

Sichtbarmachung von Inhomogenitätsstellen auf der Oberfläche von poliertem Natronkalkglas

Von

H. Pulker*

Balzers Aktiengesellschaft für Hochvakuumtechnik und Dünne Schichten,
Balzers (Fürstentum Liechtenstein)

Mit 3 Abbildungen

(Eingegangen am 11. April 1964)

An polierten Oberflächen von Natronkalkgläsern werden beim Bedampfen mit Pt im Hochvak. lokale Unterschiede in der Struktur der Aufdampfschicht festgestellt, die von der Vorbehandlungstemperatur des Glases abhängig sind und auf Inhomogenitäten der Glasoberfläche hinweisen.

Die optischen und mechanischen Eigenschaften von dünnen Schichten, die durch Aufdampfen im Hochvakuum hergestellt werden, sind in hohem Maße auch von der Beschaffenheit der Oberfläche des Trägers, auf den die Schichten aufgebracht werden, abhängig. Dies veranlaßte uns, die Oberfläche verschiedener im Handel erhältlicher Natronkalkgläser mit Hilfe eines Pt-Direktabdruckverfahrens im Elektronenmikroskop zu untersuchen.

Die angewandte Präparationsmethode besteht aus mehreren Stufen. Zuerst wird auf das vorher sorgfältigst entfettete Glas eine dünne Pt-Schicht aufgedampft. Die Dicke dieser Schicht beträgt 20—30 Å; aufgedampft wurde senkrecht oder unter einem Einfallswinkel von 20°. Der Druck im Rezipienten betrug $1 \cdot 10^{-5}$ Torr. Hernach wurde ohne Zwischenbelüftung eine Kohleschicht — durch Verdampfen von reiner Spektralkohle aus dem Lichtbogen — aufgebracht¹.

Nach dem Fluten der Anlage wurden diese Gläser mit einem kombinierten Verstärkungsfilm aus Mowital und Zaponlack überzogen.

Der beschichtete Bereich wurde nach dem Trocknen des organischen Films mit einer Rasierklinge in 4 mm breite Streifen zerschnitten, wobei

* Herrn Professor Dr. E. Hayek zum 60. Geburtstag gewidmet.

¹ D. E. Bradley, Brit. J. appl. Phys. 5, 65 (1954).

sich der Pt-Abdruck + Kohlefilm mit der Verstärkungsschicht leicht von der Glasoberfläche abhob. Der Abdruck wurde auf Kupfernetze präpariert und der organische Film mit Amylacetat weggelöst.

Diese Präparationsmethode hat den Vorteil, daß das zu untersuchende Objekt direkt mit Pt bedampft wird und man somit Artefakte, wie sie z. B. beim Lackabdruck mit nachträglicher Beschattung auftreten können, vermeidet.

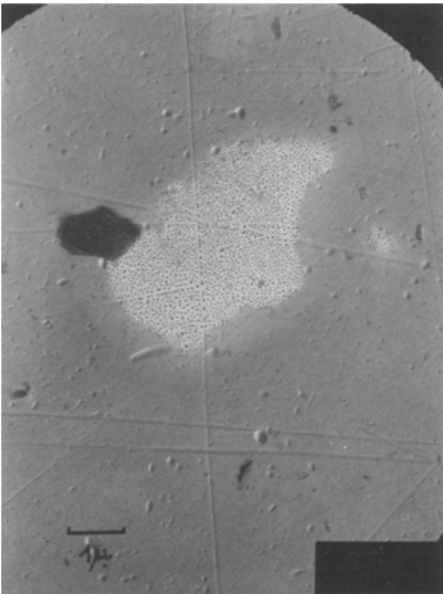


Abb. 1

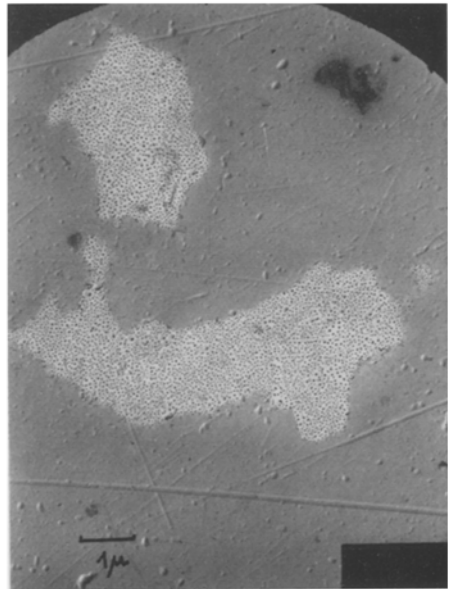


Abb. 2

Abb. 1. und 2. Bezirke mit veränderter Platinkondensation auf polierter Natronkalkglas-Oberfläche ohne Temperaturvorbehandlung

Bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung zeigte der Pt-Direktabdruck von polierten Natronkalkgläsern neben den üblichen Bearbeitungsstrukturen — wie Riefen und Schleifgrübchen, den Verwitterungserscheinungen und den Antrocknungen an der Oberfläche — einzelne Bezirke, wo das Platin in größeren, unzusammenhängenden Kriställchen kondensierte (s. Abb. 1 und 2).

Diese Bezirke waren bei Gläsern ohne Temperaturvorbehandlung etwa $5-7 \mu^2$ groß. Daneben sind aber auch kleinere Bezirke zu finden.

Riefen, die solche Bezirke durchlaufen, zeigen einen Dekorationseffekt.

Wie die Feinbereichsbeugung zeigt, liegt das Platin im Umfeld in feinkristalliner Form vor, in den Bezirken selber ist das *Debye-Scherrer-Diagramm* entsprechend den größeren Kristallen in ein unregelmäßiges Punkt-

diagramm aufgelöst. Die Pt-Kriställchen zeigen aber keine bevorzugte Orientierung.

Dieser Effekt wurde nur an polierten Natronkalkgläsern beobachtet.

Wir haben einige Gläser im elektrischen Ofen zwischen 200 und 450°C 8 Stunden lang getempert und danach, wie bereits beschrieben, präpariert.

Im Übermikroskop sah man, daß die vorher erwähnten Bezirke durch die Temperaturvorbehandlung der Glasoberfläche größer werden (Abb. 3). Bei 450°C getemperte Gläser zeigten 30—50 μ^2 große Flächen mit veränderter Platinkondensation.

An den getemperten Gläsern zeigten diese Bezirke oft eine längliche Ausdehnung, die aber im allgemeinen nicht mit der Richtung von Bearbeitungsstrukturen zusammenfiel. Hier ist zu erwähnen, daß aus einer Untersuchung über den Verwitterungsangriff auf Glasoberflächen von *F. Oberlies*² hervorgeht, daß mechanische Verletzungen auffallend selten prädestinierte Stellen für diesen sind. Offenbar sind die Stellen bevorzugten Angriffes in Inhomogenitäten des technischen Glases zu suchen.

Wir vermuten, daß diese Bezirke mit veränderter Platinkondensation auf der Glasoberfläche Inhomogenitätsstellen der Polierschicht (*Beilby*-Schicht), verursacht durch das Poliermittel, sind, wobei das Poliermittel als Kristallisationszentrum für eine beginnende oberflächliche Entglasung fungiert.

Die Untersuchungen an den Glasoberflächen werden fortgeführt.

Die Präparation der Gläser und die elektronenmikroskopischen Aufnahmen wurden am II. Physikalischen Institut der Universität München durchgeführt.

Für wertvolle Diskussionen bin ich Frau Prof. Dr. *E. Cremer*, Vorstand des Physik.-Chem. Institutes der Universität Innsbruck, zu Dank verpflichtet.

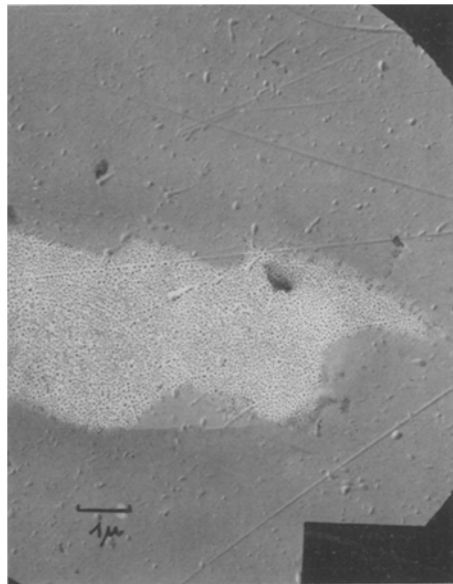


Abb. 3. Bezirk mit veränderter Platinkondensation auf polierter Natronkalkglasoberfläche, 8 Stunden bei 300°C getempert

² *F. Oberlies*, *Glastechn. Ber.* **29**, 109 (1956).