

Deutsche Gesellschaft für Elektronenmikroskopie

28.—31. März 1955 in Münster (Westfalen)

Die 6. Tagung der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie fand im neu zum Hauptgebäude der Universität umgebauten Schloß in Münster statt. Das Programm enthielt 89 Vorträge. In einer Ausstellung wurden viele besonders gute elektronenmikroskopische Aufnahmen, neue Ultra-Mikrotome für die elektronenmikroskopische Präparation¹⁾ und eine größere Zahl lichtmikroskopischer Geräte gezeigt. Aus den Vorträgen:

J. NUTTING, Cambridge/England: *Industrial and Chemical Applications of the Electron Microscopy.*

Die chemischen und industriellen Anwendungen des Elektronenmikroskops haben sich dadurch beträchtlich verbreitet, daß durch die Verbesserung der Präparationstechnik immer neue Probleme lösbar wurden. Dank der Steigerung des Auflösungsvermögens ist es gelungen, große Moleküle polymerer Substanzen sichtbar zu machen. Weitere Beispiele für Anwendungsmöglichkeiten sind: Sichtbarmachen des Kristallwachstums, Verfolgung chemischer Reaktionen im festen Zustand unter gleichzeitiger Beobachtung der Änderung der Kristallformen und der Elektronenbeugungsdiagramme, Untersuchung des photographischen Prozesses, Abbildung von Schmiermitteln, Oberflächen natürlicher und künstlicher Fasern sowie Leder und Kunststoffe, Kristallform- und Teilchengröße-Bestimmungen an feinstgemahlenen Mineralien, Stäuben, Rauchen und Pigmenten.

E. BRÜCHE und H. POPPA, Mosbach: *Die „Teller sprünge“ bei Glas.*

Nach Oberflächenstrukturuntersuchungen an Glasproben aus Polierprozessen treten im Glas tellerförmige Vertiefungen auf, die auf senkrechte, einen kreisförmigen Bezirk einfassende Sprünge in der Glasoberfläche zurückgeführt werden können. Durch Ver spannung des Glases entsteht ein horizontaler Sprung und der Mittelbezirk wird herausgesprengt. Das Auftreten von Rissen senkrecht zu einer Ritzspur an deren Kanten und um die Auftreff stelle einer kleinen Kugel herum wurde gezeigt.

G. PFEFFERKORN und J. WESTERBOER, Münster: *Zur Methodik von Aerosoluntersuchungen.*

Für die Präparation von Stäuben, Rauchen und Aerosolen können keine Kupfernetze verwendet werden, die durch Erwärmung an der Luft mit feinsten Kupferoxyd-Nadelchen überzogen worden sind. Bei der Filtration setzen sich Kristalle und Nebelkörpchen an den Oxyd-Nadeln fest und werden dann mit ihnen im Elektronenmikroskop abgebildet. Dadurch ist die Verwendung der sonst bei übermikroskopischen Untersuchungen gebräuchlichen dünnen Trägerfolien umgangen worden.

M. KELLER, Tübingen: *Beispiele für die Sichtbarmachung von Oberflächen mittels ionengelöster Elektronen.*

Vergleichende Untersuchungen an Metallocberflächen zeigen, daß durch Ionenbestrahlung bei verschiedenen Materialien eine unterschiedliche Elektronenemission auftritt. Einschlüsse und Korngrenzen bei den Metallproben werden sichtbar. Durch sehr starken Ionenbeschluß wird eine Ätzwirkung beobachtet.

H. W. SCHLIPKÖTER, Düsseldorf: *Staubkorngrößenbestimmung an Silicotikerlungen.*

Dünnschnitte von Silicotikerlungen wurden elektronenmikroskopisch untersucht und festgestellt, daß der größte Teil der in der Lunge auftretenden Staubkörnchen kleiner als 1μ ist. Die Korngrößenverteilungskurven zeigen ein Maximum bei 0,2 bis 0,25 μ .

K. HOEGEN, Münster: *Sublichtmikroskopische Beobachtungen am anorganischen Anteil des gesunden und kranken Knochens bei Mensch und Tier.*

Nach Beseitigung der organischen Bestandteile des Knochens wurden die Hydroxylapatit-Kristalle ihrer Form und Größe nach elektronenmikroskopisch untersucht. Bei verschiedenen Erkrankungen treten Veränderungen der Kristallform auf. Bei Tieren sind die einzelnen Kristalle im allgemeinen etwas kleiner als beim Menschen.

¹⁾ Mit Ultramikrotomen, mit denen man Schnitte von etwa 200 Å Dicke herstellen kann, sind besonders schöne Erfolge bei der Untersuchung der Feinstrukturen von Zellen biologischer Objekte erzielt worden. Die gezeigten Geräte, über die teilweise auch näher berichtet wurde, sind Versuchsmodelle, die noch in der Entwicklung sind. Der geringe Vorschub wird bei den meisten Ultramikrotomen durch thermische Ausdehnung eines elektrisch geheizten Stabes bewirkt.

W. THEIS, Bielecke: *Elektronenoptische Untersuchungen über den Kristallisationsprozeß des Selens.*

Oberflächenaufnahmen eines Selen-Films zeigen Sphärolith- und Fibrillenstrukturen. Thermisch geformte Selen-Oberflächen sind in der Wärme plastisch verformbar. Gleitlinien treten bei einem Ebenenabstand von 200 bis 300 Å auf. Querschnittsaufnahmen an einem getemperten Selen-Kondensat zeigen die für hohe Wachstumsgeschwindigkeit charakteristischen Formen: Dendriten mit paraboloidförmigen Spitzen und lamellare Anordnung. In der Nähe des Schmelzpunktes treten ellipsoidförmige Selen-Kristalle auf, die in einen strukturlosen Untergrund eingebettet sind.

I. JOHANN und E. KLEIN, Düsseldorf/Leverkusen: *Dünnschnitte durch Körner entwickelter und unentwickelter photographischer Schichten.*

Mit Hilfe eines von von Borries und Hupperz entwickelten Ultra-Mikrotoms wurden Dünnschnitte photographischer Emulsionen angefertigt und elektronenmikroskopisch untersucht. Zur Lösung folgender Fragen wurden Beispiele gebracht: Gegenseitige Lage der Körner in unentwickelten und entwickelten Schichten in Beziehung zur visuellen Körnigkeit, Form des entwickelten Kernes in Abhängigkeit vom angewandten Entwickler und im Zusammenhang mit dem Farbton des entwickelten Silbers, Nachweis der Gelatinehülle des Silberbromid-Korns. Bestärker Elektronenbestrahlung der unentwickelten Schicht wird eine Zersetzung der Silberbromidkörner zu kleinen Tropfen beobachtet. Die Anwendung verschiedener Entwicklersubstanzen führt zu mehr oder weniger stark ausgebildeten fädigen Strukturen des entwickelten Korns.

A. BROCKES, Darmstadt: *Über Veränderungen der Massendicken und der Ultrarotspektren organischer Folien bei Elektronenbestrahlung.*

Die durch Elektronenbestrahlung an Collodium- und Polystyrol-Folien verursachten Veränderungen wurden durch Wägung und Ultrarotsorptionsmessungen verfolgt. Die Massendicke sinkt bei Zaponlack auf 25 % und bei Polystyrol auf etwa 90 % nach der Bestrahlung. Der Hauptanteil des Massenschwundes ist beim Zaponlack auf die Zersetzung der NO₂-Gruppen zurückzuführen. Außerdem werden OH-Gruppen abgebaut, H und auch etwas C aus der Verbindung herausgeschlagen. Das Auftreten neuer C—C-Doppelbindungen ist nachgewiesen worden.

O. GLEMSEY und G. BUTENUTH, Göttingen: *Zur Bestrahlungsschemie anorganischer Festkörper.*

In einer Elektronenstrahlapparatur sind verschiedene Salze bei wechselnden Spannungen und Strahlintensitäten bestrahlt worden, u. a. KMnO₄²⁾ und K₂CrO₄. Die zur Zersetzung nötigen Intensitäten sind abhängig von der Substanz und von der Korngröße. Die zur Zersetzung einzustrahrenden Energien sind abhängig von der Spannung bei der gearbeitet wird und durchlaufen ein Minimum bei den Ionisierungsspannungen. Die Wirkung der Elektronenstrahlen auf das Objekt ist ferner stark vom Gittertyp abhängig. Beim schrägen Bestrahen von CdJ, mit Schichten-gitter wandern die Elektronen offenbar bevorzugt entlang der Schichtebenen und bewirken u. U. ein Abplatzen von Schichten.

G. SCHRAMM, Tübingen: *Untersuchungen über Nucleinsäuren.*

Nach röntgenographischen Untersuchungen kommt den fadenförmigen Molekülen der Desoxyribonucleinsäure ein Durchmesser von 25 Å zu. Elektronenmikroskopische Aufnahmen stehen hiermit in guter Übereinstimmung. Erstmals gelang es, die fadenförmige Struktur der Ribonucleinsäure nachzuweisen. Bei vorsichtiger Behandlung konnten aus dem Tabakmosaikvirus Fadenmoleküle mit einem Durchmesser von etwa 40 Å und einer Länge von etwa 2800 Å isoliert werden.

K.-J. HANSEN, Braunschweig: *Elektronenmikroskopische Untersuchungen an Aufdampfschichten.*

Beim Aufdampfen dünner Metallschichten im Vakuum auf Objekträger für das Elektronenmikroskop bewirkt eine Temperaturhöhung bis zu einem kritischen Punkt eine Verringerung der Körnigkeit der Schicht. In der gleichen Weise wirkt sich eine Verringerung der Aufdampfgeschwindigkeit aus. Auch ein nach-

²⁾ Vgl. diese Ztschr. 64, 560 [1952].

trägliches Tempern der aufgedampften Schicht ist günstig, Temperung nach vorheriger Elektronenbestrahlung führt jedoch in verstärktem Maße zu Sublimation, bewirkt durch Elektronenbeschädigungen.

E. BAUER, München: *Neue Ergebnisse zur Struktur reflexvermindernder Schichten durch Kombination von Elektronenmikroskopie und Elektronenbeugungsuntersuchungen.*

An im Vakuum aufgedampften Schichten von Calciumfluorid und Lithiumfluorid wurden durch elektronenmikroskopische Abbildungen der Oberfläche und Elektronenbeugung Untersuchungen über Kristallorientierung und -habitus ausgeführt. Bei senkrechter Bedämpfung tritt eine einfache, bei schräger eine zweifache Orientierung auf. Bei einem Bedämpfungswinkel von 30° ist der Orientierungsgrad am stärksten und die Teilchengröße am einheitlichsten.

R. MELDAU, Harsewinkel: *Diatomit als Indikator technischer Vorgänge.*

Durch Zugabe von Diatomit zu der Flugasche eines Industriekamins ist es möglich, die Reichweite der Staubablagerung des betreffenden Kamins zu bestimmen. Der im Gelände niederfallende Staub wurde gesammelt und elektronenmikroskopisch auf das Vorhandensein von Bruchstücken der Diatomeenschalen untersucht.

W. MADER, KAPFENBERG und O. REITER, Graz: *Über Bestimmungen der Korngrößenverteilung von technischen Proben.*

Bei der Bestimmung der Korngrößenverteilung pulverförmiger Objekte aus übermikroskopischen Bildern ist es wesentlich, daß die tatsächlichen Verteilungsverhältnisse durch die Präparation nicht verfälscht werden. Um die bei Proben mit stark unterschiedlicher Teilchengröße auftretenden Schwierigkeiten auszuschalten, sind die nach Ultraschallbehandlung und Sedimentation erhaltenen verschiedenen Fraktionen untersucht worden.

G. BEHRENS, M. KNOCH und H. KÖNIG, Darmstadt: *Elektronenmikroskopische Untersuchungen an Netzschwefel.*

Trotz des hohen Dampfdruckes von Schwefel ist es gelungen, Schwefelkolloide, die als Pflanzenschutzmittel Verwendung finden, elektronenmikroskopisch zu untersuchen. Beim Eintrocknen einer wässrigen Suspension von Netzschwefel bilden sich fadenförmige Strukturen aus. Langsames Eintrocknen begünstigt die Fadenbildung. Je kleiner die Teilchen des Ausgangskolloids, umso stärker ist die Fadenbildung ausgeprägt. Ein Herabsetzen der Oberflächenspannung der Suspension verhindert die Ausbildung der Fäden. Bei Temperaturerhöhung kontrahieren die Fäden.

TH. NEMETSCHEK und U. HOFMANN, Darmstadt: *Zur Kenntnis einiger anorganischer Faserstoffe.*

Bei der SiO-Herstellung tritt ein Produkt mit einer feinen Faserstruktur auf. Man kann Hohlfasern in glatt gestreckter und spiraler Anordnung beobachten. Auch amorphe Kieselsäure bildet Fasern von 100 bis 150 Å Dicke. Bei der Reduktion können Fasern von Silicium entstehen. Thoriumsulfat zeigt das gewohnte Bild einer faserförmigen Struktur, während sich bei Thoriumchromat bei der Behandlung der Kristallplättchen mit Wasser Bündel von Fasern ausbilden.

E. BRÜCHE und G. SCHIMMEL, Frankfurt/Main: *Über die Härte der Glasoberfläche.*

Mit einem Mikroschreiber wurden auf verschiedenen Gläsern Ritzspuren mit einem Diamanten bei verschiedenen Belastungen erzeugt und elektronenmikroskopisch untersucht. Die Auswertung der Ergebnisse zeigte, daß bei einem alten Glasobjektträger eine etwa $0,08 \mu$ dicke, recht weiche Schicht an der Oberfläche entstanden ist, die möglicherweise aus Kieselgel besteht.

H. PFISTERER, Karlsruhe: *Bruchgefügeuntersuchungen in der Werkstoff-Forschung.*

Bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung an Bruchflächen kann man sowohl durch den Bruch freigelegte Gefüge als auch beim Brechen entstandene Gefüge sehen. Als Präparationsmethode ist das Triafol-SiO-Abdruckverfahren für die Abbildung von Bruchflächen geeignet. Als Beispiele wurden Ergebnisse folgender Untersuchungen angeführt: Verfolgung des Sinterverlaufs bei Bariumtitannat, wobei die Kristallite bei steigender Sintertemperatur wachsen, Porenbildung bei Ferriten und die Gefügeentwicklung bei Sinterhartmetallen, bei denen das Auftreten von TiC-WC-Mischkristallen sichtbar gemacht wurde.

H. K. GÖRLICH und H. GOOSSENS, Aachen: *Die Lösungsmittel als Isolierverfahren von Gefügebestandteilen in technischen Eisenwerkstoffen zur Untersuchung unter dem Elektronenmikroskop.*

Bei der Untersuchung von Oberflächen im Elektronenmikroskop unter Anwendung des Lackhäutchen-Abdruckverfahrens kann man durch die dünne Lackhaut hindurch eine lösende Ätzung der Eisenprobe vornehmen und die dabei freigelegten unlöslichen Gefügebestandteile (Zementit) zusammen mit der Abdruckfolie von der Probe abziehen und abbilden. Man hat dabei gegenüber anderen Isolierverfahren den Vorteil, die isolierten Bestandteile in ihrer ursprünglichen Lage zueinander auch im Abdruck sehen zu können. Eine Identifizierung der Teilchen ist durch Feinstrahlbeugung möglich.

H. K. GÖRLICH und H. GOOSSENS, Aachen: *Elektronenoptische Untersuchung von Korngrenzen und Korngrenzen-Zwischenstoffen in technischen Eisenwerkstoffen mit Hilfe eines neuen Dünnschliffverfahrens.*

Zur Vorbereitung der Proben wurde ein Verfahren beschrieben, das es ermöglicht, Dünnschliffe von etwa 10 bis 20 μ herzustellen. Durch teilweises Lösen wird die Schicht so dünn erhalten, daß sie direkt elektronenmikroskopisch untersucht werden kann. Die Kristallform und Anordnung der Korngrenzen-Zwischenstoffe ist dargestellt und ihre Struktur durch Feinstrahlbeugung bestimmt worden. Es treten hauptsächlich oxydische Einschlüsse auf: SiO_2 , Al_2O_3 , MgO und Spinelle.

O. RÜDIGER und W. KINNA, Essen: *Elektronenmikroskopische Beobachtungen bei der Oxydation einer TiC-Co-Legierung.*

Die Legierung 80 % TiC + 20 % Co besteht aus einem gesinterten heterogenen Gemenge von TiC und Co. Bei der Oxydation des Materials an Luft bildet sich eine heterogene Oxydschicht aus. Nach Röntgen- und Elektronenbeugungsuntersuchungen sowie elektronenmikroskopischen Bildern von Oberflächenabdrücken wuchert das aus dem leichter oxydierbaren Co entstandene Co_3O_4 über die ursprünglichen Korngrenzen hinaus. Aus dem TiC entsteht feinkörniges TiO_2 .

[VB 671]

Kanadisches Forum für Hochpolymere

Bridley College, St. Catherines, Ontario, 14. bis 15. April 1955

Unter dem Vorsitz von **R. V. V. Nicholls**, Montreal, fand das sechste kanadische Forum für Hochpolymere statt.

J. A. MANSON und L. H. CRAGG, Hamilton: *Über die Herstellung verzweigter Polystyrole unter kontrollierten Bedingungen.*

Sowohl der Abstand der Zweigstellen voneinander als auch die Länge der Verzweigungen konnte kontrolliert werden. Styrol wurde in einem Redox-System in Emulsion polymerisiert. Als Kettenstarter verwandte man ein Polystyrol-hydroperoxyd, das durch Oxydation von Polystyrol erhalten wurde. Sowohl der Polymerisationsumsatz wie die Viscositätszahl des Ausgangsproduktes und die Abnahme des Hydroperoxyd-Gehalts mit fortschreitender Polymerisation deuten auf die Bildung eines Ppropolymeren. Verschiedene Ausgangspolymeren wurden verwendet: das Molekulargewicht schwankte zwischen $2 \cdot 10^5$ und $10 \cdot 10^6$ und der Hydroperoxyd-Gehalt zwischen 0 und 16 Gruppen per 1000 Monomereinheiten. Der erwähnte Verzweigungsgrad ist proportional dem Hydroperoxyd-Gehalt der Ausgangspolymeren. Vorausgehende Viscositätsmessungen ergaben zunächst, daß die Huggins-Konstante k' der Konzentrationsabhängigkeit der Viscosität innerhalb der Meßfehler nicht vom Verzweigungsgrad abhängt.

F. R. EIRICH und R. T. WOODHAMS, Brooklyn: *Die Polymerisationskinetik des Vinylpyrrolidon in wässrigen Lösungen*

Als Kettensystem wurde Wasserstoffperoxyd/Ammoniak benutzt. Die Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit kann durch folgende Gleichung dargestellt werden (M Monomer).

$$-(dM/dt) = \text{konst.} (\text{HOOH})^{1/2} (\text{NH}_4^+)^{1/2} (M)^{3/2}$$

Polymere, die so hergestellt wurden, tragen eine Carboxyl-Endgruppe und zeigen ein entsprechendes elektrophoretisches Verhalten. Die Carboxyl-Gruppen stammen wahrscheinlich von einer Übertragungsreaktion mit H_2O_2 her, durch die Hydroperoxyd-Gruppen am Polymeren gebildet werden, die anschließend der Luftsauerstoff zu Carboxyl oxydiert.