**Zeitschrift:** Prisma : illustrierte Monatsschrift für Natur, Forschung und Technik
**Band:** 4 (1949)
**Heft:** 7

**Artikel:** Oberflächen-Abdrücke im Elektronenmikroskop
**Autor:** Mahl, Hans
**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-654299

**Nutzungsbedingungen**
Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

**Conditions d'utilisation**
L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

**Terms of use**
The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

**Download PDF:** 02.08.2025

**ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch**

# Oberflächen-Abdrücke im Elektronenmikroskop

*Von Dr. ing. Hans Mahl*

Durch die Erfindung des Elektronen-Mikroskops ist der Forschung im Mikrokosmos ein riesiges Neuland erschlossen worden, das bis in die Dimension des Millionstel Millimeters reicht. Allerdings beschränkt die sehr geringe Durchdringungsfähigkeit der Elektronen eine Abbildung in dem nach dem Durchstrahlungs-Prinzip arbeitenden Elektronen-Mikroskop auf sehr kleine oder sehr dünne Objekte. Objektschichten, die dicker als ein bis zwei zehntausendstel Millimeter sind, zeigen im Elektronen-Mikroskop keine neuen Einzelheiten mehr. Allein schon aus diesem Grund spielt die Oberflächen-Abbildung im Elektronen-Mikroskop eine viel größere Bedeutung als in der Licht-Mikroskopie. Zahlreiche Strukturprobleme, besonders metallographische, lassen sich nur durch eine Oberflächen-Abbildung bearbeiten.

So einfach eine lichtmikroskopische Oberflächen-Untersuchung im reflektierten Licht ist, so schwierig ist die Übertragung dieses Reflexions-Prinzips auf die Elektronen-Mikroskopie. Obwohl es an Versuchen in dieser Richtung nicht gefehlt hat, ist aus Gründen, auf die wir nicht näher eingehen wollen, eine befriedigende Abbildung von Oberflächen mit reflektierten Elektronen bis jetzt noch nicht gelungen. Dagegen ist mit einem vom Verfasser entwickelten mittelbaren Verfahren, dem sogenannten *Abdruck-Verfahren*, das hier näher beschrieben werden soll, eine hochwertige Oberflächen-Abbildung möglich. Bei dieser Methode wird nicht die Oberfläche selbst im Elektronen-Mikroskop abgebildet, sondern ein sehr dünner «Abdruckfilm», der die Reliefform der Oberfläche hat. Zur Durchführung des Verfahrens wird der Untersuchungsgegenstand zunächst mit einer hauchdünnen Oberflächenhaut überzogen. Diese wird dann vorsichtig abgelöst, wobei sie die Reliefform der Oberfläche beibehält (Bild 1). Wird nun dieser isolierte und von Objektresten befreite sehr dünne Abdruckfilm im normalen Elektronen-Mikroskop in «Durchsicht» betrachtet, so zeigt er überraschend plastisch das abgeformte Oberflächenrelief bis in feinste

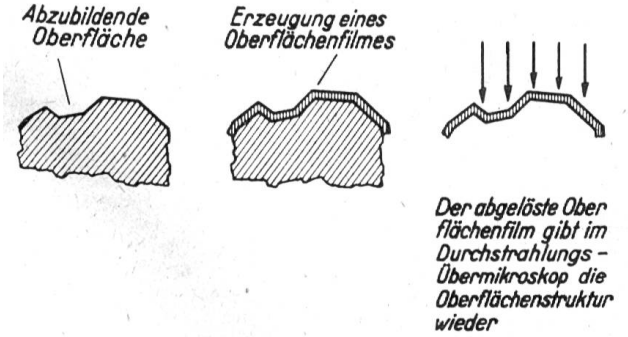


Bild 1: *Schematische Darstellung des Abdruck-Verfahrens zur elektronenmikroskopischen Oberflächen-Abbildung.*

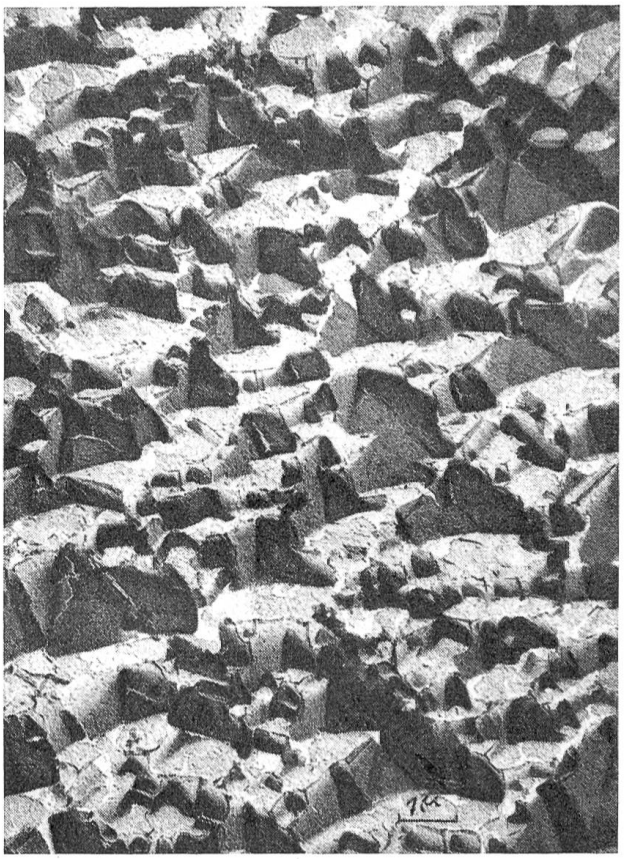

*Bild 2: Ätzfiguren bei Steinsalz, aufgenommen mit einer Aluminium-Aufdampfschicht. Eine polierte Steinsalz-Oktaederfläche wurde angehaucht. Die dabei auftretende Anlösung des Steinsalzes führte zu einer Freilegung von Würfelflächen des Kristalls. (Vergrößerung 7000:1)*

Bild 3: *Oberfläche eines menschlichen Schlüsselbein-Knochens, aufgenommen mit einem Lack-Abdruck. (Vergrößerung 9000:1)*

Einzelheiten. Selbstverständlich darf der Abdruckfilm keine störende Eigenstruktur haben und außerdem muß er so dünn sein, daß er von den Elektronen gut durchstrahlt werden kann. Seine Dicke darf nur wenige Hunderttausendstel Millimeter betragen!

Abdruckfilme, die praktisch strukturlos sind, lassen sich aus verschiedenen Materialien herstellen. Besonders gut eignen sich Lackfilme und im Vakuum aufgedampfte dünne Metall- und Quarzschichten. Bei Aluminium und Aluminium-Legierungen liefert ein durch elektrolytische Oxydation auf der Oberfläche selbst gebildeter Oxydfilm ausgezeichnete Ergebnisse. Ein derartiger Aluminium-Oxydfilm ist gegen Elektronen-Bestrahlung sehr beständig und ergibt auch noch von sehr rauhen Oberflächen gut durchgezeichnete Bilder (Bild 4), was beispielsweise bei Lackfilmen nicht der Fall ist.

Der Erfolg des Abdruckverfahrens hängt im wesentlichen davon ab, ob es gelingt, den außerordentlich dünnen Abdruckfilm zerstörungsfrei von der Objekt-Oberfläche abzulösen. Das mag bei der extrem geringen Dicke des Filmes recht schwierig erscheinen. Gewiß gibt es Fälle, bei denen Hindernisse auftreten, aber meistens ist die Filmablösung doch recht einfach. Es gibt nämlich verschiedene chemische, elektrochemische und auch physikalische Lösungsprozesse, die so wirken, daß unmittelbar unter dem Abdruckfilm eine Oberflächenschicht herausgelöst wird, ohne daß dieser selbst angegriffen wird. Kleine Objektreste, die hierbei gelegentlich am Abdruckfilm haften bleiben, lassen sich durch Waschen in verdünnten Säuren meistens leicht entfernen. Oxydfilme können beispielsweise von Aluminium durch Quecksilber abgelöst werden. Dabei wird das

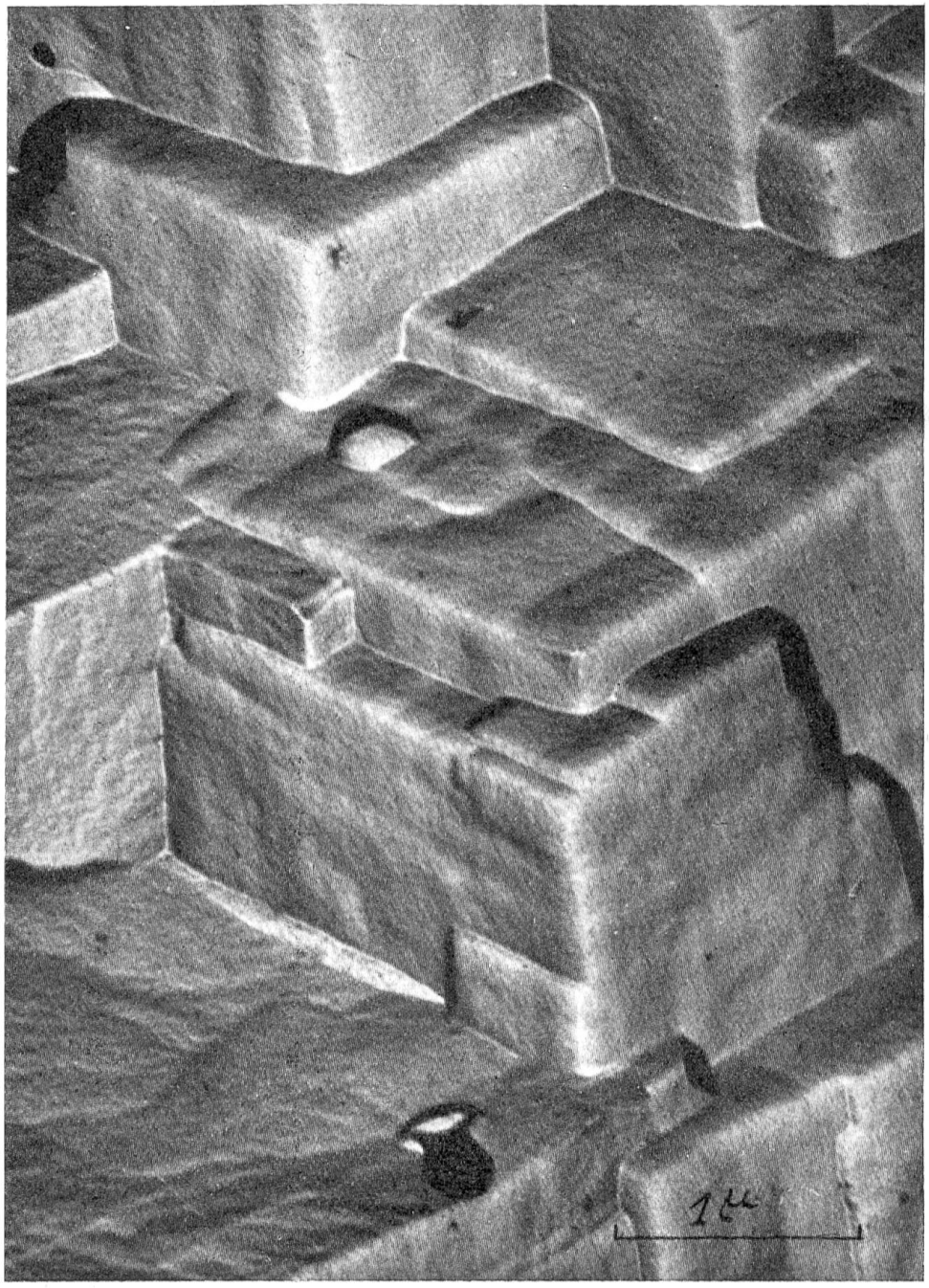


Bild 4: *Oxyd-Abdruck von einer mit Salzsäure geätzten Hydronalium-Oberfläche (Al-Mg-Legierung). Die würfelförmige Ätzstruktur, die als Folge der chemischen Metall-Auflösung hierbei entsteht, steht in unmittelbarer Beziehung mit der kubischen Metall-Gitterstruktur dieser Legierung. (Vergrößerung 30 000:1)*

oxydierte Aluminium, das vorher an einigen Stellen angeritzt wird, in eine gesättigte Lösung von Quecksilberchlorid gelegt. Schon nach wenigen Sekunden scheidet sich aus der Lösung an den Ritzstellen Quecksilber nieder, das sich dann schnell zwischen Oxydfilm und Metall einfrißt und den Oxydfilm abhebt. Eine sehr schonende und universelle Methode, durch die die relativ empfindlichen Lackfilme von nahezu allen Metallen abgelöst werden können, bedient sich zur Ablösung kathodisch entwickelten Wasserstoffs. Bei diesem von Duffek und dem Verfasser ausgearbeiteten Verfahren wird die lackierte und angeritzte Probe als Kathode geschaltet in eine Elektrolyt-Lösung gehängt, die weder das Metall noch den Lackfilm angreift. Bei Stromschluß beginnt zuerst an den Ritzstellen eine Wasserstoff-Entwicklung, die dann rasch unter den Film fortschreitet und diesen in wenigen Sekunden abhebt. Die Proben-Oberfläche wird dabei nicht im geringsten beschädigt, was besonders bei solchen Oberflächen-Untersuchungen wichtig ist, bei denen, wie an wertvollen Fertigfabrikaten, die Oberfläche erhalten bleiben soll, oder auch für solche Untersuchungen, bei denen irgendwelche Veränderungen, wie sie etwa beim Erhitzen auftreten können, durch mehrere nacheinander aufgenommene Oberflächenbilder dokumentiert werden sollen.

Mit dem Abdruckverfahren lassen sich durchaus nicht nur Metalle abbilden. Viele feste Stoffe wie Glas, Mineralien (Bild 2), ja sogar auch biologische Objekte (Bild 3) sind ihm zugänglich. Selbst von mikroskopisch kleinen Objekten lassen sich durch spezielle Präparationsverfahren elektronenmikroskopische Abdruckbilder erzielen. Es gibt selbstverständlich auch Objekte, bei denen die Ablösung des dünnen Abdruckfilms nicht gelingt, so daß das einfache Abdruckverfahren hier versagt. Die meisten dieser «schwierigen» Objekte lassen sich aber durch das Negativ- oder *Matrizen-Abdruckverfahren*, einer Weiterbildung des einfachen Abdruckverfahrens erfassen. Bei dieser Methode, die von Zworykin und Ramberg angegeben worden ist, wird von der Oberfläche zuerst eine Matrize angefertigt, und zwar aus einem solchen Material, von dem bequem ein dünner Abdruckfilm abgelöst werden kann. Zur Matrizenherstellung dienen unter anderm dicke metallische Aufdampfschichten, dicke Lackschichten oder Kunststoffschichten (z. B. Polistyrene). Von der Matrize, deren Oberfläche nun das Negativ der Original-Oberfläche darstellt, wird auf die vorher beschriebene Art ein dünner Abdruckfilm hergestellt, der dann im Elektronen-Mikroskop betrachtet wird. Bei Kunststoff-Matrizen eignen sich hierzu besonders gut dünne Quarz-Aufdampfschichten. Von harten Objekten lassen sich Metallmatrizen auf sehr einfache Weise durch Einprägen der abzubildenden Oberfläche in eine polierte Reinst-Aluminiumfolie herstellen, was schon mit Hilfe eines Schraubstockes geschehen kann. Der Hauptvorteil dieses von Mitarbeitern des Verfassers (J. Hunger und R. Seeliger) entwickelten *Präge-Abdruck-Verfahrens* liegt darin, daß es damit gelingt, auch von Nicht-Aluminiummetallen Aluminium-Oxyd-Abdruckfilme zu gewinnen, deren gute Eigenschaften bereits erwähnt wurden. Das in Bild 6 wiedergegebene Bild von einer rauhen Stahl-Bruchfläche ist auf diese Weise gewonnen worden.

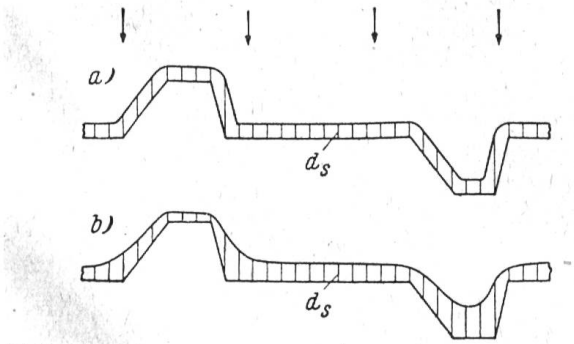


Bild 5: *Schematische Darstellung eines Oxyd-Abdruckfilms* (a) *und eines Lack-Abdruckfilms* (b). *Beim gleichmäßig dicken Al-Oxydfilm ist die tatsächliche Durchstrahlungsdicke* ($d_s$) *umso größer je steiler ein Flächenstück gegen die Strahlenachse geneigt ist. Beim Lackfilm, der in Vertiefungen dicker ist als an Erhebungen überlagern sich dazu noch diese Dickenunterschiede. Beim Lack-Abdruck erscheinen darum Vertiefungen dunkel, Erhebungen hell. Beim Oxyd-Abdruck wird dagegen die Hell-Dunkelverteilung nur durch unterschiedliche Neigungen bestimmt.*

Bild 6: *Präge-Abdruck von der Bruchfläche eines Stahlstiftes. Die Struktur der Bruchfläche gibt einen Einblick in die Gefüge-Struktur des Stahls, der in diesem Beispiel aus parallel gelagerten stäbchenförmigen Kristalliten besteht.* (*Vergrößerung 2500:1*)

Wie die hier wiedergegebenen Abdruckbilder zeigen, ähnelt der Bildeindruck, den sie uns vermitteln, in überraschender Weise dem von gewöhnlichen Oberflächen-Lichtbildern. Diese Ähnlichkeit ist aber eine rein zufällige, denn die Bildkontraste kommen bei den Abdruck-Aufnahmen auf eine grundsätzlich andere Weise zustande als bei lichtmikroskopischen Oberflächenaufnahmen. Die Hell-Dunkel-Verteilung auf den Abdruckbildern hat nichts mit unterschiedlicher Beleuchtung oder unterschiedlichen Reflexionseigenschaften zu tun, sondern sie folgt aus Unterschieden der

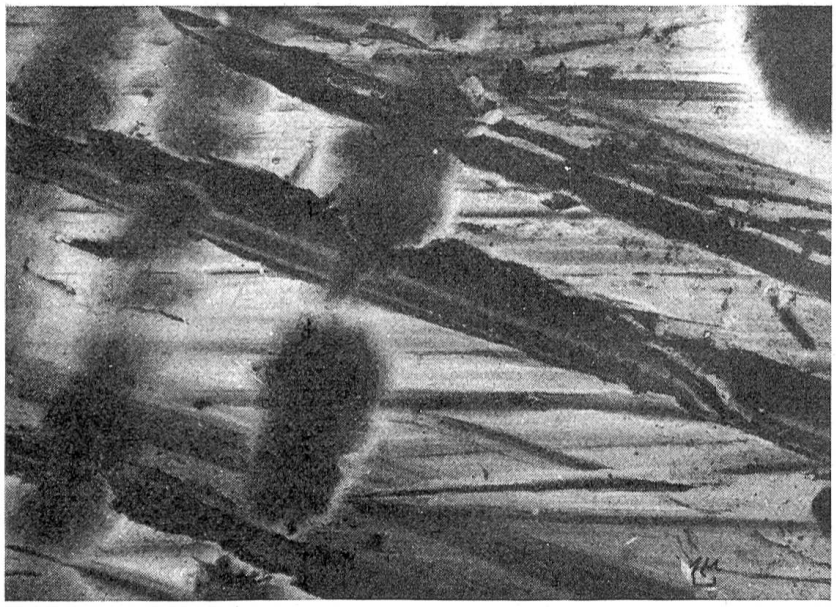

Bild 7: *Oberfläche eines feingeschliffenen Stahls, aufgenommen mit einem Lack-Abdruck. Es ist eine Stelle wiedergegeben, die vorher mit einem mechanischen Rauhigkeits-Prüfgerät abgetastet worden war. Die großen Abtastspuren, die als dunkle Flecken zu sehen sind, beweisen, daß die eigentliche Mikrostruktur der Oberfläche durch die Abtastung nicht erfaßt wird. (Vergrößerung 2500:1)*

Filmdicke in der Durchstrahlungsrichtung. Daher sind die Bilder je nach der verwendeten Abformmasse verschieden. Beim Aluminium-Oxyd-Film (Bild 4), der überall gleichmäßig dick ist, erscheint ein Flächenstück um so dunkler, je steiler es gegen den abbildenden Elektronenstrahl (Bild 5a) geneigt ist; denn mit steigender Neigung wächst die zu durchstrahlende Filmdicke. Eine Vertiefung gibt darum dieselben Bildkontraste, wie eine gleichgeformte Erhebung. Anders ist es beim Lackfilm. Dieser ist an hervorstehenden Kanten und Ecken dünner als an Vertiefungen (Bild 5b). Vertiefungen erscheinen darum im Lack-Abdruckbild dunkel, Erhebungen hell (vgl. hierzu Bild 7 mit Bild 4). Bei Aufdampfschichten, die nur bei schräger Bedampfung kontrastreiche Bilder liefern, treten ausgeprägte «Schatten» und «Lichter» auf, ähnlich wie bei einem schräg beleuchteten Relief (vgl. Bild 2).

Es ist auch möglich, daß zwei Abdruckfilme kombiniert werden, wobei sich unter Umständen besondere Vorteile erzielen lassen. Überzieht man beispielsweise einen Aluminium-Oxyd-Abdruckfilm mit einer dünnen Lackschicht, so vereinigt der so erhaltene *Doppelschicht-Abdruck* die Vorzüge des Oxydfilms hinsichtlich dessen Festigkeit und die des Lackfilms hinsichtlich seiner eindeutigen Kontrastwiedergabe für Erhebungen und Vertiefungen. Die in einer früheren Nummer geschilderte Beschattungsmethode (schräge Bedampfung) läßt sich ohne weiteres bei Abdruckfilmen anwenden.

Durch die verschiedenen Variationsmöglichkeiten kann das Abdruckverfahren den verschiedenartigsten Objekten und Aufgabenstellungen angepaßt werden. Beim heutigen Stand der Entwicklung dürften sich damit die meisten übermikroskopischen Oberflächen-Struktur-Probleme bearbeiten lassen. Dabei hat das Abdruckverfahren nicht nur für solche Fragestellungen eine Bedeutung, deren Lösung nur mit einer Oberflächen-Abbildung möglich ist. In manchen Fällen kann das Verfahren auch zur Abbildung von an sich im Elektronenmikroskop durchstrahlbaren Objekten sehr nützliche Dienste leisten. Dies gilt besonders für empfindliche Präparate, die im Elektronen-Mikroskop häufig unkontrollierbare Veränderungen erleiden, sei es durch die Elektronen-Bestrahlung selbst oder durch das Vakuum. Durch Abdruck-Aufnahmen an eingetrockneten und an lebensfrischen Bakterien hat man beispielsweise feststellen können, daß diese Lebewesen bereits an Luft soweit eintrocknen, daß sie ein runzeliges Aussehen erhalten. In diesem Zusammenhang sei abschließend noch besonders darauf hingewiesen, daß das Abdruck-Verfahren bis jetzt als einzige Methode Aussicht bietet, biologische Objekte im lebenden Zustand elektronenmikroskopisch zu untersuchen, allerdings nur an der Oberfläche, was durch eine direkte Untersuchung im Elektronenmikroskop nicht möglich ist.

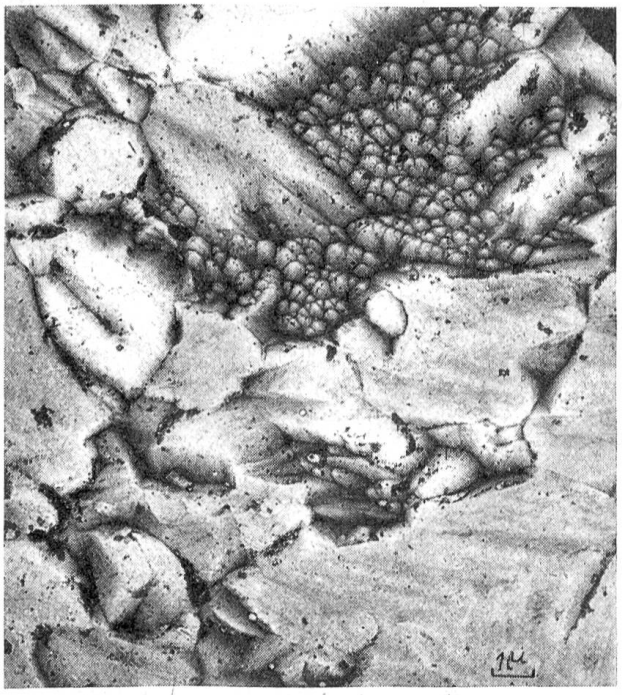

Bild 8: *Gefügebild einer Hydronalium-Oberfläche (Aluminium-Magnesium-Legierung) (Lack-Abdruck, Vergrößerung 4500:1)*

Sämtliche Aufnahmen vom Verfasser.