

Aus dem Physikalischen Institut der Technischen Hochschule Danzig-Langfuhr, dem Forschungslaboratorium I der Siemenswerke und dem Laboratorium für Übermikroskopie der Siemens & Halske A.-G., Berlin

Über eine temperaturbeständige und haltbare Trägerschicht für Elektroneninterferenzaufnahmen und übermikroskopische Untersuchungen.

Von Georg Hass und Helmut Kehler. (Eingegangen am 21. März 1941)

Elektroneninterferenzversuche im durchgehenden Strahl sowie elektronenübermikroskopische Untersuchungen mit Hilfe des Durchstrahlungsmikroskops können bekanntlich nur an sehr dünnen Präparaten (dünner als 10^{-5} cm) durchgeführt werden. Da sich nur wenige Stoffe in so geringer Schichtdicke haltbar herstellen lassen, werden die meisten Präparate auf dünne Trägerfolien aufgebracht. Als Material für Trägerfolien sind nur solche Stoffe geeignet, die sich bequem in sehr dünnen und haltbaren Schichten herstellen lassen und deren Beugungs- und Strukturbild bei Interferenzversuchen und übermikroskopischen Abbildungen nicht stört. Besonders geeignet sind in dieser Hinsicht dünne Kolloidum- oder Celluloidhäutchen, die von Kirchner¹⁾ zuerst mit Erfolg als Trägerfolien benutzt wurden und heute hierfür fast ausschließlich Verwendung finden. Bei Substanzen, die jedoch absichtlich oder unabsichtlich höheren Temperaturen ausgesetzt werden, sind solche Kolloidumträger wegen ihrer geringen Temperaturbeständigkeit unbrauchbar. In solchen Fällen benutzt man z. B. Glimmerfolien²⁾ als Unterlage, die sich jedoch nur sehr unbequem und auch nur wesentlich dicker als Kolloidumfolien herstellen lassen, so daß die Glimmerinterferenzen oft die zu untersuchende Erscheinung weitgehend überdecken.

Als Trägerfolien für Substanzen, die Temperaturbehandlungen ausgesetzt werden sollen, haben sich bei uns Aluminiumoxydschichten als besonders geeignet erwiesen, da sie sich bequem und mit gut reproduzierbaren Eigenschaften in denselben Stärken wie Kolloidumhäutchen herstellen lassen und sich selbst in größeren Flächen als sehr haltbar und temperaturbeständig gezeigt haben. Zu ihrer Herstellung wird zunächst metallisches Aluminium in geeigneter Weise oxydiert und die gewünschte Oxydhaut nach den z. B. bei Evans³⁾ beschriebenen Methoden vom

Grundmetall abgelöst. Das Interferenzbild derartiger Aluminiumoxydschichten zeigt nur verwaschene Ringe (Fig. 1) und ändert sich selbst bei mehrstündigem Tempern auf 500° C in Luft wie in Vakuum nicht. Die Eigeninterferenzen des Aluminiumoxydträgers stören im allgemeinen nicht, da sie gegenüber den aufgetragenen Substanzen praktisch zurücktreten. Fig. 2 zeigt z. B. das Beugungsbild einer bei Zimmertemperatur auf einen Aluminiumoxydträger aufgedampften Antimonschicht und Fig. 3 gibt die Aufnahme einer bei 200° C aufgedampften Aluminiumschicht wieder, die aus besonders großen, jedoch nicht orientierten Kriställchen besteht. Über weitere Versuche dieser Art wird demnächst ausführlich berichtet werden.

Bei der Übermikroskopie sind die Anwendungsmöglichkeiten der allgemein bisher benutzten Kolloidumfilme in gewisser Beziehung begrenzt. So sind vor allem solche Untersuchungen unmöglich, bei denen die Präparate vor und nach einer Temperaturbehandlung übermikroskopisch beobachtet werden sollen. Auch Versuche an ausgedehnten Präparaten und an Objekten, die in längerer Zeit ihre Lage auf der Trägerfolie nicht verändern dürfen (z. B. bei stereoskopischen Aufnahmen), sind mit Kolloidumhäutchen schwierig durchzuführen, da die Kolloidumschicht bei der üblichen Belastung durch die Elektronen sich leicht verzieht und einreißt. Die Durchführung derartiger Aufgaben erleichtert der Aluminiumoxydträger, dessen geringe Eigenstruktur auch bei den meisten übermikroskopischen Untersuchungen nicht wesentlich stört, zumal sie neben dem aufgetragenen Präparat oft ganz verschwindet. Die Fig. 4, 5 und 6 zeigen übermikroskopische Aufnahmen von Aluminiumoxydträgern allein und mit aufgedampften Metallschichten. Man sieht deutlich, daß die geringe Eigenstruktur des Aluminiumoxydhäutchens neben der Struktur einer aufgedampften Metallfolie ganz verschwindet. Zum Vergleich gibt Fig. 7 die Aufnahme einer entsprechenden Metallschicht auf Kolloidum wieder. Als Beispiel der Verwendung des Aluminiumoxydfilms für beliebige Objekte zeigt schließlich

¹⁾ F. Kirchner, Naturwiss. 18, 707 (1930).

²⁾ O. Eisenhut und E. Kaupp, Z. Elektrochem. 37, 466 (1931).

³⁾ U. R. Evans, Korrosion, Passivität und Oberflächenenschutz von Metallen (Berlin 1939), S. 55 u. f.

Fig. 1 (B 3949/41).
Beugungsbild einer Aluminiumoxyd-
folie.

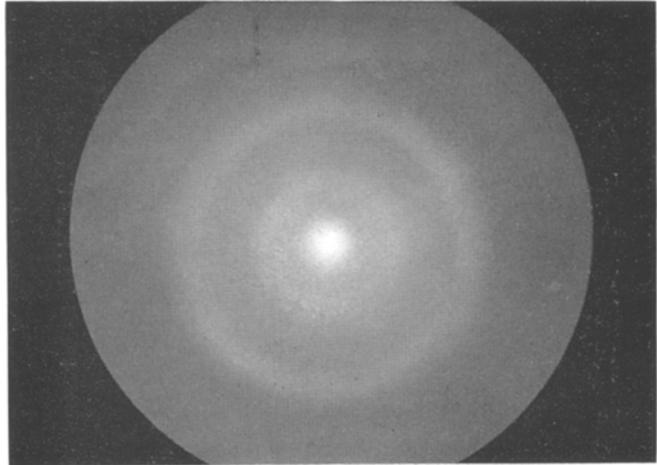


Fig. 2 (B 3739/40).
Antimon auf Aluminiumoxyd-
film aufgedampft.

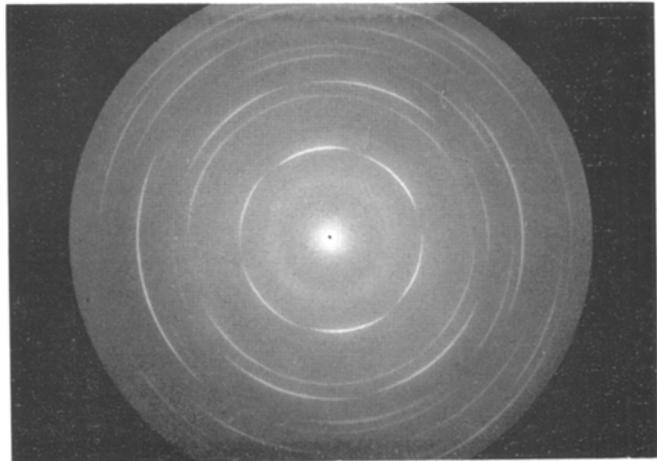
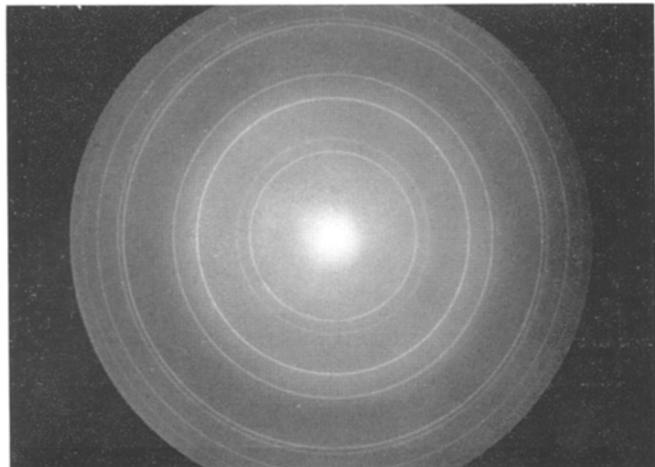


Fig. 3 (B 3950/41).
Aluminium auf erwärmtem Aluminium-
oxydfilm (200° C) aufgedampft.



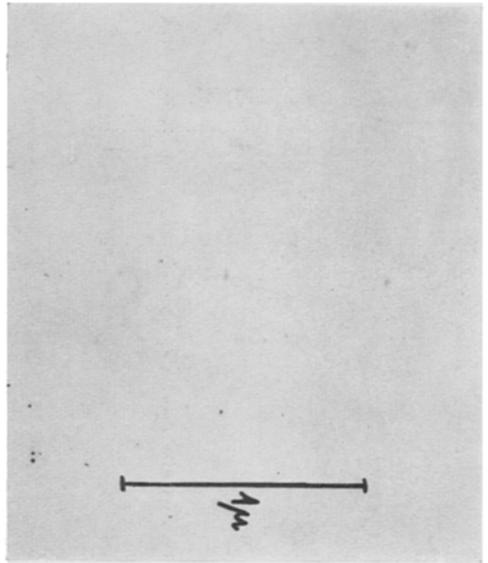


Fig. 4 (B 3958/40). Aluminiumoxydträger. El-optisch 32000 : 1.

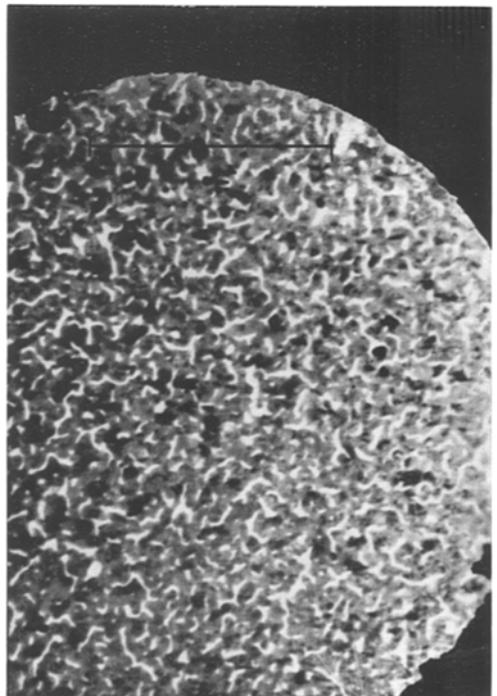


Fig. 5 (A 6311/40). Dünne Silberschicht auf Aluminiumoxydträger. El-optisch 32000 : 1.

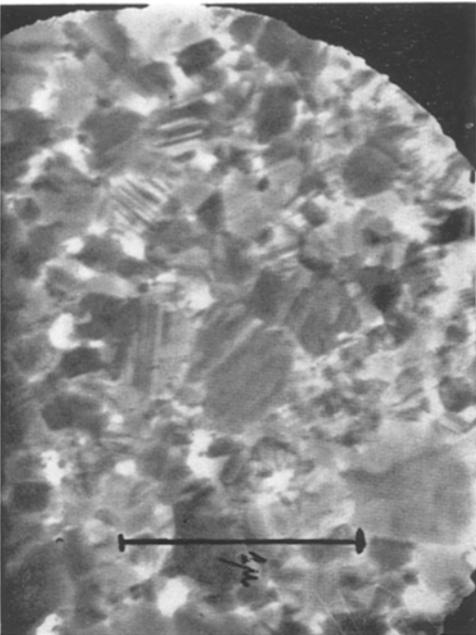


Fig. 6 (B 6317/40). Dickere Silberschicht auf Aluminiumoxydträger. El-optisch 32000 : 1.

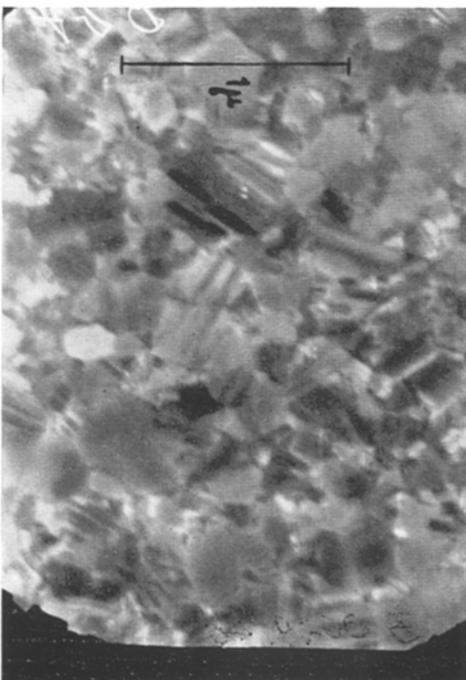


Fig. 7 (B 3629/40). Dickere Silberschicht auf Kolloidträger. El-optisch 30000 : 1.

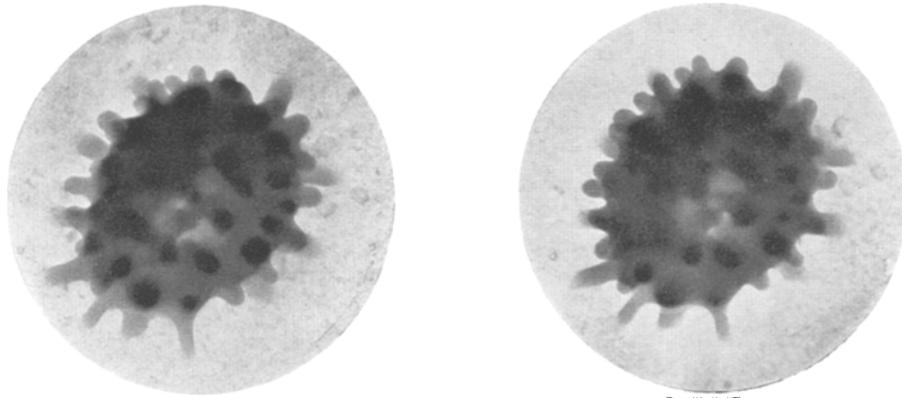


Fig. 8 (A 4449/40, A 4451/40). Stereoaufnahme eines „stechapfelförmigen“ roten Blutkörperchens.

Fig. 8 die Stereoaufnahme eines stechapfelförmigen roten Blutkörperchens⁴⁾.

⁴⁾ Herr H. Ruska, der uns diese Aufnahme über-

lassen hat, wird demnächst an anderer Stelle über die Verwendung der Al-Filme in der Übermikroskopie, insbesondere auch für die Zwecke der Mikroverarschung, berichten.

Aus dem Physikalischen Laboratorium der I. G. Farbenindustrie A. G., Frankfurt a. M.-Höchst.

Übermikroskopische Untersuchung des Zusammenhangs zwischen Deckkraft und Kristallgröße bei Pigmenten.

Von F. Schmieder (Frankfurt a. M.-Höchst).

(Eingegangen im Februar 1941)

Die Deckkraft von Pigmenten hängt von der Größe ihrer Einzelteilchen ab¹⁾. Sind die Einzelteilchen relativ grob, etwa einige zehn μ oder mehr im Durchmesser, so weiß man, daß durch Herabsetzen der Teilchengröße die Deckkraft erhöht werden kann. Man wird jedoch bei dem Versuch, etwa durch fortgesetzte Mahlung der Pigmente die Deckkraft immer weiter zu steigern, in den meisten Fällen schließlich wieder zu einer Abnahme der Deckkraft gelangen. Die Tatsache, daß bei zunehmendem Zerteilungsgrad die Deckkraft wieder abnimmt, ist verständlich, da bei der feinsten Zerteilung, die erreichbar ist, der kolloiden oder molekularen Lösung, klare Durchsichtigkeit erreicht wird. Die Abnahme der Deckkraft mit zunehmendem Zerteilungsgrad beruht auf dem gegenüber der Brechung und Reflexion des Lichtes an den Teilchen immer stärker überwiegenden Einfluß der Beugung, wenn die Teilchengröße die Wellenlänge des Lichtes erheblich unterschreitet^{2, 3)}.

¹⁾ H. Wagner, Die Körperfarben, 2. Auflage (Stuttgart 1939), 42f.

²⁾ Vgl. Wo. Ostwald, Kolloidchem. Beih. 32, 21 ff. (1930).

³⁾ G. Mie, Ann. d. Phys. 25, 377 (1908).

Will man im Hinblick auf die Deckkraft die Teilchengröße eines Pigmentes bestimmen, so



Fig. 1. Azopigment. Handelsware 27000:1.