

**Betrifft:**

Die Herstellung von Kohleaufdampfschichten

Eine Zusatzeinrichtung für das Vakuumbedampfungsgerät ermöglicht die Herstellung von Kohleaufdampfschichten. Diese Schichten sind strukturarm und wesentlich stabiler als Lackfolien und eignen sich zur Bedampfung von Abdrucken und zur Anfertigung von Trägerfilmen.

I. Methode

Durch zwei zugespitzte Kohlestäbe, deren Spitzen sich mit geringem Druck berühren, wird ein Strom von 20 bis 50 A geleitet. Dabei erhitzt sich die Kontaktzone bis zur Weißglut, und es erfolgt eine intensive Verdampfung der Kohle.

II. Zusatzeinrichtung

Die Zusatzeinrichtung zur Kohleverdampfung besteht aus zwei Spannzangen zum Halten der Kohlestäbe und zur Stromzuführung. Eine Spannzange ist mit einer Führungshülse und einer Andruckfeder ausgestattet, die während der Verdampfung der Kohle den notwendigen Kontakt an den Spitzen aufrechterhält.

III. Beschickung der Bedampfungskammer

Handelsübliche Kohlestäbchen ( z.B. Spektralkohle höchster Reinheit, Qualität RW I, Dimension 5Ø x 200 mm, Ringdorff-Werke G.m.b.H. Mehlem, Rhein ) sind mit einem Bleistiftanspitzer an einem Ende anzuspitzen. Die eine Spitze wird noch mit Schmirgelpapier verfeinert, die andere auf eine Breite von 1 - 2 mm abgeflacht.

IV. Bedampfung

Ein Druck von  $1 \cdot 10^{-4}$  Torr ist ausreichend zur Herstellung von Trägerfolien. Sollen feinkörnige Schichten, z.B. bei Oberflächenabdrucken erzeugt werden, ist ein Druck von  $3 \cdot 10^{-5}$  Torr erwünscht. Ist das Arbeitsvakuum erreicht, wird die Bedampfung durch schnelles Aufheizen der Kohlen mit einem starken Stromstoß eingeleitet, wobei die Spitzen der Kohlen weißglühend werden. Dazu wird das Handrad zur Betätigung des Regeltransformators vor Einschalten des Stromes an den rechten Anschlag gedreht (25 V, 50 A erforderlich) und die Kohle durch kurzzeitige Stromstöße verdampft. Es ist darauf zu achten, daß die Kohlespitzen nur an ihrer Berührungsstelle glühen. Nur so läßt sich das unerwünschte Sprühen der Kohle in erträglichen Grenzen halten und ein Temperaturanstieg in der Kammer vermeiden. Um die gewünschte Schichtdicke zu erzielen, werden die Stromstöße wiederholt.

Zur Kontrolle der Schichtdicke wird eine auf den Bedampfungstisch aufgesteckte Lochscheibe verwendet, die mit je einer Milchglasscheibe für jede Aufnahmeausstattung ist. Wird das Milchglas mit einem Tropfen Vakuumöl oder Glycerin benetzt, erscheint die kondensierte Kohle deutlich auf dem Glas, nicht aber auf dem Tropfen. Unter Berücksichtigung des Abstands zwischen Präparat und Kohle dürfte die Schichtdicke bei Auftreten einer schwachen Grautönung  $100 \text{ \AA}$  nicht wesentlich überschreiten.

Zwischen den Stromstößen sind Abkühlungspausen einzulegen, sobald der angezeigte Strom 50 A übersteigt. Eine reproduzierbare Beziehung zwischen Stromstärke, Zeit und Schichtdicke läßt sich wegen der Unterschiede im Material der Kohlestäbe und der verschiedenen Übergangswiderstände nicht angeben. Allgemein kann man aber sagen, daß der Wirkungsgrad der Verdampfung mit zunehmender Ausdehnung der Glühzone an den Kohlespitzen stark abnimmt und statt dessen eine unzulässige Erwärmung der Elektroden und Durchführungen auftritt.

Die Übergangswiderstände an den Einspannflächen der Kohlestäbe lassen sich vermindern, indem man die an den Kohlen anliegenden Metallflächen mit Schmirgelpapier blank reibt.

## V. Herstellung von Kohlefilmen als Trägerfolie

### 1. Aufdampfen auf eine Glasunterlage

Ein gereinigter Glasobjektträger ist mit Glyzerin oder einer Mischung von Glyzerin und Alkohol im Verhältnis 1:10 zu benetzen und mit einem Lederlappen gut abzureiben. Der vorbereitete Träger wird in die dafür vorgesehene Haltevorrichtung geklemmt und in der Vakuumkammer mit Kohle bedampft.

Der bekolte Objektträger ist in einen mit staubfreien destillierten Wasser gefüllten Stutzen unter einem kleinen Winkel zur Wasseroberfläche langsam einzutauchen, bis sich der Film von der Glasunterlage gelöst hat und auf der Wasseroberfläche schwimmt. Das Abschwimmen erfolgt schneller, wenn der Rand des Objektträgers mit einer scharfen Nadel oder Rasierklinge vor dem Eintauchen angeritzt wird. Objektblenden oder Netze werden mit einer Pinzette einzeln gefaßt, unter den Film gebracht und hochgehoben. Es ist auch möglich, die Netze vorsichtig auf den Kohlefilm zu legen und dann von oben her mit einem angefeuchteten Stück Filtrierpapier zusammen mit dem Kohlefilm abzuheben. Beim Auffangen reißt der Film an der Begrenzung der Träger ab. Bei Kontrolle des über die freien Öffnungen gespannten Films stellt man häufig feine Falten fest.

### 2. Aufdampfen auf einen Lackfilm

Eine wesentlich sauberere und sicherere Methode zur Herstellung von Kohlefilmen ist der Weg über einen mit Kohlen bedampften Lackfilm.

Ein vorgereinigter Glasobjektträger wird kurzzeitig in einen Glasstutzen mit 0,2 – 0,3 %iger Formlösung ( Lösungsmittel: Chloroform, Dioxan, frisch destilliertes Aethylendichlorid ) getaucht und schräg stehend, gegen Staub geschützt mehrere Minuten getrocknet. Der Film soll mit einer scharfen Nadel angeritzt werden, ehe der Objektträger mit der Filmseite nach oben in einen Stutzen mit destilliertem Wasser getaucht wird. Der abgeschwommene Formvarfilm ist vorsichtig mit Präparatnetzen zu belegen. Selbst bei sorgsamem Aufsetzen der Netze mit einer Uhrmacherpinzette läßt sich die Ausbildung von Fältchen nicht vermeiden. Erst wenn der Film sich wieder geglättet hat, wird ein Glasobjektträger unter flachem Winkel auf die eine Schmalseite des Filmes aufgesetzt und mit dem Film unter Wasser umgeschwenkt. Es befinden sich nunmehr die vom Film überspannten Netze auf dem Glasobjektträger, der zur Bedampfung eingespannt werden kann. Die Bedampfung mit Kohle wird wie oben beschrieben vorgenommen, ebenso auch die Kontrolle der Schichtdicke. Den noch vorhandenen Lackfilm entfernt man durch langsames Erwärmen auf 220°C in einem Temperofen oder durch Einbringen der Netze in ein Bad des zur Bereitung der Formlösung verwendeten Mittels.

Wird an Stelle von Formvar Zaponlack- oder Collodiumlösung verwendet, können die Netze in ein Befilmungsgefäß auf einen Glasobjektträger aufgesetzt und in der gewohnten Weise befilmt werden ( s. Anleitung Befilmungs-Apparatur ).

## VI. Herstellung von Oberflächenabdrucken

Kohle eignet sich gut zur Senkrechtbedampfung von Oberflächenabdrucken, da Kohleschichten sehr stabil und strukturarm sind. Das in der Beschreibung zur Herstellung von Triafolabdrucken empfohlene Siliziummonoxyd ist durch Kohle voll zu ersetzen. Die mit einer Kohlebedampfung erzielte Auflösung ist besser als 50 ÅE. Im Ver-

gleich zu Siliziummonoxydfilmen zeichnen sich Kohlefilme durch hohe mechanische und thermische Festigkeit aus. Die Überlegenheit der Kohlefilme zeigt sich besonders bei über 20 000-fachen Vergrößerungen, bei denen die Strukturänderung des Siliziummonoxyds das Auflösungsvermögen stark begrenzt.

Beim Aufdampfen von Kohle ist durch die Grautönung der mitbedampften Milchglasscheibe die Schichtdicke leichter zu kontrollieren als durch die Beobachtung der Interferenzfarben beim Verdampfen von Metalloxyden.

Zur Kontrasterhöhung können die Kohlefilme wie andere Filme mit den bekannten Schwermetallen schräg bedampft werden. Kohle ist wegen ihres geringen Kontrastvermögens für Schrägbedampfungen nicht geeignet.