

ÜBER DIE STRUKTUR MECHANISCH UND ELEKTROLYTISCH POLIERTER OBERFLÄCHEN

ZUR FRAGE DER SOGENANTEN BEILBY-SCHICHT

Nach Untersuchungen mit Elektroneninterferenzen und Elektronenmikroskop

Von HEINZ RAETHER

Mit 11 Abbildungen

I. Einleitung

Für den Mikroskopiker — den Licht- wie Elektronenmikroskopiker — ist nicht so sehr die Handhabung seines Instrumentes die Schwierigkeit, sondern die Zubereitung seiner Präparate. Der Elektronenmikroskopiker bemüht sich beispielsweise um die Herstellung eines Abdruckfilms der zu untersuchenden Oberfläche eines Metallstückes, der Lichtmikroskopiker, im besonderen der Metallmikroskopiker, muß durch Schleifen und Polieren die Flächen für die Beobachtung zubereiten. Das Schleifen und Polieren muß hierbei mit besonderer Sorgfalt ausgeführt werden, da die Oberflächen wegen der geringen Tiefenschärfe des Lichtmikroskops, die bei den gebräuchlichen Vergrößerungen und Aperturen nur einige 1000 Å ist, hinreichend eben sein müssen, um ein scharfes Bild des gesamten Bildausschnittes zu geben. Diese vorbereitenden Maßnahmen lassen auf der Oberfläche des Präparates eine verformte Schicht entstehen, deren Struktur vor allem durch die Untersuchungen BEILBYs (1) zu einem viel diskutierten Problem geworden ist. Durch Verwendung der Elektroneninterferenzen konnte zur Klärung der die „Beilby-Schicht“ betreffenden Fragen ein wesentlicher Beitrag gegeben werden.

Neben der Präparierung der Oberfläche durch mechanisches Polieren hat in letzter Zeit die Methode des „anodischen“ Polierens steigende Bedeutung für die Zubereitung von Metalloberflächen gewonnen (2). Die zu polierende Oberfläche wird hierbei als Anode in einen geeigneten Elektrolyten getaucht. Bei bestimmten, empirisch ermittelten elektrischen Bedingungen werden bevorzugt die höchsten Stellen der Oberflächenrauigkeit abgetragen, so daß eine glänzende Fläche entsteht. Die „Politur“ geschieht also ohne Verformung der obersten Schichten, die beim mechanischen Glätten unvermeidlich ist, wodurch eine Oberflächenstruktur zustande kommt, die von der einer mechanisch bearbeiteten Oberfläche völlig verschieden ist, wie mit Hilfe der Elektroneninterferenzen nachgewiesen werden konnte.

Die mit Hilfe der Elektroneninterferenzen unter Zuhilfenahme des Elektronenmikroskops erhaltenen Resultate über die Struktur mechanisch sowie elektrolytisch polierter Oberflächen werden im folgenden, entsprechend einem vielseitigen Wunsche aus Kreisen der praktischen Mikroskopie, im besonderen der Metallographie, zusammenfassend dargestellt.

II. Über die Methoden der Oberflächenuntersuchung

1. Beobachtung mit Licht

Die Beobachtung im Lichtmikroskop stellt infolge der starken Absorption des Lichtes in Metallen und der damit verbundenen geringen Eindringungstiefe des Lichtes (wenige 100 Å [10^{-2} μ]) ein ausgezeichnetes Mittel der Oberflächenuntersuchung dar (3), ist jedoch durch das geringe Auflösungsvermögen des Lichtmikroskops von

einigen $10^3 \text{ \AA}$ auf relativ grobe Strukturen beschränkt, so daß mit ihrer Hilfe über den Charakter der verformten Schicht, deren Kristallgröße weit unter $1000 \text{ \AA}$ liegt, nichts ausgesagt werden kann.

2. Beobachtung mit Röntgenstrahlen

Röntgenstrahlen sind zur Untersuchung von Oberflächen im engeren Sinn nicht geeignet, da sie ein zu großes Durchdringungsvermögen besitzen. Tritt Röntgenstrahlung in ein Material ein, beispielsweise die sehr weiche $\text{CrK}\alpha$ -Strahlung mit $2,2 \text{ \AA}$ in Kupfer, so wird die Intensität dieser Strahlung erst nach etwa 6μ ($60.000 \text{ \AA}$) auf die Hälfte geschwächt. Im Rückstrahlverfahren (4) kann daher nur der Mittelwert des Oberflächenzustandes über einen Bereich von 10^3 — $10^4 \text{ \AA}$ beobachtet werden, während hier ein Bereich von $10 \text{ \AA}$, höchstens $100 \text{ \AA}$, unter der Oberfläche interessiert.

3. Beobachtung mit Elektronen

Die Elektronenstrahlen haben gegenüber den Röntgenstrahlen den großen Vorzug, infolge ihrer starken Streuung an den Atomen nur sehr kleine Schichtdicken zu durchdringen, die im Mittel etwa $1000 \text{ \AA}$ betragen.

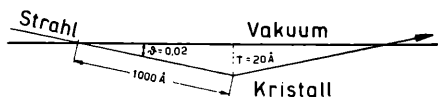


Abb. 1. Eindringtiefe T des Elektronenstrahles in den Kristall.

Hinzu kommt, daß die kleine Wellenlänge λ der Elektronenstrahlen — 40-kV -Elektronen besitzen eine Wellenlänge von $0,06 \text{ \AA}$ — zur Erfüllung der Interferenzbedingung $n\lambda = 2d \sin \vartheta$ einen Glanzwinkel ϑ von der Größe weniger Grade fordert, so daß der erfaßte Oberflächenbereich T von der Größe $\propto 20 \text{ \AA}$ wird

(Abb. 1). Dieser geringe Wert macht diese Methode zur Oberflächenuntersuchung besonders geeignet.

Es gibt nun zwei Möglichkeiten der Untersuchung:

a) Interferenzmethode. In dieser meist verwendeten Methode werden wie bei den Röntgenstrahluntersuchungen die Interferenzstrahlen photographiert, die bei Reflexion an einer Oberfläche entstehen (Abb. 1), und hieraus die Schlüsse über die Struktur der Oberflächen gezogen.

b) Elektronenmikroskopische Methode. Hier werden die gestreuten Strahlen nicht unmittelbar photographiert, sondern erst mit einer elektrischen Linse zu einem Bild der Oberfläche vereinigt (Reflexions-Übermikroskop [5]). Das Auflösungsvermögen dieses Verfahrens reicht nicht aus — ebensowenig wie das des Durchstrahlungsverfahrens (Durchstrahlung dünner Schichten) —, um die Gitterstruktur eines Kristalls erkennen zu lassen. Es läßt sich jedoch zur Beobachtung der Rauigkeit oder Mikrogeometrie der Oberfläche verwenden, da der streifend auffallende Elektronenstrahl von hervorstehenden Teilen der Oberfläche Schatten wirft, wobei die erkennbare Mindesthöhe etwa $100 \text{ \AA}$ beträgt (Abb. 8 und 10).

Eine weitere, viel gebrauchte Methode der elektronenmikroskopischen Untersuchung der Oberflächenrauigkeit ist das Abdruckverfahren (6). Die Oberfläche wird mit einem dünnen Film überzogen, z. B. durch Aufdampfen oder durch Oxydation wie im Fall des Aluminiums, der nach Ablösen von der Oberfläche im Durchstrahlungsmikroskop untersucht wird. Das Auflösungsvermögen kann hier $50 \text{ \AA}$ erreichen.

Durch Verwendung des „Beschattungsverfahrens“ (7, 8 und 9) — die Aufdampfung der Metallschicht geschieht nicht senkrecht zur Oberfläche, sondern unter einem Winkel von einigen 10^0 , so daß aus der Schattenlänge die Höhe der Rauigkeit berechenbar ist — kann das Auflösungsvermögen $10 \text{ \AA}$ erreichen (9).

Beide Methoden stellen mit ihren Aussagen über die Mikrogeometrie der Oberflächen eine wertvolle Ergänzung der Interferenzmethode dar.

III. Ergebnisse über die Struktur mechanisch bearbeiteter Oberflächen

Auf Grund lichtmikroskopischer Beobachtungen an mechanisch polierten Oberflächen hatte BEILBY (1) die Hypothese über den amorphen (flüssigkeitsähnlichen) Zustand polierter Oberflächen aufgestellt:

„Wenn die endgültige Politur erreicht wird, so wird im selben Augenblick die ganze oder zumindest ein großer Teil der Oberfläche flüssig, sonst würde sie nachher Kratzer und Rauigkeiten zeigen. Die Moleküle sind beweglich geworden wie in einer Flüssigkeit. Diese Verschiebbarkeit dauert nur so lange, als die Moleküle unter der Wirkung der bearbeitenden Kraft stehen. Hört die Bearbeitung auf, so müssen wir annehmen, daß die Beweglichkeit aufhört, jedoch nicht eher, bis die Molekularkräfte die Oberfläche mit einer Haut überdeckt haben, deren Glätte mit der einer Flüssigkeit vergleichbar ist“. Auch die Atomanordnung in der Oberfläche soll nach Aufhören der Bearbeitung die einer Flüssigkeit bleiben.

Diese für unsere heutigen Kenntnisse merkwürdig anmutende Vorstellung hat immerhin eine sehr weite Verbreitung gefunden. Um ihre Richtigkeit zu prüfen, ist die Verwendung von Röntgenstrahlen aus den auf S. 102 angegebenen Gründen nicht möglich. So zeigte das Röntgeninterferenzbild einer grob geschmirgelten Oberfläche nach einer mechanischen Politur keine Änderung, da die durch die Politur bewirkten Veränderungen sich in so dünnen Schichten der Oberfläche abspielen, daß sie auf das Röntgeninterferenzbild keinen Einfluß haben (10).

Dagegen bieten die Elektronen nach dem auf S. 102 Gesagten ein sehr geeignetes Mittel, das Problem anzugreifen.

1. Struktur bearbeiteter Metallflächen

Die ersten Versuche an polierten Oberflächen (1933) (11, 12) ergaben (an Metallen) ein Interferenzbild mit zwei oder mehr breiten Interferenzringen, das als Stütze der Beilbyschen Vorstellungen angesehen wurde, da flüssige (oder flüssigkeitsähnliche) Körper nach den Erfahrungen mit Röntgenstrahlen breite Ringe erzeugen.

In der Folgezeit entstanden Zweifel, ob diese Deutung des Interferenzbildes berechtigt ist. Beispielsweise wurde eingewendet (13): Infolge der geringen Eindringtiefe der Elektronen entstehen die Interferenzen im wesentlichen an den aus der Oberfläche herausragenden Zacken. Man könnte daher die verbreiterten Interferenzen einer bearbeiteten Metalloberfläche auch so deuten, daß die Oberflächenzacken durch das Polieren eingeebnet oder zumindest verkleinert werden, so daß infolge des verringerten Auflösungsvermögens der durchstrahlten Kristalle die Interferenzen breiter werden. Das Polieren würde also nach dieser Vorstellung allein einen Glättungsvorgang darstellen. Die weiter unten beschriebenen Versuche widerlegen diese Vorstellungen. — Es ist auch die Meinung geäußert worden, daß die breiten Ringe infolge Verunreinigung mit Fett entstehen, das während der Bearbeitung auf die Fläche gebracht wird. Bei sauberen Arbeitsbedingungen (saubere Spülflüssigkeiten [Alkohol oder Benzol], Vermeiden einer Berührung der Fläche mit den Händen, Vermeiden einer längeren Exposition an einer Fettdämpfe enthaltenden Atmosphäre) sind jedoch die Radien der Interferenzringe für das jeweilig bearbeitete Metall charakteristisch, so daß dieser Erklärung keine allgemeine Bedeutung zukommt. — Dagegen ergab sich als bemerkenswerte Beobachtung, daß während der Bearbeitung im allgemeinen eine Oxydation der Metallfläche stattfindet, die zu einer Bedeckung der Oberfläche mit einem feinstkristallinen Oxyd führt (14). Diese für die Deutung des Interferenzbildes wichtige Erkenntnis ist im folgenden berücksichtigt (S. 108).

Um die infolge dieser Einwände entstandenen Unklarheiten über die Struktur der obersten Schichten bearbeiteter Flächen zu beseitigen, wurden vom Verfasser und

Mitarbeitern noch einmal Versuche mit Elektroneninterferenzen aufgenommen (15, 16) und folgende Fragen gestellt:

a) Findet durch die Politur eine Kornzerkleinerung statt oder nur eine Ein-
ebnung unter Beibehaltung der Größe des Kristallkornes?

b) Ist im Falle einer Kornzertrümmerung die verformte Oberfläche einfach als
feinkristallines Gefüge zu bezeichnen oder findet im Sinne BEILBYs eine Umwand-
lung in eine „flüssigkeitsähnliche“ Schicht statt?

a) Um die erste Frage zu beantworten, ging man von der Oberfläche eines großen
Kupfereinkristalls aus, die nach einer elektrolytischen Politur das Interferenzbild
des ungestörten Einkristalls ergab (Abb. 11). Diese Fläche wurde nun kalt bearbeitet.
Da bei Verwendung von Politurmitteln die Oberfläche verunreinigt wird, wurde die
Fläche mit einem sorgfältig gereinigten Polierstahl gedrückt, eine Bearbeitungs-
methode, die dem des Polierens weitgehend ähnlich ist. Der Zustand der Oberfläche
in verschiedenen Tiefen ließ sich durch elektrolytisches Abtragen bestimmter Schicht-
dicken und jeweilige Interferenzaufnahmen ermitteln. Das Ergebnis enthält Abb. 2
(17). Abb. 2 a läßt erkennen, daß man in etwa 10μ Tiefe dem Einkristall schon recht
nahe ist. Darüber liegt eine Schicht, die mit Annäherung an die Oberfläche eine zu-
nehmende Zerstörung zeigt, wie das Pulverdiagramm der Abb. 2 d erkennen läßt, das
in $2000\text{ \AA}$ Tiefe angetroffen wird.

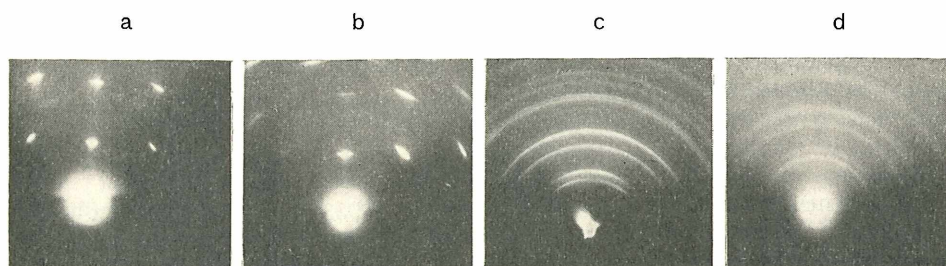


Abb. 2. Änderung der Struktur eines Einkristalls (Cu) durch Kaltbearbeitung.

Die Aufnahmen a—d sind Interferenzbilder (in Reflexion aufgenommen), die in verschiedener
Tiefe durch Abtragen verschiedener Schichtdicken erhalten wurden: a $\sim 10\mu$, b einige μ , c $\sim 5000\text{ \AA}$
d $\sim 2000\text{ \AA}$. Mit Annäherung an die Oberfläche geht das einkristallähnliche Gefüge in ein unge-
ordnetes Kristallpulver über.

Nähert man sich noch stärker der Oberfläche, so bleibt das Pulverdiagramm
bestehen, vergrößert aber zunehmend seine Ringbreite, bis schließlich nur noch 2 bis
3 breite Ringe übrig bleiben. Da auf Grund des obigen Einwandes die Ringverbreite-
rung auf Reflexionsaufnahmen auch als Folge einer Zackenerniedrigung statt als Folge
einer Kornzerkleinerung gedeutet werden kann, so erlaubt die Ringverbreiterung der
Pulverdiagramme bei Annäherung an die Oberfläche keinen Rückschluß auf kleiner
werdende Kristalle. Immerhin zeigen die Abtragungsversuche in der Abb. 2 a—d die
Zerstörung der oberflächennahen Schichten als Folge der Kaltbearbeitung.

Um nun die Ursache der erwähnten Ringverbreiterung zu erkennen, wurden
dünne Einkristallschichten hergestellt, auf die gleiche Weise wie die Kristallflächen
bearbeitet und die Korngrößenänderung mit zunehmender Bearbeitung studiert (17).
Da jetzt die Beobachtung in Durchstrahlung der Kristalle erfolgt, also das gesamte
Kristallkorn zur Interferenzschärfe beiträgt (nicht nur, wie bei Reflexion, der aus der
Oberfläche herausragende Teil), ist die Kristallgröße aus der Breite der Interferenzen
ableitbar.

Die Beobachtung der Interferenzen bei zunehmender Bearbeitung zeigte auch
hier die allmähliche Zerstörung des Einkristalls in ein regellooses Pulver (Abb. 3).

Bemerkenswert ist nun, daß die Ringbreite mit zunehmender Bearbeitung ebenfalls ständig zunimmt, so daß die Interferenzen ineinanderlaufen und das Diagramm nach stärkster Bearbeitung der Folien schließlich nur noch wenige breite Interferenzen enthält (Abb. 4), wie im Falle der Reflexion. Die Zerstörung der Kristalle geht dabei bis zu einer Größe von wenigen Elementarzellen.

Das Ergebnis dieser Versuche läßt sich dahin zusammenfassen, daß die breiten Interferenzringe von mechanisch bearbeiteten Metalloberflächen die Folge eines bis zu wenigen Elementarzellen zerstörten Oberflächengefüges sind¹⁾, dessen Dicke einige 10 Å beträgt.

¹⁾ Verbreiterte Interferenzen können auch an einem großen Kristall entstehen, wenn seine regelmäßige Atomanordnung durch innere Spannungen gestört ist. Eine genauere Diskussion des Interferenzbildes zeigt (17), daß dieser Effekt keine wesentliche Rolle spielt.

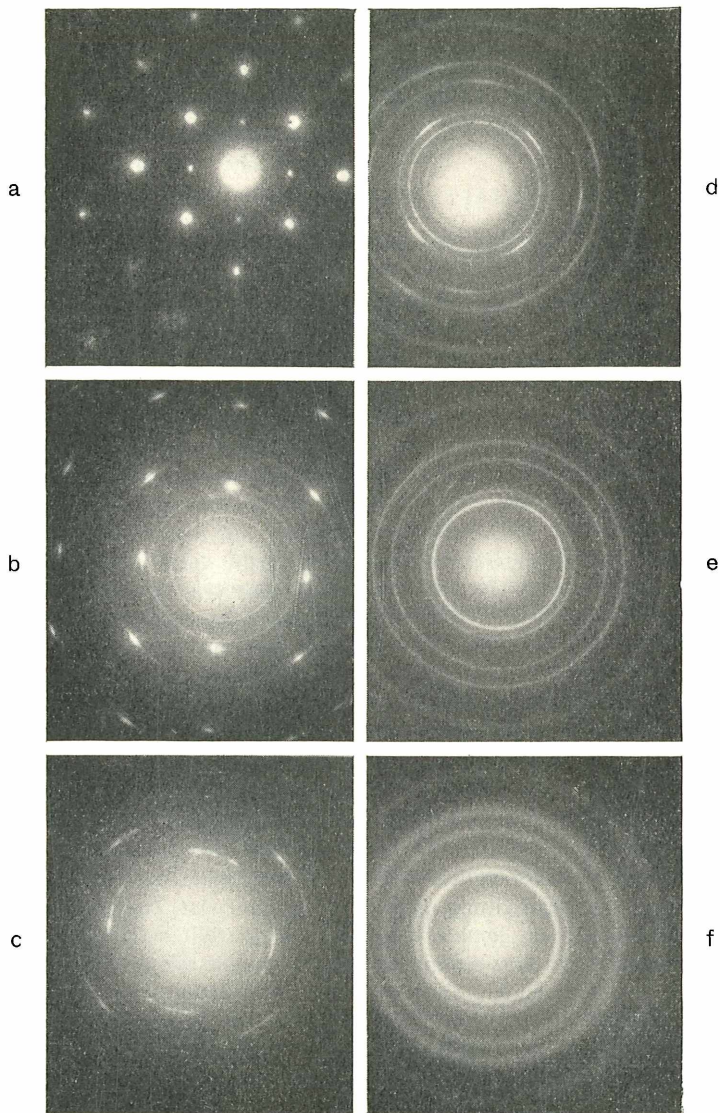


Abb. 3. In Durchstrahlung aufgenommene Interferenzbilder dünner Einkristallschichten von Gold und Kupfer nach verschieden starker Bearbeitung.

a—f zeigen den Übergang vom unbearbeiteten Einkristall a zum feinkristallinen Metall f. Die Ringe in b stammen von Steinsalz her, das bei dem Herstellungsprozeß der Einkristalle verwendet wurde. Bei noch stärkerer Bearbeitung laufen die Interferenzringe ineinander (siehe Abb. 4).

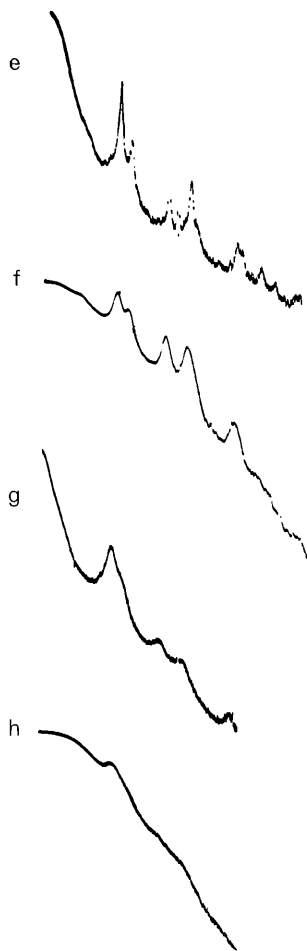


Abb. 4. Photometerkurven der Interferenzbilder dünner Metalleinkristalle nach starker Bearbeitung.

e und f entsprechen Abb. 3 e, f, g und h entstehen nach stärkster Bearbeitung und lassen (h) einen feinkristallinen Zustand der bearbeiteten Metallschicht erkennen.

Versuche mit Röntgenstrahlen an mechanisch bearbeiteten Metallen ergaben ebenfalls eine mit der Bearbeitung zunehmende Kornzerkleinerung, wobei jedoch eine minimale Korngröße von etwa $10^3 \text{ \AA}$ beobachtet wurde (18), das heißt, eine drei Größenordnungen größere Dimension als an Oberflächen. Diese Verschiedenheit beruht auf der Unempfindlichkeit der Röntgenstrahlmethode gegen die Vorgänge in den oberflächennahen Schichten.

b) Nach BEILBY ist das Gefüge in den obersten Schichten nicht ein eng zusammenliegendes Pulver aus kleinsten Kriställchen (feinkristalliner Zustand), eine Vorstellung, die für den Metallkundler eine durchaus natürliche wäre, sondern er nahm an, daß die Schicht eine Art unterkühlte Flüssigkeit darstellt. Der Unterschied des feinkristallinen und des flüssigkeitsähnlichen Zustandes ist der, daß jenem die Kriställchen nebeneinander liegen, wobei an den Korngrenzen Lücken bleiben — Unterbrechungen der Gitterperiodizität —, während in diesem solche Inhomogenitäten nicht vorkommen, dafür aber keine streng periodische Atomanordnung mehr existiert (vgl. die Diskussion in [15]). Diese Feinheiten in der Atomanordnung machen sich im Interferenzbild durch die Intensität der Streustrahlung bei kleinen Streuwinkeln bemerkbar ($\frac{\sin \vartheta}{\lambda} < \infty 0,05$). So konnte man mit

Röntgenstrahlen beispielsweise feststellen, daß Glas kein feinkristalliner Körper ist, sondern flüssigkeitsähnliche Atomanordnung hat (19), daß dagegen „amorpher“ Kohlenstoff feinkristallin ist (20). Leider läßt sich dieses Kriterium auf Elektroneninterferenzbilder mangels genauer Kenntnis der Winkelverteilung der Streuintensität nicht anwenden, um den Zustand bearbeiteter Oberflächen als feinkristallin oder flüssigkeitsähnlich zu unterscheiden.

Es gibt jedoch einige Körper, wie Antimon, Selen, die einen „amorphen“ (= glasigen = flüssigkeitsähnlichen) Zustand (auch „ungeordnete feste“ Modifikation genannt) besitzen, der gegenüber dem kristallinen durch eine veränderte Atomanordnung (veränderte Koordinationszahlen und -abstände) gekennzeichnet ist (21). Dies hat zur Folge, daß das Interferenzbild dieser amorphen Körper, das aus mehreren breiten Interferenzringen besteht,

nicht durch Verbreiterung der Interferenzen des kristallinen Zustandes abgeleitet werden kann. Durch die Untersuchung der polierten Oberflächen dieser Substanzen mittels Elektroneninterferenzen konnte daher entschieden werden, daß diese Flächen durch die Bearbeitung nicht in ihren amorphen Zustand übergehen (22, 15).

Außerdem konnte folgendes festgestellt werden: Selen geht bekanntlich beim Schmelzen in eine Atomanordnung über, die mit der des amorphen Zustandes identisch ist. Wismut ändert ebenfalls beim Schmelzen seine Atomkoordination. Beide zeigen nun im Interferenzbild des mechanisch bearbeiteten Stoffes ebenfalls den feinkristallinen Zustand an. Mithin schließen die Versuche auch die Auffassung aus, daß die obersten Schichten schmelzen und in einem flüssigkeitsähnlichen, unterkühlten Zustand verbleiben.

Aus diesen Ergebnissen, die auf die übrigen Metalle übertragen werden können, ist zu entnehmen, daß die mechanische Bearbeitung das Gefüge in einem außerordentlich starken Maße zertrümmert, aber nicht in einen neuen Zustand überführt, wie BEILBY vermutete²⁾.

BOWDEN und Mitarbeiter (23) rieben die Flächen zweier verschiedener Metalle aufeinander und fanden, daß bei genügend großer Geschwindigkeit und genügend starkem Druck der Flächen aufeinander die Schmelztemperatur erreicht werden kann. Die Bedingungen der oben mitgeteilten Versuche lassen jedoch die Schmelztemperatur nicht erreichen. — Bei genügender Geschwindigkeit und Belastung schmelzen momentan die Kontaktstellen beider Flächen, schweißen zusammen, kühlen ab, wobei sie rekristallisieren, und werden wieder auseinandergerissen, so daß eine angeraute Fläche entsteht. Untersucht man diese Flächen dann mit Elektroneninterferenzen (eigene, unveröffentlichte Versuche), so geben sie relativ scharfe Pulverringe des betreffenden Metalls, die infolge Durchstrahlung der Kristallerhebungen entstehen. Diese Bemerkung wurde angefügt, da vermutet worden ist (23), daß die an den Berührungsstellen entstehende Schmelze sich über die Metallfläche ergießt und als flüssigkeitsähnliche Haut (unterkühlte Schmelze) die Oberfläche überdeckt. Die angegebenen Resultate bestätigen diese Auffassung nicht.

2. Struktur bearbeiteter Isolatorflächen

Im Gegensatz zu Metalloberflächen ist die Deutung des Interferenzbildes von bearbeiteten Isolatoroberflächen einfach (11): Poliert man Einkristalloberflächen (Spalt- oder Wachstumsflächen), wie Kaliumbromid, Steinsalz, Lithiumfluorid, Kalkspat u. a., so erhält man im Interferenzbild nicht zwei breite Ringe wie bei den Metallen, sondern Interferenzdiagramme, die alle Zustände vom nahezu unverändert gebliebenen Einkristall bis zum ungeordneten Kristallpulver (Kristallgröße $> 100 \text{ \AA}$, mehr als eine Größenordnung größer als bei Metallen) erkennen lassen (Abb. 5). Ausschlaggebend für den Oberflächenzustand ist die Härte der Substanz: die härtesten Körper, z. B. Kalkspat, zeigen keine Änderung des einkristallinen Ausgangszustandes. Je weicher jedoch die Substanz wird, desto mehr nähert sich das Interferenzbild dem eines Vielkristalls. Dieser Unterschied im Verhalten von Metallen und Isolatoren beruht auf folgendem: Auf Metallflächen wird die Korngröße der obersten Schichten bei mechanischer Bearbeitung durch Gleitvorgänge bereits bei relativ schwacher Bearbeitung auf wenige Elementarzellen reduziert (feinkristallines Gefüge). Die Isolatoren hingegen brechen im allgemeinen beim Überschreiten der Elastizitätsgrenze — sie sind spröde, nicht oder nur in geringem Maße plastisch verformbar wie die Metalle —, so daß die Zerstörung der Oberflächen eine Abhängigkeit von der Härte zeigt: die mechanisch polierte Oberfläche geht mit abnehmender Härte von einer einkristallinen in eine vielkristalline über (einkristalline Ausgangsflächen und gleiche Bearbeitungsbedingungen vorausgesetzt).

Dieses Ergebnis an polierten Isolatorflächen zeigt noch deutlicher als die Versuche an polierten Metalloberflächen, daß die Beilbyschen Vorstellungen, die ebenfalls für die Isolatoroberflächen den glasartigen Zustand annehmen, nicht mehr haltbar sind.

Um diese Resultate doch noch mit der Beilbyschen Hypothese zu vereinen, ist angenommen worden (24), daß die hypothetische, glasartige Beilby-Schicht z. B. auf Kalkspat wieder zu einem Einkristall rekristallisiert und daher die beobachteten Einkristall-

²⁾ Mit dieser Auffassung ist die Beobachtung im Einklang, daß diese feinzerteilten Schichten allmählich — um so schneller, je höher die Temperatur ist — rekristallisieren, d. h. durch Anwachsen der Kristallgröße in den normalkristallinen Zustand übergehen, wobei sich die breiten Interferenzringe in scharfe Pulverringe auflösen (15). Eine sprungartige Transformation wird nicht beobachtet.

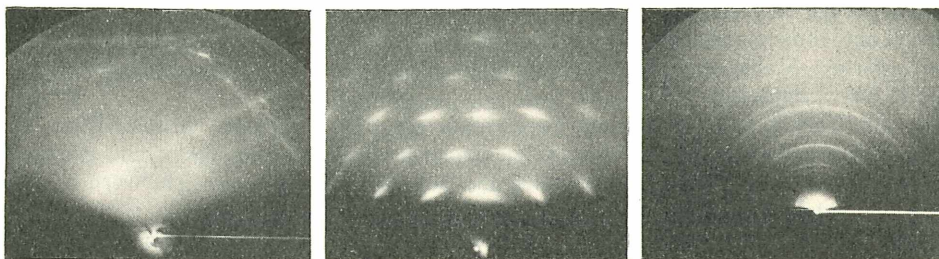


Abb. 5. Interferenzbild polierter Isolatorflächen verschiedener Härte.

a: (100)-Fläche von Kalkspat. Aufnahme in einem willkürlichen Einstrahlungsazimut. Das Einkristallbild der unbearbeiteten Fläche mit seinen scharfen Kikuchiliniën ist praktisch erhalten geblieben.

b: (110)-Fläche von Steinsalz, Einstrahlung längs einer Würfelkante. Der Einkristallcharakter der Ausgangsfläche ist verlorengegangen, immerhin deutet die verbliebene, ausgeprägte Faserstruktur auf eine erhebliche Orientierung der Kristallkörner.

c: (100)-Kaliumbromidfläche, willkürliches Einstrahlungsazimut. Das Einkristallbild der unbearbeiteten Fläche ist einem Pulverdiagramm gewichen, das auf ein ungeordnetes Kristallpulver hinweist.

interferenzbilder liefert. Eine eingehende Diskussion an Hand von zahlreichen Experimenten (15, 25) zeigte jedoch, daß diese Auffassung durch die Experimente nicht gestützt wird. — Kürzlich wurde mitgeteilt (26), daß elektronenmikroskopische Abdruckbilder von polierten Steinsalzflächen auf eine „Beilby-Schicht“ hindeuten. Es ist jedoch bei einem Auflösungsvermögen von 100 Å, wie es diese Abdrücke besitzen, nicht möglich, über Kristallgrößen von weniger als 10 Å etwas auszusagen. Dies ermöglicht bis heute nur das Interferenzbild, welches eindeutig auf eine kristalline Struktur der bearbeiteten Steinsalzoberfläche hinweist.

Die für Metalle und Isolatoren erhaltenen Ergebnisse lassen sich in der schematischen Abb. 6 zusammenfassen. Diese Abbildung eines bearbeiteten Metalleinkristalls gibt das Aussehen der verformten Oberflächenschicht wieder, die sich von dem im Inneren gelegenen ungestörten Einkristall, der bei den angegebenen Bedingungen in $\infty 10 \mu$ Tiefe wiedergefunden wird, bis zur äußersten, feinstkristallinen Schicht des bearbeiteten Einkristalls erstreckt. Für eine schwächere Bearbeitung oder ein härteres Metall geschieht der Übergang rascher. Um dieses Bild auf Isolatoren zu übertragen, muß man den oberen Teil der Abbildung abschneiden, da die feinstkristalline Schicht hier nicht existiert. Die Stelle des Schnittes ist durch die Härte des Stoffes bedingt: je härter die Substanz, desto tiefer muß der Schnitt erfolgen und umgekehrt.

IV. Eigenschaften kalt bearbeiteter Metallflächen

1. Oxydation kalt bearbeiteter Metallflächen

BEILBY hat seine Schlüsse über den Zustand der polierten Oberflächen entsprechend den damaligen Mitteln aus lichtmikroskopischen Versuchen gezogen. Dabei stützte er sich u. a. auf folgende Beobachtungen:

1. Kratzer, die bei mäßiger Politur im Lichtmikroskop zu beobachten sind, verschwinden bei Erreichen der besten Politur; nach Anätzen der Politur kommen sie wieder zum Vorschein. BEILBY deutete dies in der Weise, daß — bei Metallen wie Isolatoren — die Kratzfurchen von einer glasigen Oberflächenschicht überzogen werden und die Oberfläche dadurch ein gleichmäßiges Aussehen erhält. — Unserer Meinung nach ist es viel wahrscheinlicher, daß die Kratzfurchen durch die Kristalltrümmer aufgefüllt und dadurch unsichtbar werden. Beim Anätzen löst sich der mechanische Zusammenhalt des Pulvers und letzteres wird aus der Furche herausgeschwemmt, so daß der Kratzer wieder erscheint.

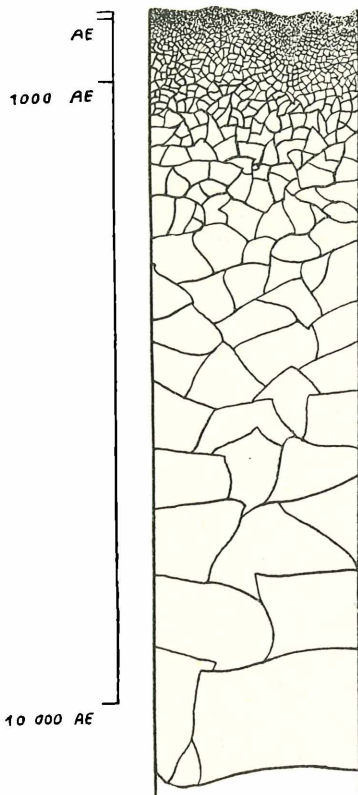


Abb. 6. Schematische Darstellung der Oberfläche eines bearbeiteten Metalleinkristalls, die den Übergang des nahezu ungestörten Einkristalls in die feinstkristalline Schicht der Oberfläche zeigt.

Der beigefügte Maßstab entspricht einer Bearbeitung von Kupfer mit einem Poliermittel während 30 Minuten (17).

(27) erhielten unter ähnlichen Bedingungen CAMPBELL und THOMAS (28) 33–65 Å als Oxydschichtdicke. Unter Benzol bearbeitete Flächen hatten — entgegen dem oben Gesagten — eine 30–60 Å dicke Oxydschicht. Vermutlich ist in diesem Fall die Bearbeitungsdauer, die leider nicht in (28) angegeben wurde, so lang gewesen, daß trotz der Sperrflüssigkeit der in ihr gelöste Sauerstoff eine allmähliche Oxydation hervorrief, wie Polierversuche über längere Zeitdauer ergeben hatten (17).

³⁾ Das Interferenzdiagramm von an Luft bearbeitetem Nickel, Kupfer und Eisen stimmt in den Ringradien nahezu mit dem von bearbeitetem Gold und Silber überein, woraus anfangs (11) (12) auf einen einheitlichen Charakter der polierten Oberflächen geschlossen wurde. Diese Auffassung ist nicht mehr haltbar. Die Deutung des Interferenzbildes auf jenen Metallen als das des feinstkristallinen Oxydes, auf diesen als das des feinstkristallinen Metalls — die zufällig Pulverringe von fast gleichem Radius geben — ist die natürlichere.

2. Eine mechanisch polierte Fläche zeigt andere physikalisch-chemische Eigenschaften wie eine normale, beispielsweise geätzte oder geschmirgelte Fläche. — Es erübrigt sich, die zugehörigen Versuche BEILBYs näher zu diskutieren, da die Elektroneninterferenzversuche gezeigt haben, daß a) Verunreinigungen durch Poliermittel, b) Oxydation der Oberflächen im allgemeinen die Oberfläche verändert haben, weshalb die aus den lichtmikroskopischen Beobachtungen gezogenen Folgerungen der Revision bedürfen.

Zu a) Die Diagramme zeigen sehr häufig, daß beim Polieren von Metallen mit Poliermitteln, wie Al_2O_3 , Cr_2O_3 usw., das Poliermittel im Interferenzbild bemerkbar wird. Man hat daher eine stark verunreinigte Metallfläche vor sich, die naturgemäß veränderte physikalisch-chemische Eigenschaften zeigt. — Auf Isolatorflächen bleiben Poliermittel im allgemeinen nicht haften, da sie infolge der Sprödigkeit der Isolatorflächen nicht in sie hineingedrückt, sondern abgespült werden.

Zu b) Unabhängig von der Verwendung eines Poliermittels ist die Beobachtung der Bildung einer sehr dünnen Oxydschicht auf der Metallfläche während der Bearbeitung. Dies läßt das Interferenzbild daran erkennen, daß die Intensitätsmaxima der an Luft bearbeiteten Flächen nicht mit denen der verbreiterten, kristallinen Interferenzen des Metalls zusammenfallen, sondern mit den Interferenzen der zugehörigen, feinstkristallinen Oxyde (mit Ausnahme von Gold und Silber, die keine Oxydbildung zeigen). Wird die Oxydschicht vorsichtig abgeätzt, so erhält man, wie z. B. an Kupfer gezeigt werden konnte (17), breite Ringe, die mit den Intensitätsmaxima der stärksten, kristallinen Pulverinterferenzen zusammenfallen³⁾. Ein gleiches Resultat wird erhalten, wenn man den Zutritt des Luftsauerstoffes dadurch drosselt, daß man die Fläche unter einer Sperrflüssigkeit (Alkohol, Benzin, Benzol) bearbeitet. Die Oxydation geht hierbei sehr langsam vor sich, so daß bei nicht zu langen Bearbeitungszeiten das Oxyd im Interferenzbild nicht bemerkbar wird.

Die Dicke der Oxydschicht (Cu_2O) auf Kupfer bei Bearbeitung an Luft ergab sich zu etwa 100 Å (17). Nach neueren Messungen mit der elektrolytischen Reduktionsmethode

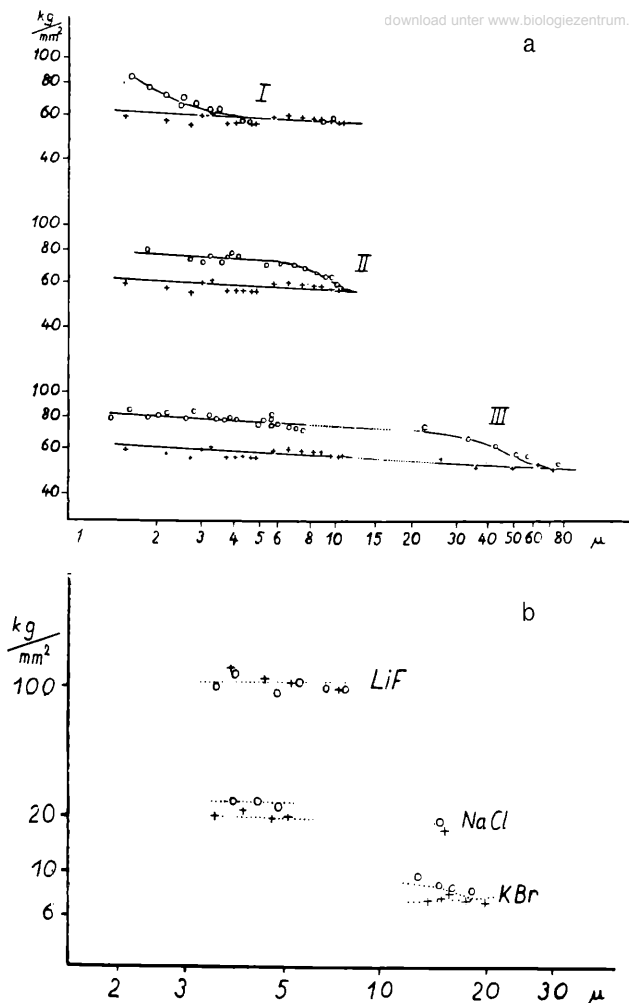


Abb. 7. Härteverlauf in der Oberfläche ungestörter und mechanisch bearbeiteter Kristalle, abhängig von der Tiefe (Eindrucktiefe).

o bearbeitet, + ungestört.

a: Kupfereinkristallflächen nach verschieden langer Bearbeitungsdauer (Drücken mit Polierstahl): I, II und III: 5, 15 bzw. 30 Minuten. Die ungestörte Oberfläche wird durch elektrolytisches Polieren hergestellt.

b: Polierte Spaltflächen von verschieden harten Isolatoroberflächen (LiF-, NaCl- und KBr-Kristalle). Die ungestörte Oberfläche ist die Spaltfläche.

vor (29, 25, 30). Sie äußert sich darin, daß die Mikrohärtigkeit (Eindruckhärtigkeit) an einer bearbeiteten Oberfläche bis in eine gewisse Tiefe hinab größer ist als die der unbearbeiteten Fläche (Abb. 7). Diese Tiefe ist um so größer, je länger und stärker die Bearbeitung und je weicher die Substanz ist. So hat z. B. bei einer Bearbeitungsdauer von 5 Minuten diese Tiefe bei Kupfer einen Wert von 4 μ, dagegen bei dem halb so harten Aluminium einen Wert von 80 μ. Dies gilt für Isolatoren sowie für Metalle (30).

In Elektroneninterferenzversuchen, in denen durch schichtweises Abtragen einer

Diese Resultate zwingen zur Vorsicht, sobald eine Änderung der physikalisch-chemischen Eigenschaften, z. B. erhöhte Korrosionsbeständigkeit, nach der mechanischen Bearbeitung festgestellt wird. Ein chemischer Vorgang, z. B. Oxydation der Oberfläche, ist viel eher als Ursache für jene Änderung anzunehmen als die Kornzerkleinerung. Bevor man daher auf Grund einer beobachteten Veränderung der Eigenschaften bearbeiteter gegenüber unbearbeiteten Oberflächen einer bearbeiteten Fläche mit BEILBY eine besondere Struktur zuschreibt, muß man nach den vorliegenden Erfahrungen den Oberflächenzustand beispielsweise mit Elektroneninterferenzen kontrollieren, um chemische Änderungen auszuschließen.

2. Kaltverfestigung bearbeiteter Oberflächen

Eigenschaften einer bearbeiteten Metall- oder Isolatoroberfläche, die einwandfrei der Kornzerkleinerung zugeschrieben werden können, sind bisher wenige bekannt. Man könnte an eine Änderung der lichtelektrischen Austrittsarbeit, des Kontaktpotentials, denken oder an eine stärkere katalytische Wirkung der zerkleinerten Oberfläche u. a. Doch sind solche Versuche unter Berücksichtigung der erwähnten Vorsichtsmaßregeln noch nicht ausgeführt worden.

Auf technologischem Gebiet liegt als Folge der Kornzerkleinerung die sogenannte „Kaltverfestigung bearbeiteter Flächen“

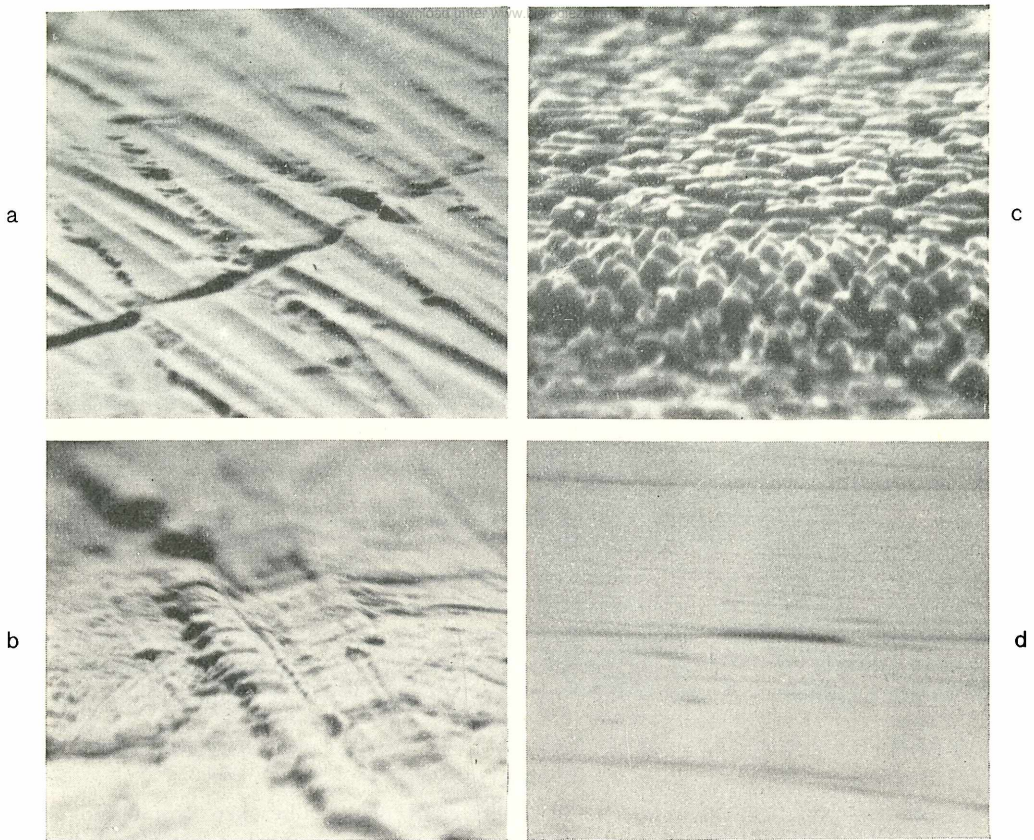


Abb. 8. Elektronenmikroskopische Bilder (Reflexionsaufnahmen) von geschmirgelten (a, b) und polierten Kupferoberflächen (d).

Während man auf der geschmirgelten Fläche die vom Schmirgelkorn erzeugten Furchen erkennt, ist die polierte Fläche nahezu elektronenmikroskopisch glatt. Zum Vergleich ist eine aufgedampfte Silberschicht (Steinsalzkristallunterlage) (c) gezeigt, die eine erhebliche Rauigkeit besitzt. Bei diesen Aufnahmen ist zu berücksichtigen, ebenso wie bei Abb. 10, daß die Fläche unter einem Winkel von etwa 40° betrachtet wird, mithin in der Tiefendimension etwa 14mal verkürzt erscheint, so daß die Rauigkeiten stark hervortreten.

bearbeiteten Metalloberfläche der jeweilige Gefügezustand mit wachsender Tiefe ermittelt werden konnte, wurde nun festgestellt, daß in der Tiefe, in welcher die Härte des unbearbeiteten Materials erreicht wird, das Gefüge seinen ursprünglichen, einkristallinen Zustand wieder erreicht (30).

Es zeigt sich also, daß bei Erreichen des einkristallinen Zustandes (Härteeindruck $<$ Kristallgröße) die normale Härte („Mikroekristallhärte“) (31) gemessen wird, dagegen im polykristallinen Zustand (Härteeindruck $>$ Kristallgröße) eine erhöhte Härte („Mikrovielkristallhärte“). Das Übergangsgebiet beider Härten wird bei vergleichbarer Größe von Härteeindruck und Kristallgröße liegen. Zur Erklärung der größeren Mikrovielkristallhärte haben wir nur Vermutungen. Es ist plausibel, daß die bei der Herstellung eines Härteeindruckes notwendige Verdrängung eines bestimmten Volumens einen größeren Druck bei einem Kristallpulver erfordert als bei einem Einkristall, da bei einem unregelmäßig verteilt liegenden Kristallpulver ein Ausweichen des Materials durch Gleitung schwieriger ist:

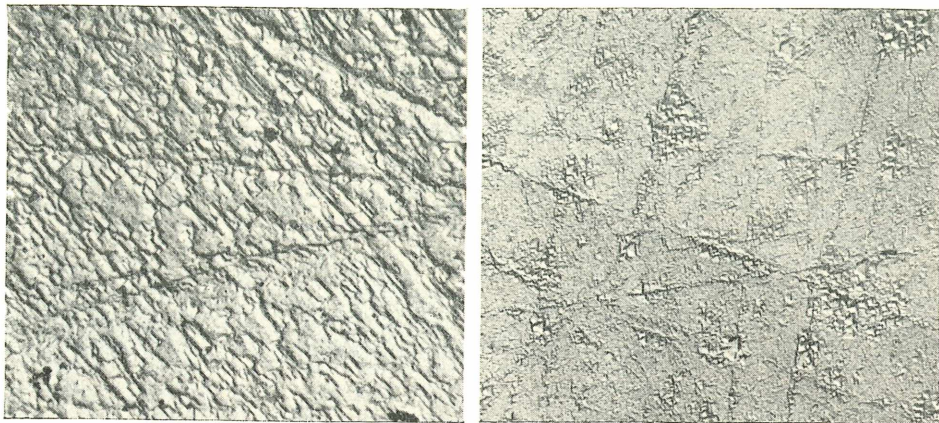


Abb. 9. Elektronenmikroskopische Aufnahme von Abdrucken mechanisch polierter Steinsalzoberflächen:

a: (110)-Fläche, b: (111)-Fläche. Beide Flächen zeigen eine charakteristische Rauigkeit, bedingt durch die Lage der Würfel zur Oberfläche.

Dafür, daß die Kristallkleinheit und nicht die inneren Spannungen des bearbeiteten Gefüges für die Härteerhöhung verantwortlich sind, spricht auch die Beobachtung, daß eine stärkere Bearbeitung nur die Tiefe vergrößert, in welcher der Übergang in die Härte des ungestörten Materials stattfindet, aber nicht die Härteerhöhung selbst (30).

3. Verhalten bearbeiteter Metallflächen gegen aufgedampfte Metalle

Als ein wichtiger Beweis für die Richtigkeit der Beilbyschen Vorstellungen wurden Versuche von FINCH und Mitarbeitern (32) angesehen, nach denen polierten Metallflächen die Eigenschaft zukommen soll, daß sie im Gegensatz zu geätzten Flächen die Fähigkeit haben, auf sie gedampfte Metallschichten rasch bis zu einer gewissen Menge zu lösen. Es wurde hierbei angenommen, daß die durch das Polieren entstandene glasartige Schicht die aufgedampften Metallkristalle auflöst. Diese Ergebnisse konnten jedoch bei einer sorgfältigen Wiederholung der Versuche nicht bestätigt werden (15), so daß die Resultate von FINCH und Mitarbeitern ganz speziellen Versuchsbedingungen zugeschrieben werden müssen und nicht eine allgemeine Eigenschaft polierter Flächen darstellen.

V. Zur Mikrogeometrie bearbeiteter Oberflächen

Während die vorangehenden Zeilen vor allem von der Kristallgröße in den obersten Schichten handelten, soll im folgenden noch zur Vervollständigung über die Glätte der bearbeiteten Flächen etwas gesagt werden.

1. **Metalle.** Mustert man im Reflexionsübermikroskop die Oberfläche eines polierten Metalls durch, so bemerkt man, abgesehen von hier und da auftretenden Kratzern, kaum Kontraste, das heißt, wir haben eine elektronenmikroskopisch glatte Fläche vor uns (Abb. 8 d). Da jedoch das Auflösungsvermögen etwas über 100 Å beträgt, ist keine Aussage möglich, ob die Oberfläche die Glätte einer Flüssigkeit erreicht, wie von BEILBY vermutet wurde (siehe S. 103).

2. **Isolatoren.** Untersucht man im Elektronenmikroskop mit Hilfe des Abdruckverfahrens die Oberfläche sehr gut polierter Isolatorflächen, wie z. B. von Steinsalz, so zeigt sich eine charakteristische Rauigkeit: Geht man von verschiedenen orien-

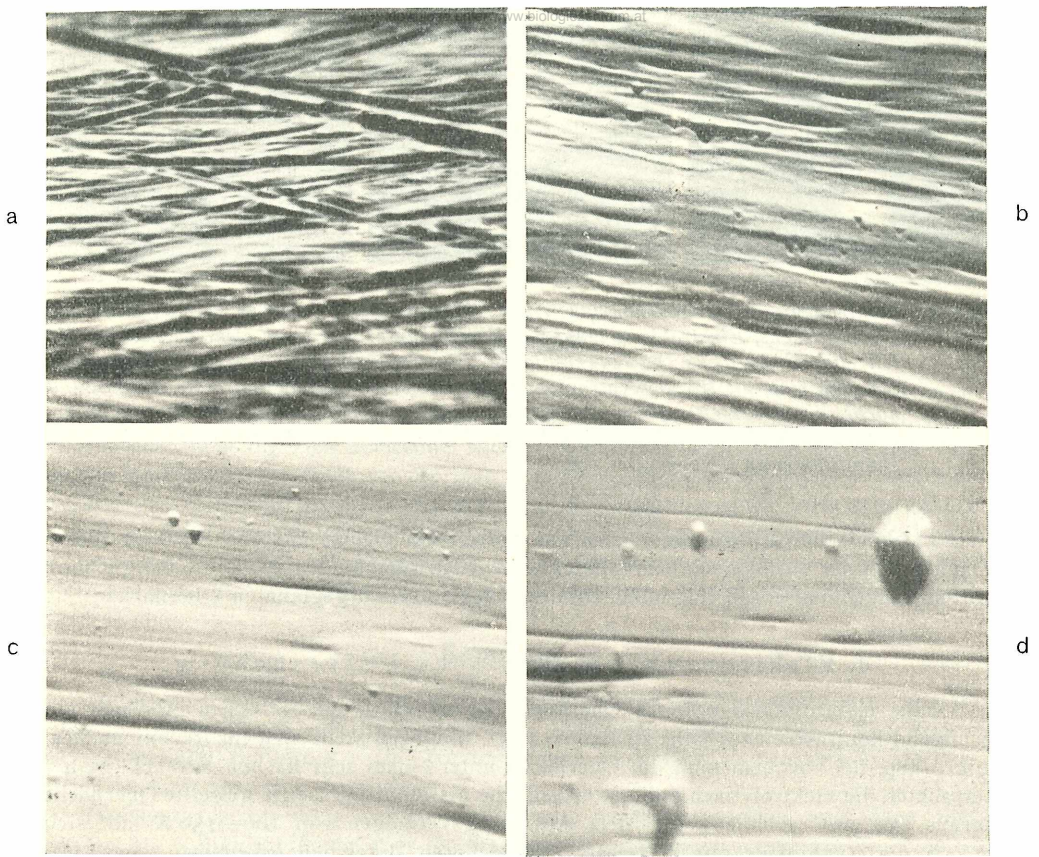


Abb. 10. Elektronenmikroskopische Reflexionsaufnahmen elektrolytisch polierter Flächen.

(a) ist eine mit 5/0 Papier geschmirgelte Kupferfläche, (b) stellt eine elektrolytisch polierte Kupferfläche dar, deren Politur noch nicht beendet ist, die Kanten sind abgerundet, doch die Furchen existieren noch, (c) zeigt eine gut polierte Kupferfläche und (d) eine elektrolytisch polierte V2A-Stahlfläche (die Staubeilchen in [d] erscheinen heller als der Untergrund, da sie viel Energie in den Beobachtungswinkel streuen und daher einen starken Schatten werfen).

tierten Oberflächen aus, beispielsweise (100)-, (110)-, (111)- oder (210)-Flächen, und poliert sie, so ergibt der Abdruck eine für die jeweilige Ausgangsfläche charakteristische Rauhhigkeit (Abb. 9). Die polierte Oberfläche besteht aus kleinen Würfeln, die die Orientierung des Mutterkristalls annähernd behalten haben. Eine (111)-Fläche zeigt daher infolge der auf der Spitze stehenden Würfel „Pyramidenstruktur“, eine (110)-Fläche eine „Dachstruktur“ (8).

Diese Ergebnisse der elektronenmikroskopischen Versuche bestätigen das aus Interferenzaufnahmen gewonnene Bild über den Aufbau der polierten Oberfläche und ergeben im besonderen, daß einer polierten Oberfläche keine molekulare Glätte zugeschrieben werden kann.

VI. Struktur elektrolytisch polierter Oberflächen

Wie anfangs erwähnt, ist das elektrolytische Polieren für die Zubereitung von Metalloberflächen in der Mikroskopie von großer Bedeutung geworden. Nach der Art des Glättungsvorganges — elektrolytische Abtragung der Oberflächenrauigkeiten

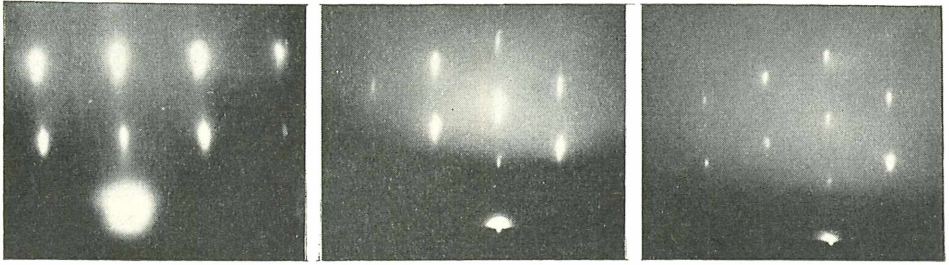


Abb. 11. Elektroneninterferenzaufnahmen einer elektrolytisch polierten Kupferfläche (a) ([100]-Fläche, Einstrahlung längs der Würfelkante) und einer elektrolytisch polierten Aluminiumfläche (b) ([111]-Fläche, Einstrahlung längs der [110]-Richtung); (c) zeigt eine mit 1%iger Natronlauge während einer Minute angeätzte Aluminiumfläche, die zuvor (b) gab. Die infolge Brechung geschwänzten Reflexe sind in (c) verkürzt, da der chemische Angriff die Fläche aufgeraut und dadurch die Brechungswirkung herabgesetzt hat.

statt mechanischer Einebnung — ist von vornherein sicher, daß die Struktur dieser Flächen von der mechanisch bearbeiteten wesentlich verschieden ist. Die Untersuchung mittels Elektronen ergab folgendes Bild der elektrolytisch geglänzten Oberflächen:

1. Elektronenmikroskopische Untersuchung

Eine elektrolytisch polierte Oberfläche ist zu glatt, um in einem Abdruck ein genügend kontrastreiches Bild zu liefern (33), hingegen stellt sich im Reflexionsübermikroskop, bei welchem man die Oberfläche unter einem sehr flachen Winkel ($\approx 4^\circ$) betrachtet, die elektrolytisch polierte Oberfläche als eine sehr sanft gewellte Oberfläche heraus (34, 35) (Abb. 10). Bei dem Auflösungsvermögen von 100—150 Å läßt sich jedoch die Rauigkeit nur in relativ ausgedehnten Bereichen erkennen.

2. Untersuchung mit Elektroneninterferenzen

Um den Rauigkeitscharakter in kleineren Bereichen zu erkennen, zugleich die Struktur des Gefüges (Kristallgröße) und vor allem den chemischen Zustand der Oberfläche — ob metallisch oder eine Metallverbindung, die im Polierbad entsteht — sind die Elektroneninterferenzen das geeignete Mittel.

Die Auswertung der Reflexionsinterferenzbilder, von denen Abb. 11 einige zeigt, ergab folgendes Resultat (33, 36):

a) Die Oberfläche ist im allgemeinen die des Metalls und zeigt die Struktur des Metallinneren, also im Falle der Abb. 11 a, b Einkristalle von Kupfer und Aluminium.

Wie weit eine frisch elektrolytisch polierte Oberfläche eine reine Metallfläche darstellt, ist eine Frage, die für den Mikroskopiker untergeordnete Bedeutung hat, jedoch für viele Probleme physikalisch-chemischer Natur sehr wichtig ist (39). So ist eine Aluminiumfläche, die im Überchlorsäurebad poliert wurde, relativ sauber, das heißt, mit einem Oxydfilm von höchstens 10 Å bedeckt, hingegen ist sie nach einer Politur im Phosphor-Chromsäure-Bad mit einer Oxydschicht von mehreren 10 Å überzogen, die jedoch das Erkennen der Aluminium-Einkristall-Interferenzen nicht verhindert (36) (40). Eine frisch elektrolytisch polierte Zinkfläche jedoch ist mit einem so dicken Film überzogen (> 40 Å), daß er die Zinkinterferenzen überdeckt. Diese Schicht stammt vermutlich von einer Reaktion des Metalls mit dem Polierelektrolyten her und ließ sich bisher nicht durch geeignete Spülungen beseitigen (37).

b) Die Oberfläche hat eine überraschend hohe Glätte, die annähernd die einer Netzebene ist, jedoch noch eine sanfte Wellung zeigt. Dieses Ergebnis folgt aus

der strichförmigen Gestalt der Interferenzflecke (Abb. 11), während die Interferenzen an rauen Oberflächen nahezu rund sind (Abb. 11c). Die Ursache für diese „Schwänzung“ der Interferenzen beruht auf der Mitwirkung des Brechungseffektes beim Ein- und Austritt der Elektronenwellen durch die Grenzfläche Metall—Vakuum (33, 38). Aus der Länge der Flecken ergibt sich der mittlere Winkel δ der Wellungen der von den streifend einfallenden Elektronen getroffenen Oberflächen-teile von der Größe weniger Grade.

Die Interferenzversuche weisen also ebenfalls auf eine leichte Wellung der elektrolytisch polierten Oberfläche hin und lassen eine netzebenenähnliche Glätte der betreffenden Oberfläche erkennen, die sonst nur durch Spalten hergestellt werden kann.

VII. Schluß

Aus diesen Ausführungen geht hervor, wie die Methode der Elektroneninterferenzen gemeinsam mit den elektronenmikroskopischen Verfahren zur Untersuchung von Oberflächen erfolgreich verwendet werden kann. Im besonderen bietet das vorliegende Problem der Struktur der obersten Schichten einer kaltbearbeiteten Oberfläche ein günstiges Anwendungsgebiet. Die von BEILBY ausgesprochene Arbeitshypothese hat sich im Laufe der Untersuchungen zwar nicht bestätigt, immerhin verdankt man ihr genaueres Eingehen auf Fragen der Oberflächenstruktur, die sowohl für mikroskopische wie für Probleme physikalisch-chemischer Natur von allgemeinerem Interesse sind.

Summary

To prepare a surface for microscopic examination, microscopists, and in particular metallographers, usually polish their specimens mechanically. The article describes in detail the effect of this treatment upon a surface, as revealed by electron diffraction and electronic microscopy.

The methods of surface examination are briefly recounted, and show that electrons are a highly efficient tool for the purpose; surface structure can be detected by electron interference and surface microgeometry by electron microscopy.

a) Structure of mechanically polished surfaces. By mechanical polishing, crystal surface usually pertubated and broken into small crystals. Their dimensions depend upon the nature of the surface and vary from elementary cells to cells 10^2 — 10^3 Å.

Metal surfaces are broken down to a very fine crystal powder to a depth of some 10 Å. The greater the depth, the larger the crystals of the polished metal become. This is in contradiction to BEILBY, who, from his observations with a light microscope, deduced an amorphous structure of the upper layers of a polished metal surface. This fact was established by a series of experiments with monocrystals which had been heavily deformed by cold working. Objections to the evaluation of the diffraction diagram of cold-worked metals, which the final stages of treatment consisted of two broad rings, are also dealt with.

Polishing does not give a finely powdered surface to non-metallic substances, such as calcite, fluorite and alkali halides. In the case of hard materials, such as CaCO_3 , CaF_2 , etc., the surface remains almost unpertubated; in the case of soft materials (KBr, AgCl), if a monocrystalline surface is used as the original, it is broken down to a crystal powder but never reaches the highly dispersed state of cold-worked metals. These differences will be understood by observation of the material's plastic properties.

b) Microgeometry of mechanically polished surfaces: The microgeometry of mechanically polished metals is generally the examination of flat surface by a

microscopic method of a resolution power of $\approx 100 \text{ \AA}$. In the case of non-metals, the surface has a certain roughness engendered by the polish breaking off small crystals from the surface. This observation strongly supports the explanation of the polished surface being crystallin, and accords with results given by diffraction experiments. (The Beilby hypothesis supposes a flatness of the polished surface resembling that of a liquid, but this is not verified.)

The article concludes with the results of an examination of electrolytically polished metal surfaces. Here, the (anodic) polishing process removes the destroyed layers caused by the preparation of the surface by mechanical polishing and allows the metal's unperturbed interior to appear. The electrolytically polished surface has almost the flatness of a net plane, which is proved by the refraction effect — the interference diagram. Finally, the article deals with the question of whether the surface is pure after anodic polishing.

Literatur

1. *Beilby G.*, Aggregation and flow of solids. London 1921. — 2. *Jacquet P. A.*, I.e. polissage électrolytique des surfaces métalliques et ses applications. St. Germain 1947. — 3. *Wernick S.*, Electrolytic polishing and bright plating of metals. London 1948. — 4. *Glocker R.*, Materialprüfung mit Röntgenstrahlen. Berlin 1936. — 5. *Regler F.*, Grundzüge der Röntgenphysik. Berlin und Wien 1937. — 6. *Borries B. v.*, Z. Physik **116** (1940): 370. — Derselbe und *Ruska E.*, Erg. exakten Naturwiss. **19** (1940): 237. — 7. *Mahl H.*, Naturwiss. **30** (1942): 207. — 8. *Raether H.*, Phys. Z. **122** (1944): 660 (Sonderausgabe). — 9. *Raether H.*, Optik **1** (1946): 296. — 10. *Williams R. C.* und *Wyckoff R. W. G.*, Journ. Appl. Phys. **17** (1946): 31. — 11. *Bous W.* und *Schmid E.*, Naturwiss. **20** (1932): 416. — 12. *Raether H.*, Z. Physik **86** (1933): 82. — 13. *French R. C.*, Proc. Roy. Soc. **140** (1933): 637. — 14. *Kirchner F.*, Ann. d. Physik **28** (1938): 21; Nature **129** (1932): 545. — 15. *Germer L. H.*, Phys. Rev. **49** (1936): 163. — 16. *Dobinski S.*, Phil. Mag. **23** (1937): 397. — 17. *Raether H.*, Z. Physik **124** (1948): 286. — 18. Derselbe, Métaux et Corrosion **22** (1947): 2. — 19. *Kranert W.* und *Raether H.*, Ann. Physik **43** (1943): 520. — 20. *Dehlinger U.* und *Kochendörfer A.*, Z. Metallk. **31** (1939): 231. — 21. *Gough H. J.* und *Wood W. A.*, Proc. Roy. Soc. A **154** (1936): 510. — 22. *Warren B. E.*, Journ. Chem. Phys. **2** (1934): 551. — 23. *Glocker R.* und *Hendus H.*, Z. Elektrochem. **48** (1942): 327. — 24. *Hendus H.*, Z. Physik **119** (1942): 265. — 25. *Kranert W.* und *Raether H.*, Z. Naturforsch. **1** (1946): 512. — 26. *Bowden F. P.* und *Ridler K. E.*, Proc. Roy. Soc. **154** (1936): 640. — 27. *Bowden F. P.* und *Hughes T. P.*, Proc. Roy. Soc. **160** (1937): 575. — 28. *Finch G. J.*, Nature **138** (1936): 1010. — 29. *Leise K. H.*, Z. Physik **124** (1948): 258. — 30. *Heidenreich R. D.*, Journ. Opt. Soc. Amer. **35** (1945): 139. — 31. *Evans U. R.*, Metallic Corrosion, Passivity and Protection: S. 63, London 1946. — 32. *Campbell W. E.* und *Thomas U. B.*, Trans. Electrochem. Soc. **76** (1939): 303. — 33. *Schulz F.* und *Hanemann H.*, Z. Metallk. **33** (1941): 124. — 34. *Bernhardt E. O.*, Z. Metallk. **33** (1941): 135. — 35. *Leise K. H.*, Z. Metallforschung **II** (1947): 111. — 36. *Mitsche R.* und *Onitsch E. M.*, Mikroskopie **3** (1948): 257. — 37. *Finch G. J.*, Quarrell A. G. und *Roebuck J. S.*, Proc. Roy. Soc. A **145** (1934): 676. — 38. *Kranert W.*, *Leise K. H.* und *Raether H.*, Z. Physik **122** (1944): 248. — 39. *Koch L.* und *Lehmann A.*, Wiss. Veröff. Siemens-Werke (1940): 363. — 40. *Raether H.*, Optik **2** (1946): 69. — 41. Derselbe, C. R. **227** (1948): 1247. — 42. Derselbe, Métaux et Corrosion **24** (1949): 145. — 43. Derselbe, Nature **161** (1948): 311. — 44. Derselbe, Z. Naturforsch. **IV** (1949): 582. — 45. Derselbe, Métaux et Corrosion **25** (1950): 1.

ZOBODAT - 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): Raether Heinz

Artikel/Article: [Über die Struktur mechanisch und elektrolytisch polierter Oberflächen. Zur Frage der sogenannten Beilby-Schicht nach Untersuchungen mit Elektroneninterferenzen und Elektronenmikroskop. 101-116](#)