

von Abdrücken für höchste Auflösung durchzuführen wären.

In der Abb. 3 wird eine Aufnahme von erstmals aufgefundenen Spaltstrukturen mitgeteilt, die mit der hier mitgeteilten Methode häufiger zu beobachten sind. Auch hier sind diese – an nicht vorbehandelten Spaltflächen durch übliche Abdruckherstellung nicht zu erfassen – Spaltstrukturen durch ein bevorzugtes Wachstum an den Stufen zur Abbildung gebracht. Die auf dieser Aufnahme zu beobachtenden Spaltstrukturen sind durch eine Wechselwirkung der schräg von oben anlaufenden sehr feinen Spaltstufen mit einer kreuzenden Spaltstufe entstanden. Die entgegengesetzte Auslenkung der feinen Spaltstufen ober- und unterhalb der durchquerten Spaltstufe sollte durch in der letzteren angeordnete und während der Spaltung betätigte Versetzungen bewirkt sein. Ähnliche Strukturen hat GRIFFIN¹⁰ – allerdings in größeren Abmessungen – lichtmikroskopisch an Beryll-Kristallen aufgefunden. GRIFFIN gibt eine Erklärung, die auf eine Wechselwirkung von Frank-Read-Quellen während des Wachstumsvorganges mit Wach-

tumslamellen basiert. In Abb. 3 sind die schräg nach unten verlaufenden Stufen mit Sicherheit keine Kanten von Wachstumslamellen; aber es ist sehr wohl möglich, daß die in der GRIFFINSCHEN Vorstellung notwendige, durch den Wachstumsvorgang gelieferte Bewegungsmöglichkeit der Gitterbausteine, also auch der Stufen, in unserem Fall während der Bruchausbreitung bei der Kristallspaltung, gegeben ist. Diese Strukturen sind damit von besonderem Interesse für das Studium des Spaltvorganges und des Spröddbruchs. Eine ausführliche Diskussion hierzu ist in Vorbereitung.

Die hier beschriebene Methode zur Sichtbarmachung von Versetzungen und üblicherweise mit der Abdrucktechnik nicht zu erfassenden Oberflächenstrukturen sollte allgemein auf spaltbare Kristalle anzuwenden sein. Eine Untersuchung an Germanium wird zur Zeit durchgeführt.

Herrn Prof. Dr. MESSERSCHMIDT danken wir sehr für das dieser Arbeit entgegengebrachte Interesse.

¹⁰ L. I. GRIFFIN, Phil. Mag. **43**, 827 [1952].

Zum Wachstum von Kupferoxydnadeln

Von W. D. DACHSELT und G. PFEFFERKORN

Abteilung für Medizinische Elektronenmikroskopie
an der Universität Münster (Westf.)

(Z. Naturforsch. **14** a, 309 [1959]; eingegangen am 14. März 1959)

In Fortsetzung der Forschungen über das Wachstum von sublichtmikroskopischen Oxydnadeln betrachteten die Verfasser zunächst mit Hilfe von Kohlehüllen und Dünnschnitten elektronenmikroskopisch den Habitus von Kupferoxydnadeln. Diese wurden allseitig mit Kohle bedampft und anschließend das Oxyd herausgelöst. Stereoskopische Aufnahmen der Kohlehüllen zeigten eine polygonale, oft sechseckige Begrenzung der Nadeln. Weiterhin wurden die in polymerisiertem Metacrylat eingebetteten Nadeln senkrecht zur Nadelachse mit dem Diamantmesser des Leitz-Ultramikrotoms geschnitten. Auch hier waren die Nadeln meist sechseckig begrenzt. Hohle Nadeln konnten bisher nicht gefunden werden.

Die kristallographische Richtung der Nadelachse sollte durch Feinstrukturuntersuchung mit RÖNTGEN- und Elektronen-Strahlen bestimmt werden. Zur Oxydnadelherstellung wurden zwei Präparationsmethoden verwendet.

1. Das Kupfer wurde, wie bisher üblich, im Luft- bzw. Sauerstoffstrom oxydiert. Durchschnittlich hatten die Nadeln einen Durchmesser von $0,1\ \mu$ und konnten daher nur mit Elektronenbeugung untersucht werden.

2. In Anwesenheit von HCl-Dämpfen erhielt man an der Kontaktstelle von Kupfer mit Silber bei niedrigeren Temperaturen als bei der reinen Sauerstoffoxydation wesentlich dickere, mikroskopisch sichtbare CuO-Nadeln. Diese dicken Nadeln eigneten sich auch zur röntgenographischen Untersuchung.

Mit Elektronenbeugung wurden sowohl die in Luft bzw. im Sauerstoffstrom gebildeten Nadeln als auch die dickeren unter HCl-Zusatz gewonnenen Oxydnadeln untersucht. Die fast senkrecht aus der oxydierten Kupferoberfläche herauswachsenden Nadeln zeigten bei der Elektronenbeugung auf Grund ihrer angenähert parallelen Orientierung ein Texturdiagramm mit Schichtlinien (Abb. 1*). Abb. 2 zeigt das Beugungsdiagramm vorwiegend von einer Nadel.

Die Vermessung des Schichtlinienabstandes ergab an den in Luft bzw. Sauerstoff entstandenen Oxydnadeln und an den unter HCl-Einwirkung gewachsenen Nadeln die gleiche Translationsperiode in Nadelrichtung $T = 2,87 \pm 0,02\ \text{\AA}$. Damit ist sichergestellt, daß die Zugabe von HCl das Wachstum wesentlich begünstigt, ohne die Wachstumsrichtung zu ändern. Der gefundene Wert von $2,87\ \text{\AA}$ entspricht am besten der errechneten Translationsperiode von $2,88\ \text{\AA}$ in Richtung [110] des monoklinen Kupferoxydgitters. Zur sicheren Feststellung der Wachstumsrichtung wurde eine RÖNTGEN-Drehkristallaufnahme um die Achse einer mikroskopisch einjustierten Nadel von $20\ \mu$ Durchmesser gemacht (CuK α , 40 kV, 20 mA, Belichtungszeit 3 Tage). Aus dem Schichtlinienabstand ergab sich eine Translationsperiode von $2,87 \pm 0,02\ \text{\AA}$, die mit den Werten der Elektronenbeugungsdiagramme übereinstimmt. Entsprechend der Strukturbestimmung von Kupferoxyd durch TUNELL, POSNJAK und KSANDA¹ wurde die nullte und erste Schichtlinie der Drehkristallaufnahme indiziert. Daraus ergab sich ebenfalls die Wachstumsrichtung [110]. Eine weitere Aufklärung der Wachstumsgesetze der Kupferoxydnadeln ist im Gange.

¹ G. TUNELL, E. POSNJAK u. C. J. KSANDA, Z. Kristallographie **90**, 121 [1935].

* Abb. 1 u. 2 auf Tafel S. 308 b.

