

tiellen Spektren für die elektrische Modulation bei sehr niedrigen Teilchenenergien blieben, stehen die Schwierigkeiten der Meßtechnik gegenüber. Die quantitative Übereinstimmung der Spektren ist bis jetzt bei diesem Modulationstyp am besten, wenn auch noch nicht genügend über die Entstehung der erforderlichen elektrischen Bremsung bekannt ist.

In diesem Zusammenhang muß auf die Messungen von APPA RAO²¹ und Überlegungen von APPA RAO und KAPLON²² hingewiesen werden, wonach der Anteil des ³He-Isotops der kosmischen Strahlung ca. 35% der Gesamthäufigkeit der He-Kerne ausmachen soll und eine experimentelle Bestimmung der differentiellen Impulsspektren eine erhebliche Beeinflussung erfährt, wenn mit einheitlichen ⁴He-Kernen gerechnet wird. Ähnliches gilt für die Isotopenzusammensetzung der einfach geladenen Teilchen ebenfalls ausgeprägt im Bereich der geomagnetischen Abschneideimpulse. Mit höheren Energien wird diese Verfälschung auf experimenteller Basis

bei Nichtbeachtung der Isotopenanteile vernachlässigbar.

Zur weiteren Klärung und Entscheidung ergibt sich daher die Forderung nach Messungen der integralen und differentiellen Spektren, die bis zu möglichst niedrigen Energien reichen, also in hohen geomagnetischen Breiten ausgeführt werden müßten, sowie weitere Untersuchungen über die Isotopenanteile für die primären Komponenten mit ein- und zweifacher Kernladung. Diesen Experimenten kommt eine erhöhte Bedeutung zu für Zeiten unmittelbar am Beginn eines FORBUSH-Effektes; außerdem ist ihr Wert für die Messung solarer Zusatzstrahlung angezeigt. Andererseits muß versucht werden, die modifizierten magnetischen Modulationsmechanismen quantitativ zu fassen.

Herrn Prof. Dr. A. EHMERT und Herrn Dr. G. PFOTZER danke ich für förderliche Diskussionen und der Deutschen Forschungsgemeinschaft für eine Sachbeihilfe auf Antrag von Herrn Prof. EHMERT.

²¹ M. V. K. APPA RAO, Phys. Rev. **123**, 295 [1961].

²² M. V. K. APPA RAO u. M. F. KAPLON, Nuovo Cim. Ser. X, **21**, 369 [1961].

Isotopenüberführung, äußere Überführung und Selbstdiffusion von Li in festem Li₂SO₄ bei 600–790 °C

Von ARNOLD LUNDÉN

Aus dem Physikalischen Institut der Chalmers Technischen Hochschule, Göteborg
(Z. Naturforsch. **17 a**, 142–146 [1962]; eingegangen am 29. November 1961)

Festes Li₂SO₄ wurde mit einer Kathode aus flüssigem Zn und einer Anode aus Au-Pt elektrolysiert. ⁷Li wurde an der Anode angereichert. Der Masseneffekt (relative Differenz der Wanderungsgeschwindigkeiten/relative Differenz der Massen) ändert sich praktisch nicht mit der Temperatur. Er ist $\mu = -0,14$, d. h. ebenso groß wie in geschmolzenen Halogeniden. Der Selbstdiffusionskoeffizient des Kations wurde aus der praktischen Reichweite der Isotopentrennung geschätzt:

$$D^+ = 0,015 \exp(-10\,500/R\,T).$$

Dabei ist D^+ in $\text{cm}^2 \text{ sec}^{-1}$ und R in $\text{cal Mol}^{-1} \text{ grad}^{-1}$ gemessen. Die erhaltene Aktivierungsenergie ist zwar größer als in geschmolzenen Salzen, aber der Unterschied ist nicht signifikant. Aus der Verschiebung der Anode wurde die Überführungszahl des Kations gemessen: $U^+ = 1,00$. Es wurde festgestellt, daß das FARADAYSche Gesetz im festen Li₂SO₄ gilt.

Einige Fragen zur eventuellen Anwendung von Li₂SO₄ für die Anreicherung von Isotopen in großen Mengen werden diskutiert.

Im Temperaturbereich von 575 °C bis zum Schmelzpunkt (etwa 850 °C) bildet Lithiumsulfat eine kubische Modifikation, in der die Lithium-Ionen eine große Beweglichkeit haben¹. Die elektrische Leitfähigkeit ist etwa gleich groß wie in Schmel-

zen^{2, 3} und ihre Aktivierungsenergie ist ungewöhnlich klein³. Der Isotopieeffekt bei der elektrolytischen Überführung der Lithium-Ionen und ihr Selbstdiffusionskoeffizient sind auch von derselben Größenordnung wie in Schmelzen⁴. Diese beiden

¹ T. FÖRLAND u. J. KROGH-MOE, Acta Chem. Scand. **11**, 565 [1957]; Acta Cryst. **11**, 224 [1958].

² A. BENRATH u. K. DREKOPP, Z. phys. Chem. **99**, 57 [1921].

³ T. FÖRLAND u. J. KROGH-MOE, private Mitteilung.

⁴ A. LUNDÉN, Z. Naturforsch. **15 a**, 365 [1960].



Größen sind jetzt im Temperaturbereich 600 bis 790 °C näher untersucht worden. Neulich ist auch über Thermodiffusion in festem Lithiumsulfat berichtet worden⁵.

Der Isotopieeffekt der elektrolytischen Überführung

Der von KLEMM entdeckte Isotopieeffekt bei elektrolytischer Überführung in festen und geschmolzenen Salzen ist bisher in zwanzig Schmelzen⁶ und drei festen Salzen^{4, 7, 8} untersucht worden. Für fast alle Salze sind die Messungen nur bei einer einzigen Temperatur durchgeführt worden. Die Temperaturabhängigkeit des Isotopieeffektes ist für das Anion des geschmolzenen TiCl_3 im Temperaturbereich 565 bis 730 °C untersucht worden⁹, wo es sich ergab, daß der Masseneffekt (relative Differenz der Wanderungsgeschwindigkeiten in bezug auf das Gegenion/relative Differenz der Massen) um etwa 19% pro 100 °C abnimmt. Für das Kation des geschmolzenen PbCl_2 wurde derselbe Masseneffekt bei zwei Versuchen erhalten, deren Versuchstemperaturen sich um mehr als 100 °C unterschieden¹⁰, jedoch bedürfte dies Ergebnis noch der Nachprüfung. Der Masseneffekt der elektrolytischen Überführung von Li-Ionen in Quarz-Glas zeigt keine Temperaturabhängigkeit¹¹. Die vorliegende Arbeit enthält nun eine Untersuchung der Temperaturabhängigkeit für die kubische Modifikation des Li_2SO_4 .

In einem Gefäß aus Vycor-Glas (Abb. 1) wurde wasserfreies Li_2SO_4 unter Vakuum geschmolzen. Dann wurde Stickstoff ins Gefäß eingeschlossen, die Oberfläche der Schmelze im engen Schenkel mittels eines Druckunterschiedes etwa 20 cm höher als im weiten eingestellt, und in dieser Lage das Salz erstarrten lassen. Solange die Temperatur oberhalb des Umwandlungspunktes lag, war das Salz glasklar und durchsichtig ohne irgendwelche Sprünge (Kristallgrenzen) u. ä. Es waren nur einige kleine Blasen im Salze zu sehen. Im weiten Schenkel wurden mittels einer Füllvorrichtung (Abb. 1, links) auf das feste Salz etwa 4 cm geschmolzenes Zink gesichtet. Diese Metallschmelze diente als Kathode bei der Elektrolyse. Als Anode diente ein Rohr aus Gold, dessen Mündung von einem Netz aus Platin bedeckt war. Das Goldrohr war an einem rostfreien Stahlrohr befestigt, das durch eine Teflon-Dichtung lief und oben mit Gewichten belastet war, so daß die Anode

durch die Schwerkraft dauernd gegen das Salz gepreßt wurde.

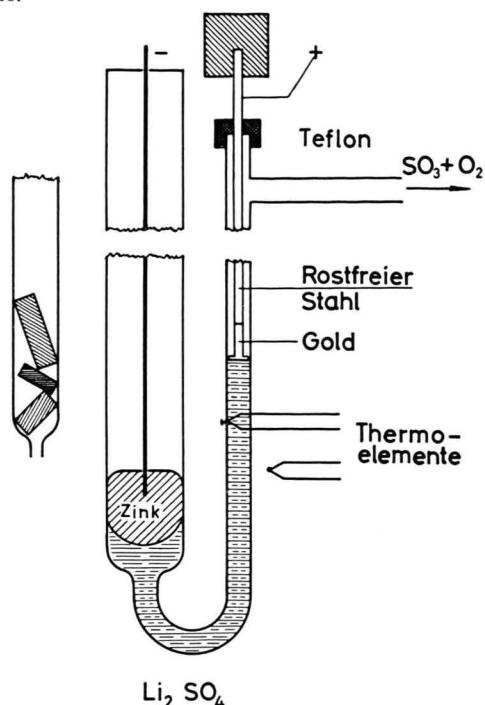


Abb. 1. Elektrolysezelle und Füllvorrichtung (links), in welcher das Zink geschmolzen wurde, wobei oxydfreies Zink herausfließt.

Die Temperatur des Ofens wurde mittels eines Reglers konstant gehalten, dessen Thermoelement nicht in Berührung mit dem Vycor-Gefäß war. Ein zweites Thermoelement war dagegen zur Temperaturmessung des Salzes am engen Schenkel des Gefäßes befestigt. Während der Elektrolyse wanderte die Anode nach unten und passierte bei einigen der Versuche die Schweißstelle des Thermoelementes. Bei jeder Temperaturablesung wurde gleichzeitig die Lage der Anode abgelesen. Die Leistung war meistens weniger als 10 Watt, und mit Ausnahme des Gebietes gleich an der Anode war die Temperatur des Salzes nicht merkbar höher als diejenige des Ofens. Bei Versuchen unter etwa 700 °C traten mehr oder weniger ausgeprägte Störungen an der Anode auf; Funken waren dort zu sehen, und eine Zone von einigen Millimetern schien rotglühend zu sein. Der Grund dieses Anodeneffektes war schlechter Kontakt zwischen Metall und Salz infolge der entwickelten Gase (SO_3 und O_2), analog dem bei der Elektrolyse geschmolzener Salze auftretenden Anodeneffekt¹². Die an der Anode gemessenen Tem-

⁵ K. LINDQVIST u. A. LUNDÉN, Z. Naturforschg. **16 a**, 626 [1961].

⁶ A. NEUBERT u. A. KLEMM, Z. Naturforschg. **16 a**, 685 [1961].

⁷ A. KLEMM, Naturwiss. **32**, 69 [1944]; Z. Naturforschg. **2 a**, 9 [1947].

⁸ M. CHEMLA u. P. SUE, C. R. Acad. Sci., Paris **236**, 2397 [1953].

⁹ W. HERZOG u. A. KLEMM, Z. Naturforschg. **13 a**, 7 [1958].

¹⁰ A. LUNDÉN, G. HORLITZ u. P. SIGNER, Z. Naturforschg. **11 a**, 280 [1956].

¹¹ J. PAULY, C. R. Acad. Sci., Paris **252**, 2407 [1961].

¹² P. DROSSBACH, Z. Elektrochem. **55**, 38 [1951]; **62**, 178 [1958].

peraturen waren dann bis zu fast 50°C höher als im Hauptteil des Salzes. Im Temperaturbereich 700 bis 750°C war kein Anodeneffekt vorhanden. Bei etwa 790°C traten wieder Störungen an der Anode auf. Der Temperaturverlauf in der Salzsäule ist für zwei Versuche in Abb. 2 gezeigt.

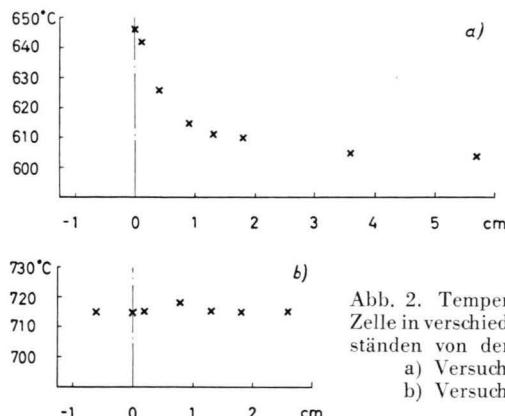


Abb. 2. Temperatur der Zelle in verschiedenen Abständen von der Anode.
a) Versuch 4,
b) Versuch 7.

Bei der Elektrolyse von Lithiumhalogeniden mit einer Zink-Kathode bildete sich eine Li-Zn-Legierung¹³, aber dies geschah bei der Elektrolyse von Li_2SO_4 an der Zink-Kathode nicht. Das Material an der Kathode gab mit Wasser versetzt eine alkalische Lösung und ein unlösliches weißes Pulver sowie reines Metall. In der wäßrigen Lösung und im Pulver war Li und z. Tl. auch Zn vorhanden, im Metall dagegen nur Zn. Die Kathodenreaktion ist kompliziert. Es wurden Oxyde, Sulfide und verschiedene Schwefel-Sauerstoff-Verbindungen festgestellt¹⁴. Bei Temperaturen oberhalb etwa 700°C

wurde durch die Kathodenreaktion ein Loch im festen Salz gebildet, durch welches das geschmolzene Zink in der Richtung zur Anode eindrang. Hierdurch wurde die Versuchszeit begrenzt. Einige Versuchsdaten sind in Tab. 1 zusammengestellt.

Nach Beendigung der Elektrolyse wurde das Salz in LiNO_3 überführt und massenspektrometrisch untersucht. Da die Stromdichte bei den neuen Versuchen etwa 3- bis 4-mal größer war als bei dem ersten Versuch⁴, war der Gradient der Isotopenhäufigkeit entsprechend steiler und der Trennfaktor größer. (Die Versuchszeiten waren auch länger.)

Für jeden Versuch wurden 10 bis 20 Proben analysiert. In den ersten 3 bis 6 Proben von der Anode ausgehend war eine Anreicherung von ^{7}Li vorhanden, während ^{6}Li an der Kathode angereichert wurde^{14a}. Dazwischen war eine Salzsäule mit unveränderter Isotopenzusammensetzung. Bei den Versuchen oberhalb etwa 700°C , wo das geschmolzene Zink, d. h. die Kathode, in Richtung Anode wanderte, war diese „neutrale“ Säule kurz.

Sämtliche Proben eines Versuches wurden in einer Meßreihe mit dem Massenspektrometer gemessen, denn die Meßergebnisse hängen von verschiedenen Parametern des Massenspektrometers ab^{5, 15}. Die Standardabweichung der Messungen war etwa 0,3%.

Die berechneten Masseneffekte sämtlicher Versuche sind in Tab. 1 zusammengestellt. Sie entsprechen der Gleichung

$$\mu^+ = -(0,139 \pm 0,009) \cdot \{1 - (0,0003 \pm 0,0006) (\vartheta - 600)\} \quad (1)$$

$(\vartheta = \text{Temperatur in } ^{\circ}\text{C})$.

Versuch	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
Temperatur im Ofen	630	620	600	600	605	660	715	740	790	790	$^{\circ}\text{C}$
Temperatur an der Anode	—	—	—	646	640	670	715	740	—	798	$^{\circ}\text{C}$
Dauer der Elektrolyse	5,0	3,0	5,0	11,0	10,0	11,0	10,0	9,0	3,25	6,0	std
Transportierte Ladung	1,27	2,33	3,50	3,81	5,56	5,25	4,28	5,54	1,58	3,67	Ah
Durchmesser der Salzsäule	1,04	1,04	1,04	0,74	0,75	0,75	0,74	0,74	0,74	0,75	em
Stromdichte	0,30	0,91	0,82	0,80	1,30	1,08	1,00	1,43	1,13	1,38	A/cm^2
Verschiebung der Anode, gemessen, korrig.	2,4	—	4,3	9,3	—	11,6	9,6	12,8	3,0	7,7	em
Verschiebung der Anode, berechnet	1,5	—	4,1	8,8	—	11,8	9,9	12,8	3,6	8,2	em
Dauer der Diffusion	6,0	3,25	5,1	11,12	10,1	11,4	10,4	9,25	3,80	6,3	std
Reichweite der Anreicherung	2,0	1,25	1,2	2,3	1,7	3,5	2,3	3,15	2,15	2,6	cm
Trennfaktor	1,028	1,041	1,080	1,086	1,107	1,116	1,118	1,224	1,071	1,105	
Masseneffekt μ	0,140	0,148	0,162	0,109	—	0,124	0,140	0,146	0,110	0,144	
Selbstdiffusionskoeffizient $D^+ \cdot 10^5$	5,89	4,25	2,50	4,21	2,53	9,50	4,50	9,48	10,76	9,49	cm^2/s

Tab. 1. Versuchsdaten und Ergebnisse. Versuch 1 ist früher veröffentlicht worden⁴.

¹³ A. LUNDÉN, Z. Naturforsch. **16a**, 326 [1961].

¹⁴ A. LUNDÉN, Vortrag auf dem 18. IUPAC-Kongreß, Montreal 1961.

^{14a} Über Isotopieeffekte bei der Kathodenreaktion wird später berichtet.

¹⁵ A. LUNDÉN, S. CHRISTOFFERSON u. A. LODDING, Chalmers Tekn. Högskolas Handl. Nr. 221, Göteborg 1959.

Die angegebenen Fehler sind Standardabweichungen¹⁶. Im Gegensatz zu geschmolzenem TlCl⁹ zeigt also der Masseneffekt des festen Li₂SO₄ keine ausgeprägte Abhängigkeit von der Temperatur. Der Masseneffekt des Lithium-Ions ist gleich groß wie in geschmolzenen Halogeniden¹⁵ und größer als in LiNO₃¹⁷.

Die Überführungszahl des Lithiumions

Die Verschiebung der Anode während der Elektrolyse wurde gemessen. Die in Tab. 1 angegebene Strecke ist für das Salz in der Anode (Probe 1, siehe unten) korrigiert, das einer Salzsäule von 1–12 mm entsprach. Aus der transportierten Ladung und dem gemessenen Durchmesser des Vycor-Rohres wurde die Verschiebung berechnet, die einer Überführungszahl 1 des Kations entspricht. Hierbei ist eine Ungenauigkeit von einigen mm zu erwarten, denn der Durchmesser des Vycor-Rohres schwankt um etwa 0,2 mm, und es waren auch einige Gasblasen in der Salzsäule enthalten. Der Unterschied zwischen der korrigierten experimentellen und der berechneten Verschiebung war im Mittel sämtlicher Versuche kleiner als 1%, d. h. es wird bestätigt, daß die Überführungszahl der Lithiumionen gleich eins ist und daß das FARADAYSche Gesetz bei der Elektrolyse von festem Li₂SO₄ gilt.

Das erhaltene Ergebnis ist auch für die Diskussion des Molekularzustandes von geschmolzenem Li₂SO₄ von Interesse. Letzteres ist von KORDES, ZIEGLER und PROEGER untersucht worden (eutektische Gemische, Gefrierpunktserniedrigung und Überführung)¹⁸. Sie kommen zu dem Schluß, daß komplexe Ionen in der Schmelze vorliegen. Dies ist aber von anderen Forschern bezweifelt worden^{19, 20}. Unter anderem wurde angeführt, daß es in festem Li₂SO₄ wegen der hohen Leitfähigkeit keine Komplexionen gibt²⁰. Diese Aussage wurde durch unsere Messung der Überführungszahl bestätigt.

Selbstdiffusionskoeffizient der Lithium-Ionen

Im elektrischen Feld wandern die Lithium-Ionen im Gitter der Sulfat-Ionen mit derselben Geschwindigkeit, mit welcher sich die Anode bewegt. Dazu

kommt die Bewegung der Ionen auf Grund der Diffusion, wodurch die an der Anode erhaltene Isotopenanreicherung über eine Reichweite x_{\max} verteilt wird. Nach KLEMM²¹ ist

$$x_{\max} = \sqrt{\pi D t}, \quad (2)$$

wo D = Selbstdiffusionskoeffizient und t = Zeit. Bei unseren Versuchen war t die Zeit vom Anfang der Elektrolyse bis zur Abkühlung der Salze unter 575 °C. Die Schätzung von x_{\max} ist aus verschiedenen Gründen unsicher. Bei der Zerlegung der Salzsäule in Proben zersprang die Säule oft schräg. Trotzdem konnte die Gesamtlänge der Proben mit Anreicherung mit einem Fehler von höchstens 2 mm angegeben werden. Etwas größer ist der Fehler bei der Schätzung, wie tief in der letzten Probe noch eine Anreicherung vorhanden ist. Eine andere Fehlerquelle liegt darin, daß ein wenig Salz, 0,1 bis 1,0 Gramm, durch das Netz in die Anode hineindrang. Dieses abgeschiedene Salz wurde während der ganzen Versuchszeit gesammelt und wurde als eine Probe (1) untersucht, die bei drei der zehn Versuche eine kleinere Anreicherung als die Probe (2) gerade unter der Anode zeigte. Die Messung des Selbstdiffusionskoeffizienten wird von dem Vorhandensein der Probe 1 in zweierlei Hinsicht beeinflußt. Erstens ist Probe 1 als ein Endbehälter zu betrachten, welcher zwar mit der Zeit größer wird, aber immer verhältnismäßig klein ist. Die in Tab. 1 angegebenen Reichweiten x_{\max} sind ausgehend vom Platinnetz, d. h. mit Ausnahme von Probe 1 angegeben. Gl. (2) entspricht einem Trennrohr ohne Endbehälter, und wenn der letztere zu berücksichtigen ist, wird das aus x_{\max} berechnete D etwas größer als nach Gl. (2)²². Zweitens ist es bei einigen Versuchen möglich, daß die Anode wegen eines Bruches im Platinnetz oder ähnlichem gegen Ende des Versuches ziemlich schnell nach unten drang. Deshalb sollten möglicherweise einige mm aus Probe 1 in x_{\max} eingerechnet werden. Aber so eine Korrektur wäre zu subjektiv. Die in Tab. 1 angegebenen Selbstdiffusionskoeffizienten des Kations, D^+ , sind aus den hier genannten Gründen mit großen Fehlern behaftet. Die Koeffizienten entsprechen der Gleichung

$$D^+ = 0,015 \exp(-10500/R T). \quad (3)$$

¹⁶ J. TOPPING, Errors of Observation and Their Treatment, Institute of Physics, London 1955, S. 106.

¹⁷ A. LUNDÉN, Z. Naturforschg. **14 a**, 801 [1959].

¹⁸ E. KORDES, G. ZIEGLER u. H. J. PROEGER, Z. Elektrochem. **58**, 168 [1954]; **60**, 629 [1956]; **61**, 1343 [1957].

¹⁹ K. GRJOTHEIM u. S. URNES, Z. Elektrochem. **60**, 626 [1956].

²⁰ T. FÖRLAND u. J. KROGH-MØL, Z. Elektrochem. **61**, 1342 [1957].

²¹ A. KLEMM, Z. Phys. **123**, 10 [1944].

²² A. KLEMM, Z. Naturforschg. **3 a**, 211 [1948].

D^+ ist in cm^2/sec und R in $\text{cal}/\text{Mol Grad}$ angegeben. Die Standardabweichung der sogen. Aktivierungsenergie ist 27%¹⁶.

Die erhaltene Aktivierungsenergie ist zwar größer als diejenige der bisher untersuchten geschmolzenen Salze^{23, 24} (mit Ausnahme von ZnBr_2), aber der Unterschied ist nicht statistisch signifikant. Eine weitere Diskussion und ein Vergleich mit anderen festen Salzen, wie z. B. AgJ ²⁵, soll aufgeschoben werden, bis D^+ in Li_2SO_4 genauer gemessen ist, z. B. durch Verwendung von Tabletten mit angereicherten Isotopen.

Praktische Anwendung zur Anreicherung der Lithiumisotope

Mehrere Versuche sind gemacht worden, die Ionenwanderung in geschmolzenen Halogeniden für die praktische Anreicherung von ^7Li bzw. ^6Li in größeren Mengen anzuwenden^{26–28}. Hinsichtlich des Masseneffektes wäre festes Li_2SO_4 ebenso günstig wie die anderen Medien. Als Vorteil des letzteren Verfahrens wäre anzuführen, daß (wenigstens

bei etwa 600 °C) das Glasgefäß vom festen Salze nicht merklich angegriffen wird, daß kein Diaphragma notwendig und keine Konvektion vorhanden ist. Es bestehen aber auch zwei Nachteile. Erstens ist die praktisch erreichbare Stromdichte von dem oben erwähnten Anodeneffekt begrenzt. Zweitens wird die Salzsäule schnell verbraucht, während in einer Schmelze das Trennrohr durch hydrostatische Kräfte ununterbrochen mit frischen Salz gefüllt wird.

In Tab. 1 ist der Trennfaktor der Probe mit der höchsten Anreicherung angegeben. Aus Versuch 8 wird geschätzt, daß die Vervielfachung (theoretische Plattenzahl) einen Grenzwert $f_{\max} \geq 10$ erreichte, d. h. die theoretische Plattenhöhe, $h = x_{\max}/f_{\max}$, ist etwa 0,3 cm. Zwar wurden kleinere Plattenhöhen in Salzsäume erreicht¹⁵, aber dann wurden etwa fünfmal größere Stromdichten verwendet.

Die Arbeit ist von Statens råd för atomforsking unterstützt worden. Den Herren M. Lövenby und Fil. lic. A. Lodding sowie Frau A. Eklund sei für ihre geschickte Hilfe gedankt.

²³ A. LUNDÉN, Chalmers Tekn. Högskolas Handl. Nr. 241, Göteborg 1961.

²⁴ J. O'M. BOCKRIS u. G. W. HOOPER, Disc. Faraday Soc., im Druck.

²⁵ P. JORDAN u. M. POCHEON, Helv. Phys. Acta **30**, 33 [1957]

²⁶ A. KLEMM, Proc. Symp. on Isotope Separation, Amsterdam 1957, S. 275.

²⁷ M. M. BENARIE, J. Inorg. Nucl. Chem. **18**, 32 [1961].

²⁸ J. PÉRIÉ, M. CHEMIA u. M. GIGNOUX, Bull. Soc. Chim. France 1961, 1249.

Versuche zur Beseitigung von Aufladungen auf Durchstrahlungsobjekten durch zusätzliche Bestrahlung mit langsamem Elektronen*

Von H. MAHL und W. WEITSCH

Aus der Abteilung für Elektronenoptik, Carl Zeiss, Oberkochen/Württ.
(Z. Naturforschg. **17 a**, 146–150 [1962]; eingegangen am 20. Dezember 1961)

Bei der Durchstrahlung dünner isolierender Folien mit schnellen Elektronen treten Aufladungen auf, die zwar eine elektronenmikroskopische Abbildung nicht beeinträchtigen, bei Schattenabbildung (Flimmereffekt) und bei Untersuchung von Kleinwinkel-Beugungerscheinungen aber sehr beträchtliche Störungen hervorrufen. Durch zusätzliche Bestrahlung mit langsamem Elektronen werden — je nach den Bestrahlungsbedingungen und dem vorhandenen Restgasdruck — die Aufladungen entweder beseitigt oder verstärkt, was besonders bei Schattenabbildung zu verschiedenen Erscheinungen führt, die qualitativ gedeutet werden.

In einer früheren Arbeit¹ wurde über Versuche zur Kleinwinkelbeugung mit Elektronenstrahlen berichtet. Dabei zeigte sich, daß bei isolierenden Objekten, insbesondere bei Kunststoff-Folien, starke Störungen durch Aufladungen auftreten. Für diese Versuche wurde ein elektrostatisches AEG-ZEISS-Elek-

tronenmikroskop EM 8 mit abgewandeltem Strahlengang benutzt. Dabei wurde der Brennfleck des Elektronenmikroskop-Objektivs in üblicher Weise durch die Beugungslinse in die Gegenstandsebene des Projektivs abgebildet und durch dieses vergrößert auf den Leuchtschirm entworfen. Das Objekt, über dem

* Vorgetragen bei der 10. Tagung der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie in Kiel, September 1961.

¹ H. MAHL u. W. WEITSCH, Z. Naturforschg. **15 a**, 1051 [1960].