

of 110 KV and with the electron microscope with high acceleration voltage for 400 KV at emission voltages of 240 KV.

3. We investigated the influence on the cell of different fixation fluids—Champy's, Regaud's, Schaudinn's, Bouin's and Garnoy's. We found that the coagulation of the plasma is very fine after fixation with Champy's (osmic acid) and Regaud's (potash bichromate-formal) fluids.

The clearness with which the crossstriation of the capsule membrane of the nematocysts is shown up by picric acid, is striking. The recurrence of this striation is  $\pm 280 \text{ \AA}$  units, and very probably represents the macromolecular arrangement of the protein chains forming the structure of this membrane.

4. Some results, elucidated by photographs, obtained with the following objects, are discussed to illustrate the technique described:

- (a) root top cell in *Allium*,
- (b) ciliary implantation in *Isotricha*,
- (c) nematocysts in *Corynactis*,
- (d) oocyte in *Ascaris* and *Cyanea*,
- (e) muscle in *Mytilus*,
- (f) striated border in the intestinal cell of *Ascaris*,
- (g) thyroid glandcell in the *Cock*,
- (h) carcinoma cells in the *Mouse*.

#### Literatur

Ambrose E. J., Elliott A. und Temple R. B., Nature **163** (1949). — Astbury W. T., Fundamentals of fibre structure. Oxford 1933. — Bretschneider L. H., Mikroskopie **3** (1948). — Derselbe, Proc. Ned. Kon. Akad. Wet. **52** (1940). — Hall C. E., Jakus M. A. und Schmitt F. O., J. appl. Phys. **16** (1945). — Jakus M. A., J. exper. Zool. **100** (1945). — Robertis E. De und Schmitt F. O., J. cell. und compar. Physiol. **31** (1948). — Schmitt F. O., Advances in Protein. Chem. **I** (1944). — Wolpers C., Virch. Arch. **312** (1944).

(Aus dem Ersten Chemischen Universitätslaboratorium und der Vereinigten Telephon- und Telegraphenfabriks-Aktiengesellschaft, Czeija, Nissl & Co., Wien)

## MIKROSKOPISCHE UNTERSUCHUNGEN AN ALUMINIUMFOLIEN

Von HANS NOWOTNY und LUDMILLA HOLIK

Mit 6 Abbildungen

Zur Herstellung von Elektrolytkondensatoren werden Aluminiumfolien verwendet, die besonderen Anforderungen entsprechen müssen. Eine wesentliche Bedingung für die Eignung derartiger Kondensatorfolien besteht darin, daß die Folie in einer begrenzten Zeitspanne so stark angeätzt werden kann, daß eine genügende Oberflächenvergrößerung und damit die notwendige Kapazitätserhöhung erreicht wird. Bei der üblichen Ätzung in Salzsäure strebt man eine Kapazitätserhöhung um den drei- bis sechsfachen Wert gegenüber der sogenannten blanken Folie an. Da nun der Säureangriff in außergewöhnlich starkem Maße vom Reinheitsgrad des verwendeten Aluminiums abhängt (1), ist der Auswahl der zu verwendenden Folien besondere Beachtung zu schenken. Der hier eingeführte Ätzfaktor kann z. B. mit dem Korrosions-

angriff, definiert als Gewichtsverlust in Prozent, verglichen werden. Versuche in dieser Richtung zeigen, daß dieser Ätzfaktor mit der Gewichtsabnahme etwa proportional geht.

Was den Einfluß von Beimengungen betrifft, so findet R. GADEAU (1) überraschenderweise, daß hochreines Aluminium, 99,99%, selbst nach stundenlangem Angriff von Salzsäure beliebiger Konzentration nur einen verschwindenden Gewichtsverlust erleidet. Dagegen nimmt die Auflösung rasch zu, wenn man Aluminium der Reinheit 99,95% bzw. 99,90% ätzt. Vom Standpunkt einer möglichst kurzzeitigen und intensiven Ätzung wäre es demnach erwünscht, Aluminium nicht zu hoher Reinheit zu verwenden.

Die geätzte Aluminiumfolie wird sodann nach sorgfältiger Reinigung dem Formierprozeß unterworfen, wobei sich die für den Kondensator wirksame Oxydschicht bildet.

Dieser Vorgang verlangt aber seinerseits ein Aluminium besonderer Reinheit, da nur von einem solchen die von einem Kondensator verlangten elektrischen Eigenschaften erfüllt werden können. In erster Linie bestimmt der von der Beschaffenheit der anodischen Oxydschicht abhängige Leckstrom (Reststrom) die Güte des fertigen Kondensators. Es liegt in der Natur der Sache, daß schlecht ausgebildete (poröse) Schichten zu einem merklichen Reststrom Anlaß geben, so daß man im praktischen Betrieb eine Mindeststromdichte für die Brauchbarkeit vorzuschreiben hat. Im allgemeinen wird die Forderung erhoben, daß nach einer Formierdauer von 3—4 Stunden bei 650 V der Reststrom  $50 \mu\text{A}/\text{qcm}$  nicht überschreiten soll<sup>1)</sup>.

Das Problem der anodischen Oxydschichten (Eloxalschichten) hat gewiß eine viel universellere Bedeutung als die hier angeschnittene Frage (2, 3 und 4), jedoch kommt es bei der üblichen Eloxalschicht bei weitem nicht auf eine so strenge Prüfung wie beim Elektrolytkondensator an, wo diese Schicht vor allem elektrisch isolieren muß.

Man hat daher, was nach den bisherigen Ausführungen klar hervorgeht, einen Kompromiß hinsichtlich der Qualität des Aluminiums zu schließen. Dabei muß aber bezüglich der Qualität im obigen Sinne einerseits ein definierter Gefügezustand gefordert werden, da dieser Ätzung wie Formierung merklich beeinflusst, und andererseits sind nicht beliebige Beimengungen zulässig.

## A. Einfluß kleiner Beimengungen auf Ätzung und Formierung

Über systematische Untersuchungen darüber ist wenig veröffentlicht worden (1). Dabei ist zu beachten, daß man zu einer restlosen Aufklärung der hier herrschenden Verhältnisse den Einfluß auf Ätzung und Formierung getrennt verfolgen müßte, also z. B. die Wirkung derartiger Beimengungen auf das Formieren von durch Polieren vorgerichteter Folien. Ungünstig wirken sich in jedem Fall metallische Verunreinigungen aus, die gegenüber Aluminium edler sind. Das wichtigste Begleitelement in dieser Hinsicht ist das Eisen. Obzwar man es stets mit einem Vielstoffsystem zu tun hat, welches man aber wegen der großen Zahl von Komponenten kaum mehr überblicken kann, genügen das Zweistoffsystem Al-Fe und das Dreistoffsystem Al-Fe-Si, nachdem das nächstwichtigste Begleitelement Silizium ist. Bezüglich des Eisens weisen GÜNTHERSCHULZE und BETZ (2) darauf hin, daß dieses wegen seiner Passivierung in sauerstoffhaltigen Elektrolyten nicht anodisch in Lösung geht, sondern Sauerstoff entstehen läßt und somit die Formierung verhindert.

Praktisch wird demnach verlangt, daß der Eisengehalt nicht unter 0,02% liegt, aber 0,1% nicht übersteigt. Es soll damit nicht gesagt werden, daß grundsätzlich das

<sup>1)</sup> Diese Werte beziehen sich auf Raumtemperatur.

Eisen der für die notwendige Ätzung erforderliche Begleiter sein muß. Nur ergibt sich dies, weil die Aluminiumerzeugung am meisten mit Eisen als Verunreinigung zu kämpfen hat. Nach GADEAU (1) bewirkt ein Zusatz von 0,1% Cu zu 99,9% Al etwa den gleichen gewichtsmäßigen Ätzeffekt wie 0,1% Fe, während 0,1% Si wegen des mit dem Aluminium ähnlichen Potentials praktisch ohne Einfluß bleibt. Die Löslichkeit von Eisen im Aluminium ist nach Befunden von E. JÄNICHE (5) außerordentlich gering, was auch durch weitere Beimengungen nicht wesentlich geändert werden dürfte, so daß Eisen als  $\text{FeAl}_3$  ( $\text{Fe}_2\text{Al}_7$ ) (6) oder als ternäre Al-Fe-Si-Verbindung vorliegt. Praktisch stellt sich die Lage so dar, daß man die Aluminiumfolie nicht in einer für den Kondensator günstigen Beschaffenheit erhält, da die Menge der Verunreinigungen nur schwer systematisch zu lenken ist. Zahlentafel 1 ergibt eine Übersicht über die verschiedenen Aluminiumfolien hinsichtlich ihrer Eisengehalte und sonstigen spektralanalytisch festgestellten Beimengungen<sup>2)</sup>.

## B. Gefügeuntersuchungen

Man wird von vornherein annehmen können, daß eine feinkörnige Folie sowohl hinsichtlich der besseren Anätzung (Kapazitätserhöhung) wie auch im Hinblick auf eine gleichmäßigere Deckschichtausbildung vorteilhafter sein wird. Als Gesamteindruck an einer Anzahl verschiedener Folien ergibt sich auch, daß feinkörnige die bestgeeigneten Kondensatoren ergeben. Zur mikroskopischen Untersuchung der Folien werden diese nach der von DE SY und HAEMERS (7) angegebenen Methode elektrolitisch poliert und in Bohnerscher Lösung geätzt. Bei den Gefügebildern 1—3 ist die Korngröße jeweils angegeben. Eine Kondensatorfolie, die in einer automatischen Ätz- und Formieranlage verwendet wird, zeigt ein unterschiedliches Korn von der mittleren Größe 0,1 mm. Die auf den Gefügebildern sichtbaren dunklen, rundlichen Flecken, die sich etwa parallel zur Walzrichtung anordnen, sind Grübchen, die besonders stark nach dem Ätzen in Erscheinung treten. Die Gefügeentwicklung beim Ätzen verläuft ebenfalls bei verschiedenen Folien ungleich; so erreicht man bei feinkörnigen Folien nur sehr schwer ein deutliches Gefügebild, das heißt, die einzelnen Körner lassen sich schlecht unterscheiden. Dagegen zeigen die anderen Folien deutlich die Kristallite; besonders klar erscheinen diese bei der T-Folie.

Kurzzeitig in Bohner-Lösung vorgerichtete Folien wurden sodann einer Ätzung mit etwa 12%iger Salzsäure unterworfen. Die Wiedergabe solcher stark aufgerauhter Oberflächen ist naturgemäß schwer zu beurteilen, doch ergibt die stereoskopische Betrachtung bei den verschiedenen Foliensorten ganz beachtliche Unterschiede. Das an den Bildern 4—6 typische Merkmal ist folgendes:

Bei 100facher Vergrößerung sieht man an der Folie  $S_2$  eine weitgehend gleichmäßig aufgerauhte Oberfläche. Der Angriff erfolgt dabei stets in kristallographisch ausgezeichneten Richtungen, wie es von den Ätzfiguren bekannt ist. Ganz ähnlich ist die Art des Abbaues bei der  $R_1$ -Folie. Merklich verschieden sieht jedoch die Oberfläche der T-Folie aus. Das Zerspleißen der Kristallite geschieht hier wohl in derselben Art, aber es werden manche Körner außerordentlich stark herausgelöst, während die übrigen fast unberührt bleiben. Die erste Folgerung daraus ist die, daß dabei die Ätzlösung rasch in die Tiefe der Folie einbricht. Es entsteht in diesem Falle eine Schwammstruktur, die um so stärker auftritt, je kräftiger die Ätzung erfolgt.

Vergleicht man die strukturellen Befunde mit dem Verhalten der Folien beim Formieren, so läßt sich eindeutig feststellen, daß die  $S_2$ - und  $R_1$ -Folien gute Rest-

<sup>2)</sup> Von ganz entscheidendem Einfluß auf Ätz- und Formiervorgang sind die Fremdmetalle, die beim Auswalzen auf die Folie gelangen; dadurch ergeben sich dann ganz unkontrollierbare Vorgänge. Zum Beispiel wurde mit Sicherheit bei einer Folie Silber an der Oberfläche festgestellt.

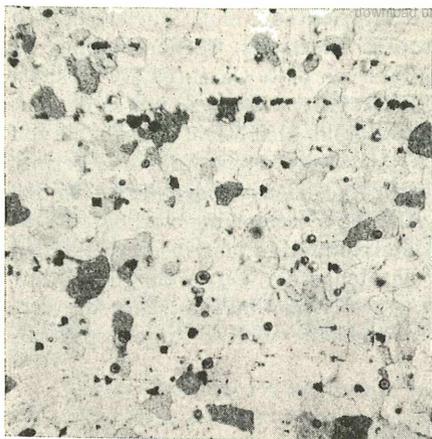


Abb. 1. Folie S<sub>2</sub>, 50 : 1, Korngröße 0,08 mm.

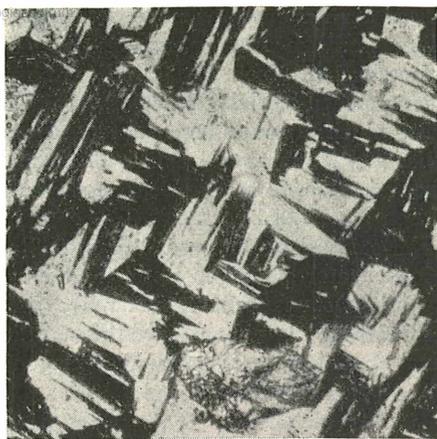


Abb. 4. Geätzte Folie S<sub>2</sub>, 100 : 1.



Abb. 2. Folie R<sub>1</sub>, 50 : 1, Korngröße 0,12 mm.



Abb. 5. Geätzte Folie R<sub>1</sub>, 100 : 1.



Abb. 3. Folie T, 50 : 1, Korngröße 0,15 mm.

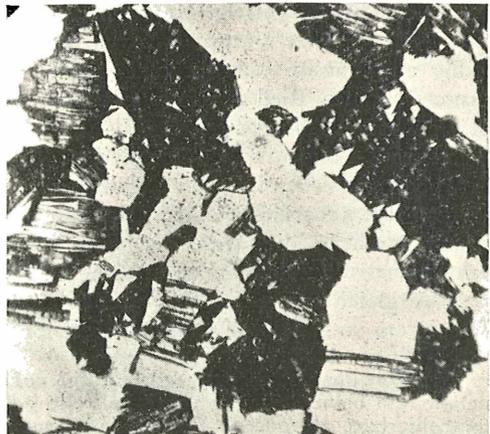


Abb. 6. Geätzte Folie T, 100 : 1.

Bezeichnung	% Fe	Sonstige spektralanalytisch gefundene Verunreinigungen									
		Si	Mg Ca	Cu	Ga	Pb	Mn	Ti	Zn	Sn	Ag
Folie eines Kondensators 32 $\mu$ F, 350 V	0,07	++	++	+	+	+	Spur				+
Folie eines Tieftemperatur-Kondensators	0,03	++	++	+	+	+	Spur				+
Folie eines Kondensators 32 $\mu$ F, 350 V	0,07	++	++	+	+						+
Folie unbekannter Herkunft	0,09	++	++	+	+	+	+	Spur	+		+
Folie eines amerikanischen Kondensators	0,06	++	++	+	+	+	Spur		+		+
Folie eines amerikanischen Kondensators 32 $\mu$ F, 350 V	0,05	++	++	+	+	+		+			Spur
Folie S <sub>1</sub>	0,06	++	++	+	+	Spur	Spur				+
Folie S <sub>2</sub>	0,06	++	++	+	+	Spur					
Folie R <sub>1</sub>	0,08	++	++	+	+	+					
Folie R <sub>2</sub>	0,04	++	++	+	+	Spur					
Folie T	0,06	++	++	+	+	Spur	+				
Folie für automatische Ätzung u. Formierung	0,07	++	++	+	+	Spur	Spur				

++ = etwa 0,01 %, + = etwa 0,001 %, Spur = kleiner als 0,001 %

stromwerte liefern, während die T-Folie unter gleichen Bedingungen höhere Restströme bei einer geringeren Kapazitätserhöhung zeigt. Die Ursache hierfür ist offensichtlich in der Ausbildung von Kapillaren bei der Eindringätzung zu suchen. In diesem Kapillarsystem wird die Ätzflüssigkeit, also Chlorionen, stark zurückgehalten, so daß sich diese nur sehr schwer beim Spülen entfernen lassen. Damit wird aber der Formierprozeß wesentlich gestört. Dazu kommt noch, daß die Deckschichtbildung bei poröser Unterlage grundsätzlich schwieriger als bei einer geschlossenen Fläche erfolgt. Ein unmittelbarer Nachweis dieser Schwammstruktur wird ermöglicht unter Anwendung von Methylenblaulösung, die, als Tropfen auf eine solche Folie aufgebracht, vollkommen eingesaugt wird.

Wenn auch die eigentliche Ursache über die verschiedene Anätzbarkeit bzw. deren Abhängigkeit von Zusammensetzung, Bearbeitung — insbesondere thermischer Behandlung — noch einer genauen Aufklärung bedarf, so zeigt diese Untersuchung bereits, in welcher Weise die Eignung von Aluminiumfolien für Elektrolytkondensatoren geprüft werden kann.

## Zusammenfassung

Es wurden Aluminiumfolien mit Rücksicht auf ihre Verwendbarkeit in Elektrolytkondensatoren mikroskopisch untersucht. Dabei konnte festgestellt werden, daß der Ätzzvorgang je nach der Beschaffenheit der Folie entweder in einem gleichmäßigen Angriff der Oberfläche besteht oder zur Bildung einer Schwammstruktur führen kann. Letztere Art des Angriffes scheint bei den geprüften Folien mit dem Bestehen eines groben Kornes im Zusammenhang zu stehen.

## Summary

A method is described whereby aluminium foils are tested under the microscope with a view to determining whether they are suitable for use as anode foils in electrolyte condensers. The results obtained lead to the following conclusion: According to the nature of the foil, the etching process effects either a dotted corrosion (pittings) or a corrosion which runs along the crystal boundaries giving the foil a sponge-like structure. In its final stage, the test foils show a similarity between the sponge-like structure and a coarse grain.

## Literatur

1. *Gadeau R.* in: *van Arkel A. E.*, Reine Metalle. Springer-Verlag, Berlin 1939. — 2. *Güntherschulze H.*, *Betz M.*, Elektrolytkondensatoren. Verlag M. Krayn, Berlin 1937. — 3. *Müller W. J.*, Die Bedeckungstheorie der Passivität der Metalle und ihre experimentelle Begründung. Verlag Chemie, Berlin 1933. — 4. *Schenk M.*, Werkstoff Aluminium und seine anodische Oxydation. Verlag A. Franke, Bern 1948. — 5. *Jäniche E.*, Aluminium-Arch 5 (1936). — 6. *Mondolfo L. F.*, Metallography of Aluminium-Alloys. Verlag J. Wiley, New York 1943. — 7. *De Sy A.* und *Haemers H.*, Stahl und Eisen 61 (1941): 185.

# KLEINE MITTEILUNGEN

---

Aus dem Mineralogischen und Mineralogisch-petrographischen Institut der Universität Wien

## Über die praktische Verwendbarkeit von Polarisationsfiltern an Stelle Nicolscher Prismen

Von HERBERT HABERLANDT und ALEXANDER KÖHLER

Die Verwendung von Polarisationsfiltern an Stelle von Nicolschen Prismen hat öfter Anlaß zu Klagen gegeben und begegnet infolgedessen einem gewissen Mißtrauen. In der Tat gibt es eine Sorte von Filtern, welche ziemlich viel Licht absorbieren und somit ein mehr oder weniger graues Gesichtsfeld ergeben. Daß derartige Filter beim Arbeiten mit dem Polarisationsmikroskop unerwünscht sind, ist selbstverständlich. Es gibt aber zweifellos auch Fabrikate, welche diese unerwünschte Erscheinung nicht aufweisen und die einen vollwertigen Ersatz der Nicole darstellen.

Um die Streitfrage über den angeblichen Nachteil der Polarisationsfilter im allgemeinen zu klären, wurden an einer Anzahl von Dünnschliffen und optischen Präparaten Untersuchungen durchgeführt. Benützt wurde dabei ein und dasselbe Polarisationsmikroskop (Stativ MI der Optischen Werke C. Reichert in Wien), dessen Polarisatoren austauschbar angebracht waren, so daß die Messungen sowohl mit Nicolen als auch unmittelbar anschließend bei sonst gleichen Bedingungen mit Polarisationsfiltern vorgenommen und die Ergebnisse verglichen werden konnten.

# ZOBODAT - [www.zobodat.at](http://www.zobodat.at)

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Mikroskopie - Zentralblatt für Mikroskopische Forschung und Methodik](#)

Jahr/Year: 1950

Band/Volume: [5](#)

Autor(en)/Author(s): Nowotny Hans, Holik Ludmilla

Artikel/Article: [Mikroskopische Untersuchungen an Aluminiumfolien. 31-36](#)