

# Objektheizeinrichtung zum ELMISKOP IA und ELMISKOP I

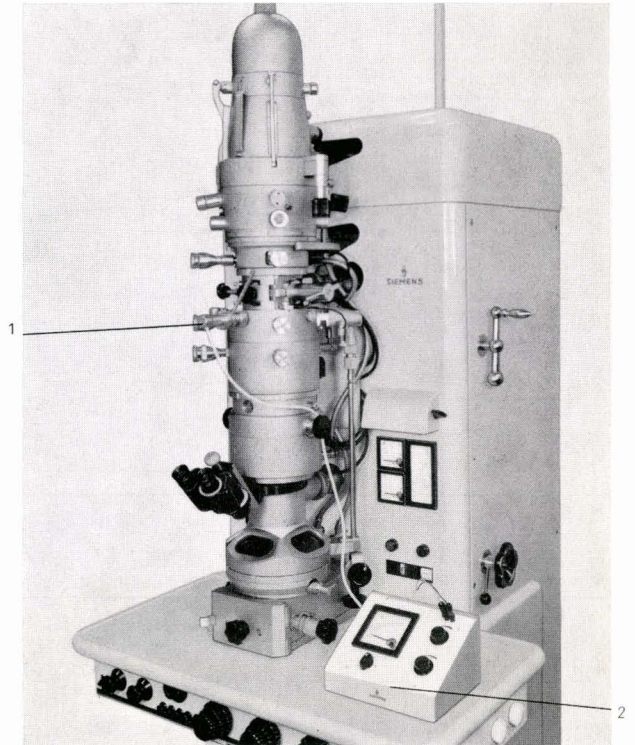
Eg 1/13  
Dezember 1964

## Verwendung

Bei einigen elektronenmikroskopischen Untersuchungen besteht der Wunsch, Objektveränderungen in Abhängigkeit von der Temperatur zu beobachten. Die zum ELMISKOP IA und ELMISKOP I lieferbare Objektheizeinrichtung, Listen-Nr. 171 050, ermöglicht derartige Untersuchungen bei Objekttemperaturen bis etwa 1 000 °C (Bild 1).

## Arbeitsweise

Das Präparat wird innerhalb einer speziellen Objektpatrone aufgeheizt, die in der üblichen Weise in die Mikroskopröhre eingeschleust und in einen speziellen Objektverstelltisch eingesetzt wird. Die Heizspannung für die Heizwendel des Ofens in der Patrone wird über die Stromzuführung (1) an die Platinkontakte der Objektpatrone gelegt. Als Energiequelle ist ein Akkumulator oder ein stabilisiertes Heizspannungsnetzgerät mit einer Ausgangsspannung von 16 V zu verwenden. Die Objekttemperatur ist eine reproduzierbare Funktion der dem Ofen zugeführten Heizleistung (Bild 2). Sie läßt sich daher indirekt ermitteln, in dem mit dem Leistungsmeßgerät (2) die Heizleistung gemessen wird. Für die maximale Objekttemperatur von 1 000 °C ist eine Heizleistung von etwa 8 Watt erforderlich.



- 1 Stromzuführung
- 2 Leistungsmeßgerät

Bild 1 ELMISKOP I A mit Objektheizeinrichtung

## Ausführung

Der spezielle Objektverstelltisch für die heizbare Objektpatrone unterscheidet sich von der Normalausführung durch eine Nut, durch die normalerweise der Stereotrieb geführt wird. Der Tisch kann auch zum Mikroskopieren mit der normalen Objektpatrone verwendet werden.

Die heizbare Objektpatrone (Bilder 3 und 4) besteht aus einem Patronenkonus (3) aus Bronze, in den ein Ofen (8) eingesetzt ist. Der Ofen aus Platin-Iridium wird durch die Teile (5) gegen den Patronenkonus thermisch isoliert. Die Druckfeder (4) verspannt alle Teile gegeneinander und verhindert, daß sie sich bei erhöhter Temperatur lockern. Das Heizelement (7) liegt innerhalb des Ofens. Es ist zum Vermeiden von Störfeldern bifilar gewickelt und zur Isolierung mit einer Aluminiumoxydmasse belegt. Der aus der Patrone herausragende Teil des Ofens läßt sich durch Eintauchen in Säure reinigen.

Die Enden der Heizwicklung sind an zwei Platinkontaktstücke (6) angeschweißt. Der Objektträger (10) mit dem Präparat befindet sich innerhalb des Ofens und wird von einer aufgeschraubten Kappe (9) gehalten.

Als Objektträger können Einloch- und Siebenlochblenden sowie auch Präparatnetze, jeweils mit 2,4 mm Außendurchmesser, verwendet werden. Präparatnetze muß zusätzlich ein Ausgleichsring aus Platin-Iridium beigelegt werden. Infolge von Wärmestrahlung nimmt das Präparat die gleiche Temperatur wie die Schraubkappe an. Netze sollten nur verwendet werden, wenn keine zu hohen Temperaturen eingestellt werden.

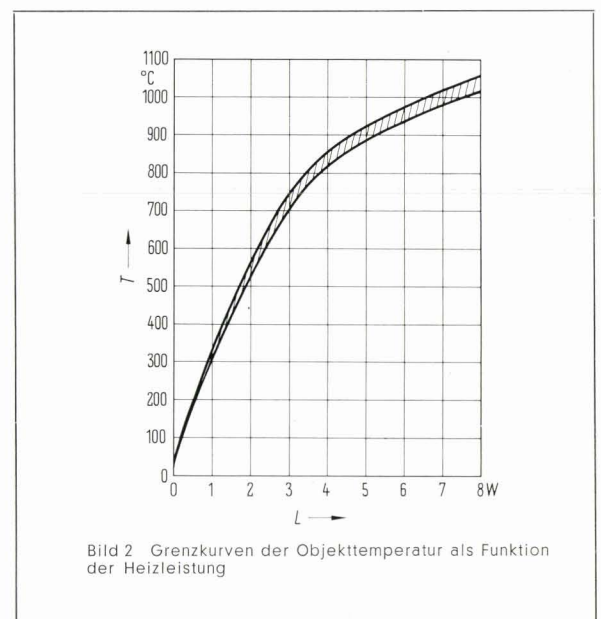


Bild 2 Grenzkurven der Objekttemperatur als Funktion der Heizleistung

Die thermische Ausdehnung der verschiedenen Teile der heizbaren Objektpatrone führt zu einer merklichen Objektbewegung, die erst nach dem Wärmeausgleich zwischen Patrone, Objektisch und Mikroskopröhre zum Stillstand kommt. Wegen des rotationssymmetrischen Aufbaus der Patrone tritt die Objektbewegung hauptsächlich in Richtung der optischen Achse auf. Bei etwa 1 000 °C bewirkt die thermische Ausdehnung auf diese Art und Weise eine Veränderung der Objektlage um etwa 0,1 mm und führt so zu einer um etwa 5 % erhöhten Vergrößerung, so daß eine entsprechende Nachfokussierung des Objekts erforderlich ist. Da jedoch die Ausdehnung nicht immer genau in Richtung der optischen Achse erfolgt und darüber hinaus eine geringe Erwärmung des Patronenkonus und des Objektisches nicht ganz vermeidbar ist, tritt auch eine Objektbewegung senkrecht zur optischen Achse auf.

Bild 5 zeigt den Verlauf dieser Objektbewegung in Abhängigkeit von der Zeit nach Einschalten einer Heizleistung von 6 Watt, entsprechend einer Temperatur von 950 °C. Während in den ersten Minuten die Objektbewegung verhältnismäßig groß ist, sinkt sie nach einer Wartezeit von 30 Minuten unter Werte von 5 Å/s ab.

Die geheizte Patrone darf nicht mit Sauerstoff in Berührung kommen, da sonst das Heizelement zerstört wird. Die Patrone darf deshalb nur in der evakuierten Röhre geheizt und in die Mikroskopröhre erst einige Minuten nach Abschalten der Heizung belüftet werden.

Um die Objektträger schnell und ohne Schwierigkeiten wechseln zu können, gehören zum Lieferumfang der Objekttheizeinrichtung drei Hilfswerkzeuge, ein Auswurfhorn (17), ein Haltebock (15) und ein Spanndorn (16) (Bild 7). In den Haltebock wird die heizbare Objektpatrone so eingespannt, daß der Heizofen gegenüber dem Patronenkörper nicht verdreht werden kann, wenn die Schraubkappe mit Hilfe des Spanndorns abgeschraubt wird.

Bei Verwendung von Präparatnetzen wird zum Objektwechsel ebenfalls der Auswurfhorn (17) verwendet. Er ist zu diesem Zweck an der Vorderseite hinterdreht.

Die Stromzuführung enthält am Stößel zwei abgefederte isolierte Kontaktstäbe, die nach Einbau der Stromzuführung in die Mikroskopröhre anstelle des Stereotriebs gegen die Platinkontaktstücke der Patrone drücken. Sie sind so beweglich gelagert, daß sich der Objektverstelltisch mit der eingesetzten geheizten Objektpatrone einwandfrei bewegen läßt. Zum Schleusen der Objektpatrone muß der Stößel durch Umlegen eines an der Stromzuführung angebrachten Rückstellhebels zurückgezogen werden.

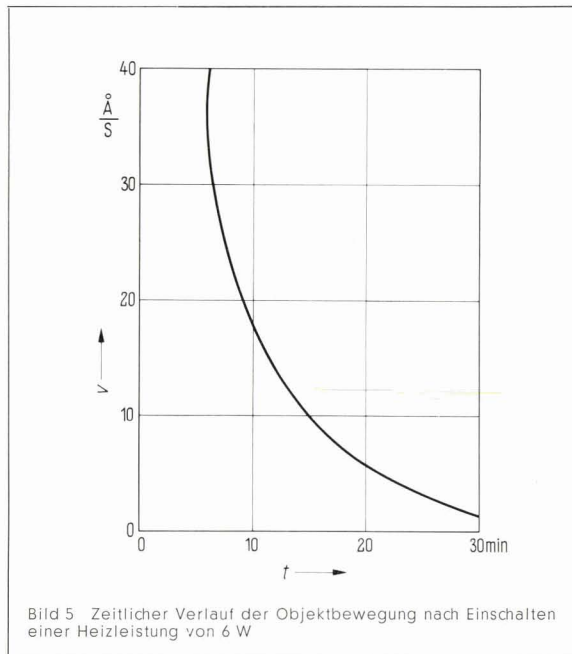
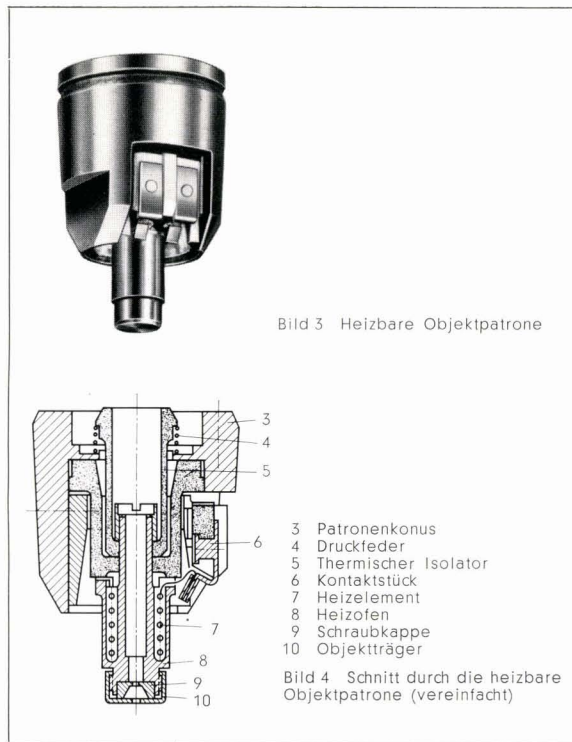
Das Leistungsmeßgerät, an das die Verbindungsleitungen der Stromzuführung angeschlossen werden, enthält ein Instrument zum Messen der Heizleistung und zwei Potentiometer zum Grob- und Feineinstellen der Heizleistung.

Ein Umschalter unterhalb des Instrumentes gestattet die Wahl zweier Meßbereiche.

Beim ersten Aufheizen der Patrone für Objekttheizung kann eine einmalige, im allgemeinen geringfügige Änderung des Objektivastigmatismus auftreten. Bei höheren Temperaturen kann es außerdem durch Verdampfen des Präparats zu einer Verschmutzung des oberen Objektivpolshuhteils kommen. Dieser Belag läßt sich durch Putzen entfernen.

Es wird deshalb empfohlen, für die Verwendung der Objekttheizeinrichtung ein zusätzliches Objektivpolshuhtsystem anzuschaffen (Bild 6).

Die Vergrößerung beim Arbeiten mit der Objekttheizeinrichtung beträgt etwa 85 bis 90 % der Normvergrößerung.





## Einbau

Die Objekttheizeinrichtung läßt sich in alle Elektronenmikroskope Typ ELMISKOP I und ELMISKOP I A ab Fabr.-Nr. 288 einbauen. Bei älteren Geräten müssen jedoch die nachstehend angeführten Änderungen durchgeführt werden, damit die Objekttheizeinrichtung einwandfrei arbeiten kann. Diese Änderungen können an Ort und Stelle vom Kunden ausgeführt werden, wenn er über eine gute mechanische Werkstatt verfügt.

## Umbauarbeiten an älteren Elektronenmikroskopen

1. ELMISKOP I von Fabr.-Nr. 133 bis 232 **ohne** nachträglich eingebaute erweiterte Objektischverstellung:
  - a) An der Objektschleuse ist der Halter der Objektpatrone so nachzuarbeiten, daß die heizbare Objektpatrone einwandfrei eingeschraubt werden kann.
  - b) Das Objektiv- und Zwischenlinsen-Polschuhsystem muß gegen das System Listen-Nr. 171 053, dessen obere Polschuhbohrung 5,6 mm Durchmesser hat, ausgetauscht werden.
  - c) Am Objektiv-Oberteil ist die Durchgangsbohrung für die Stromzuführung (Stereoboehrung) von 6,5 mm  $\phi$  auf 8 mm  $\phi$  aufzubohren.
  - d) Der Rechteckdurchbruch im Ring der Präparattischführung ist zu erweitern.
  - e) Die vordere Achse der Präparattischführung ist so weit abzuflachen, daß die Stromzuführung zwanglos unter der Achse durchgeführt werden kann.
2. ELMISKOP I von Fabr.-Nr. 233 bis 287 und für Geräte der Fabr.-Nr. 133 bis 232, die nachträglich mit der auf  $\pm 0,8$  mm vergrößerten Objektischverstellung ausgestattet wurden:
  - a) Die mögliche Objektischverstellung von  $\pm 0,8$  mm muß mit Hilfe der zwei Anschläge Listen-Nr. 171 054 auf 0,4 mm eingeschränkt werden, damit die heizbare Objektpatrone nicht beschädigt wird.
  - b) Falls notwendig, sind die Maßnahmen wie unter 1 d und e durchzuführen.

Für den Einbau stehen Anleitungen zur Verfügung, die vom Werk Berlin-Siemensstadt bezogen werden können.

## Hinweise für den Betrieb

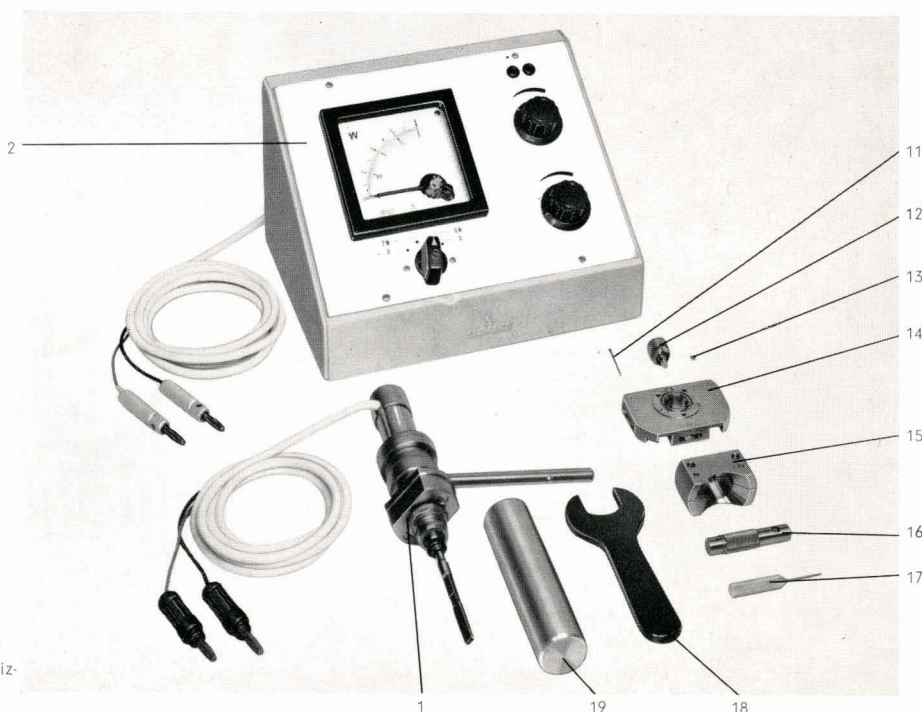
Für das Arbeiten mit der Objekttheizeinrichtung ist es von Vorteil, wenn das ELMISKOP I mit einer Reihenaufnahmekassette mit Schleuse, Listen-Nr. 171 070, ausgerüstet ist. Beim Plattenwechsel ist es dann nicht nötig, die gesamte Mikroskopröhre zu belüften. Die Heizung des Präparats muß dann also nicht unterbrochen werden. Weitere Vorteile bringt das kombinierte Be- und Entlüftungsventil, Listen-Nr. 171 068, das es gestattet, die Schleusenammer beim Einschleusen von Objekten bis auf etwa 1 Torr vorzuevakuieren. Das kombinierte Ventil läßt sich in alle Mikroskope bis Fabr.-Nr. 1188 nachträglich einbauen. Ab Fabr.-Nr. 1189 ist das ELMISKOP I bereits serienmäßig mit einem Entlüftungsventil an der Objektschleuse ausgestattet. Das gilt auch für das ELMISKOP I A.

## Technische Daten

Maximal zulässige Temperatur	etwa 1 000 °C
Erforderliche Heizleistung	etwa 8 W
Anschlußspannung des Leistungsmeßgerätes	16 V__
Objekt drift bei 950 °C nach 30 min	<5 Å/s
Objektträger	Blenden und Netze mit 2,4 mm Außendurchmesser
Objektwechselzeit	etwa 5 min
Gewicht der Gesamteinrichtung	etwa 4 kg
Erforderliche Gleichstromquelle	12 V, 8 W

- 1 Stromzuführung
- 2 Leistungsmeßgerät
- 11 Kontaktstößel (Einstellhilfe)
- 12 Heizbare Objektpatrone
- 13 Kappe (Einstellhilfe)
- 14 Objektverstelltisch in Sonderausführung
- 15 Haltebock
- 16 Spanndorn
- 17 Auswurf dorn
- 18 Sechskantschlüssel (Schlüsselweite 22 mm)
- 19 Schutzhülse für Stromzuführung

Bild 7 Lieferumfang der Objekttheizeinrichtung, Listen-Nr. 171 050



## Bestellangaben

	Listen-Nr.	Preis
Objektheizeinrichtung	171050	
zusätzlich erforderlich für Geräte von Fabr.-Nr. 133 bis 232 ohne nachträglich eingebaute erweiterte Objektischverstellung: Objektiv- und Zwischenlinsen-Polschuhsystem (Polschuhbohrung 5,6 mm $\phi$ ) mit 300-mm-Zentrierblende (Außendurchmesser 4 mm) für Geräte von Fabr.-Nr. 233 bis 287 und für Geräte der Fabr.-Nr. 133 bis 232, die nachträglich mit der auf $\pm 0,8$ mm erweiterten Objektischverstellung ausgerüstet wurden: Zwei Anschläge zur Begrenzung der Objektischverstellung (von $\pm 0,8$ mm auf $\pm 0,4$ mm)	171053	
zusätzlich empfohlen für Geräte ab Fabr.-Nr. 288: Objektiv- und Zwischenlinsen-Polschuhsystem mit 300-mm-Zentrierblende (Außendurchmesser 4 mm) für Geräte von Fabr.-Nr. 288 bis 1049: Reihenaufnahmekassette mit Schleuse für Geräte von Fabr.-Nr. 1188 ab: kombiniertes Be- und Entlüftungsventil	171051 171020 171068	
Präparatträger Präparat-Einlochblende Präparat-Siebenlochblende Kupfernetze, 100 Stück Ausgleichsring aus Kupfer für Geräte mit $\pm 0,4$ mm Objektischverstellung Ausgleichsring aus Platin-Iridium für Geräte mit $\pm 0,8$ mm Objektischverstellung	171142 171140 171150 171151 171152	
Ersatzteile Heizbare Objektpatrone Nutringmanschette 8x22x8 Rundschnurring 19x3 Ringdichtung 7x11x4	171052 171506 171315 171618	

## Lieferumfang

- 1 heizbare Objektpatrone
- 1 Objektverstelltisch in Sonderausführung
- 1 Stromzuführung
- 1 Leistungsmeßgerät
- 1 Auswurforn
- 1 Haltebock
- 1 Spanndorn
- 1 Einstellhilfe (Kontaktstößel, Kappe)
- 1 Sechskantschlüssel