

Aus dem Laboratorium für Elektronenoptik der Siemens & Halske AG., Berlin-Siemensstadt.

Beitrag zur übermikroskopischen Abbildung bei höheren Drucken.

Von E. Ruska.

(Eingegangen am 13. Mai 1942)

Die Beobachtung von Objekten im Übermikroskop erfolgte bisher fast durchweg im Hochvakuum. Durch diese Untersuchungsbedingung ist neben anderen Gründen der Kreis der im Übermikroskop mit Nutzen beobachtbaren Objekte begrenzter als beim Lichtmikroskop. Wenn auch diese beschränkte Objektauswahl die Entwicklung der Übermikroskopie nicht ernstlich behindert hat, scheint es doch wünschenswert, das Übermikroskop mit einer Einrichtung zu versehen, die die rasche Austrocknung, insbesondere mancher biologischer Objekte, vermindert. Die nachstehend beschriebenen Untersuchungen über die Beobachtbarkeit von sublichtmikroskopischen Objekten bei nur geringem Vakuum sollten daher einerseits einen ersten Schritt zu dem Ziel der Untersuchung von Objekten an Luft darstellen. Es ist jedoch andererseits die übermikroskopische Beobachtung von Objekten bei geringen Gas-

drucken deshalb wertvoll, um beispielsweise den Ablauf verschiedenartiger chemischer Reaktionen, insbesondere zwischen festen und gasförmigen Stoffen schon im sublichtmikroskopischen Bereich verfolgen zu können¹⁾. Auch die Entstehung von Niederschlägen aus verschiedenen Rauchen und Gas- oder Dampfströmen kann so auf dem Objektträger beobachtet werden.

Fig. 1 zeigt schematisch den Querschnitt durch die Versuchsanordnung. Zur Gaszufuhr in die Objektkammer des Übermikroskops wurden zwei miteinander über einen Hahn und eine Kapillare verbundene Vorratsflaschen verwendet, von denen die erste über einen Zweiweghahn leergepumpt bzw. mit Gas gefüllt werden kann, während die zweite über einen Hahn mit der Gaskammer des Übermikroskops verbunden wird. Der Druck in der zweiten Flasche und der Druck in der Gaskammer wird durch zwei verkürzte

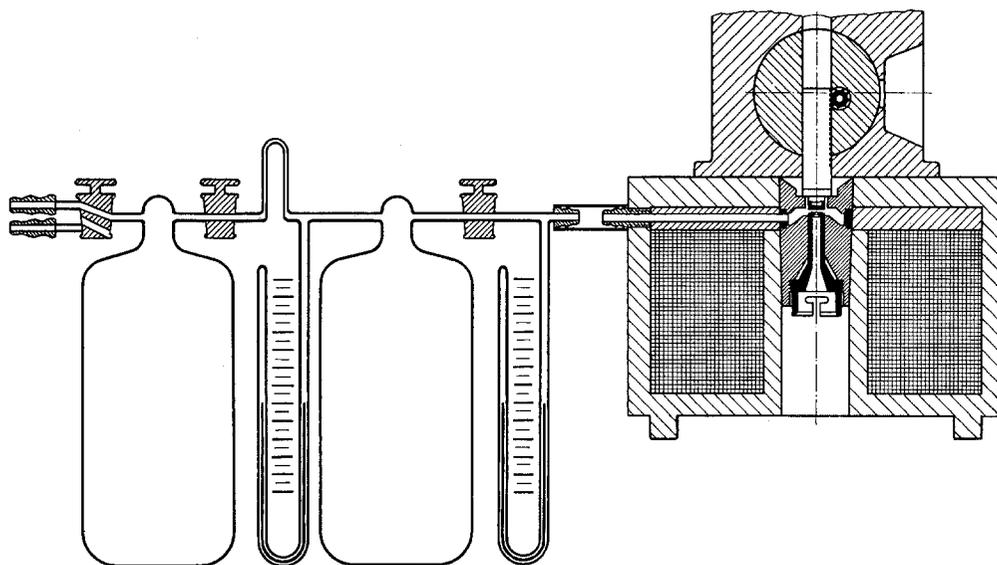


Fig. 1. Schematischer Querschnitt durch die Versuchsanordnung.

¹⁾ Die mikroskopische Abbildung von elektronendurchstrahlten Objekten in Luft von Atmosphärendruck oder von lediglich vermindertem Druck ist schon früh von R. Rüdtenberg vorgeschlagen worden (vgl. z. B. Österreichische Patentschrift Nr. 137611 von 1934). Nach diesem Vorschlag soll das Objekt entweder durch Lenardfenster oder durch ein oder mehrere Drosselblenden vom hochevakuierten Mikroskopraum getrennt werden. F. Krause [Naturwiss. 25, 817 (1937)] schlug zur Vermeidung der Erhitzung und der Aufladung der Objekte vor, tiefgekühlte und

vorionisierte Luft zwischen das Objekt und eine den Lufteintritt in das Vakuum drosselnde Blende zuzuführen. Mit der Aufgabe übermikroskopischer Abbildung von Reaktionsvorgängen und der Zuleitung von Reaktionsgasen bzw. Flüssigkeiten an das Objekt beschäftigt sich ein Vorschlag des Verfassers (vgl. z. B. Schwedisches Patent 101576 von 1938). Ferner findet sich der Vorschlag einer Anordnung zur Heranbringung von Reaktionsstoffen an das Objekt bei M. v. Ardenne und D. Beischer, Z. Elektrochem. 46, 270 (1940).

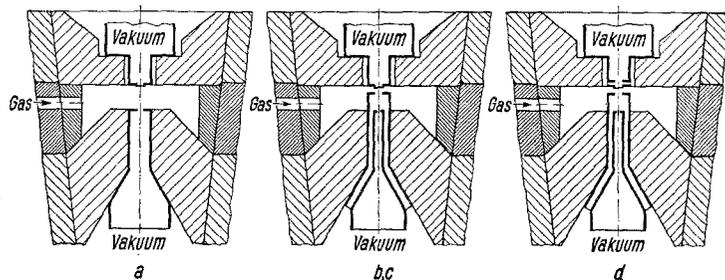
Hg-Manometer (Anzeige bis 200 Torr) gemessen. Für Reaktionsuntersuchungen kann die erste Flasche nach dem Leerpumpen beider Flaschen mit dem Reaktionsgas von beispielsweise Atmosphärendruck gefüllt werden. Über die Kapillare wird die zweite Flasche bis zu dem für die Objektbehandlung gewünschten Druck gefüllt. Das Objekt kann zuerst im Hochvakuum scharf eingestellt und beobachtet werden und anschließend dem vorher eingestellten Druck ausgesetzt werden. Weitere Beobachtungen und Aufnahmen können entweder bei diesem Druck oder nach Abpumpen der zugeführten Gasmenge gemacht werden.

Das Gas wird durch eine radiale Bohrung im Spulenantrieb bis in den Raum zwischen den beiden Objektivpolschuhen geleitet. Da die Gaszuleitung nicht durch die Polschuhe selbst geführt ist, beeinträchtigt sie nicht die genaue dreh-symmetrische Ausbildung des Linsenfeldes. Die Gaskammer wird nach oben durch die auf den objektseitigen Polschuh federnd aufgedrückte Objektblendenfassung, nach unten zu durch eine besondere Drosselblende bzw. einfach durch die

Aperturblende des Objektivs abgeschlossen. Der Abschluß der Gaszuleitung und der Gaskammer nach dem übrigen Mikroskopvolumen ist durch die konische Paßfläche des Polschuheinsatzes mit dem Spulenkörper sowie durch die Paßflächen der Blendenfassung und des Objektivblendenträgers mit dem Polschuheinsatz schon sehr gut; er kann, falls nötig, noch durch Zusammenbau der Teile mit Vakuumfett verbessert werden.

Es sind folgende Forderungen bei der Dimensionierung der Gasdruckkammer zu erfüllen. Um die zerstreue Wirkung des Gases auf die Elektronen klein zu halten, muß die Strecke höheren Drucks klein sein. Damit trotz hohem Gasdruck am Objekt die Spannung am Strahlrohr aufrecht erhalten bleibt, muß der Druckabfall zwischen Gaskammer und Vakuumraum möglichst hoch sein. Die erste Forderung führt zu kleinem Abstand zwischen Objekt und Drosselblende, beide Bedingungen erfordern kleinen Durchmesser der Drosselblende und Beschränkung des Gasaustauschs zwischen Gaskammer und Vakuumraum auf diese Blenden (Vermeidung von Nebenschlüssen).

Fig. 2. Die verschiedenen Blendenanordnungen im Objektivpolschuhsystem. a) Als Drosselblende hinter dem Objekt dient die Aperturblende, $f = 1,9$ mm, $l = 1$ mm. b) und c) Drosselblende hinter dem Objekt und Aperturblende sind getrennt, $f = 2,65$ mm, b) $l = 0,7$ mm, c) $l = 0,2$ mm. d) Außer der Aperturblende ist vor und hinter dem Objekt je eine Drosselblende angeordnet, $f = 2,65$ mm, $l = 0,9 + 0,4$ mm.



Es wurden folgende vier Anordnungen untersucht (Fig. 2a bis d): Die erste besonders einfache Anordnung erhält man, wenn man einerseits das Gas nur auf die eine (untere) mit Objekten beschickte Seite des Objektträgerfilmes bringt und andererseits die Aperturblende des Objektivs als Drosselblende benutzt (Fig. 2a). Sie hat den Nachteil, daß die Länge der Gaskammer annähernd von der Größe der Linsenbrennweite ist, da die Aperturblende etwa an dem für die Ausblendwirkung auf die Strahlen günstigsten Ort, dem bildseitigen Brennpunkt der Linse angeordnet ist. Nur an dieser Stelle beschränkt eine gegen das Objektfeld kleine Aperturblende den Bildausschnitt nicht, da sich hier die Elementarstrahlen kreuzen, so daß im Zwischenbild das ganze Objektfeld sichtbar ist und außerdem haben an dieser Stelle die Elementarstrahlen den größten Durchmesser, so daß durch die Objektivblende die wirksamste Aperturbeschränkung für

alle Elementarstrahlen gegeben ist. Die bei den Versuchen mit dieser Anordnung eingestellte Druckstrecke zwischen Objektblende und Drosselblende betrug 1 mm bei einer Brennweite des Objektivs von 1,9 mm²⁾.

Eine zweite Anordnung erhält man, wenn man Drosselblende und Aperturblende trennt und dafür sorgt, daß erstere dicht am Objekt liegt und daß das durch ihre Öffnung aus der Gaskammer strömende Gas sofort aus dem Strahlvolumen durch radiales Abpumpen entfernt wird, so daß hinter der Aperturblende praktisch wieder Hochvakuum herrscht (Fig. 2b und c). Der Abstand zwischen Objekt und Druckabfallblende

²⁾ Während der Versuche mit dieser Anordnung erhielt Verf. Kenntnis von einer zum Druck eingereichten Arbeit von M. v. Ardenne [Z. phys. Chemie A 190 (1942), im Druck], in der über Erfahrungen mit einer dieser Anordnungen entsprechenden Objektreaktionskammer berichtet wird.

kann auf diese Weise bis auf 1 bis 2 Zehntel mm, d. h. um eine Größenordnung gegenüber der Einblendenanordnung gekürzt werden. Die Wirkung der Gasstrecke allerdings wird nicht im selben Maß vermindert, da sich in beiden Fällen hinter der Drosselblende noch eine gewisse Strecke befindet, längs der der Gasdruck auf den Gefäßdruck abnimmt. So wurde bei einer Brennweite des Objektivs von 2,65 mm der Abstand zwischen Objekt und Drosselblende von 0,7 (2b) auf 0,2 mm (2c) verringert, ohne daß der für dieselbe Bildauflösung zulässige Maximaldruck auf das $3\frac{1}{2}$ -fache stieg. Ein weiterer Vorteil dieser Anordnung ist ihre Verwendbarkeit für Beugungsuntersuchungen, da der Beugungskegel durch die Drosselblende bei kleinem Objektabstand noch nicht ausgeblendet wird.

In den bisher beschriebenen Anordnungen werden die Filme, auf denen meist die Objekte aufgebracht werden, einem einseitigen Druck ausgesetzt. Durch die mikroskopische Beobachtung von nur wenig intensiv bestrahlten Objektfilmen wurde festgestellt, daß die Filme auf Objektblenden von 0,05 mm Durchmesser erst bei einseitigen Drucken über etwa 200 Torr manchmal einreißen. Bei noch kleineren Öffnungen der Objektblenden halten die Filme sogar oft Atmosphärendruck aus. Trotzdem wurde auch eine Anordnung nach Fig. 2d untersucht, bei der das Gas auf beide Objektseiten strömt, und bei der zu beiden Seiten des Objekts eine Drosselblende nach dem Vakuumraum zu vorgesehen ist. In dieser Anordnung wurden die Objekte auch durch Atmosphärendruck nicht zerrissen, wie sich aus der übermikroskopischen Beobachtung nach vorübergehendem Anschließen der Objektkammer an die Außenluft ergab. Die Druckstrecke vor dem Objekt betrug 0,9 mm, die hinter dem Objekt 0,4 mm bei einer Brennweite des Objektivs von 2,65 mm.

Beim Objektwechsel wird in der üblichen Objektwechseinrichtung des Siemens-Übermikroskops nur eine die Objektblende enthaltende Blendenfassung ausgeschleust, während das Objektiv selbst im Mikroskop verbleibt. Ein Eingriff in das mit dem Objektiv verbundene Gaszufuhrsystem erfolgt daher beim Objektwechsel nicht, was einen besonders raschen Objektwechsel (1 min) gestattet. Die Objektblendenfassung wird nach dem Einschleusen durch einen Trieb auf den Polschuh zu bewegt und auf eine die Querbewegung des Objekts gestattende Rutschfläche des Polschuhs federnd aufgedrückt. Es kann daher die Druckkammer gegen das übrige Mikroskopvolumen dadurch weit geöffnet werden, daß die Blendenfassung vom Polschuhsystem abgehoben

wird; in diesem Zustand läßt sich die Druckkammer zunächst gleichzeitig mit dem Mikroskopvolumen evakuieren, ohne daß ein Überdruck in der Kammer auftritt (bei auf den Polschuh aufgedrückter Blendenfassung kann beim Evakuieren des Mikroskops im Falle einseitiger Gaszufuhr aus der Gaskammer an das Objekt der entstehende Überdruck in der Gaskammer das Objekt zerstören). Ferner kann bei bereits evakuiertem Mikroskop die gasgefüllte Kammer durch Abheben der Blendenfassung vom Polschuh rascher wieder evakuiert werden, als es durch die Drosselblende und die Objektblende allein möglich ist. Will man das Abheben des Objekts vermeiden, um z. B. den einmal eingestellten Bildausschnitt ohne jede Nachstellung des Objekts zu behalten, kann die Gaskammer auch über eine zweite, an die Vorvakuumpumpe des Mikroskops anschließbare Leitung (in Fig. 1 und 2 weggelassen) rasch evakuiert werden. Fig. 3 zeigt die Ansicht des Siemens-Übermikroskops mit der Einrichtung zur Gaszufuhr.

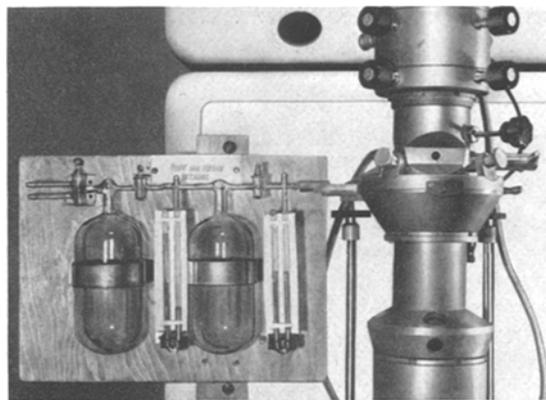


Fig. 3. Ansicht der Einrichtung für Gaszufuhr am Siemens-Übermikroskop.

Steigert man während der Beobachtung den Druck, so beobachtet man zunächst eine geringe Verdunkelung des Bildes, die daher rührt, daß die durch das Gas stärker abgestreuten Elektronen von der Objektblende abgefangen werden und so für das Bild verlorengehen. Bei weiterer Drucksteigerung werden die Bildkontraste deutlich schlechter, weil die jetzt größer gewordene Anzahl stärker gestreuter Elektronen das Bildfeld diffus belichten und auch die sonst dunklen Bildstellen erhellen. Bei noch stärker wachsendem Druck wird auch die Auflösung des Bildes immer schlechter, weil nun auch um sehr kleine Winkel gestreute Elektronen genügend häufig auftreten. Bei noch höherem Druck und insbesondere bei

längerer Druckstrecke verschwinden schließlich alle Kontraste und das Bildfeld wird völlig diffus beleuchtet. Bei Erreichung eines Druckes, der von der Pumpleistung und von der Anordnung der Pumpe sowie von der Ausbildung des Elektronenstrahlrohrs abhängt, kann der sehr geringe Betriebsstrom des Strahlrohrs (Strahlstrom 10 bis $30 \mu\text{A}$) nicht mehr genügend konstant gehalten werden, da Gasentladungen auftreten. Diese Auswirkung der Gaszufuhr an das Objekt kann durch die Anordnung einer zweiten Hochvakuum-pumpe am Strahlrohr verhindert werden, wenn gleichzeitig für eine gute Drosselung des Gasaustausches zwischen Strahlrohr und Objektkammer gesorgt wird. Das zu den Versuchen verwendete serienmäßige Übermikroskop ließ ohne störende Gasentladungen im Strahlrohr H_2 -Drucke bis über 160 mm in der Gaskammer zu. Bei einseitiger Gaszufuhr an das Objekt können ferner, wie schon erwähnt, bei Drucken oberhalb 200 Torr die Objektfilme einreißen.

Bei den Versuchen fiel auf, daß die Objektfilme bei je nach Gasart verschieden hohen Drucken zerstört wurden und daß die Objektzerstörung gerade bei zweiseitiger Gaszufuhr an das Objekt schon bei besonders geringem Druck auftrat. Zur Klärung wurden daher Objektfilme einerseits im Hochvakuum bei hoher Strahlstromdichte (sehr helle Bilder im Maßstab 23000:1) bestrahlt. Dieselben Filme wurden andererseits ohne gleichzeitige Bestrahlung Gasdrucken bis 200 mm Hg ausgesetzt und nach Abpumpen des Gases wieder durchstrahlt und beobachtet. Durch beide Belastungen wurden die Filme nicht zerstört. Zerstörungen erfolgten jedoch schon bei geringer Strahlstromdichte (zur Scharfeinstellung eben noch genügend helle Bilder), wenn ein von der Gasart abhängiger niedrigerer Druck als 200 Torr während der Bestrahlung zugelassen wurde. Ohne Objektzerstörung konnten in der Anordnung nach Fig. 2c mit Wasserstoff Aufnahmen bis etwa 160 Torr, bei Luft bis etwa 40 Torr, bei Chlor bis etwa 20 Torr gemacht werden. Diese Versuche legen nahe, daß die Objektfilme durch aus dem Gas auftreffende sekundäre Korpuskeln zerstört werden, deren Energie wegen ihrer geringen Geschwindigkeiten praktisch völlig im Film absorbiert wird. Über die Möglichkeit, die Objektzerstörung durch sekundäre Korpuskeln zu vermeiden, sowie über Ladung und Polarität dieser Sekundärteilchen könnten Versuche mit gegenüber dem Objekt vorgespannten Absaug-elektroden Aufschluß geben.

Die Fig. 4 und 5 zeigen bei 72 kV Strahl-

spannung sowie 23000facher elektronenoptischer und 80000facher Wiedergabe-Vergrößerung identischer Objektausschnitte von kolloidem Silber bei den verschiedenen Blendenanordnungen der Fig. 2a bis d die Wirkung steigenden Drucks verschiedener Gase auf die Auflösung und den Kontrast der Bilder. Die Versuchsreihen wurden jeweils bis zur Zerstörung der Filme fortgesetzt. Die Aufnahmen zeigen für Wasserstoff (Fig. 4) und Luft (Fig. 5) die Bildveränderungen bei steigendem Druck. Aus solchen Bildreihen kann die Anordnung bestimmt werden, bei der das Auflösungsvermögen und die Kontraste mit steigendem Druck am wenigsten leiden³⁾. Man erkennt bei jeweils gleichen Drucken die mit der Verlängerung der Druckstrecke beim Übergang von Anordnung 2b zu Anordnung 2c steigende Streuung sowie die weiter erhöhte Streuung in der zweiseitigen Anordnung 2d. Fig. 6 zeigt für die Anordnung 2b mit kurzer Druckstrecke, in der die Objekte ohne Zerstörung bis zu den größten Drucken beobachtet werden konnten, die gegenüber Luft geringere Streuwirkung des Wasserstoffs und die größere des Chlor bei zwei verschiedenen Drucken.

Versuche bei geringeren Strahlspannungen (bis zu 30 kV) erwiesen sich bei der relativ hohen elektronenoptischen Vergrößerung als schwieriger, da die Objekte zur Erzielung genügender Bildhelligkeit (Scharfstellung) mit entsprechend größerer Stromdichte bestrahlt werden müssen, so daß aus den oben geschilderten Gründen schon bei Drucken von 5 bis 20 Torr Zerstörungen eintreten, die dem Aufnehmen gleicher Bildausschnitte ein Ende setzen. Bei höheren Strahlspannungen dürften aus entsprechenden Gründen höhere Gasdrücke erreicht werden, sowie bei gleichen Drucken das Auflösungsvermögen besser sein.

Auch für die zweite Aufgabenstellung, die Beobachtung von chemischen Reaktionen des Objekts mit dem zugelassenen Gas, geben die Versuchsreihen ein Beispiel. Vergleicht man in Fig. 7 die Teilbilder unter Hochvakuum und unter Chlordruck, so fällt auf, daß aus den rundlichen Silberkörnern der Hochvakuumaufnahme in der Aufnahme bei 5 Torr Chlordruck an mehreren

³⁾ Im vorliegenden Fall können jedoch nur die Anordnungen 2b bis 2c unmittelbar verglichen werden, da sich nach Abschluß der Versuchsreihen herausstellte, daß im Fall der Anordnung 2a eine zusätzliche starke Drosselung in der Gaszuleitung unmittelbar vor ihrer Einmündung in den Raum zwischen beiden Polschuhen vorhanden war, so daß die Drucke am Objektort wahrscheinlich erheblich niedriger waren, als dem Manometerstand entsprach.

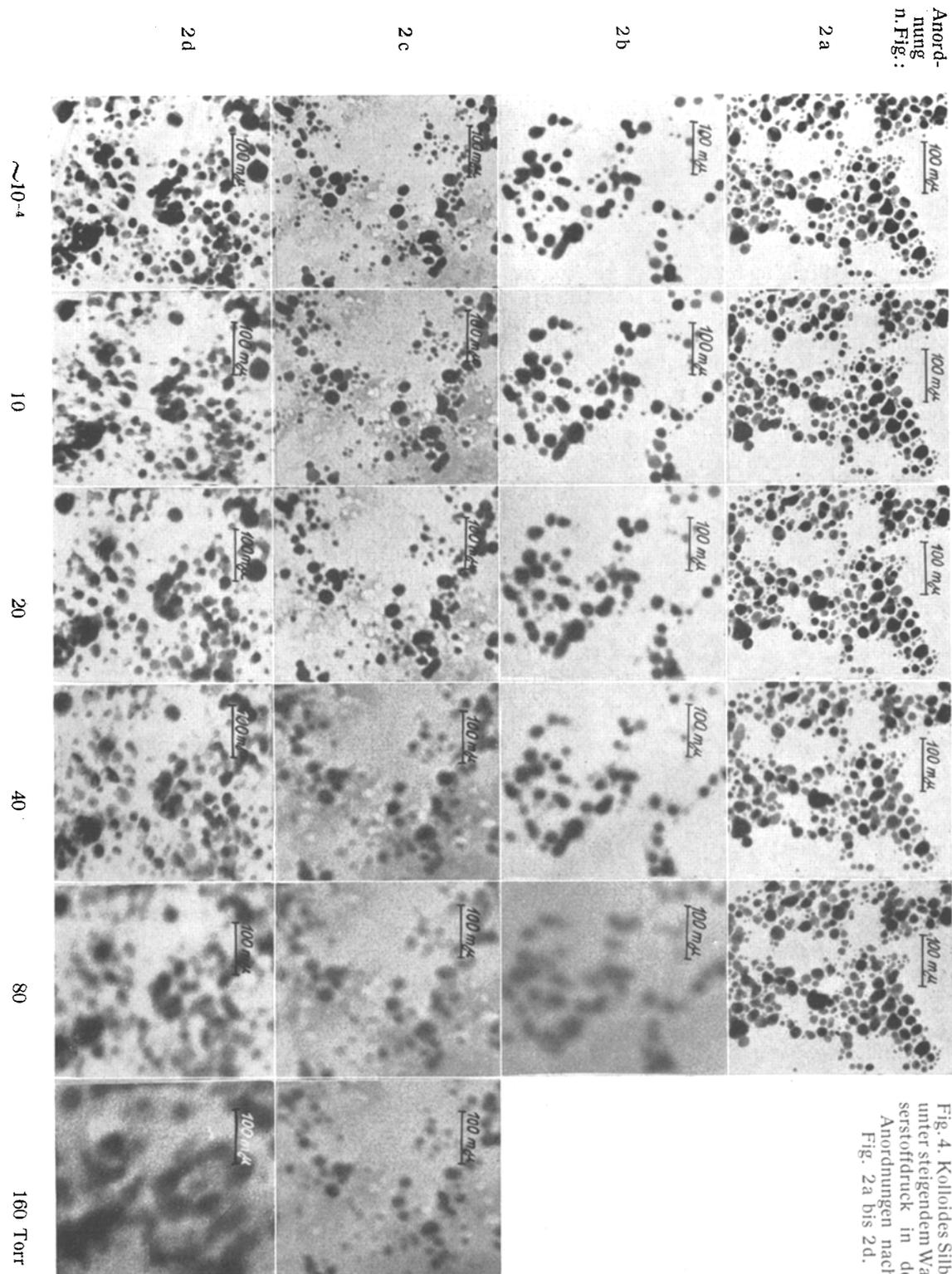
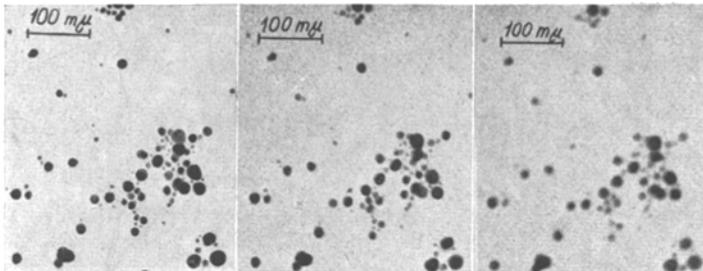


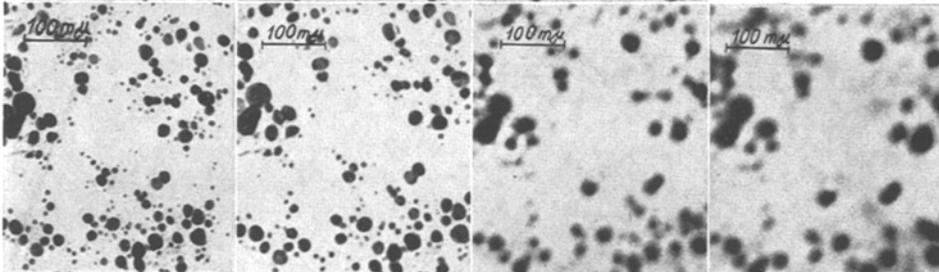
Fig. 4. Kolloides Silber unter steigendem Wasserstoffdruck in den Anordnungen nach Fig. 2a bis 2d.

An-
ord-
nung
nach
Fig.:

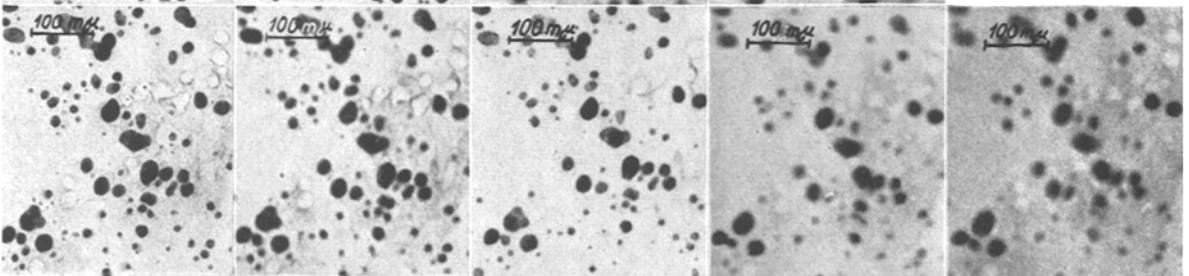
2 a



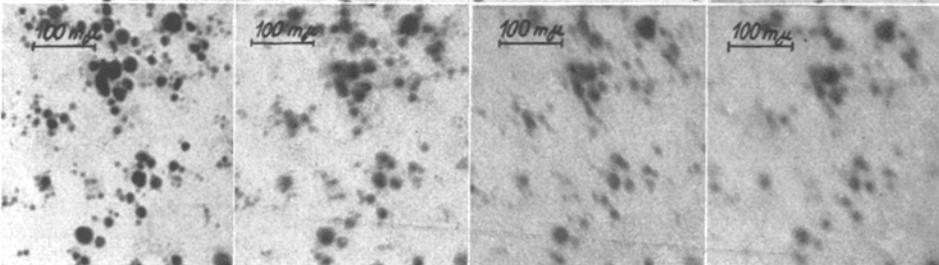
2 b



2 c



2 d



$\sim 10^{-4}$ 5 10 20 40 Torr
Fig. 5. Kolloides Silber unter steigendem Luftdruck in den Anordnungen nach Fig. 2a bis 2d.

Stellen rechteckig begrenzte Kristalle geworden sind. Es hat hier eine chemische Umwandlung des Silbers in Silberchlorid stattgefunden, die wir auch bei vielen anderen Aufnahmen erhalten haben. Diese Veränderung des kolloiden Silbers erfolgte sofort beim Einlassen von Chlor in die Gaskammer und war schon auf dem Leuchtschirm zu beobachten. Um auch nach der chemischen Veränderung der Präparate scharfe Aufnahmen zu erhalten, kann das Gas wieder abgepumpt und die Aufnahmen wiederholt werden.

Bei der Aufnahme und Deutung solcher Reaktionsbilder wie auch anderer übermikro-

skopischer Bilder sind insbesondere dann, wenn nur wenige Aufnahmen von demselben Objekt vorliegen, Fehldeutungen möglich, da Struktureigentümlichkeiten an Objekten durch optische Fehler der abbildenden Elektronenlinsen und des bestrahlenden Bündels auftreten können. So können z. B. hellere Säume um Objektpartikel durch Öffnungs- und Beugungsfehler auftreten, während ein stärkeres Abweichen von der dreh-symmetrischen und glockenförmigen Intensitätsverteilung des bestrahlenden Elektronenbündels zu Doppelbildern und Mehrfachbildern führt, die sich durch Änderung der Linsenbrenn-

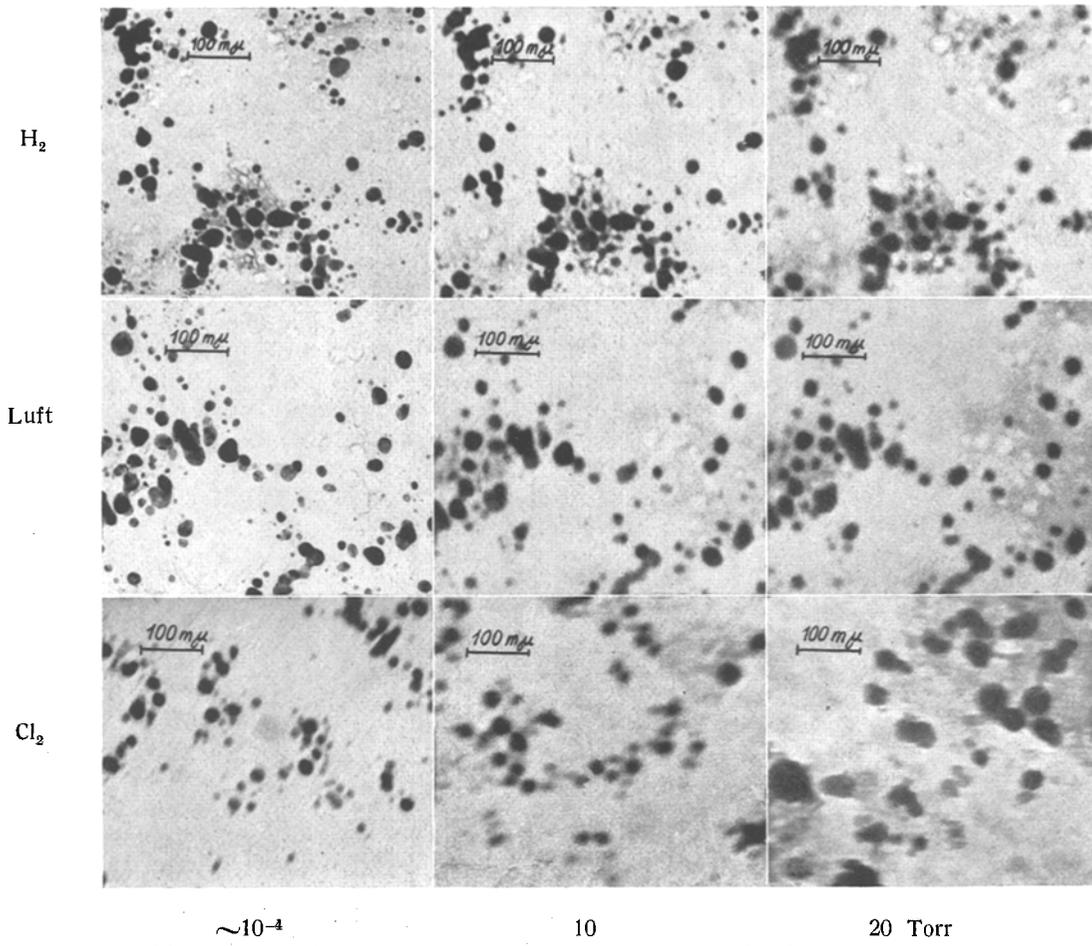


Fig. 6. Kolloides Silber unter Wasserstoff-, Luft- und Chlordruck in der Anordnung nach Fig. 2c.

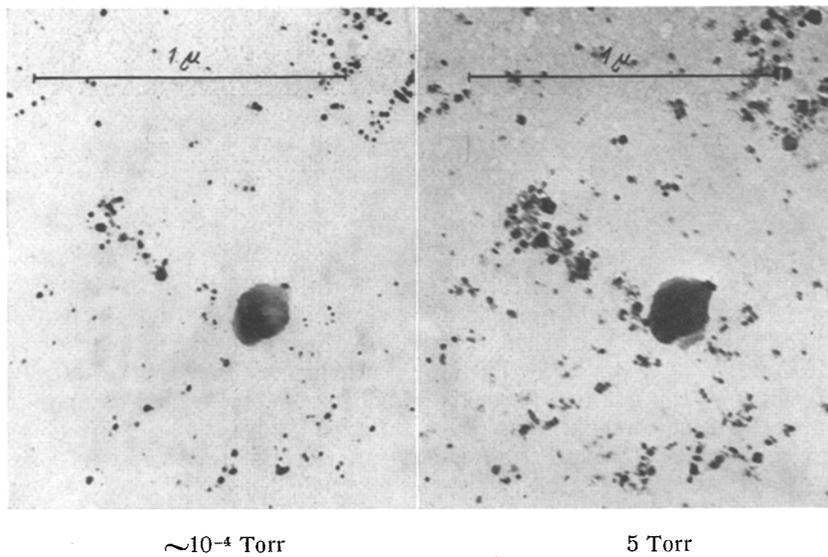


Fig. 7: Umwandlung von kolloidem Silber in Silberchlorid in der Anordnung nach Fig. 2c.

weite zwar mehr oder weniger gut, aber nicht vollständig, zur Deckung bringen lassen. Mehrfachbilder treten leicht beim Arbeiten mit ungeeigneten oder unterheizten Kathoden, insbesondere bei zu hoher Emission auf. Um solchen Täuschungen zu entgehen, hat es sich bewährt, die Objekte bei möglichst hoher elektronenoptischer Vergrößerung zu beobachten und aufzunehmen, weil dann diese Fehler und ihre Veränderung mit der optischen Einstellung schon auf dem Leuchtschirm zu beobachten sind, da die Abmessungen der Säume und Mehrfachkanten bereits über der Körnigkeitsgrenze der Schirme und über dem Auflösungsvermögen des Auges liegt.

Es wurden kürzlich⁴⁾ zwei übermikroskopische Aufnahmen von Zinkoxydkristallen gezeigt, wobei die Kristallnadeln in einem Fall von einem feinen, helleren Saum umgeben waren. Da die Kristalle vor dieser Aufnahme bei Zimmertemperatur 5 min lang einem Kohlendruck von 5 mm ausgesetzt waren, wurden die Säume als eine oberflächliche Umwandlung in Zinkkarbonat gedeutet. Da das Aussehen dieser Kristalle stark an die bekannten, durch Abbildungsfehler bedingten Bildsäume übermikroskopischer Aufnahmen erinnert und auch die angenommene Reaktion unter den angegebenen Umständen wenig wahrscheinlich schien, wurde vom Verfasser geprüft, ob sich eine solche Veränderung der Kristallbegrenzungen durch das Einströmen von CO_2 bei 5 Torr und höheren

⁴⁾ M. v. Ardenne, Physik. Z. 43, 11 (1942).

Drucken vielleicht beobachten ließ. Eine verschiedene Umrandung konnte als Folge der Gaszufuhr weder auf dem Leuchtschirm noch auf der Platte beobachtet werden. Dagegen gelang es, durch verschiedene optische Einstellung ähnliche Bildsäume sowohl vor als auch nach der Behandlung mit Kohlendioxid zu erhalten. In einer anderen Arbeit⁵⁾ wird aus einer Aufnahme von Magnesiumoxydrauch auf die oberflächliche Umwandlung in basisches Karbonat geschlossen. Diese Bilder erinnern stark an ungenau fokussierte Doppelbilder. Bei den in Fig. 7 wiedergegebenen, elektronenoptisch relativ hoch vergrößerten Aufnahmen kann es sich nicht um derartige Erscheinungen handeln, da hier aus den runden Teilchen deutlich solche von viereckigem Umriß geworden sind.

Zusammenfassung.

Die übermikroskopische Abbildung von unter Gasdruck stehenden Objekten wird für verschiedene Anordnungen und Gasarten untersucht. Die Verschlechterung von Auflösungsvermögen und Kontrast erweist sich bei leichten Gasen und bei Anordnungen mit kleiner Druckstrecke am geringsten. Eine zusätzliche Objektschädigung durch sekundäre Korpuskeln wird festgestellt. Die beobachtete Umwandlung von kolloidem Silber unter Chlordruck in Silberchlorid zeigt die Brauchbarkeit der Anordnung für Reaktionsbeobachtungen im sublichtmikroskopischen Gebiet.

⁵⁾ M. v. Ardenne und D. Beischer, Z. Elektrochem. 46, 270 (1940).

Aus dem Forschungs-Institut der AEG.

Über thermisch erzeugte Oxydfilme bei Aluminium.

Von H. Mahl (Berlin-Reinickendorf-Ost). (Eingegangen am 28. Mai 1942)

Einleitung.

Bekanntlich überzieht sich Aluminium an der Luft mit einer sehr dünnen amorphen¹⁾ Oxydschicht, die das darunterliegende Metall vor weiterer Oxydation schützt. Die Dicke der amorphen Schicht kann nach Hass²⁾ bis auf etwa 100 Å anwachsen. Eine verstärkte Oxydation findet erst bei höheren Temperaturen statt [nach Hass³⁾ über 400°C], und zwar bildet sich hierbei das kubisch flächenzentrierte γ -Al-Oxyd.

In dieser Arbeit soll dieser Oxydationsvorgang mit Hilfe von Elektroneninterferenzen und im Übermikroskop, das, wie an anderen Stellen gezeigt werden konnte⁴⁾, zum Studium von dün-

¹⁾ Vgl. z. B. G. D. Preston und L. L. Bircumshaw, Philos. Mag. 22, 654 (1936).

²⁾ G. Hass, Ann. d. Phys. 31, 245 (1938).

³⁾ G. Hass, Verh. Dtsch. Phys. Ges. 22, 1 (1941).

⁴⁾ H. Mahl, Z. techn. Physik 21, 18 (1940);

nen Oberflächen-Oxydfilmen vorzüglich geeignet ist, genauer untersucht werden. Da es durch eine Durchstrahlungsabbildung eines abgelösten Oxydfilmes gelingt, gleichzeitig die Eigenstruktur des Oxydfilmes und das Relief der zugehörigen Oberfläche mit abzubilden⁵⁾, lassen sich Zusammenhänge, die zwischen der Lagerung der Oxydkristallite und der Struktur der Oberfläche bestehen, besonders einfach und sicher erkennen.

Korrosion u. Metallschutz 17, 1 (1941) u. a.

⁵⁾ Der Oxydfilm behält nach dem Ablösen die Form der Oberfläche bei, so daß er einen „Abdruck“ des Oberflächenreliefs darstellt. Das Durchstrahlungsbild entspricht darum, wenn der Oxydfilm für sich strukturlos ist, dem übermikroskopischen Bild der Oberfläche [Abdruckverfahren: vgl. H. Mahl, Metallwirtschaft 19, 488 (1940) und Z. techn. Physik 22, 33 (1941)]; wenn dagegen der Oberflächenfilm strukturiert ist, erscheint die Struktur des Films dem Bild des Oberflächenreliefs überlagert.