

chenden Disulfide dazu in der Lage sind. So beschleunigt z. B. sowohl Mercapto-benzothiazol (I) als auch Dibenzothiazyl-disulfid (II), ohne daß der Vernetzungsgrad dabei wesentlich geändert wird. Auch hier geschieht die Vernetzung nach einem Zeitgesetz 2. Ordnung. Die beschleunigende Wirkung des I wird durch einen Übertragungsmechanismus gedeutet. Bei der durch II beschleunigten thermischen Vulkanisation werden 60 % II zu I umgesetzt. Sowohl die Bildung von I als auch die Abnahme von II können in größeren Umsatzbereichen nach dem Zeitgesetz erster Ordnung beschrieben werden.

A. GILLER, Wiesbaden-Biebrich: *Phenolharze als Vulkanisationsmittel*.

Butylkautschuk kann mit Alkylphenolharzen zu außerordentlich alterungsbeständigen Vulkanisaten umgesetzt werden. Diese Vulkanisation verläuft jedoch sehr langsam und erfordert scharfe Vulkanisationsbedingungen. Durch $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ kann die Vulkanisation beschleunigt werden, ebenso durch Mitverwendung von halogenhaltigen Elastomeren und Zinkoxyd. Die Beschleunigung durch SnCl_2 (oder andere Metallchloride, z. B. FeCl_3) ist die wirksamere, jedoch ist die Korrosionsgefahr erhöht. Vortr. beschreibt eine Aktivierung mit halogenhaltigen Elastomeren (z. B. Hypalon) und Zinkoxyd, wobei im Gegensatz zu üblichen Verfahren die Mischung vor Zusatz des Harzes einer Hitzbehandlung unterworfen wird. Dadurch wird die Vulkanisationsgeschwindigkeit erheblich erhöht. Bei geeigneter Wahl des Harzes (z. B. Sr 1571 IIc, Chemische Werke Albert) kann so die Harzdosierung auf 3 % gesenkt werden, während man bisher ca. 8 % benötigte. Gleichzeitig wird die Alterung verbessert, da Nachreaktionen des überschüssigen Harzes nicht möglich sind. In gleicher Weise wie Butylkautschuk kann Butadien-Styrol-Kautschuk mit Alkylphenolharzen zu technisch hochwertigen Vulkanisaten mit guter Alterungsbeständigkeit umgesetzt werden. Über die Beschleunigung der Harzvulkanisation durch Metallchloride (auch beim Hypalon/ZnO-Prozeß bildet sich Metallchlorid, vornehmlich nach der erwähnten Hitzbehandlung) wird eine Theorie entwickelt, nach der das Metallchlorid die polarisierende Wirkung der aktiven Füllstoffe auf die Doppelbindung der Elastomere verstärkt und erst der „angelegte“ Kautschuk mit dem Harz reagiert.

Alterung

M. BRADEN und **A. N. GENT**, Welwyn Garden (England): *The Mechanics of Ozone Cracking*.

Es wurden Versuche zur Bestimmung des Rißwachstums in ge dehnten Vulkanisatstreifen unter Ozon-Einfluß beschrieben. Es wird eine wohldefinierte Rißwachstums geschwindigkeit erhalten, die von der angelegten mechanischen Spannung praktisch unab-

hängig ist, sofern diese einen kritischen Wert überschreitet, welcher zur Entstehung von Rissen überhaupt notwendig ist. Die Rißwachstums geschwindigkeit ist für eine Reihe von Polymeren ähnlich und im Prinzip durch die Ozon-Konzentration bestimmt, sofern die Beweglichkeit der polymeren Moleküle genügend hoch ist. Ist die Beweglichkeit nicht ausreichend, so wird die Rißwachstums geschwindigkeit herabgesetzt. Die kritische Bedingung entspricht einem Energiebedarf von 60 erg pro cm^2 neu gebildeter Oberfläche.

Prüfung

R. CLAMROTH, **R. ECKER** und **G. FROMANDI**, Leverkusen: *Neue Methoden bei der Prüfung von Kautschuk-Vulkanisaten*.

Verbesserung des Dämpfungsgerätes nach **H. Roelig**: Während man bisher die absolute Dämpfung (und damit den Verlustwinkel) nach Roelig durch Ausplanimetrieren der im allgem. elliptischen Kraft-Weg-Kurven bestimmen mußte, wurden vom Vortr. Versuche mit einem Gerät, das eine mechanische Kompensation des Verlustwinkels erlaubt (der Verlustwinkel kann auf diese Weise unmittelbar abgelesen werden), ausgeführt. Es wurde an einer mit HAF-Ruß gefüllten Mischung der dynamische Modul in Abhängigkeit von der Amplitude und der statischen Vordehnung untersucht und festgestellt, daß die aus der statischen Theorie folgende Beziehung für Spannung (σ) und Verformung (λ)

$$\sigma = E_0 (\lambda - \lambda^{-2}) \quad (E_0 \text{ eine Konstante})$$

wohl für die ungefüllte, nicht aber für die gefüllte Mischung ist.

Ermüdungsprüfung bei biaxialer Beanspruchung: Es wurde ein Gerät beschrieben, das eine dynamische Beanspruchung von Vulkanisaten in zwei senkrecht aufeinander stehenden Dimensionen gestattet. Bisher wurde nur in einer Dimension geprüft. Die Methode eignet sich mehr für die Bestimmung des Rißwachstums als für die Erfassung der Rißbildung. Da Ermüdungsschutzmittel mehr die Rißbildung hinausschieben als das Rißwachstum verzögern, ist das Gerät weniger zum Testen von Ermüdungsschutzmitteln geeignet, dagegen ist es gut brauchbar für einen Vergleich verschiedener Kautschuksorten, die bekanntlich stark unterschiedliche Rißwachstums geschwindigkeit aufweisen.

Es wurden Abriebprüfungen diskutiert, die an zwei Abriebmaschinen nach dem Lambourn-Prinzip ermittelt wurden. Die eine Maschine ist mit Schmirgelscheiben, die andere mit Schmirgelband ausgestattet. Mit den beiden Abriebmaschinen kann man das gesamte Gebiet erfassen, in dem ein Straßenabrieb überhaupt denkbar ist, vom schärfsten Angriff beim Fahren auf einer Rennstrecke bis zu den mildesten Bedingungen auf der Landstraße. [VB 390]

Deutsche Mineralogische Gesellschaft

5. bis 12. September 1960 in Bonn

Aus den Vorträgen:

H. SEIFERT und **G. LABROT**, Münster: *Kristallogenetische Experimente zu einer Matrizentheorie der Silicose* (vorgetr. von G. Labrot).

Im Rahmen des experimentellen Beweises einer von H. Seifert und R. Jäger formulierten Matrizentheorie der Silicose wurde über neue Versuchsergebnisse berichtet. Das selektive Verhalten von Peptiden und Zuckern bei deren Abscheidung auf kristallographisch definierten Quarzgrenzflächen war Gegenstand der Untersuchungen. An drei Beispielen, bei Lactose, Glycyl-L-Tyrosin und Diglycylglycin, wurde gezeigt, daß sich diese Molekülgitter nach bestimmten Orientierungsgesetzmäßigkeiten strukturbedingt an den Quarzoberflächen anlagern. Weiterhin wurde auf noch nicht abgeschlossene Versuche mit hochmolekularen Eiweißkörpern hingewiesen, wobei bereits im Falle des Humanserumalbumins Ergebnisse erhalten wurden, die auf eine orientierte Anlagerung von faserigen Albumin-Aggregaten an der Quarz-Oberfläche hinweisen.

H. SEIFERT und **B. BECK**, Münster/Westf.: *Neue experimentelle Beiträge zur Kenntnis der metamikten Minerale der Euxenit-Gruppe* (vorgetr. von B. Beck).

Systematische Rekristallisationsversuche verschiedener Glieder der Euxenit-Familie unter stufenweiser Variation der Temperatur und der Reaktionszeit, unterstützt durch röntgenographische Aufnahmen und DTA-Kurven klären früher aufgetretene Differenzen. Man kann jetzt einen „Tieftemperatur“- und einen „Hochtemperatur“-Typus unterscheiden. Letzterer ist als der eigentliche „Euxenit“-Typus anzusprechen. Erfolgreiche Synthesen einer Idealverbindung YTiNbO_6 und eines ganzen Bereichs verschiedener Mi-

schungsverhältnisse der drei Oxyde stimmen röntgenographisch damit völlig überein. Aus gemischten Schmelzen der Oxyde in der obigen Idealzusammensetzung wie auch aus aufgeschmolzenem natürlichen Material (Mattawan, Ontario) gelang schließlich die Synthese von Einkristallen. Beide ergaben auf Grund von Drehkristall- und Weissenberg-Aufnahmen sehr ähnliche Gitterkonstanten der rhombischen Kristallart AB_2O_6 ($\text{A}=\text{Y}$, Seltene Erden, u. a., $\text{B}=\text{Ti}, \text{Nb}, \text{Ta}$) in guter Übereinstimmung mit dem alten morphologischen Achsenverhältnis (Brøgger).

Unter hydrothermalen Bedingungen im Autoklav (zwischen 450 und 600 °C, bei einem Füllungsgrad von 30 und 50 % H_2O) blieben rekristallisierte Naturprodukte erhalten, ebenso das Syntheseprodukt YTiNbO_6 ; Mischungen der Oxyde lieferten gleichfalls die „Hoch“-Form, amorphes, metamiktes Material — je nach Reaktionsbedingungen — die „Tief“- oder „Hoch“-Form. Hierin zeigt sich sehr deutlich der erwartete Einfluß hydrothermalen Bedingungen auf die Kristallbildung.

H. U. BAMBAUER, **G. O. BRUNNER** und **F. LAVES**, Zürich: *Optik, IR-Absorption und Spurenelementgehalt von lamellar gebauten Bergkristallen*.

Klare Bergkristalle von Madagaskar erwiesen sich aus einem mimetischen Fachwerk von optisch schwach zweiaxisigen Lamellen aufgebaut. Orientierung der Lamellen: 1. Randlich // {1010} in drei Sektoren unter dem negativen Rhomboeder, nur ausnahmsweise auch zusätzlich in den restlichen Sektoren. 2. Im Kristallinnern // zu den beiden Rhomboedern und // {1121}. An ihrer optischen Orientierung lassen sich // {1010} zwei Lamellenarten unterscheiden; nur eine davon wird von γ - oder Röntgenstrahlen rauchig gefärbt. Auch die Rhomboederlamellen unterscheiden sich in ihrer Strahlungsverfärbbarkeit. Die lamellierten Partien ent-

halten 280–170 Gew.-ppm. Al und 30–14 Gew.-ppm. Li, hingegen enthalten die einheitlichen, optisch normalen und nichtstrahlungsverfärbbaren Sektoren unter dem positiven Rhomboeder im Mittel nur 8 Gew.-ppm. Al und < 1 Gew.-ppm. Li. Der Protongehalt (mit IR-Absorption bestimmt) wächst mit den Gehalten an Al und Li. Wegen der Form der Lamellen, der Art ihrer gegenseitigen Verzahnung und dem lokalen Auftreten von zwei Generationen wird in ihnen eine nachträgliche Bildung niedrigsymmetrischer Bereiche gesehen, deren Anordnung und Verbreitung wahrscheinlich weitgehend durch die bei Quarz häufige zonale und sektorelle Verteilung der Spurenelemente während des Wachstums vorbestimmt wurde.

G U S T L . S T R U N K - L I C H T E N B E R G, Mularthütte/Aachen: Spinellwerkstoffe, hergestellt nach dem Reaktions-Sinterverfahren.

Dieses Verfahren ermöglicht einen gezielten Kristallaufbau in Hochtemperaturwerkstoffen. Sowohl rein oxydische wie auch Werkstoffe mit einer Metallphase (sog. Cermets) entstammen diesem neuartigen Herstellungsverfahren.

Es werden zwei Herstellungswege beschrieben:

- die Pulver werden locker gemischt, in eine Form eingefüllt, hierin gezündet, abgebrannt und dann sofort verpreßt;
- die pulverförmigen Bestandteile werden gemischt, pastiert, geformt, getrocknet, im Ofen gezündet und sind nach dem Abbrand und anschließender Abkühlung verwendungsfähig.

Es wird über einen Werkstoff berichtet, der sein Entstehen der Kombination dieser beiden Verfahrenswege verdankt. Im Heißpreßverfahren wird ein $Mg(Al, Cr)_2O_4$ -Spinell gebildet, der als Dämmstoff für vorgeformte Teile Verwendung findet. So werden Tiegel hergestellt und Stäbehen von 60 mm Länge, an denen die Biegebruchfestigkeit des Werkstoffes bis zu 1000 °C ermittelt wurde. Bei Zimmertemperatur beträgt sie 5,0 kg/mm² erreicht bei 900 °C 6,0 kg/mm² und fällt dann ab. Die Dichte des Werkstoffes ist 2,7 g/cm³, das offene Porenvolumen beträgt 20 %, das Gesamt-porenvolumen 32 %.

E. K O R D E S, Bonn: Einfluß der Radien und der Kernladungen der Ionen auf die Dispersion der Lichtbrechung der Alkalihalogenide.

Für die Dispersion der Alkalihalogenide erhält man Geraden, wenn man $1/(n^2 - 1)^2$ (n = Lichtbrechung) gegen $1/\lambda^2$ (λ = Wellenlänge) auträgt. Die Schnittpunkte der Geraden mit der Ordinaten bzw. mit der Abszisse ergeben $1/(n_{\text{D}}^2 - 1)^2$ bzw. $1/\lambda_s^2$. Der Wert von λ_s stimmt praktisch mit der gemessenen Wellenlänge λ_{max} der längstwelligen UV-Bande des betreffenden Alkalihalogenids überein. Die Größe $1/(n_{\text{D}}^2 - 1)^2$ kann allein aus den Radien r von Anion und Kation, die Wellenlänge λ_{max} aus den Radien und den Kernladungen Z der Ionen vermittels der Größe $(r_+^2 Z_+) / (r_-^2 Z_-)$ berechnet werden. Die berechneten λ_{max} -Werte stimmen mit den gemessenen gut überein.

Die Tatsache, daß die Größe $(r_+^2 Z_+) / (r_-^2 Z_-)$ für die Salze mit gleichgebauten Ionenpaaren (LiH , NaF , KCl , RbBr und CsJ) einen konstanten Wert hat, ergibt für jeweils zwei Salze I und II dieser Reihe:

$$\left(\frac{r_+^2}{r_-^2}\right)_{\text{I}} \left(\frac{r_+^2}{r_-^2}\right)_{\text{II}} = \sqrt{(Z_-/Z_+)_{\text{I}} \cdot (Z_+/Z_-)_{\text{II}}}$$

Vermittels dieser Gleichung können allein aus den Ionenabständen in den Kristallen, also ohne Kenntnis eines Bezugsradius, die Radien sämtlicher Alkali- und Halogen-Ionen direkt berechnet werden. Dieselbe Beziehung gilt auch für MgO , CaS , SrSe und BaTe , so daß man über die Ionenabstände auch die Radien dieser zweiwertigen Ionen direkt erhält.

G. F R E N Z E L, Heidelberg: Über ein neues, dem Högbomit verwandtes, Nb-haltiges Fe-Ti-Mineral.

Eine bisher unbekannte gesteinsbildende Mineralart aus einem Apatit-reichen Alkalisyenit vom Katzenbuckel im Odenwald hat die Zusammensetzung $\text{Na}_2\text{Fe}_2\text{Ti}_7\text{O}_{16}$, wobei etwas Nb an Stelle von Ti und zum Valenzausgleich Mg und Mn in die Formel eintreten. Ferner findet ein geringfügiger Ersatz von Na durch K und ein solcher von Fe durch Al statt. Zu Ehren und zum Gedächtnis des kürzlich verstorbenen Prof. Wilhelm Freudenberg, des Verfassers der bekannten Katzenbuckel-Monographie, soll das Mineral Freudenbergit genannt werden. Hexagonale Symmetrie mit $a_0 = 9,62$, $c_0 = 22,40$ Å, $c_0/a_0 = 2,328$, $D \sim 4,3$ (Dr = 4,38), $Z = 6$; u. a. gute Basispsaltbarkeit, gute prismatische Spaltbarkeit; Strich blaßgelbbraun; optisch-einachsig (positiv), $n_0 \sim 2,37$ $n_E \sim 2,42$ (für Li-Licht); Absorption n_0 dunkelbraun > n_E hellgelbbraun. Das Reflexionsvermögen ergibt sich rechnerisch unter Vernachlässigung der Absorption zu: Luft $R_0 = 16,5\%$, $R_E = 17,2\%$; Öl ($n = 1,515$) $R_0 = 4,8\%$, $R_E = 5,3\%$. Gewisse strukturelle Beziehungen zu einem von Michejew untersuchten, aus Ka-

relien stammenden hexagonalen Högbomit ($a_0 = 9,856$, $c_0 = 22,43$ Å) sind auf Grund einiger Ähnlichkeiten der Röntgenpulverdiagramme nicht unwahrscheinlich.

F. S C H U M A C H E R, Bonn: Stand und Aussichten der Uran-Prospektion in der Bundesrepublik.

Die bisherige Uran-Prospektion hat zur Feststellung von fünf Uranlagerstätten geführt, deren Bauwürdigkeit bis jetzt in keinem Falle feststeht. Bei allen handelt es sich um Kleinvorkommen mit beschränkten Erzmengen und meist niedrigen Gehalten.

1. Wittichen, Schwarzwald: Kobalt-Silbererzgänge vom erzgebirgischen Typus im Granit mit Pechblende als Nebenprodukt. Altes Vorkommen, jedoch nicht aufgeschlossen.

2. Wölsendorf, Oberpfalz: Flußspatgänge im Granit mit untergeordneten Sulfiden, Eisenglanz und Pechblende. Letztere sitzt teils im Flußspat, besonders im schwarzen Stinkspat, teils im verquarzten Nebengestein. Die Pechblende wird beim Abbau des Flußspates ausgehalten.

3. Ellweiler, Rheinland: Uranführender Porphyrr, dessen Kluftflächen mit Uranglimmer, vorwiegend Zeunerit (Cu-U-Arsenat) bedeckt sind. Gehalt 0,11–0,12 % Uranoxyd, geschätzter Vorrat 60–80 t Uranoxyd. Zur Zeit im Kleinbetrieb (Tagebau) mit einer von der Lurgi errichteten Versuchsanlage.

4. Weisenstadt, Fichtelgebirge: Torbernit (Cu-U-Phosphat) führende Klüfte im sog. Zinngranit, die bis ca. 300 m Tiefe bergmännisch aufgeschlossen sind und in dieser Tiefe auskeilen. Gehalt ca. 750 g Uranoxyd je Tonne Haufwerk, Vorrat 60–75 t Uranoxyd. Wegen zu niedriger Gehalte und zu hoher Kosten ist das Bergwerk nicht in Betrieb.

5. Tirschenreuth, Oberpfalz: Zur Zeit sind einige 20 Fundstellen von Uranglimmern mit wechselnden, lokal hohen Urangehalten bekannt, die auf die Zersatzdecke des dortigen Granitmassives beschränkt sind. Ihre Fortsetzung nach der Tiefe konnte bis jetzt nicht nachgewiesen werden.

Für alle 5 Lagerstätten ergibt sich ein Gesamtvorrat, der sich in der Größenordnung von ungefähr 400 t Uranoxyd bewegt. Davon entfällt der Hauptteil auf Wölsendorf.

G E R M A N M Ü L L E R, Tübingen: Der Strontium-Gehalt vorzeitlicher Ozeane.

Die in den letzten Jahren von Odum, Deribere, Delecourt sowie Turekian und Kulp aufgestellten Theorien über die Strontium-Gehalte vorzeitlicher Ozeane wurden diskutiert und abgelehnt, da sie z. Tl. falsche Voraussetzungen oder nur Einzelbeobachtungen, die verallgemeinert werden, zur Grundlage haben.

Nach Ansicht des Vortr. kann nur das Studium der Sr-Gehalte von Gesteinen aus Salinarecyclen zu brauchbaren Ergebnissen führen, da in den Evaporiten eines eingedampften Meeresbeckens sämtliche Elemente des ursprünglichen Ozeans enthalten sein müssen.

Das Ober-Malm-Salinär Niedersachsens enthält in seinen Evaporiten einen acht mal so hohen Sr-Gehalt, wie er nach Eindampfung des heutigen Ozeans zu erwarten wäre. Die durchschnittlichen Sr-Gehalte betragen im

Kalk und dolomitisierten Kalk	0,05 %	Sr
Anhydrit	0,29 %	Sr
Steinsalz	0,182 %	Sr

Dieser hohe Sr-Gehalt des ehemaligen Ober-Malm-Meeres bildete -- neben paläogeographischer Lage, Strömungsverhältnissen im Salinarbecken und Löslichkeitsverhalten des SrSO_4 im Meerwasser -- eine weitere wichtige Voraussetzung für die Bildung der großen sedimentären Coelestin-Lagerstätte von Hemmelte-West in Süldoldenburg.

Die Sr-Gehalte im Zechstein-Salinär deuten ebenfalls auf einen ursprünglich höheren Sr-Gehalt des Zechsteinmeeres hin, jedoch sind hier endgültige Aussagen noch nicht möglich, da sekundäre Vorgänge (Laugenwanderungen u. ä.) die ursprüngliche Sr-Verteilung verändert haben.

K. R E C K E R, Bonn: Über den Einbau von Uran in CaF_2 .

Calciumfluorid kann in geringem Maße UO_2 oder CaUO_4 homogen und röntgenindifferent unter Bildung anomaler Mischkristalle in das eigene Gitter einbauen. Mischkristalle von CaF_2 mit UO_2 bilden sich bei der Züchtung von U-dotierten CaF_2 -Einkristallen in reduzierender Atmosphäre (Vakuum). In der CaF_2 -Schmelze gehen die zugesetzten U(IV)-U(VI)-Oxyde in UO_2 über, das bis zu 0,1 Gew.% vom CaF_2 -Gitter aufgenommen wird. Die Mischkristalle sind je nach U-Gehalt hell- bis dunkelrot gefärbt. Trotz der Isotypie der beiden Mischpartner (Fluoritstruktur) mit fast gleicher Zellgröße ($a = 5,46$ Å) und gleicher Größe analoger Ionen ist wegen der hohen Affinität des U zum O keine isomorphe Mischkristallbildung mit statistischer Verteilung von U- und O-Ionen im CaF_2 -Gitter, sondern nur ein Ersatz von CaF_2 -Gitterbereichen durch UO_2 -Gitterbereiche denkbar. Mischkristalle von CaF_2 mit CaUO_4 bilden sich bei der Züchtung von U-dotierten

CaF_2 -Kinkristallen in oxydierender Atmosphäre. Aus den der CaF_2 -Schmelze zugesetzten U-Oxyden entsteht CaUO_4 , welches in das CaF_2 -Gitter eingebaut wird. Wegen der strukturellen und chemischen Unterschiede von CaF_2 und CaUO_4 kommt nur partiell-isomorphe Mischkristallbildung in Frage. Die Gegenüberstellung der Strukturen von CaF_2 und CaUO_4 (rhomboedr.) ergibt eine vorzügliche pseudo-dreidimensionale Gitteranalogie beider Partner. Die gleichen Mischkristalle bilden sich auch beim Erhitzen (800 °C) der CaF_2 - UO_2 -Mischkristalle durch Oxydation des U(IV) zum U(VI). Die CaF_2 - CaUO_4 -Mischkristalle lumineszieren bei UV-Bestrahlung stark gelbgrün.

ILSE SACHER, Aachen: Zusammensetzung und Reaktionen von aluminothermischen Schläcken.

Es wurde der Phasenaufbau einer „Titanschlacke“ mit über 50 % Korund, über 25 % TiO usw. beschrieben, sowie Reaktionen

von Probekörpern dieser Schlacke gegenüber Portlandzementklinker und Magnesit. Mit Portlandzement-Klinker kommt es bei 1500 °C zu einer deutlichen Reaktion. Es tritt aber keine Verschmelzung Klinker-Titanstein ein, sondern der Klinkerrest liegt in Dicalciumsilicat-Staub eingebettet auf dem Titanstein. In den Titanstein infiltriert lediglich Kalk, der zur Bildung von Perowskit (CaTiO_3) und zur Erhöhung des $\text{CaO}\cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ -Anteils führt. Die grundsätzlich gleichen Reaktionen zeigen bei ebenfalls 1500 °C eine aus 70–80 % β -Tonerde und eine aus 60–70 % Spinell bestehende Schlacke. Gegenüber Magnesit zeigte sich bei der „Titanschlacke“ bei 1700 °C ein deutlicher Wulst an der Grenze zwischen Magnesit und Schlacke, der zu 50–60 % aus Spinell besteht und der daneben noch Geikieit (MgTiO_3) und Perowskit (CaTiO_3) enthält. Dieser hochspinell-haltige Wulst bildet sich bei 1780 °C ebenfalls zwischen dem Magnesit und der β -Tonerde-Schlacke.

[VB 385]

European Regional Conference on Electron Microscopy

Delft, 28. August bis 3. September 1960

Der Tagung waren einige die Schwerpunkte in der elektronenmikroskopischen Forschung kennzeichnende Einleitungsvorträge vorangestellt. In dem Beitrag von *G. Möllenstedt*, Tübingen, über aktuelle Probleme der Elektronenmikroskopie wurde dargelegt, an welchen apparativen und elektronenoptischen Problemen die internationale Forschung z. Zt. arbeitet. Im Mittelpunkt des Interesses stehen die Entwicklungen auf dem Gebiet der Emissions-elektronenmikroskopie und der Phasenkontrast-Elektronenmikroskopie. Die Emissionselektronenmikroskope erreichen z. Zt. ein Auflösungsvermögen von etwa 200 Å. Der große Vorteil der Emissionselektronenmikroskopie ist darin zu sehen, daß Phasenumwandlungen, Ausscheidungsvorgänge, Korngrenzwanderungen und ähnliche Effekte an kompakten Metallstücken kontinuierlich beobachtet werden können. Ein weiterer Vorteil ist der, daß die Emissionsstärke der in den Proben vorkommenden Komponenten Hinweise auf das Atomgewicht bzw. die Ordnungszahl gibt. Die letzten Entwicklungen auf dem Gebiet der Phasenkontrastmikroskopie mit Elektronenstrahlen lassen erhoffen, daß dieses neueste Gebiet der elektronenoptischen Forschung allmählich aus dem Versuchsstadium herauswächst und einer praktischen Anwendung zugänglich wird.

P. B. Hirsch, Cambridge, referierte über Elektronenmikroskopie in der Festkörperphysik und Metallurgie. Im Mittelpunkt stand die Direktdurchstrahlung von Metallen, die sich besonders in Verbindung mit der Elektronenbeugung als sehr fruchtbar für die gesamte Metallphysik erwiesen hat. Die das mechanische Verhalten der Festkörper weitgehend bestimmenden Gitterfehler können im elektronenmikroskopischen Bild sichtbar gemacht und analysiert werden.

Anorganische Chemie

E. A. Gulbransen und *T. P. Copan*, Pittsburgh, Pa., berichteten über die Korrosion von Eisen. Eisen wurde bei 450 °C mit trockenem Sauerstoff, Wasserdampf-Sauerstoff-Gemischen und Wasserdampf behandelt. Durch Sauerstoff werden kleine Oxydwhisker von 200 Å Durchmesser und 8000 Å Länge gebildet. Dagegen entstehen im Wasserdampf Kristallblättchen von 100–200 Å Dicke, 14000 Å Länge und 100000 Å Breite. Die Elektronenbeugungsanalyse zeigte, daß Whisker und Blättchen aus $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ bestehen. Oxydblättchen werden auch in Sauerstoff-Wasserdampf-Gemischen gebildet, ausgenommen bei niedrigen Wasserdampfkonzentrationen.

J. H. L. Watson, *W. Heller* und *T. Schuster*, Detroit, untersuchten Kristalle von $\beta\text{-FeOOH}$. Das Eisenhydroxyd wurde als Sediment bei der Hydrolyse von Eisenchloridlösungen erhalten. Die elektronenmikroskopische Studie der Korngrößenverteilung ergab weitgehend monodisperse spindelförmige Kristalle. Die Untersuchungen können bei der Erzeugung von „schiller layers“ ausgenutzt werden, bei denen eine gut orientierte Anordnung dieser Kristalle zur Herstellung von Schichten mit sehr reinen Interferenzfarben dient.

Über die Anordnung von Versetzungen in Graphit berichteten *G. K. Williamson* und *C. Baker*, Berkely und Cambridge. Sie entspricht exakt der Theorie für eine Schichtstruktur mit kleineren Stapelfehlerenergie. Zwillingsskorngrenzen bestehen aus dreieckigen Gebieten von Stapelfehlern, welche mit ähnlichen Gebieten normaler Gitterstruktur abwechseln. Diese Gebiete sind durch Versetzungen voneinander getrennt. Zwischengitteratome und Leerstellen können im Graphit durch Bestrahlung, Leerstellen auch durch Abschrecken erzeugt werden. Bei geeigneter Wärmebehandlung agglomerieren diese Gitterdefekte zu Schleifen („loops“). Die

Gitterstörungen bewirken zusammen mit den Versetzungen beträchtliche Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften.

Gitterschädigungen in Graphit durch Neutronenbestrahlung und das Ausheilen durch Erwärmung studierte *W. Böllmann*, Genf. Gitterfehler in bestrahltem Graphit mit einer Ausdehnung von 10 Å sind oft nur im Dunkelfeldbild sichtbar, während sie im Hellfeldbild unentdeckt bleiben. Bestrahlter und bei Raumtemperatur untersuchter Graphit zeigt viele dunkle und helle Flecken mit einer Ausdehnung von 10–60 Å und verschiedentlich ebenso schmale, dunkle und helle Schleifen. Beim Aufheizen verschwinden viele dieser Defekte, während neue erscheinen und sich an bestimmten Stellen häufen. Nach Aufheizen auf 2200 °C verschwinden alle Bestrahlungsdefekte.

I. M. Dawson, *E. A. Follett* und *D. M. Donaldson*, Glasgow, berichteten über die Struktur von oxydiertem und bestrahltem Graphit, wobei sie Dünn schnitte von synthetischem Graphit herstellten. Durch eine besondere Aufnahmetechnik gelang es, dieselbe Objektstelle in verschiedenen Zuständen während des Oxydationsvorganges aufzunehmen. Die Oxydation beginnt zunächst an den Poren- und Korngrenzen; verschiedene Netzebenen werden verschieden stark angegriffen.

J. Demny, *H. Poppe*, *O. Rang* und *K. J. Schulze*, Mosbach, zeigten einen Film über Stapelfehler und Versetzungen in einkristallinen Gold-Lamellen. Sie untersuchten übereinanderliegende, chemisch gewachsene Goldkristalle mit der (111)-Ebene als Blättchenebene. Die durch Übereinanderlagerung entstehenden Moiréstreifen erlauben die Beobachtung der Wanderung von Versetzungen. Auch kann die Bildung von Stapelfehlern durch Aufspaltung von Versetzungen beobachtet werden. An mechanisch düngeschlagenen Goldfolien von einigen hundert Å Dicke mit einer Textur in (100)-Ebene als Folienebene wurden Bewegungen einzelner Versetzungslinien, sprunghafte Ausbreitung sich kreuzender Stapelfehler, Entstehung und Verschwinden von Versetzungen und Auslöschung von Stapelfehlern, die gegeneinander laufen, gezeigt. In derartigen elektronenmikroskopischen Untersuchungen ist es tatsächlich möglich, einen Einblick in das Geschehen im Kristallgitter zu gewinnen.

H. Düker, Stuttgart, beobachtete Umwandlungs- und Ausscheidungsvorgänge unter dem Emissionselektronenmikroskop. Mit einer speziell für diesen Zweck gebauten Vakuumfilmkamera konnte das Elektronenbild unmittelbar auf einen 16-mm-Schmalofilm aufgenommen werden. Da beim Emissionselektronenmikroskop das Objekt mit Ionen beschossen wird, die einem Gasentladungsrohr entstammen, das mit beliebigen Gasen betrieben werden kann, ist es durch Verwendung chemisch aktiver Gase möglich, Reaktionen an der Oberfläche des Objektes absichtlich herbeizuführen und bei einstellbaren Temperaturen im Elektronenmikroskop zu beobachten. Als Beispiel für das Aufnahme-Verfahren wurde die α - γ -Umwandlung von Stahl mit 0,45 % Kohlenstoff bei Beschuß mit Ar-Ionen bei einer Temperatur von 800 °C gezeigt. Die Sauerstoffaufnahme von reinem Eisen diente als Beispiel für die Einwirkung des Entladungsrohrs auf die Objektoberfläche. Dabei wurde reines Eisen mit Luft-Ionen beschossen. Die Annahme von Hansen, nach der α -Eisen mehr Sauerstoff löst als γ -Eisen, konnte im Experiment bestätigt werden. Infolge der geringeren Aufnahmefähigkeit für Sauerstoff treten in der γ -Phase pyramiden- oder schuppenförmig Oxydausscheidungen auf, die sich im Bild sehr deutlich vom metallischen Untergrund abheben. Dabei wachsen die Oxyde auf energetisch günstigen Gitterebenen auf. Bei Rückwandlung der Probe von der γ -Phase in die α -Phase durch Temperaturerniedrigung verschwinden die Oxyde, da der