

Europäische Konferenz über Elektronenmikroskopie

Stockholm, 17. bis 20. September 1956

Aus den Vorträgen:

B. v. BORRIES† und **F. LENZ**, Düsseldorf: *Über die Entstehung des Kontrastes im elektronenoptischen Bild.*

Zur Entstehung des Kontrastes im Elektronenmikroskop wurde über neue Vorstellungen berichtet. Hiernach kann der, von der kohärenten und inkohärenten Streuung an amorphen und kristallinen Objekten entstehende Kontrast unter einheitlichen Gesichtspunkten verstanden werden. Durch inkohärente elastische und unelastische Streuung entsteht Amplitudenkontrast, welcher insbesondere für Objektbereiche eine Rolle spielt, deren Ausdehnungen gegenüber dem Atomdurchmesser groß sind. Dieser Amplitudenkontrast ist auch bei Fokussierung auf die *Gaußsche* Bildebene sichtbar. Außerdem entsteht ein Phasenkontrast durch kohärente Streuung verursacht, z. B. durch Unterschiede des inneren Potentials benachbarter Objektbereiche. Dieser spielt für kristalline Objekte eine Rolle, sowie für Bereiche amorpher Objekte, deren Ausdehnung sich der Atomgröße nähert. Der Phasenkontrast verschwindet in der *Gaußschen* Bildebene und hängt vom Grade der Defokussierung ab.

Mit dem Grad der Defokussierung ändert sich im Bild die Größe der mit gutem Kontrast wiedergegebenen Details. Für einen vorgegebenen Abstand von Objekteinheiten — z. B. auch Schwankungen im inneren Potential —, den man mit optimalem Kontrast abbilden will, kann man die dafür notwendige Defokussierung zahlenmäßig angeben.

EBERHARD KLEIN, Leverkusen: *Neue elektronenoptische Untersuchungen zur photographischen Entwicklung.*

Von **N. F. Mott** vorausgerechnete Störstellen an Halogensilber-Kristallen, welche die Ausgangsbereiche des photographischen Elementarprozesses darstellen sollten, konnten erstmals mit Hilfe des Kohleabdruckverfahrens an mit Reduktionsmitteln geätzten Kristallen sichtbar gemacht werden. Das dabei in Gestalt feiner Fäden entwickelte Silberkorn soll nach Auswertung von Stereoaufnahmen solcher Kristallabdrücke in erster Linie aus solchen Störzentren herausgewandert sein.

Diskussionsbemerkungen von **A. C. van Dorsten**, **S. Leisegang**, **Le Poole**, **G. Möllenstedt**, **E. Klein** und **L. Wegmann**.

1.) Die Forderung nach einer, für das sichtbare Licht unempfindlichen photographischen Platte, kann auf Grund des Schwärzungsmechanismus nicht erfüllt werden, da für Lichtquanten unempfindliche photographische Schichten auch für Elektronen unempfindlich wären. 2.) Optimale Bildinformationen erhält man, wenn man einen Kompromiß zwischen den statistischen Schwankungen bei einer normalen und dem vergrößerten Korn bei einer verlängerten Exposition eingeht. 3.) Zur Frage einer Bildregistrierung unter Umgehung photographischer Emulsionen wurden Kohlenstoff-Abscheidungen durch Elektronen- bzw. Ionenbeschuss in Kohlenwasserstoffhaltigem Vakuum vorgeschlagen und auf entsprechende Untersuchungen hingewiesen.

CH. FERT, Toulouse: *L'examen des surfaces métalliques par réflexion avec anamorphose.*

An Beispielen aus der Metallographie eisenhaltiger und nicht-eisenhaltiger Legierungen, konnte gezeigt werden, daß bisherige Mängel der Reflexionsmikroskopie durch Einhalten kleiner Einfallswinkel bzw. großer Ausfallswinkel behoben werden konnten. Durch Anbringen von Vierpolnlinen im Projektiv kann das erhaltene Bild entzerrt werden, so daß die Quer- und Längsvergrößerungen nahezu gleich werden.

V. E. COSSLETT und **P. DUNCUMB**, Cambridge: *A scanning microscope with either electron or x-ray recording.*

Es wurde ein Elektronen-Rastermikroskop beschrieben, welches gestattet, an Objektoberflächen, sowohl die von diesen ausgehenden Röntgenstrahlen, als auch die sekundären Elektronenstrahlen zu registrieren. Das Röntgen- bzw. Elektronenbild wurde auf den Bildschirm einer *Braunschen* Röhre entworfen. Auflösungsvermögen bei Röntgenstrahlen ungefähr $1\ \mu$ und bei Elektronenstrahlen kleiner als $200\ \text{\AA}$. Die freigemachten Röntgenstrahlen konnten ferner getrennt nach Wellenlängen entweder mittels eines Kristallmonochromators (hohes Auflösungsvermögen bei längerer Belichtungszeit) oder mit einem impulszählenden Analysator in beiden Fällen über einem Proportional-Zählrohr registriert werden.

J. H. L. McAUSLAND und **K. C. SMITH**, Cambridge: *The direct observation of chemical reactions in the scanning electron microscope.*

Der Zerfall von Silberazid konnte wegen der geringeren Objektbelastung im Rastermikroskop beobachtet werden.

A. ENGSTRÖM, Stockholm: *Problems and techniques in modern x-ray analysis.*

Eine Mikroanalyse kleinster Objektbereiche mittels Röntgenstrahlen ist möglich, einmal durch Röntgenstrahl-Feinbereichsbeugung, zum anderen als Elementar-Mikroanalyse, (wert die Absorption des Objektes gegenüber verschiedenen Wellenlängen. Für die Feinbereichsbeugung werden besondere Feinfokusröhren mit Kollimatoren benutzt. Auch Kollimatoren, welche die Röntgenstrahlen mittels totalreflektierender, rotationssymmetrischer doppelt gekrümmter Glasflächen fokussieren, werden verwandt. Die Elementaranalyse geschieht z. B. über die Schwärzung geätzter photographischer Emulsionen höchster Auflösung, mit welchem sich das Objekt in Kontakt befindet. Beimengungen von ca. 5% eines Elementes in einem biologischen Schnitt von $1\ \mu^2$ und $1\ \mu$ Dicke können so nachgewiesen werden (10^{-13} g). Auch die Abrasterung des Objektes mittels einer feinen Elektronenstrahlsonde und die Registrierung der freigemachten Röntgenstrahlen (Fluoreszenzstrahlen) oder der an der jeweiligen Stelle durch das Objekt hindurchgehenden Röntgenstrahlen (Absorption) durch ein Proportional-Zählrohr und Kristallmonochromator oder Impulshöhenanalysator hat sich als brauchbares Verfahren erwiesen.

J. W. MENTER, Hinxton Hall (Essex): *The direct study by electron microscopy of crystal lattices and their imperfections.*

Im Elektronenmikroskop konnten die $(20\bar{1})$ -Netzebenen von Kupfer- und Platinphthalocyanin-Kristallen aufgelöst werden, mit einem Netzebenenabstand von $12,0 \pm 0,2\ \text{\AA}$. (Wert bei Röntgenstrahlen $11,94\ \text{\AA}$, für die Pt-Verbindung). Die Abbildung ist nach der *Abbeschen* Theorie zu erklären dadurch, daß die 0-te und die 1-te Ordnung der an den Netzebenen gebeugten Strahlen von der Aperturblende hindurchgelassen werden, der von diesen eingeschlossene Winkel jedoch nur so gering war, daß das Auflösungsvermögen durch große Apertur nicht beeinträchtigt wurde. Außerdem konnten Fehlstellen im Gitter sichtbar gemacht werden.

G. SCHIMMEL, Frankfurt/M.: *Elektronenoptische Untersuchungen an Calciumhydroxyd und Calciumcarbonat.*

Mit Hilfe des Kohleabdruckverfahrens konnten Calciumhydroxyde im Elektronenmikroskop untersucht und auf Zusammenhänge zwischen physikalischen Eigenschaften und Beschaffenheit dieser plättchenartigen Teilchen hingewiesen werden. Eine, als amorphes Hydroxyd angesehene Erscheinungsform konnte mittels Elektronenbeugung als Calciumcarbonat identifiziert werden.

K. HESS, **H. MAHL** und **E. GÜTTER**, Hannover: *Die elektronenmikroskopische Darstellung großer Perioden in Cellulosefasern durch Einlagerung schwerer Atome.*

An natürlichen und künstlichen Cellulosefasern konnten nach Behandeln mit Kaliumjodid sowie Thalliumäthylat-Lösungen einfache und unterteilte Querstrukturen beobachtet werden. Ausphotometrierte elektronenoptische Aufnahmen eines so vorbereiteten Fichtenzellstoffes und einer hochverstreuten Viscosezellwolle besitzen Ähnlichkeit mit Kollagenaufnahmen, die eine unterteilte Querstreifung zeigen.

Auf Grund röntgenographischer Untersuchungen wird angenommen, daß die Jod- bzw. Thallium-Einlagerung nicht nur in ungeordnete, sondern auch in kristalline Faserabschnitte erfolgen kann.

ULRICH HOFMANN und **K. KÜHN**, Darmstadt: *Kollagen.*

Es wurde gezeigt, daß die bekannte Erscheinung einer hochunterteilten Querstreifung auch bei Hautkollagen, Reticulin, Prokollagen und embryonalem Sehnenkollagen zu beobachten ist. Umfangreiches Fasermaterial wurde nach der Perjodat-Silberurotropin-Methode behandelt und bei Long-Spacing-Fibrillen 6 bis 9 Querstreifen pro Periode erhalten. Die Silberteilchen sind größtenteils an der Faseroberfläche anzutreffen, konnten aber auch mit Hilfe von Stereoaufnahmen gelegentlich im Innern der Faser nachgewiesen werden.

K. E. WOHLFARTH-BOTTERMANN, Bonn: *Die Eignung und Anwendung von Phosphorwolframsäure und Thalliumnitrat als Kontrastmittel zur Darstellung cytoplasmatischer Strukturen.*

Um eine kontrastreichere Darstellung von Zellbestandteilen zu erreichen, wird neben der Einwirkung von Osmiumsäure eine Nachbehandlung mit Phosphorwolframsäure vorgeschlagen. Diese

soll während der Entwässerung des Objektes erfolgen, und zwar wird bei der 70%igen Alkoholstufe 1%ige Phosphorwolframsäure-Lösung in 70%igen Alkohol hinzugegeben. Auch mit Thalliumnitrat konnten bei gleicher Anwendung gute Ergebnisse erzielt werden.

Auf dem Gebiete biologischer Anwendung des Elektronenmikroskopes konnte ferner an zahlreichen Arbeiten über die Ultrastruktur der normalen wie kranken Zellen gezeigt werden, daß die Kluft zwischen morphologischen und physiologisch-chemischen Befunden kleiner geworden ist. So kann man z. B. die Bausteine der kontraktilen Substanz, die bisher nur chemisch erfaßt wurden, in der Muskelzelle elektronenoptisch darstellen.

Im Sinne kritischer Stimmen, die bei Staubuntersuchungen bisherige Meßverfahren durch leistungsfähigere ergänzt oder ersetzt wissen möchten, konnten H. W. Schlipköter und A. Colli (Düsseldorf) an Hand elektronenoptischer Untersuchungen von mehreren Staublungschnittpräparaten darauf hinweisen, daß bei Staubbkornbestimmungen lichtoptische Verfahren unzulänglich sind.

Die Korngröße der in Staublungen elektronenoptisch nachgewiesenen Partikeln wurde zwischen $0,045\ \mu$ und $0,35\ \mu$ angegeben.

Auf eine möglicherweise stattfindende Wechselwirkung zwischen Kieselsäure und dem Zellorganismus wurde in Übereinstimmung mit biochemischen Ergebnissen von Staudinger, von W. Kikuth, H. W. Schlipköter und P. Schroeteler (Düsseldorf) hingewiesen und an durch intratracheale Injektion von Kieselsäure hervorgerufene Mitochondrien Veränderungen diskutiert.

Auf dem Gebiet der Krebsforschung ist vor allem die Pariser Schule (Ch. Oberling und W. Bernhard) zu erwähnen, die schon seit der Einführung des Elektronenmikroskopes in die Medizin die Ultrastrukturen aller Arten von Tumoren erforschen. Nach Bernhard sind auch heute die Krebszellen noch nicht eindeutig definierbar. Zwar gibt es zahlreiche elektronenoptisch erfaßbare Variationen, die aber ebenso für alle anderen Zellerkrankungen typisch sein könnten. Darüber hinaus konnten in zahlreichen tierexperimentell erzeugten Tumoren Virus-ähnliche Partikel nachgewiesen werden, die (unter Zuhilfenahme anderer Methoden) als ursächliche Faktoren für das Entarten der normalen Zelle in eine Tumorzelle angesehen werden müssen. Inwieweit diese Befunde sich auf Tumoren beim Menschen übertragen lassen, bleibt jedoch abzuwarten, wenn auch vieles dafür zu sprechen scheint, daß die Vorgänge im Prinzip bei Mensch und Tier ähnlich verlaufen. [VB 842]

Rundschau

Die Entmischung der Uran-Isotope mit Hilfe der Trenndüse¹⁾ untersuchten E. W. Becker und R. Schütte. In vier Versuchen mit einer vereinfachten Apparatur ergab sich beim Uranhexafluorid im Mittel eine Verschiebung der natürlichen ^{235}U -Konzentration um $1,3 \pm 0,2\%$. Das Trenndüsen-Verfahren, das auf der teilweise räumlichen Entmischung verschieden schwerer Gase in einer Düsenströmung beruht, ist für die Uranisotope von besonderem Interesse, da ein Ersatz der in den Diffusionstrennanlagen bisher verwendeten feinporigen Wände durch Trenndüsen betriebstechnische Vorteile verspricht. (Z. Naturforsch. 11a, 679 [1956]). —Bo.

(Rd 368)

Den Elektrodenprozeß bei der Abscheidung von Metallen aus ihren wäßrigen Salzlösungen beschreibt E. Mattsson zusammenfassend. Der Abscheidungs Vorgang eines Ions läßt sich in drei Schritte zerlegen: 1. Diffusion zur elektrischen Doppelschicht, 2. Durchtritt durch die Doppelschicht und 3. Entladung an einem aktiven Zentrum der Elektrodenoberfläche und Eingliederung in das Kristallgitter. Jeder dieser Schritte kann die Geschwindigkeit des Gesamtvorgangs bestimmen. Damit der Vorgang mit endlicher Geschwindigkeit abläuft, ist es notwendig, daß das Potential der Elektrode um den Betrag der Polarisation unter dem Gleichgewichtswert liegt, den es im stromlosen Fall annimmt. Gemäß den Teilschritten des Abscheidungs Vorgangs läßt sich die Polarisation zerlegen in Konzentrationspolarisation, Widerstandspolarisation und Aktivierungspolarisation. Die Konzentrationspolarisation überwiegt besonders bei hohen Stromdichten, die Widerstandspolarisation, wenn der Zugang zur Elektrodenoberfläche durch Oxydschichten usw. behindert ist und die Aktivierungspolarisation bei hochschmelzenden Metallen wie Fe und Pt aus Gründen der chemischen Bindung. Aktive Zentren der Metalloberfläche können auch durch Inhibitoren wie ClO_4^- blockiert werden. Beim Einschalten des Elektrolysenstromes baut sich die Widerstandspolarisation nach 10^{-5} sec auf, die Aktivierungspolarisation nach 1 sec und die Konzentrationspolarisation erst nach mehreren sec. Erhöhung der Temperatur bewirkt Erniedrigung der Polarisation. (Acta Polytechnica, 184, Nr. 96 [1955]). —Bü.

(Rd. 401)

Dendrite und Wachstumsschichten bei der Elektrokristallisation von Metallen beobachtet G. Wranglen mikroskopisch. Die Wachstumsrichtung der Dendrite ist nach Röntgenuntersuchungen die Richtung dichtester Packung; also beim flächenzentrierten Gitter, z. B. Pb, die Richtung der Flächendiagonalen [110]. Bei höheren Stromdichten tritt eine Begünstigung lockerer gepackter Richtungen ein. Die Morphologie der Dendrite wird vor allem durch Konzentration des Elektrolyten und Art des Anions beeinflusst. Bei niedrigen Konzentrationen bilden sich meist Schwämme (mikrokristalline Dendrite). Anionen wie ClO_4^- , BF_4^- usw. wirken als Inhibitoren und führen zu schwach verzweigten Dendriten und auch zu diesen nur bei hohen Stromdichten. Auch Kolloide, wie Gelatine, wirken schwach inhibitorisch. Entsprechend sind die Ebenen der Wachstumsschichten Flächen dichtester Packung. Bei hohen Stromdichten beginnt das Wachstum an den Ecken und Kanten, bei niedrigen an aktiven Zentren der

Flächen, meist in Form flacher Wachstumspyramiden, seltener Wachstumsspiralen. Inhibitoren verzögern die Wachstumsgeschwindigkeit und bewirken, daß schon mit dem Aufbau neuer Wachstumsschichten begonnen wird, ehe die vorhergehenden sich über die ganze Fläche ausgebreitet haben. Auch die elektrolytische Auflösung breitet sich in der gleichen Weise aus. Die Wachstumsschichten sind daher als charakteristische Unterstrukturen des Kristalls aufzufassen. Sie haben eine Dicke von etwa $1\ \mu$, was eine Folge des Bravais'schen Gesetzes der morphologischen Bedeutung niedrig indizierter Flächen zu sein scheint. (Acta Polytechnica 182, Nr. 94 [1955]). —Bü.

(Rd 400)

Ultrareines Silicium. Bor, die hartnäckigste Verunreinigung im Silicium, kann durch Wasserdampf entfernt werden, wie H. C. Theuerer (Bell Telephone Laboratories) fand. Das Bor wird dabei oxydiert und das Oxydationsprodukt verdampft. Eine flüssige Si-Zone, die nur durch Oberflächenspannung gehalten wird, läßt man durch einen senkrecht stehenden Silicium-Stab laufen, der von Wasserstoff und Wasserdampf umspült wird. Man erhält Silicium mit einer Bor-Konzentration von unter 1:10 Milliarden und einem Widerstand von mehr als 3000 Ohm. (Chem. Engng. News 34, 4145 [1956]). —Eb.

(Rd 380)

Eine Tüpfelreaktion für Bor, die bei geeigneter Ausführung auch zur Abschätzung der vorhandenen Bor-Menge dienen kann, beschreiben T. S. Burkhalter und D. W. Peacock. Die nach Zusatz von wenig NaOH zur Trockne gebrachte Probelösung wird mit wenig Wasser unter Zusatz von NaCl aufgenommen und mit 0,02 n Salzsäure neutralisiert, bis Bromthymolblau, das man als Indikator zusetzt, eine grünlich-gelbe Färbung angenommen hat. Nun bringt man Anteile der Lösung in zwei nebeneinanderliegende Vertiefungen einer Tüpfelplatte. Den einen Teil der Lösung versetzt man mit einer kleinen Menge einer Polyoxy-Verbindung, entweder fest oder in Lösung. Eine Änderung der Färbung nach gelb zeigt die Anwesenheit von Bor an. Das Verfahren beruht auf der Zunahme der H-Ionenkonzentration in einer Borsäure-Lösung beim Zusatz von Polyalkoholen oder Zuckern, die dann durch Farbänderung des Indikators angezeigt wird. Durch Zusatz einer geeigneten NaCl-Menge läßt sich die Nachweisempfindlichkeit steigern. Die Nachweisgrenze hängt bei sonst gleicher Ausführung von der Natur der zugesetzten Verbindung ab und nimmt in der Reihenfolge eis-2,3-Butandiol, Glucose, Invertzucker, Glycerin, Mannit, Sorbit von $2\ \mu\text{g B/ml}$ auf $0,003\ \mu\text{g B/ml}$ ab, wenn man die Arbeitsvorschrift einhält. Die mit dem zugesetzten Reagens wechselnde Nachweisempfindlichkeit kann dazu dienen, um den Bor-Gehalt zu schätzen. (Analytic. Chem. 28, 1186—1188 [1956]). —Bd.

(Rd 387)

Ein Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung von Mikromengen Wasserstoff und Kohlenstoff, das es gestattet, weniger als $0,1\ \mu\text{g}$ Wasserstoff in solchen Substanzen zu bestimmen, die sich bei Temperaturen bis zu 1000°C verbrennen lassen, wurde von B. D. Holt entwickelt. Die Substanz wird im Sauerstoff-Strom verbrannt. Verläuft die Reaktion dabei zu stürmisch, so wird mit Argon verdünnt. Die Verbrennungsgase werden zunächst durch eine Kühlfalle geleitet, die zur Kondensation des durch die Verbrennung

¹⁾ Vgl. Angew. Chem. 67, 733 [1955].