

REICHERT

GEBRAUCHS ANWEISUNG

Heiztisch No 182 f

OPTISCHE WERKE

C. REICHERT

WIEN 107/17, HERNALSER HAUPTSTR. 219

(EINGANG: URBANGASSE 6)

OPTICAL WORKS
Vienna 107/17, Germany

ATELIERS D'OPTIQUE
Vienne 107/17, Allemagne

Gebrauchsanweisung

für den Mikroschmelzpunkt- und Sublimationsapparat Nr. 182 f.

Teileverzeichnis :

- 1.) Metalldose des Heiztisches mit eingebauter elektrischer Heizeinrichtung.
- 2.) Quecksilberthermometer von 0° - 360°.
- 3.) Bohrungen zur Aufnahme von Sublimationsnöpfchen.
- 4.) Hochglanz polierte, geschwärzte Metallplättchen zur Aufnahme des Präparates.
- 5.) Anschluss für die elektrische Heizung.
- 6.) Abdeckglasplatte.
- 7.) Auflegelupe zur Temperaturablesung.
- 8.) Eternitplatte als Unterlage und zur Verschiebung des Heiztisches während der mikroskopischen Beobachtung.
- 9.) Pinzette zum Auflegen der Deckgläschen auf das geschwärzte Metallplättchen oder auf die Sublimationsnöpfchen.
- 10.) Regulierwiderstand mit Ampèremeter.
- 11.) Verbindungskabel vom Heiztisch zum Widerstand.
- 12.) Verbindungskabel vom Widerstand zur Wandsteckdose.

I. Verwendungszweck des Apparates :

Der Mikroschmelzpunkt- und Sublimationsapparat nach L. Fuchs ist ein Behelf zur physikalischen Analyse. Er dient einerseits zur Identifizierung kleinster Substanzmengen, durch Bestimmung des Schmelzpunktes bei gleichzeitiger mikroskopischer Beobachtung, anderseits zur Bestimmung von Sublimationstemperaturen, zur Reinigung oder Isolierung von Stoffen durch Sublimation bei bestimmten Temperaturen, wie überhaupt zur Feststellung mikroskopisch erkennbarer Veränderungen einer Substanz während des Erhitzens innerhalb des Temperaturbereiches von ca. 30°C bis 360°C .

Die mikroskopische Beobachtung erfolgt durchwegs bei seitlicher Beleuchtung in der Aufsicht (Auflicht).

In der präparativen organischen Chemie, bei der Darstellung und Untersuchung oft nur in sehr geringer Menge vorhandener Stoffe, und in der chemischen Toxikologie bietet die Mikroschmelzpunktbestimmung - eventuell in Verbindung mit der Mikrosublimation - nicht nur an sich grosse Vorteile gegenüber anderen Methoden, sondern stellt oft die einzige Möglichkeit dar, eine Substanz zu identifizieren.

II. Beschreibung des Apparates :

1.) Der Heiztisch.

Der Heiztisch besteht aus einer elektrisch geheizten Metallplatte, die in einer Metalldose eingebaut ist. Die Dose enthält den Heizkörper; ihre Grundplatte trägt drei Asbestfüsschen und ist ausserdem durch eine isolierende Zwischenschicht gegen eine allzu starke Hitzeausstrahlung abgeschirmt.

Die vom Rand der Dose überragte Metallplatte ist mit einer Nut zur Aufnahme des Thermometers versehen und besitzt ausserdem zwei geschwärzte zylindrische Bohrungen von 12 mm Durchmesser und 2 bzw. 3 mm Tiefe. Diese Ausnehmungen dienen zur Aufnahme kleiner Sublimationsnöpfchen aus Glas.

Gegen die Aussenluft ist der Apparat durch eine auflegbare Glasplatte mit mattiertem Rand geschützt.

Die Temperatur an der Oberfläche der Metallplatte wird mit einem Quecksilberthermometer gemessen, das in der oben er-

wähnten Nut der Metallplatte eingebaut ist. Die Quecksilberampulle des Thermometers befindet sich nahezu in der Mitte der Platte. Die Temperaturskala ist kreisförmig angeordnet und umfasst ein Temperaturbereich von 0° bis 360° C.

Als Unterlage für die zwischen zwei Deckgläschen befindliche Substanz dient bei der Mikroschmelzpunktbestimmung ein geschwärztes, auf Hochglanz poliertes Metallplättchen von 25 x 25 mm, das bei seitlichem Auflicht die Konturen der Substanzteilchen gegen den dunklen Hintergrund hell aufleuchten lässt.

Zum Auflegen der Deckgläschen auf das geschwärzte Metallplättchen ist dem Apparat eine hierzu geeignete Pinzette beigegeben.

Das Absuchen des Objektfeldes, wie überhaupt die Einstellung des Heiztisches in jede beliebige Lage erfolgt durch Verschiebung der rechteckigen Eternitplatte (10 x 20 cm), auf welcher der Heiztisch ruht. (Siehe Abschnitt III und IV.)

Die zwei Steckstifte dienen zur Aufnahme des Verbindungskabels von Heiztisch zum Regulierwiderstand.

2.) Der Regulierwiderstand mit Ampèremeter.

Der Regulierwiderstand wird einerseits an den Heiztisch, mittels Verbindungskabel, andererseits mit dem zweiten Kabel an die Netzleitung angeschlossen.

Der Widerstand ist als Einheitswiderstand für die drei gebräuchlichsten Netzspannungen von 110, 150 und 220 Volt gebaut und hat auf seiner Rückseite vier Steckstifte, die paarweise je einer der genannten Netzspannungen entsprechen. Die zusammengehörigen Steckstifte sind mit einer Klammer, bei welcher die Spannung angegeben ist, bezeichnet; die Kupplung des Kabels ist also immer an jenes Steckstiftepaar zu stecken, das der tatsächlich vorhandenen Netzspannung entspricht !

Der Regelwiderstand enthält weiters noch einen Schalter zum Ein- und Ausschalten des elektrischen Stromes.

III. Das Aufstellen der Apparatur :

1.) Mikroskopisch.

Das zu verwendende Mikroskop muss mit einem Metall-Objekt-tisch versehen sein. Ein Hartgummitisch ist ungeeignet, da er durch die Hitze Schaden leiden würde.

2.) Mikroskopkondensor.

Der etwa vorhandene Mikroskopkondensor ist zweckmässig et-
was zu senken, um eine Beschädigung der Optik beim Verschie-
ben des Apparates am Mikroskopisch während der Arbeit si-
cher zu vermeiden.

3.) Präparatklemmen.

Die Präparatklemmen sind vom Mikroskopisch zu entfernen.

4.) Aufstellen des Heiztisches.

Auf dem Mikroskopisch wird zunächst zur Erhöhung der Rei-
bung ein Rundfilter von 9 - 10 cm Durchmesser und darauf die
Eternitplatte derart aufgelegt, dass sie zu beiden Seiten des
Mikroskopisches ungefähr gleichweit hervorragt. Dann schraubt
man den Mikroskoptubus hoch und stellt den Heiztisch - in der
durch die Beschriftung des Thermometers gegebenen Lage - in
die Mitte der Eternitplatte.

Die Beschriftung der Temperaturskala des Thermometers ist so
angeordnet, dass die Zahlen auf dem vom Beobachter entfern-
ter liegenden Halbkreis auf der Innenseite, auf dem dem Beob-
achter näher liegenden Halbkreis auf der Aussenseite des
Thermometers eingätzt sind. Bei richtiger Aufstellung des
Heiztisches sind daher die Temperaturzahlen in richtiger
Lage ablesbar.

5.) Beleuchtungsvorrichtung.

Zur Beleuchtung kann jede normale Tischlampe verwendet wer-
den. Steht eine Mikroskopierlampe zur Verfügung, so wird man
zweckmässig diese benutzen.

6.) Mikroskop-Optik.

Die Optik ist nach der gewünschten Gesamtvergrößerung zu
wählen. Da jedoch ein bestimmter Objektstand nicht unter-
schritten werden kann, ist ein stärkeres Objektiv als Reichert-
Achr.3, Eigenvergrößerung 10 x, nicht zulässig. In Verbin-

dung mit einem Huygens-Okular 10 x gibt dieses Objektiv eine Gesamtvergrößerung von 100 x, die im allgemeinen vollständig ausreicht.

Zur Erzielung noch stärkerer Gesamtvergrößerungen können Huygens-Okulare oder orthoskopische Okulare mit stärkerer Eigenvergrößerung benutzt werden.

Empfehlenswert ist die Verwendung eines Reichert-Achromatobjektives 3e, eines hitzefesten Spezialobjektives mit unverkitteten Linsen. Die Eigenvergrößerung dieses Objektivs ist ebenfalls 10 x.

7.) Verbindung des Heiztisches mit Widerstand und Netz.

Der Anschluss des Heiztisches an den Widerstand und des Widerstandes an das Netz erfolgt unter Beachtung des im Abschnitt II dieser Gebrauchsanweisung Gesagten. Die Anschlussstifte am Widerstand für die Verbindung zum Heiztisch sind mit H.T. bezeichnet.

IV. Allgemeines über die Arbeitsweise mit dem Mikroschmelzpunkt- und Sublimationsapparat :

1.) Beobachtungsweise und Beleuchtung.

Die Beobachtung der zu schmelzenden Kristalle und der sich bei Sublimationsversuchen auf dem als Vorlage dienenden Deckgläschen bildenden Beschläge erfolgt im auffallenden Licht. Die Kristalle bzw. die nach dem Schmelzen entstandenen Tröpfchen treten dabei auf dunklem Grunde hell leuchtend hervor. Das auffallende Licht wird einfach durch Beleuchtung des Heiztisches mit einer seitwärts stehenden Mikroskopierlampe von schräg oben erzielt. Wie bereits erwähnt, kann hierzu auch eine normale Tischlampe verwendet werden, deren nach oben ausgestrahlte Licht abgeschirmt ist. Das Licht soll nicht steil, sondern möglichst schräg von oben auf den Heiztisch fallen.

Die Entfernung der Lichtquelle vom Heiztisch ist vor allem von der Lichtstärke der Lampe abhängig, soll aber im allgemeinen nicht weniger als 15 cm betragen.

Die seitlich aufgestellte Lampe liefert gleichzeitig auch das für die Ablesung der Temperatur notwendige Licht. Nur

bei Verwendung einer kleinen Type einer Mikroskopierlampe ist eine beliebige zusätzliche Beleuchtung bezw. eine gute Beleuchtung des Arbeitsraumes notwendig.

Bei gutem Tageslicht kann ohne jede künstliche Lichtquelle gearbeitet werden.

2.) Aufbringen der Substanz zur Mikroschmelzpunktbestimmung.

Die Substanz, deren Schmelzpunkt bestimmt werden soll, wird auf ein Deckgläschen (Grösse höchstens 20 x 20 mm, Dicke 0.1 - 0.2 mm) aufgebracht und mit einem Deckgläschen derselben Grösse bedeckt. Die benötigte Substanzmenge ist sehr gering; ja es ist geradezu schlecht, viel Substanz zu verwenden. Häufig genügt etwa ein Millionstel Gramm oder noch weniger. Nur bei Substanzen, die unterhalb des Schmelzpunktes leicht flüchtig sind, ist es notwendig etwas mehr zu nehmen. Grössere Kristalle oder gröbere Partikelchen müssen entsprechend zerkleinert werden. Eine vorausgehende Trocknung der Substanz im Exsikkator ist in der Regel nicht notwendig, da geringe Mengen von Feuchtigkeit beim Erwärmen aus der Substanz zwischen den beiden Deckgläschen leicht entweichen können.,

Handelt es sich um die Mikroschmelzpunktbestimmung eines Mikrosublimates, so wird das Deckglas mit dem anhaftenden Sublimat, die Kriställchen nach oben, mit einem Deckglas gleicher Grösse bedeckt.

Die genau übereinander liegenden Deckgläschen mit der dazwischen befindlichen Substanz werden mit der dem Apparat beigegebenen Pinzette auf das bereits auf dem Heiztisch liegende geschwärzte Metallplättchen (polierte Fläche nach oben) gelegt. Durch Verschieben des ganzen Heiztisches mittels der Eternitplatte bringt man die Substanz genau unter das Objektiv des Mikroskopes und überzeugt sich durch Senken des Mikroskoptubus (bei gleichzeitigem Einblick) von der richtigen Lage des Präparates. Nun schiebt man die Abdeckglasplatte, nachdem man den Tubus etwas gehoben hat, von der Seite über den Rand der Heiztischdose und senkt wieder bei gleichzeitigem Einblick den Mikroskoptubus vorsichtig, bis die Kristalle deutlich sichtbar werden.

3.) Aufbringen der Substanz zur Mikrosublimation.

Die Sublimation einer festen Substanz kann entweder zwischen Deckgläschen, wie auch mit Hilfe der Sublimationsnöpfchen ausgeführt werden. Im ersten Falle arbeitet man wie bei der

Schmelzpunktbestimmung über dem geschwärzten Metallplättchen und legt zumindest auf zwei gegenüberliegende Ränder des unteren Deckgläschens, das die Substanz - sei es als Pulver, sei es als unreines Sublimat (Unsublimation) - enthält, schmale Glasstreifen, auf die dann als Vorlage das zweite Deckgläschen aufgelegt wird. Die Dicke der Glasstreifen richtet sich nach der gewünschten Sublimationshöhe (Deckglas- bis Objektträgerdicke). Man kann selbstverständlich auch mit Glasringen arbeiten.

Liegt jedoch die Lösung einer Substanz vor, die durch Sublimation von allenfalls vorhandenen Verunreinigungen getrennt und der Schmelzpunktbestimmung zugänglich gemacht werden soll, dann verwendet man die Sublimationsnäpfcchen. Als Lösungsmittel werden meist niedrig siedende organische Flüssigkeiten (Aether, Chloroform etc.) in Betracht kommen, jedenfalls sind sie anderen Lösungsmitteln mit höherem Siedepunkt vorzuziehen. Das Sublimationsnäpfcchen aus Glas wird in die entsprechende Bohrung des Heiztisches gestellt und der Heiztisch auf eine etwas höhere Temperatur gebracht als dem Siedepunkt des verwendeten Lösungsmittels entspricht. Nun bringt man die Lösung aus einer Kapillare in kleinen Tropfen in die Mitte des erwärmten Näpfcchens. Dabei muss jeder Tropfen sofort verdunsten. Nach dem vollständigen Verdunsten der Lösung legt man mit der Pinzette ein Deckglas auf das Näpfcchen, verschiebt mittels der Eternitplatte den Heiztisch soweit, dass der Rand des Glasnäpfcchens gerade unter das Objektiv des Mikroskopes zu liegen kommt und scharf zu sehen ist. Dadurch hat man gleichzeitig das Mikroskop auf die Unterseite des Deckgläschens eingestellt und kann nach einer kleinen weiteren Verschiebung des Apparates, welche die Mitte des Näpfcchens unter das Mikroskopobjektiv bringt, beim weiteren Erhitzen (Temperatursteigerung) leicht feststellen, ob sich bereits ein Sublimationsbeschlag bildet bzw. wie dieser beschaffen ist. Mit der Pinzette ist es leicht möglich, die als Vorlage dienenden Deckgläschen auf dem heissen Apparat auszuwechseln, falls dies notwendig sein sollte (Fraktionierte Sublimation). Durch Auflegen eines befeuchteten Filtrierpapierstückchens, dem in der Mitte ein Loch ausgeschnitten wurde (zur Beobachtung), kann das Deckgläschen auch etwas gekühlt werden.

Sublimationen können mit oder ohne aufgelegter Abdeckplatte ausgeführt werden. Wird bei Temperaturen, die wesentlich über 100° liegen, sublimiert, so ist es zweckmässig, den Apparat wenigstens teilweise mit der Glasplatte abzudecken, um die starke Wärmeausstrahlung von der Mikroskopoptik abzuhalten.

4.) Die Temperaturablesung.

Die Temperaturablesung erfolgt mit Hilfe der Auflegelupe, die auf der Abdeckglasplatte längs des Thermometers verschoben wird. Um bei gleichzeitigem Einblick in das Mikroskopokular mit dem anderen Auge die Temperatur ablesen zu können, dreht man den ganzen Heiztisch mittels der Eternitplatte so weit, dass das Ende des Quecksilberfadens, also der abzulesende Temperaturbereich, gerade unterhalb dieses Auges zu liegen kommt.

5.) Temperaturanstieg.

Der Temperaturanstieg wird am besten so geregelt, dass ungefähr innerhalb der letzten 5 bis 10° vor dem zu erwartenden Schmelzpunkt die Temperatur nur etwa 2° pro Minute steigt. Unterhalb dieses Grenzbereiches wird man im allgemeinen - um Zeit zu sparen - rasch erhitzen, z.B. 10 bis 20° und mehr in der Minute, doch muss man rechtzeitig, d.h. wenn das Thermometer noch eine um etwa 15 - 20° niedrigere Temperatur zeigt, als dem zu erwartenden Schmelzpunkt entspricht, die am Ampèremeter des Widerstandes ablesbare Stromstärke soweit herabsetzen, dass der richtige Temperaturanstieg eingehalten werden kann. Wird dann der Temperaturanstieg langsamer als 2° pro Minute, ohne dass der Schmelzpunkt der Substanz erreicht ist, erhöht man die Stromstärke wieder in einem entsprechenden Ausmasse.

Als Anhaltspunkt für die mit den verschiedenen Stromstärken erreichbaren Temperaturbereiche, in denen nur eine Temperatursteigerung von etwa 1 - 2° pro Minute eintritt, kann folgende Stromstärketabelle benützt werden :

Stromstärke	Temperaturbereich	Stromstärke	Temperaturbereich
0.6 Amp.	40 - 50 Grad	1.6 Amp. ...	195 - 210 Grad
0.7 "	50 - 60 "	1.7 "	210 - 225 "
0.8 "	60 - 75 "	1.8 "	225 - 240 "
0.9 "	75 - 90 "	1.9 "	240 - 260 "
1.0 "	90 - 105 "	2.0 "	260 - 280 "
1.1 "	105 - 120 "	2.1 "	280 - 300 "
1.2 "	120 - 135 "	2.2 "	300 - 315 "
1.3 "	135 - 155 "	2.3 "	315 - 330 "
1.4 "	155 - 175 "	2.4 "	330 - 350 "
1.5 "	175 - 195 "		

Ist also z.B. zu erwarten, dass der zu messende Schmelzpunkt bei etwa 150° liegt, so stellt man zunächst den Widerstand - je nach der gewünschten Raschheit des Temperaturanstieges - auf eine Stromstärke ein, mit der eine entsprechend höhere Temperatur erreicht werden könnte. Zeigt das Thermometer auf etwa 135° , dann stellt man den Widerstand auf 1.3 Ampère d.h. so ein, dass die Temperatursteigerung bis zum Schmelzpunkt nicht mehr als 2° pro Minute beträgt.

Bei leicht flüchtigen Substanzen ist ein möglichst rasches Erhitzen unterhalb des Schmelzpunktes besonders empfehlenswert. Man kann in solchen Fällen auch im Bereich des Schmelzpunktes die Temperatur um $3 - 4^{\circ}$ pro Minute steigern, ohne dadurch die Genauigkeit der Bestimmung wesentlich zu gefährden.

Liegt der Schmelzpunkt einer Substanz sehr niedrig, z.B. bei 35° , so kann man, falls kein entsprechender Zusatzwiderstand vorhanden ist, eine Temperatursteigerung von nur 2° in der Minute in der Weise erreichen, dass man mit der kleinsten einstellbaren Stromstärke (0.6 Am.) arbeitet, den Strom aber immer, wenn die Temperatur zu rasch steigen sollte, unterbricht.

Bevor ein neuer Heiztisch in Verwendung genommen wird, ist es zweckmässig, den Apparat offen - also ohne Abdeckplatte - etwa eine halbe Stunde auf ungefähr 150° anzuheizen, um ein Beschlagen der Abdeckglassplatte mit Wassertröpfchen während des späteren Arbeitens zu vermeiden.

V. Allgemeine Richtlinien für die Untersuchung von Substanzen.

1.) Besprechung des Schmelzvorganges.

Als Schmelzpunkt wird jene Temperatur bezeichnet und am Thermometer abgelesen, bei der gerade alle Kriställchen geschmolzen sind.

Nur bei verhältnismässig wenigen Substanzen bleiben die Kristalle und Partikelchen unter dem Mikroskop bis zum Eintritt des Schmelzens unverändert. Bei den meisten Substanzen sieht man während des Erhitzens vor dem Erreichen des Schmelzpunktes verschiedene Veränderungen, die darin bestehen, dass die Substanz sich umlagert und vor allem, dass sie vom unteren Deckglas auf die Unterseite des oberen Deckglases sublimiert.

Diese Sublimation kann erst unmittelbar vor dem Erreichen des Schmelzpunktes oder schon viele Grade vorher erfolgen. Das Aussehen und die Form dieser Sublimatate kann verschieden sein, neben kristallinen Sublimataten kommen auch Tröpfchen vor (nicht mit Schmelztröpfchen verwechseln). In manchen Fällen sublimiert nur ein Teil, in anderen Fällen die Gesamtmenge der Substanz auf die Unterseite des oberen Deckglases. Im letzteren Falle sieht man nur die Sublimatate schmelzen, im ersteren Falle sowohl die ursprüngliche Substanz wie die Sublimatate.

Bei der Schmelzpunktbestimmung unter dem Mikroskop kann man demnach, abgesehen von allen anderen Vorteilen auch bei einer reinen einheitlichen Substanz mehr charakteristische Eigenschaften erkennen, als bei der üblichen Makrobestimmung im Kapillarröhrchen.

2.) Kristallwasserabgabe.

Das Entweichen von Kristallwasser lässt sich bei der Mikroschmelzpunktbestimmung oft deutlich verfolgen. Häufig kann man dies an dem Trübwerden der vorher klaren und durchsichtigen Kristalle erkennen.

Während der Schmelzpunktbestimmung (ebenso bei Sublimationen) können durch Verschieben des Heiztisches mittels der Eternitplatte leicht alle Substanzteilchen der Beobachtung zugeführt werden.

3.) Unreine Substanzen und Substanzgemische.

Bei unreinen Substanzen oder Substanzgemischen lassen sich durch die Mikroschmelzpunktbestimmung oft wertvolle Feststellungen machen. Manchmal kann man erkennen, dass zweierlei Substanzen mit verschiedenen Schmelzpunkt vorhanden sind. Um dies zu ermöglichen, sorgt man dafür, dass die einzelnen Kriställchen und Partikelchen im mikroskopischen Präparat möglichst weit auseinander liegen und sich nicht berühren. Bisweilen sublimiert bei der Schmelzpunktbestimmung die eine Substanz an die Unterseite des oberen Deckglases, während die andere auf dem unteren Deckglas zurückbleibt. In anderen Fällen kann man durch Mikrosublimation mehrere Substanzen eines Gemisches trennen (Fraktionierte Sublimation) und die Sublimatate dann getrennt der Schmelzpunktbestimmung unterwerfen. Man kann für die Untersuchung von unreinen Substanzen mit dem Mikroschmelzpunkt- und Sublimationsapparat naturgemäss kein allgemein giltiges Schema angeben; es soll hier nur betont werden, dass die Methode für diesen Zweck bei einiger Erfah-

rung sehr leistungsfähig ist.

4.) Zersetzungserscheinungen.

Bei Substanzen, die unter Zersetzung schmelzen, leistet die Mikromethode ebenfalls mehr als die übliche Makrobestimmung. Ein grosser Vorteil des Mikroschmelzpunktapparates ist dabei die Möglichkeit, mit der Temperatur rasch anzusteigen, wodurch man oft besser reproduzierbare Werte und schärfere Schmelzpunkte erhält. Manchmal gelingt es unter dem Mikroskop auch die Zersetzungsprodukte zu erkennen. Ist man im Zweifel, ob die Substanz unverändert oder unter Zersetzung geschmolzen ist, so lässt man das geschmolzene Präparat erkalten. Wenn die Schmelze dabei wieder kristallisiert oder erstarrt, so kann man damit nochmals eine Schmelzpunktbestimmung vornehmen. Ein unveränderter Schmelzpunkt spricht dafür, dass die Substanz unzersetzt schmilzt.

5.) Mischschmelzpunkte.

Mischschmelzpunkte lassen sich auf dem Mikroschmelzpunktapparat ebenso bestimmen, wie bei den üblichen Makromethoden. Es ist aber darauf zu achten, dass die beiden Substanzen fein gepulvert und innig gemischt sind und das Gemisch im mikroskopischen Präparat in einem Häufchen dicht beisammen liegt.

6.) Untersuchung leicht flüchtiger Substanzen.

Bei sehr leicht flüchtigen Substanzen kann es vorkommen, dass bei langsamem Temperaturanstieg die Substanz sich schon verflüchtigt hat, bevor der Schmelzpunkt erreicht ist. Meist genügt es in diesen Fällen, die Temperatur zuerst rasch ansteigen zu lassen. Sollte sich die Substanz trotzdem schon vorher verflüchtigen, so muss sie zwischen den Deckgläschen luftdicht eingeschlossen werden. In solchen Fällen sind Deckgläschen verschiedener Grösse zu verwenden u. zw. muss das obere Deckglas kleiner sein. Der Abschluss kann dann leicht durch Umranden z.B. mit Calciumcaseinat erfolgen. Gepulvertes Casein (Casein.pur.) wird mit warmem Wasser in einem Schälchen zu einem homogenen Brei angerührt, dann frische Kalkmilch solange zugerührt, bis eine dicke Masse entsteht, die vom Rührstäbchen nicht mehr abtropft. Diese wird dann in einer dünnen Schicht auf die Ränder des kleineren (oberen) Deckglases aufgetragen, das auf das grössere Deckglas mit der Substanz leicht aufgepresst wird. Die Masse muss über den Rand des oberen Deckglases reichen, soll aber möglichst nicht zwischen die beiden Deckgläser eindringen. Das Präparat kommt dann zum Trocknen in den Exsikkator. Statt Calciumcaseinat kann man auch manche käufliche

Porzellankitte, z.B. sogenannten Elephantenkitt verwenden, die nur mit Wasser anzureiben sind. Ein anderer zweckmässiger Kitt wird erhalten durch Verreiben von soviel trockenem Bleioxyd mit konz. Glyzerin, dass gerade noch eine streichbare Masse entsteht. Das mit diesem Kitt umrandete Präparat kann nach ca. 2 Stunden für die Mikroschmelzpunktbestimmung verwendet werden. Der Kitt beginnt erst bei ca. 300° zu erweichen.

6.) Mikrosublimation.

Bei Mikrosublimationen können alle in Betracht kommenden Faktoren nach Belieben berücksichtigt und variiert werden: verminderter oder Atmosphärendruck, Kühlung, Grösse des Sublimationsabstandes, Dauer der Sublimation, Einhaltung einer bestimmten Sublimationstemperatur. Dazu kommt noch die Möglichkeit, die Sublimationsvorgänge unter dem Mikroskop zu verfolgen, was in vielen Fällen von grossem Vorteil ist. Für die Sublimation im Vakuum unter dem Mikroskop dient die Mikrovakuuglocke nach Kofler, eine auf eine kleine Glasplatte aufgeschliffene ca. 7 mm hohe Glocke mit ebener oberer Wand und seitlich angebrachten Röhren zum Anschluss an den Vakuumschlauch. (bezw. Wasserstrahlpumpe).

Zur Durchführung der Sublimation unter vermindertem Druck wird eine kleine Menge Untersuchungsmaterial auf die untere Glasplatte der Mikrovakuuglocke gebracht. Das zum Auffangen des Sublimates bestimmte Deckglas ruht auf einem Glasring, dessen Höhe je nach dem gewünschten Sublimationsabstand bis zu 4 mm beliebig gewählt werden kann. Zum Einfetten des Schliffes zwischen Mikrovakuuglocke und Glasplatte benützt man am besten Ramsayfett zäh. Es ist darauf zu achten, dass sich innerhalb der Glocke an deren Innenwänden und auf der Glasplatte kein Fett befindet, weil dieses sublimiert. Die Mikrovakuuglocke wird an die Wasserstrahlpumpe angeschlossen, mittels der sich ein Quecksilberdruck von 11 bis 12 mm erreichen lässt. Eine Kühlung des als Vorlage dienenden Deckgläschens kann in der Weise erreicht werden, dass man das Deckglas mit einem Tröpfchen wasserfreien Glyzerin an die Innenseite der oberen Wand der Mikrovakuuglocke klebt und die Glocke von aussen durch Auflegen einer zur Beobachtung in der Mitte durchlochten Filtrierpapierscheibe kühlt, die man durch Auftropfen von Wasser feucht hält. Beim Arbeiten mit der Mikrovakuuglocke ist die Glasabdeckplatte des Heiztisches fortzulassen.

.....0000000000000000.....