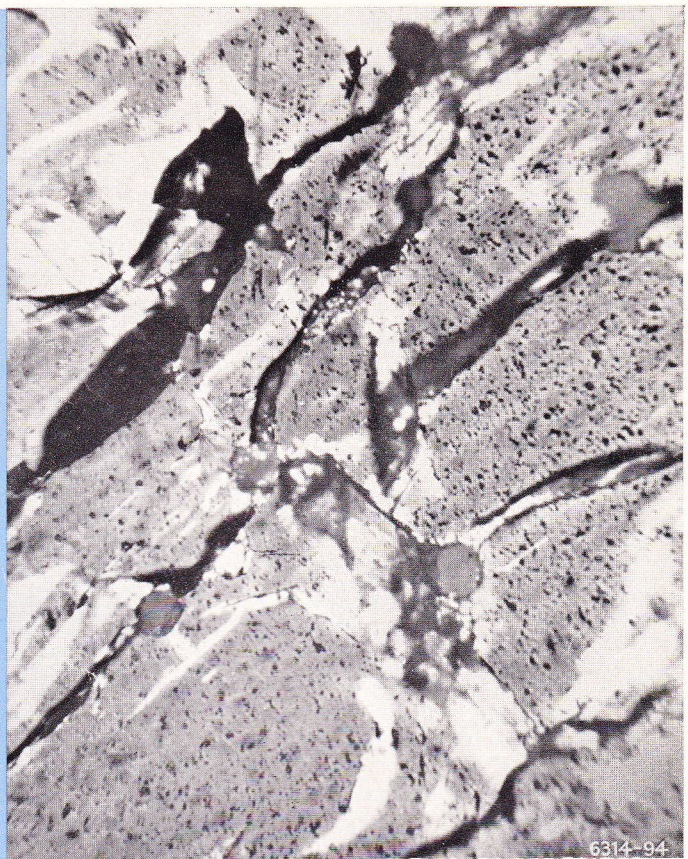
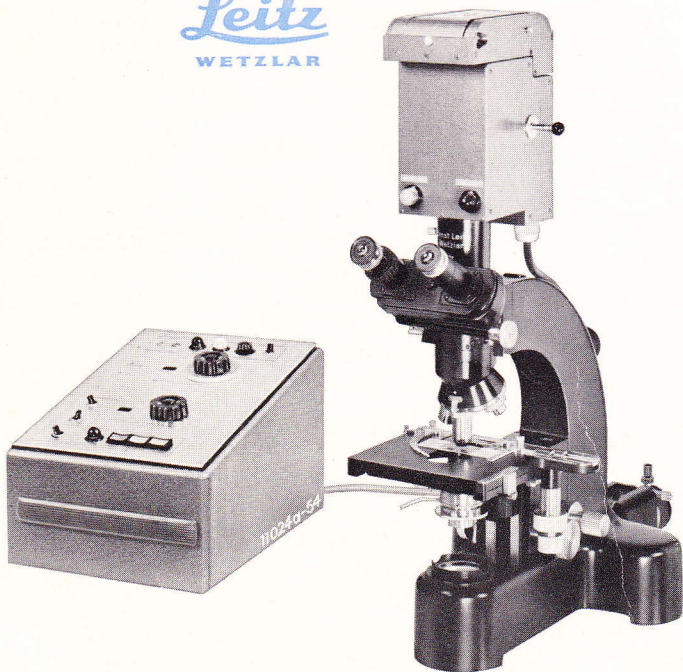


Abb. 9 Beim Erhitzen verringert sich die Doppelbrechung und bei 620 °C (Abb. 9) wird Leucit wirklich kubisch und damit isotrop. Objektiv P 10/0.25 mit ORTHOMAT.

Leitz
WETZLAR



Vollautomatische Mikroskopkamera ORTHOMAT®

Die Schwierigkeiten mikrophotographischer Dokumentation bei schnellveränderlichen Objekten sind jedem Mikroskopiker hinreichend bekannt. Wie oft konnte eine wichtige Phase nicht im Bild festgehalten werden, weil die Bedienung der photographischen Kamera zu viel Zeit in Anspruch nahm. So unterblieb entweder die Aufnahme oder es waren zumindest zeitraubende Wiederholungen notwendig. Besonders kritisch sind die Verhältnisse bei Dokumentationen in der Hochtemperaturmikroskopie, in der neben schnell aufeinander folgenden Phasen auch erhebliche Helligkeitsschwankungen auftreten können. Die neue vollautomatische Mikroskopkamera ORTHOMAT für LEICA-Format 24×36 mm beseitigt diese Schwierigkeiten in einfachster Weise. Allein durch Niederdrücken einer Taste werden alle für die Aufnahme erforderlichen Funktionen ausgelöst. Der Mikroskopierende kann sich also ganz auf die Beobachtung konzentrieren und dennoch jede wichtige Beobachtungsphase photographisch festhalten. Helligkeitsänderungen des Objektes während der Aufnahme werden automatisch erfaßt, so daß also in jedem Fall die Aufnahme richtig belichtet ist. Die Mikroskopkamera ORTHOMAT läßt sich mit jedem modernen LEITZ-Mikroskop verwenden. Über Einzelheiten unterrichtet unsere Liste 54-20.

Änderungen in Konstruktion und Ausführung vorbehalten.

ERNST LEITZ GMBH WETZLAR

Liste 513-73

Printed in Germany

VIII/62/LX/SD