

Das Zusammenwachsen von Stufen, die wie in Abb. 2 a aus verschiedenen Wachstumsspiralen stammen, ist nur dann möglich, wenn die Stufen gleich hoch sind⁸. Auch bei Polyäthylen-Filmen, die aus der Schmelze kristallisierten, wurde festgestellt, daß sich an der Grenze zweier Sphärolithe die von beiden Zentren ausgehenden Stufen zu einer Wachstumsfront vereinigen können. Es ist noch nicht geklärt, wie es zur Ausbildung gleichhoher Stufen kommt. Die Stufenhöhe, die z. B. in Abb. 1 nur 1/50 der mittleren Kettenlänge des Polyäthylens beträgt, scheint nur ganz wenig vom Molekulargewicht abzuhängen.

Im Polarisationsmikroskop treten bei den Sphärolithen mancher Hochpolymerer außer dem Auslöschungskreuz zusätzlich konzentrische dunkle Ringe oder Zickzacklinien auf, die durch Verunreinigungen¹¹ oder durch

¹¹ E. JENCKEL, E. TEEGE u. W. HINRICHS, Koll.-Z. **129**, 19 [1952].

Zur magnetischen Korngrößenbestimmung von hochdisperssem Eisen und Kobalt

Von W. HENNING und E. VOGT

Physikalisches Institut der Universität Marburg
(Z. Naturforsch. **12 a**, 754—755 [1957]; eingegangen am 5. August 1957)

Die niedrige Koerzitivkraft von frisch hergestelltem Eisen-Amalgam und die anomale Temperaturabhängigkeit seiner Sättigungsmagnetisierung wiesen auf äußerst geringe Korngröße des in Quecksilber suspendierten Eisens hin¹. Im Sinne von NÉELS Theorie der thermischen Ummagnetisierungen kleiner Körner² gehört zu jedem Kornvolumen eine „Sperrtemperatur“ (*température de blocage*), bei deren Überschreitung das Korn die Hystereseerscheinungen verliert und ein „quasiparamagnetisches“ Verhalten annimmt. Aus der Form der Magnetisierungskurve, und zwar aus der Einmündung zur Sättigung, konnte in der oben erwähnten Arbeit durch Anwendung der LANGEVINSchen Theorie auf die quasiparamagnetischen Körner ein mittlerer Korndurchmesser von ca. 30 Å abgeschätzt werden.

Zur Ermittlung nicht nur der mittleren Korngröße, sondern der Korngrößenverteilungsfunktion benutzten WEIL und GRUNER³ die Abnahme der Remanenz mit steigender Temperatur. In einem Temperaturintervall T bis $T + \Delta T$ verlieren diejenigen Körner ihre Remanenz, deren Sperrtemperatur in diesem Intervall liegt. Nimmt die Remanenz in diesem Temperaturbereich von $I_R + \Delta I_R$ auf I_R ab, so gibt das Verhältnis $2 \Delta I_R / I_{\sigma 0}$ an, welchen Bruchteil von dem gesamten Eisen diese Korngruppe ausmacht; dabei ist vorausgesetzt, daß bei $T=0$ die Remanenz $\frac{1}{2} I_{\sigma 0}$ beträgt. Der Volumenbereich $V + \Delta V$ bis V dieser Korngruppe ergibt sich aus NÉELS Ausdruck für die Relaxationszeit:

$$\frac{1}{\tau} = f_0 \exp \left[- \frac{V I_s H_c}{k T} \right], \quad (1)$$

¹ A. MAYER u. E. VOGT, Z. Naturforsch. **7 a**, 334 [1952].

² L. NÉEL, Ann. Géophys. **5**, 99 [1949].

wendelförmige Anordnung der Fibrillen⁴ erklärt wurden. Ein Ringsystem zeigt auch in Abb. 4 der Oberflächenabdruck eines aus der Schmelze kristallisierten Filmes von Polyäthylen. Die Abstände der Ringe stimmen annähernd mit denen der lichtmikroskopischen Aufnahme desselben Filmes überein. Eine höhere Vergrößerung (Abb. 5) zeigt, daß die Ringe durch verschiedene Orientierung der Wachstumsschichten verursacht werden. Im mittleren Teil der Aufnahme liegen die Blättchen etwa parallel zur Oberfläche, während sie links und rechts um einen Winkel dagegeneigt sind. Wegen der Orientierung der Moleküle in den Blättchen liegen die Kettenachsen stets senkrecht zum Radius des Sphärolithen. Über Aufbau und Entstehung der Sphärolithe wird später noch ausführlicher berichtet werden.

Herrn Prof. Dr. H. A. STUART danke ich für anregende Diskussionen.

mit der eine remanente Magnetisierung nach ihrer Erzeugung abklingt. Die Bedingung für $\tau < 100$ sec lautet dann⁴:

$$V I_s H_c / k T > 0,05. \quad (2)$$

Spontane Magnetisierung I_s , Koerzitivkraft H_c und Volumen V beziehen sich dabei auf das Einzelkorn. — WEIL und GRUNER konnten so für die Co-Ausscheidungen in einer Cu—Co-Legierung aus Messungen der Remanenz zwischen 2,58 °K und 293 °K eine Korngrößen-

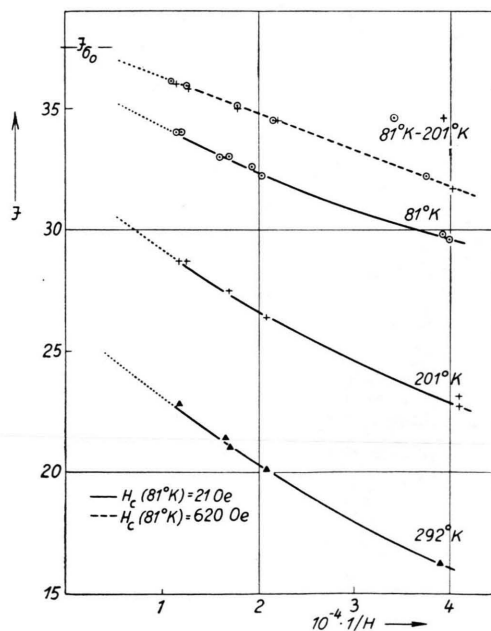


Abb. 1. Temperaturabhängigkeit der Remanenz (Co-Amalgam).

³ L. WEIL u. Mlle. L. GRUNER, C. R. Acad. Sci., Paris **243**, 1629 [1956].

⁴ J. J. BECKER, J. Metals, Januar 1957



verteilungsfunktion ableiten, die unterhalb von 50 Å für den Korndurchmesser steil abfällt und bei ca. 80 Å ein Maximum besitzt.

Abb. 1 und 2 zeigen die Anwendung dieser Methode auf verschiedene Alterungszustände (gekennzeichnet durch die Koerzitivkraft bei 81 °K) einer Co-Amalgam-Probe (1,53% Co). Dabei stand uns freilich für die Remanenzmessungen nur der Bereich zwischen 81 und

gibt an, welcher Bruchteil aus Körnern mit einem Durchmesser größer als ca. 200 Å besteht.

Eine andere Methode der „Granulometrie“ haben BEAN und JACOBS⁵ auf den Einmüdungsverlauf zur Sättigung gegründet. Diese Methode ist aber, wie die Autoren betonen, Einwänden ausgesetzt, wenn tatsächlich die auf $H \rightarrow \infty$ extrapolierte Sättigungsmagnetisierung I_0 mit steigender Temperatur abnimmt, was auch

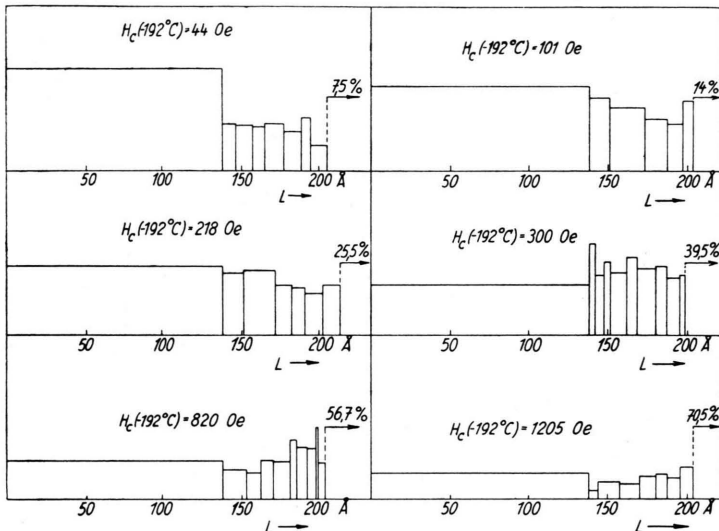


Abb. 2.
Korngrößenverteilung in verschiedenen Alterungszuständen.

290 °K zur Verfügung. Immerhin läßt Abb. 2 gut erkennen, wie mit der Alterung die kleinen Körner zu großen verschmelzen. Die Rechteckstreifen in der Abbildung sind ein Maß für den Kobaltanteil, dessen Korngröße in den betreffenden Abszissenbereich fällt, und die in den Diagrammen rechts eingetragene %-Zahl

für sehr kleine Körner nicht der Fall sein sollte, wenn der von NÉEL angenommene Vorgang der thermischen Ummagnetisierungen *allein* das Verhalten bestimmt. Eine Abnahme von I_0 mit wachsender Temperatur könnte jedoch von einer unvollständigen Spingleichrichtung innerhalb der Körner herrühren, wie sie für dünne Schichten angenommen wird. Während nun BEAN und JACOBS aus ihren Messungen folgern, daß bei frischem Fe-Amalgam I_0 nicht von der Temperatur abhängt, kamen wir bei erneuten Messungen (Abb. 3) zu erheblich anderen Ergebnissen, als BEAN und JACOBS in ihrer Abb. 2 mitteilen. Natürlich würden möglicherweise auch unsere Kurven für das frische Amalgam ($H_c = 21$ Oe) bei sehr kleinen $1/H$ noch zu der in Abb. 3 eingetragenen Nullpunkts-Sättigung I_{00} , die dem Eisengehalt (1,18% Fe) entspricht, umbiegen, wie NÉELS Theorie erwarten läßt; aber sichergestellt scheint uns dieser Schluß nicht zu sein.

Eine genauere Erörterung dieser und anderer Meßergebnisse soll in einer späteren ausführlicheren Veröffentlichung gegeben werden.

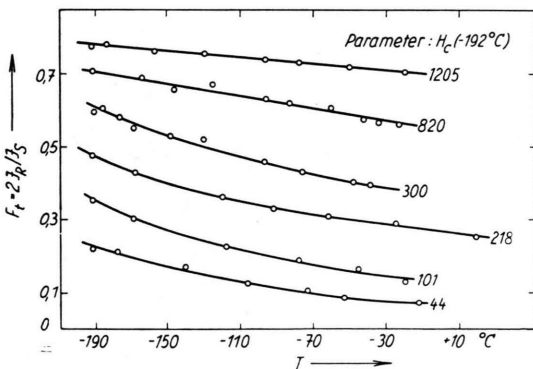


Abb. 3. Annäherung an die Sättigung (Fe-Amalgam).

⁵ C. P. BEAN u. I. S. JACOBS, J. Appl. Phys. **27**, 1448 [1956].