

Lauge-Gemisch unter wiederholtem Umschütteln mindestens 2 h in den verschlossenen Kugeln, wird dann in einen 500-cm<sup>3</sup>-Kolben überführt (Nachspülen mit n-NaOH) und nach Temperieren auf 20° zur Marke ergänzt. Ein kleiner Teil der Lösung wird in ein 100-cm<sup>3</sup>-Kölbchen gegeben, mit n-NaOH auf 50 cm<sup>3</sup> gebracht, mit 5 cm<sup>3</sup> Eisessig, dann mit 40 cm<sup>3</sup> *Ilosvay*-Reagens versetzt und mit einer gleich zusammengesetzten Mischung von n-NaOH, Eisessig und *Ilosvay*-Reagens bei 20° zur Marke aufgefüllt. Nach Umschütteln und 5 min langem Stehen wird eine Probe der Farblösung in einer Küvette gegen die farblose Mischung aus n-NaOH, Eisessig und Reagens photometriert, dabei wird Grünfilter S 53 angewandt. Für die abgelesenen Extinktionen kann man die Nitrose-Werte in  $\gamma$  direkt ablesen aus einer Eichkurve, die mit

Nitrit-Lösungen bzw. nitrosen Gasen von bekanntem Gehalt aufgestellt wird. Bei der NO<sub>2</sub>-Berechnung ist zu beachten, daß die Farbreaktion nur das Nitrit erfaßt, daß sich dieses aber nach Gleichung (2) nur aus der Hälfte des zu bestimmenden NO<sub>2</sub> bildet.

Der mittlere Fehler beider Methoden beträgt etwa 1%. Für die Bestimmung hoher Nitrose-Konzentrationen sind beide Methoden gleich gut geeignet. Die Bestimmung als NH<sub>3</sub> eignet sich aber nur für verhältnismäßig hohe Konzentrationen an Nitrose, während man colorimetrisch sowohl große Gehalte als auch solche von nur wenigen  $\gamma$  bestimmen kann. Ein weiterer Vorzug der zweiten Methode ist, daß viele Analysen in kurzer Zeit entnommen werden können. *Eingeg. 8. August 1942. [A. 43.]*

## VERSAMMLUNGSBERICHT

### Kaiser Wilhelm-Institut für physikalische Chemie und Elektrochemie, Berlin-Dahlem.

Colloquium am 28. Oktober 1942.

**Manfred Baron von Ardenne**, Berlin: *Elektronenmikrokinematographie mit dem Universal-Elektronenmikroskop.*

Bis vor kurzem waren bewegte Objekte in der Übermikroskopie selten und unerwünscht. Zeigte sich doch auf diese Weise das bei großer Strahlintensität eintretende Aufreißen von Objektträgerfolien sowie die Überlastung des Objektes selbst an. Erst durch die im Zusammenhang mit dem Universal-Elektronenmikroskop vorgenommenen Entwicklungen der Objekterhitzungseinrichtung, der Objektreaktionskammervorrichtung und der Objektabscattungsvorrichtung hat die Untersuchung bewegter Objekte in der Elektronen-Übermikroskopie seit kurzem aktuelles Interesse gewonnen. Es sei daran erinnert, daß mit Hilfe der Objekterhitzungsvorrichtung eingebrachte Präparate während einer definierten Objekterhitzung bis zu etwa 2000° mit vollem Auflösungsvermögen beobachtet werden können<sup>1)</sup>. — Die Objektreaktionskammervorrichtung gestattet die Objektbeobachtung, während in unmittelbarer Umgebung des Präparates, und nur in dieser, ein Gasdruck von bis zu 5 Torr von fast beliebigen Gasen aufrechterhalten wird<sup>2)</sup>. Nimmt man also z. B. die Objektaufheizung durch den Strahl selbst hinzu, so kann man mit diesem Einsatz sehr viele Reaktionen zwischen Gasen und fester Substanz übermikroskopisch beobachten. Die Objektabscattungsvorrichtung erlaubt neben anderen Anwendungen auf biologischem oder biochemischem Gebiet die übermikroskopische Untersuchung besonders strahlungsempfindlicher Substanzen<sup>3)</sup>, weil der Hauptteil des Gesichtsfeldes nur während der Aufnahmezeit von der Elektronenstrahlung durchsetzt wird und man infolge spezieller Abblendmaßnahmen mit sehr geringer Strahlaufheizung der Objektträgerblende arbeitet. Bei allen drei Einrichtungen ist es meist die Veränderung des Objektes, auf die sich das Hauptinteresse richtet.

Es lag nahe, das Leuchtschirmbild zu filmen, allein dabei hätte man einen Intensitätsverlust von etwa 3 Größenordnungen gehabt und Qualitätsverluste infolge Schirmkörnung. Jedoch die unmittelbare Belichtung des Filmes mit Elektronen erlaubt die kinematographische Registrierung mit hohem Auflösungsvermögen und mit schwacher Objektbelastung, d. h. mit vernachlässigbarer oder definierter Objekterhitzung.

Konstruktion und Ausführung einer abwechselnd mit der Plattenkamera benutzbaren Vakuum-Filmkamera wurden mitgeteilt. Durch Belegung der Umlaufblende mit nachleuchtendem Fluoreszenzmaterial sowie durch ein Leuchtschirm-Filmblädfenster gelingt die visuelle Beobachtung der in dem registrierten Gesichtsfeld während der Filmaufnahme sich abspielenden Vorgänge. Durch Einführung einer Druckunterteilung im Mikroskop und Anbringung von Ausfriertaschen wurde erreicht, daß keine kritische Austrocknung des Filmes eintritt. Auf diese Weise gelang es, die anfänglich schon bei Ingangsetzung der Kamera stets auftretenden Filmbrüche zu vermeiden, und zu erreichen, daß der handelsübliche Film angenähert normale mechanische Eigenschaften beibehält. Neben kinematographischen Aufnahmen auf Normalfilm bei bis zu 25 Bildern/s gestattet die Kamera bei bis zu 2 Bildern/s die Aufnahme langer Bildreihen mit Leicaformat. Die Filmkassetten haben ein Fassungsvermögen von 60 m Film.

Am Schluß wurden mit 3000facher elektronen-optischer, d. h. 20000facher förderlicher Vergrößerung aufgenommene Filme von folgenden Vorgängen gezeigt: Das Sintern des Schlämmstoffes von Rosenthaler Formsand bei etwa 1280°, ferner das Schmelzen feinster Urankügelchen beim Durchlaufen der Temperaturspanne von 1000—1100° mit einem charakte-

<sup>1)</sup> Vgl. Kolloid-Z. 97, 257 [1941].

<sup>2)</sup> Z. physik. Chem., Abt. B, 52, 61 [1942].

<sup>3)</sup> Z. Physik 117, 657 [1941].

ristischen Aufreißen der Oxydhülle und schließlich Sammelfeststellungen von mikrokristallinem Gold vor Erreichen der Schmelztemperatur und das Schmelzen selbst.

#### Colloquium am 11. November 1942.

**Prof. Dr. P. A. Thießen**: *Wechselwirkungen von Kolloiden.*

Die übermikroskopische Untersuchung bestätigt endgültig den synthetischen und den klassischen Cassius-Goldpurpur als kolloide Gemenge. Die Eigenschaften der purpurartigen Gemenge (Farbe, Zerteilbarkeit) lassen sich aus der stofflichen Natur und der Gestalt der Submikronen zwanglos ableiten.

Die fehlende Löslichkeit des Goldes klassischer Gold-Purpurpräparate in Königswasser erweist diese nicht als chemische Verbindungen; sie erklärt sich vielmehr zwanglos aus der Gestalt der Submikronen des kolloiden Gemenges.

Der Mechanismus der Einwirkung von Schutzkolloiden auf kolloides Gold wird übermikroskopisch erkundet. Der „Haftschutz“ entspricht den bereits früher bei der Reaktion Goldsol—Tabakmosaikvirus<sup>4)</sup> übermikroskopisch beobachteten Verhältnissen, die an anderen Systemen bestätigt werden. Er stellt sich als Analogie der Goldpurpurbildung dar.

Es gelang, den „Umhüllungsschutz“ übermikroskopisch abzubilden. Die gefundenen Schutzhüllen sind nur wenige Moleküllagen dick.

Die mit den klassischen Methoden der Kolloidforschung früher begründeten Vorstellungen über den Mechanismus der Schutzwirkungen erwiesen sich auch nach der übermikroskopischen Untersuchung in den Grundlagen als richtig.

Kolloide Metalle, in Gelatine eingebettet, zeigen nach deren Dehnen beim Wechsel der Schwingungsrichtung polarisierten Lichtes gelegentlich Farbänderung (Dichroismus). Durch Beobachtungen im Röntgenlicht sowie im Elektronenübermikroskop werden als Ursachen nachgewiesen: 1. die Ausrichtung nichtmetallischer Blättchen oder Stäbchen, die mit kugeligen Teilchen kolloider Metalle besetzt sind; 2. die Ausrichtung blättchen- oder stäbchenförmiger Metallteilchen selbst. Einige bisher nach Fall 2 gedeutete Beobachtungen erwiesen sich dabei als dem Fall 1 zugehörig.

Die wechselseitige Adsorption gleichsinnig geladener Kolloidteilchen — Kaolinit und Gold — sowie die Wechselwirkung von submikroskopischen Glimmerteilchen auf kolloides Gold wird übermikroskopisch verfolgt. Es gelingt dabei, submikroskopische Bereiche verschiedener adsorptiver Wirksamkeit unmittelbar sichtbar zu machen. Die adsorptive Unwirksamkeit der Basisflächen von Kaolinit gegenüber kolloiden Goldteilchen wird durch eine vorausgegangene Adsorption von Kationen (Ba-Ionen) aufgehoben.

Anionenaktive Substanzen (Seifen) und nichtionogene Netzmittel verbessern die Adsorptionsfähigkeit der Basisflächen nicht, kationenaktive Netzmittel (Invertseifen) steigern sie. Die beobachteten Adsorptions- und Aktivierungsvorgänge stehen in einfacher Beziehung zum Feinbau der Adsorbentien.

Verschiedenartige, wechselseitige Adsorption von Kolloiden ermöglicht unter gewissen Voraussetzungen eine einfache Unterscheidung der Bestandteile submikroskopischer Mineraliengemenge (übermikroskopisches „Färbe“-Verfahren).

Die übermikroskopisch sichtbar gemachte wechselseitige Adsorption von Kolloiden ermöglicht die Aufklärung von Feinheiten der Oberflächen-Strukturen, die weder röntgenographisch noch auf andere Weise bisher erkennbar sind. Im besonderen erwies sich, daß ein äußerlich tonartiger, gebleichter Glimmer von Sarospatak<sup>5)</sup> die in Oberflächen liegenden Alkali-Ionen in Prismenflächen enthält, während die äußeren Basisflächen nahezu frei davon sind.

Schließlich wurde an einem magnetischen Modell des Schnittes durch ein kubisches Raumgitter die Kräfteverteilung im Innern, an Oberflächen, an Kanten und an Störstellen demonstriert.

<sup>4)</sup> G. A. Kausche u. H. Ruska, Koll.-Z. 89, 21 [1939].

<sup>5)</sup> U. Hofmann, diese Ztschr. 55, 284 [1942].