

# Mikroskopie in der Textilindustrie

Autor(en): **Kassenbeck, Paul**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mittex : die Fachzeitschrift für textile Garn- und Flächenherstellung im deutschsprachigen Europa**

Band (Jahr): **80 (1973)**

Heft [10]

PDF erstellt am: **29.06.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-677751>

## **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

## **Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

## Mikroskopie in der Textilindustrie

strickmaschine, die aus Anlass des hundertjährigen Bestehens der Öffentlichkeit an der Jubiläumsfeier am 21. September 1973 offiziell vorgestellt wurde. Dies ist ein erstes sichtbares Resultat der neuen Besitzverhältnisse bei der Strickmaschinenfabrik. Und das zweite, ebenfalls positive Ergebnis besteht darin, dass bereits eine erste Bauetappe im Herblingertal in Angriff genommen werden konnte. Der erste Schritt zu der in der Presse bereits früher angekündigten sukzessiven Schwerpunktverlagerung von der Liegenschaft im Stadtzentrum in das von Stadt und Kanton Schaffhausen erschlossene Industriegebiet Herblingertal ist damit getan.

Die Geschicke der Schaffhauser Strickmaschinenfabrik, die auf solider Grundlage den Weg ins zweite Jahrhundert antritt, waren wechselvoll. Die Gründung fand 1873 durch die Herren Adolf Angst aus Schaffhausen und St. Biernatzi aus Hamburg statt. Zunächst wurden die von Lamb gebauten Strickmaschinen aus den Vereinigten Staaten importiert, doch schon zwei Jahre später, also 1875, kam die erste in Schaffhausen gebaute Strickmaschine zur Auslieferung. Da der Schweizer Markt nicht aufnahmefähig genug war, musste man von Anfang an das Geschäft mit dem Ausland suchen. Im Laufe der Jahre beteiligten sich weitere bekannte Schaffhauser am wachsenden Unternehmen, so die Herren Angst, Vogler und Habicht. Als die gemieteten Räume neben der Kammgarnspinnerei zu klein wurden, erwarb die SSF im Jahr 1892 die Liegenschaft an der Moserstrasse, in der sie noch heute zuhause ist — wenn auch nur noch auf absehbare Zeit. 1915 wurde die Firma in die jetzige Aktiengesellschaft umgewandelt. An der Gründung waren ausser einigen bekannten Schaffhausern führende Strickereien, wie Zimmerli, His, Rüeegger, Naegeli und andere, beteiligt. Die Rückschläge, von denen die Schaffhauser Strickmaschinenfabrik wie andere industrielle Betriebe im ersten Weltkrieg und in den Krisen Jahren danach nicht verschont wurde, hinderten die Unternehmensführung nicht daran, an den Weiterausbau zu denken und im angrenzenden Feuerthalen im Jahre 1918 Land zu erwerben. Das Bauvorhaben wurde dann allerdings erst in den fünfziger Jahren verwirklicht. Das bedeutendste Ereignis der Zwischenkriegsjahre war ohne Zweifel der 1932 erfolgte Erwerb der Wirkmaschinenfabrik AG Amriswil, der Herstellerin der Rundwirkmaschine Wega. An der allgemeinen Konjunktur nach dem zweiten Weltkrieg hatte auch die Schaffhauser Strickmaschinenfabrik ihren Anteil. Die unablässig steigenden Marktanforderungen zwingen indessen die Industrie zu immer kostspieligeren und rascher aufeinanderfolgenden technischen Entwicklungen, mit denen kleinere Unternehmungen allein nur noch schwer Schritt zu halten vermögen. Aus dieser Erkenntnis heraus war im vergangenen Jahr die Anlehnung an finanzstarke branchenverwandte Firmen erfolgt, die es sich zum Ziel gesetzt haben, die Schaffhauser Strickmaschinenfabrik selbständig und lebensfähig zu erhalten und deren Weiterentwicklung zu fördern. Geschäftsleitung und Personal der SSF dürfen auf der gefestigten Basis der weiteren Zukunft mit Vertrauen entgegenblicken. Auch für Stadt und Region Schaffhausen ist der gesicherte Weiterbestand dieses Industriebetriebes mit seinen attraktiven Arbeitsplätzen von einiger Bedeutung.

### PAC ist nicht PAC

In letzter Zeit häufen sich in der Textilindustrie Verwechslungen unter den verschiedenen auf dem Markt angebotenen Polyacrylnitril-Faserstoffen.

Der Rohstoff, aus dem diese Fasern hergestellt werden, ist ein reines und ein modifiziertes Polyacrylnitril. Das nichtthermoplastische Polymere lässt sich aus einem geeigneten Lösungsmittel, z. B. Dimethylformamid, nach dem Trocken- oder Nassspinn-Verfahren, verspinnen.

Nichtgefärbte Fasern sind mehr oder weniger gut mit einer Farbstoffmischung — z. B. mit den von der Firma E. Merck AG vertriebenen Neocarmin-Marken — unterscheidbar. Auf diese Methode soll hier nicht eingegangen werden. In diesem Zusammenhang interessieren vor allem Schadenfälle, die sich an gefärbten Waren durch Verwechslung von PAC-Fasern einstellten. In der Regel genügt dabei die Feststellung, dass Fasern, die sich färbereich unterschiedlich verhalten, miteinander verwechselt wurden; welche PAC-Fasern im speziellen mit im Spiele waren, ist dabei von geringer Bedeutung.

Die mikroskopische Analyse kann in solchen Fällen, wie im folgenden gezeigt werden soll, wertvolle Dienste leisten.

Aehnlich wie bei den Fasern aus Regeneratzellulose, auf deren Herkunft man vor dem Weltkrieg aufgrund des Querschnitts schliessen konnte, weisen die Polyacrylnitrilfasern unterschiedliche Querschnittsformen auf. Das hängt mit dem Herstellungs-Verfahren zusammen.

Bei den aus der Schmelze versponnenen Fasern wird der Querschnitt allein vom Profil der Düsenöffnung bestimmt. Dies ist bei den durch das Trocken- oder Nassspinn-Verfahren erzeugten Fasern nicht der Fall. Faktoren, wie Viskosität der Spinnlösung, Klima im Spinn schacht oder Art des Fällbades, je nachdem, ob die Faser trocken oder nass versponnen wird, oder auch Abziehggeschwindigkeit, können dabei eine Rolle spielen.

In der Regel fallen beim Trockenspinn-Verfahren Fasern mit einem hundeknochenförmigen Querschnitt an (Abbildung 1). Fasern dagegen, die ein rundliches Profil aufweisen, sind eher nass versponnen worden (Abbildung 2). Daneben gibt es noch eine Fülle anderer Formen, für deren Beschreibung die Sprache kaum ausreicht.

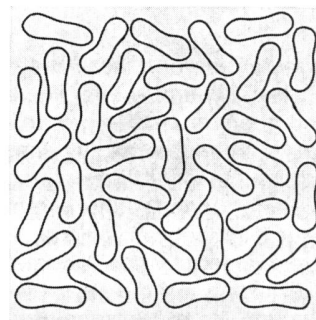


Abbildung 1

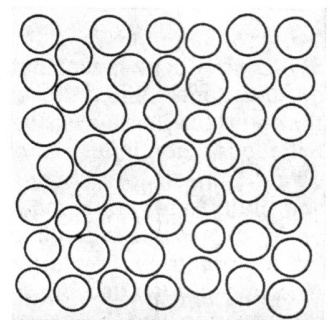


Abbildung 2

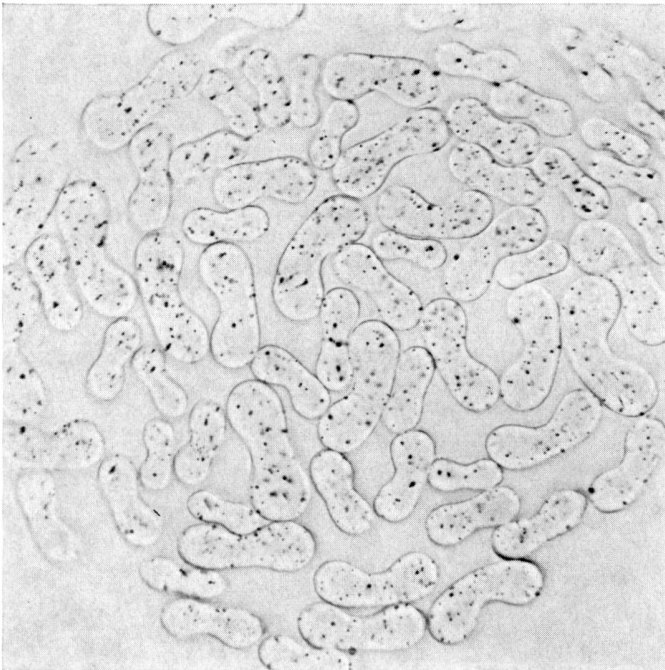


Abbildung 3

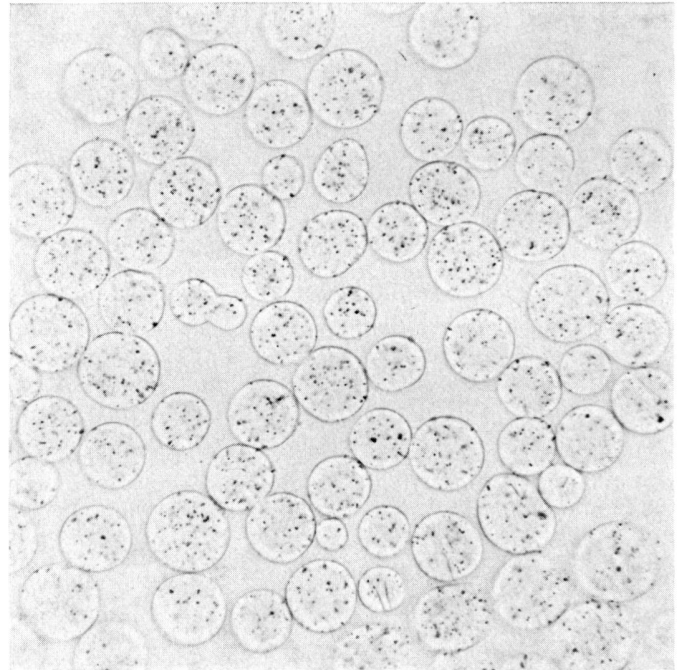


Abbildung 4

Mit den Abbildungen 3 und 4 sind Querschnitte von zwei im Handel erhältlichen PAC-Fasern gegenübergestellt (300:1). Hundeknochenform (Abbildung 3) und Kreisform (Abbildung 4) sind sofort zu erkennen.

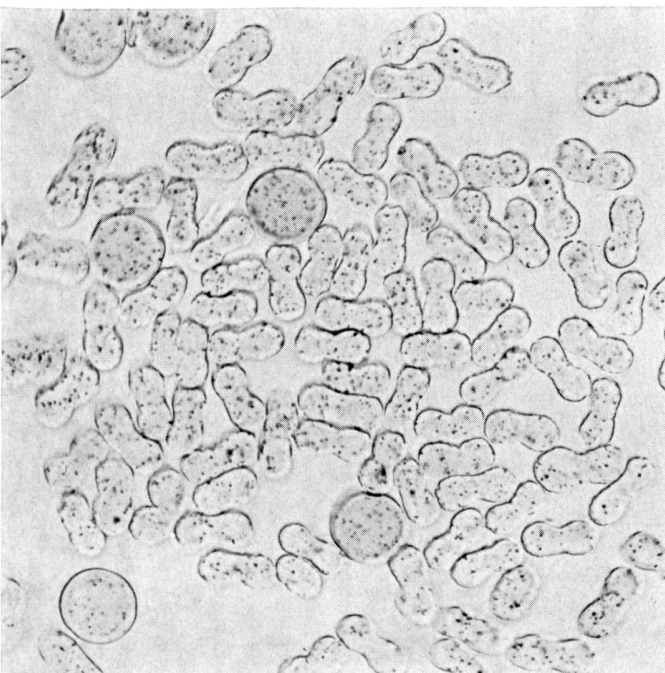


Abbildung 5

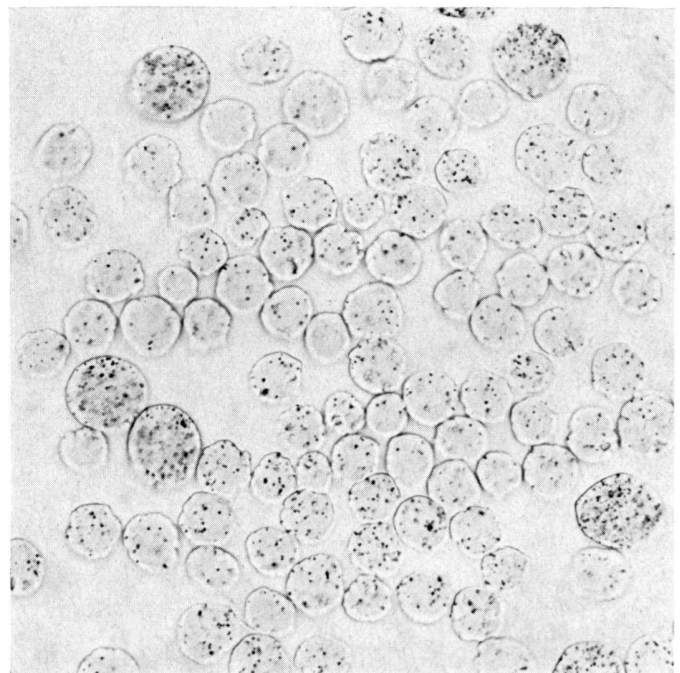


Abbildung 6

Abbildungen 5 und 6 sind Mikrofotografien, die im Zusammenhang mit einem Schadenfall hergestellt wurden. Herrensocken, aus einer Mischung PA/PAC hergestellt, fielen in unterschiedlichen Farbtönen an.

## Kettspritzer in Geweben aus Chemiefasern

Die Chemiefasern verhalten sich gegenüber mechanischer Energie wie die durch Hämmern verformbaren Metalle. Ein häufiger Fall mechanischer Schädigung tritt durch im Webfach springende Schützen ein. Das dazugehörige Schadenbild — eine breite, unregelmässige, diffuse Bande, die in einem gewissen Abstand parallel zur Webkante läuft — verführt zur falschen Annahme, dass der Schuss geschädigt sei. Es handelt sich aber in der Regel um Verletzungen der Kettfäden. Diese Art von Schädigung bezeichnet man als Kettspritzer.

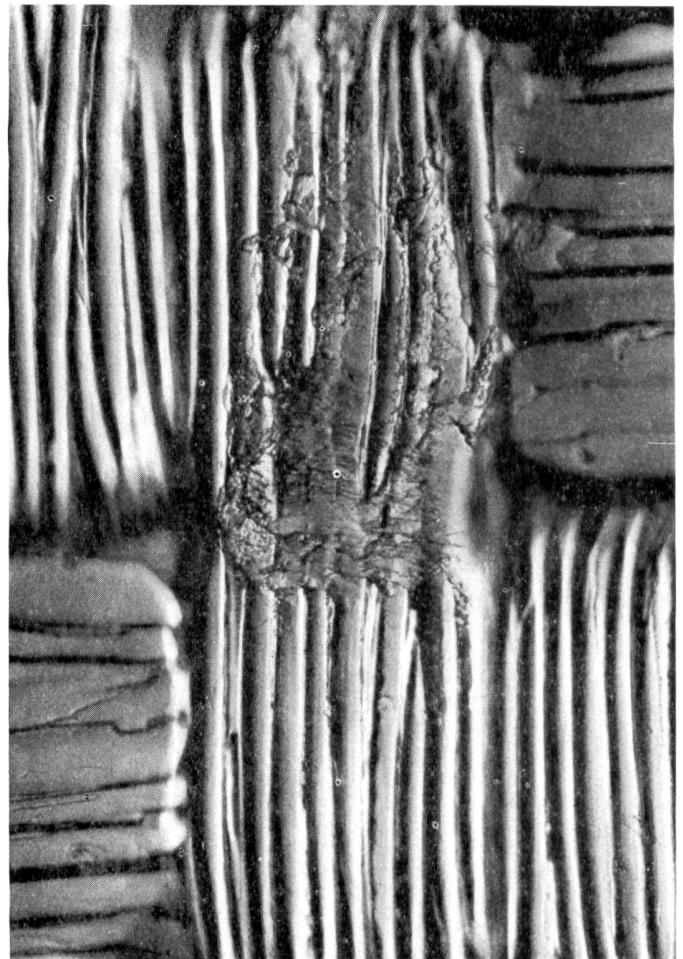
## Untersuchungsmethoden

Der Kettspritzer kann sowohl im Abdruck des Gewebes in Gelatine als auch an den Einzelfasern erkannt werden. Stets ist die Faser derart deformiert, dass sie nur noch schwer als solche zu erkennen ist. Der Nachweis, dass es sich um Fasermaterial handelt, gelingt in diesem Fall unter dem Polarisationsmikroskop, da die Fasersubstanz ihre Doppelbrechung durch Verletzungen und Deformationen nicht verliert.

Aufnahmen: Laboratorium für Textilmikroskopie der CIBA AG, Basel (Schweiz).

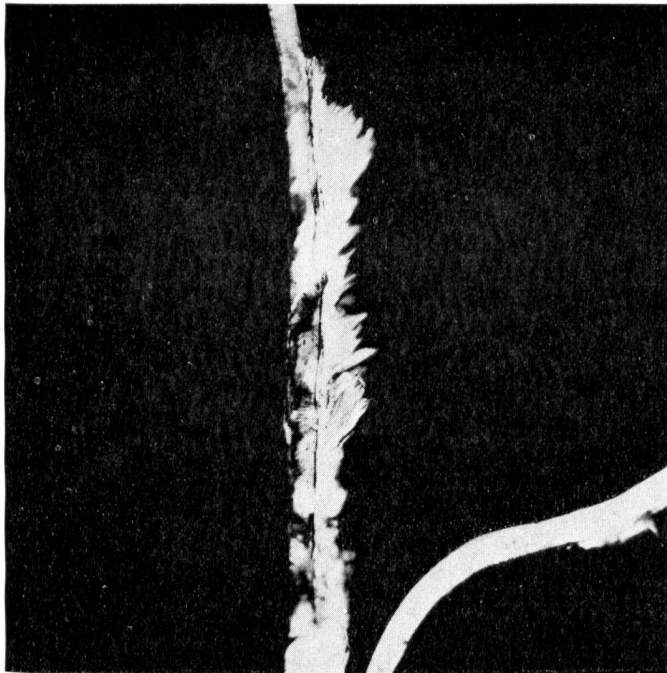


Geschädigtes Azetatgewebe (150:1); abgebildet sind 2 Bindeköpfe, die von den Kettfäden gebildet werden

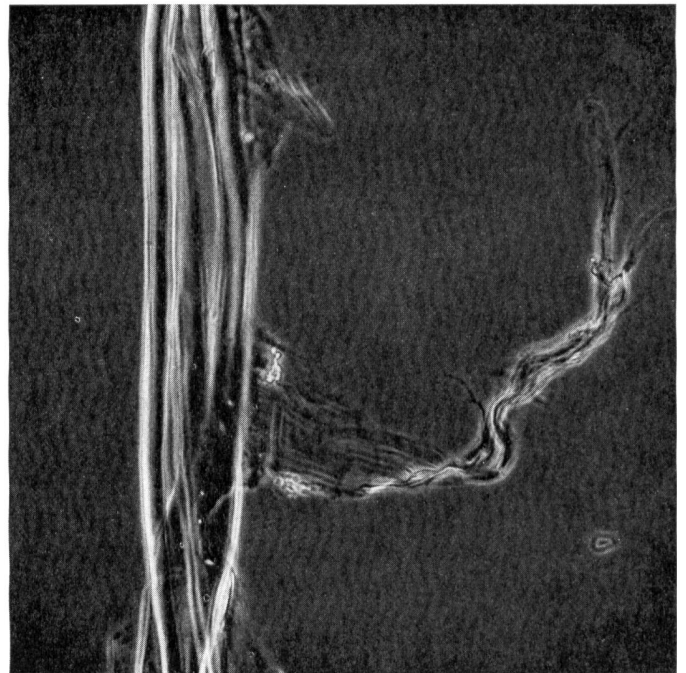


Polyamid-Futterstoff mit durch das Webschiffchen geschädigten Kettfäden (150:1)

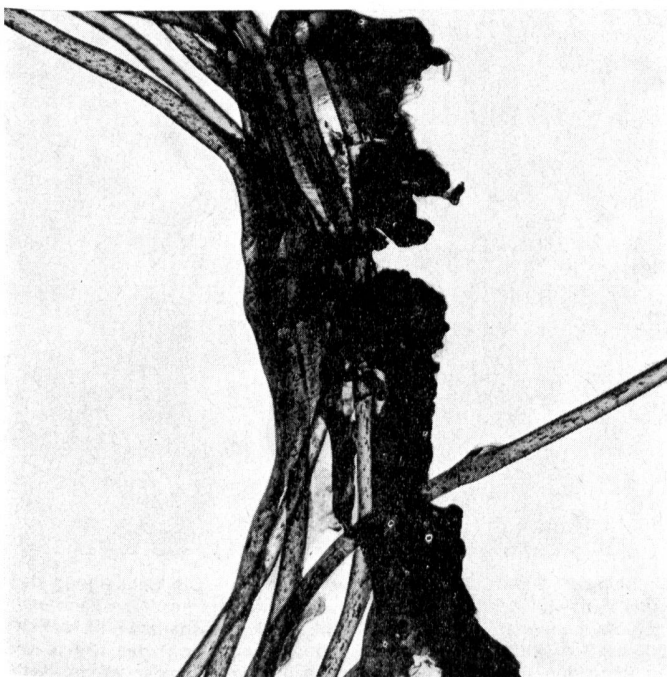




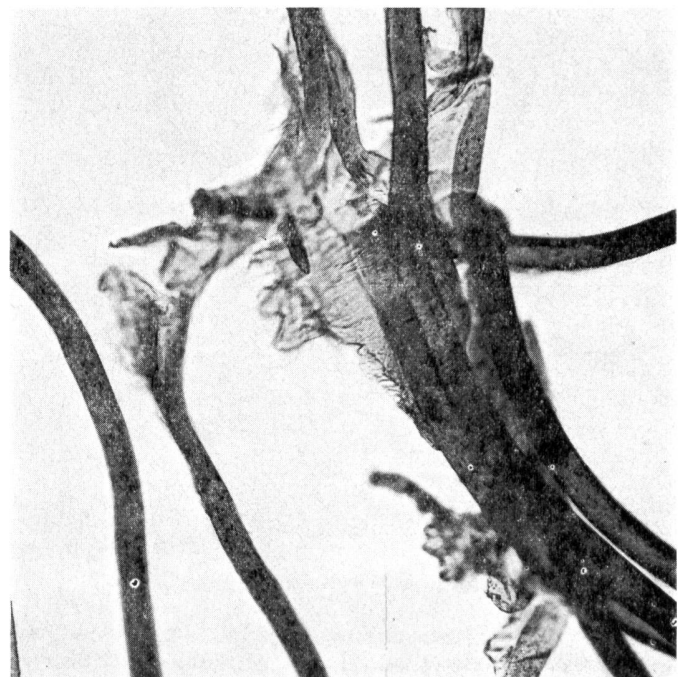
Polyesterfaser, abgebildet zwischen gekreuzten Polarisationsfiltern, einem Kettspritzer entnommen (200:1)



Polyacrylnitrilfaser mit einer für die mechanische Schädigung typischen Verletzung (Phako 250:1)



Polyestergarn aus Kettspritzern (200:1)



Polyestergarn aus Kettspritzern (200:1)

## Kettspanner

Kettstreifige Gewebe sind in einem Textilbetrieb eine nicht unbekanntere Erscheinung. In der Regel sind es Unterschiede in der Kettspannung, die zu solchen Streifen führen. Bei Textilien aus Viskosekunstseide kann in gewissen Fällen eine Schädigung des Kettgarnes durch die Ueberdehnung der Kette eintreten. Bei Synthefasern ist das Schadenbild vielfältiger. Neben Kettstreifen fallen durch die Spannungsunterschiede in der Kette die Gewebe poldrig an.

Die Kettgarne der Abbildungen 1 und 2 sind einem schwarzgefärbten Kunstseidenatlas-Gewebe entnommen worden. Der weite Bogen ist charakteristisch für die Art der Bindung in einem derartigen Textil (20:1).

Aufnahmen: Laboratorium für Textilmikroskopie der CIBA AG, Basel (Schweiz).

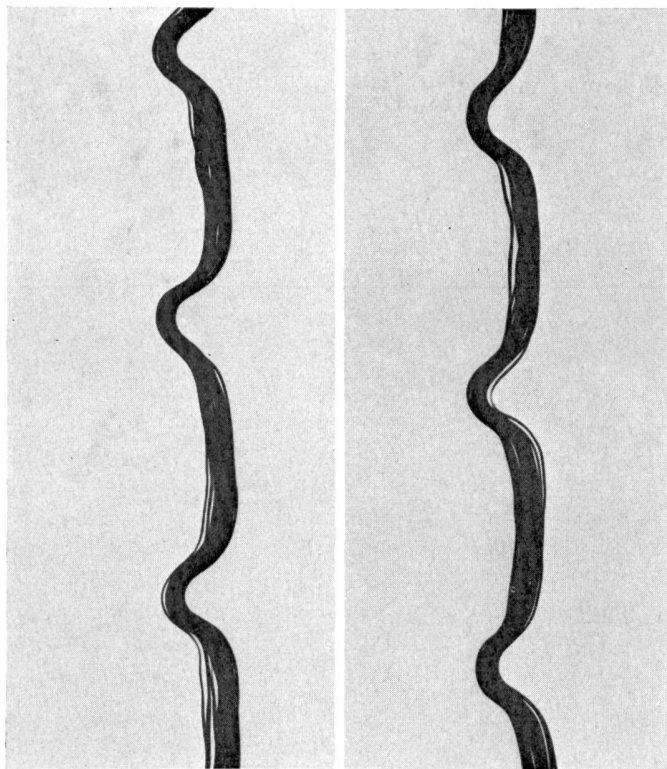


Abbildung 1 Garne aus einem nichtstreifigen Ausschnitt

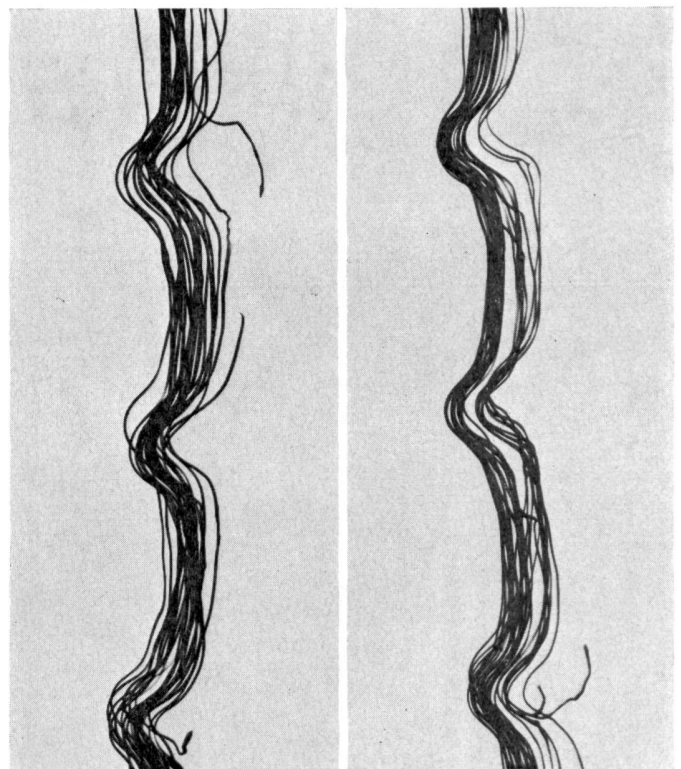
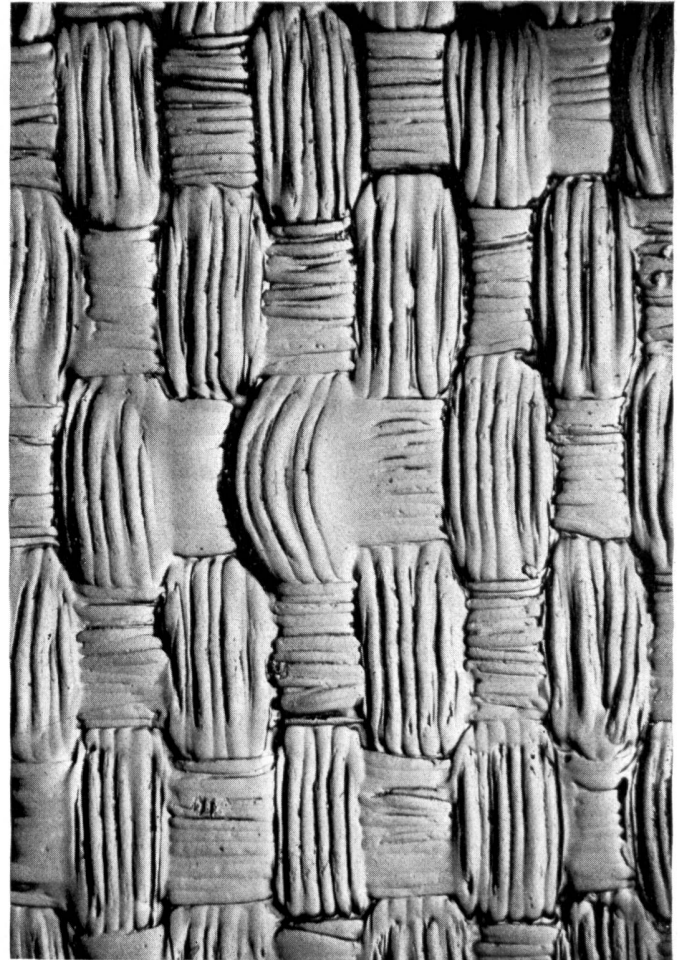
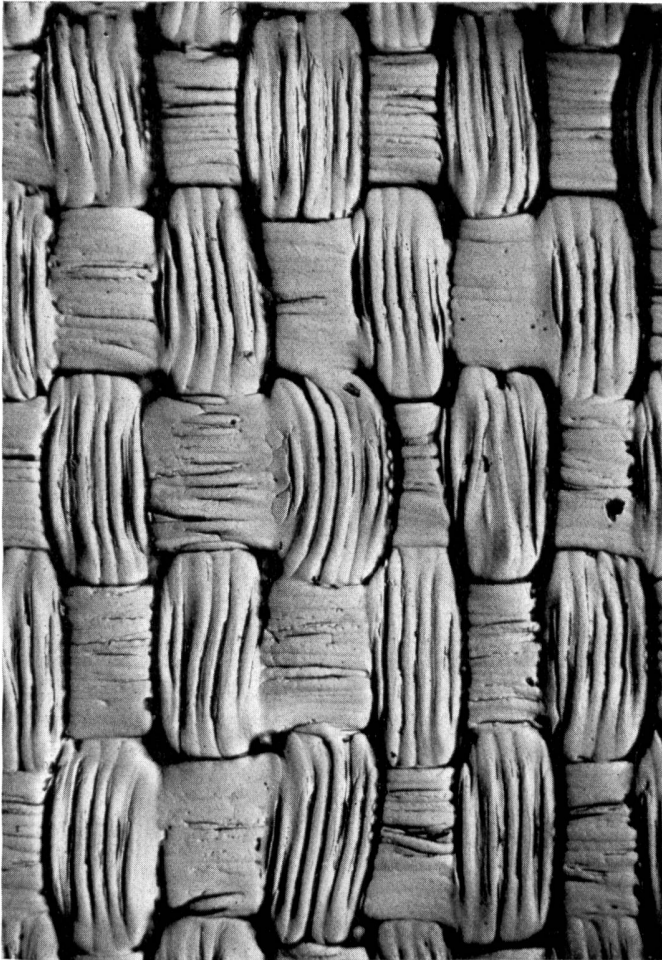
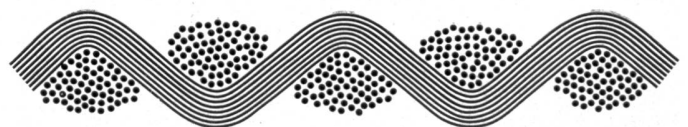


Abbildung 2 Garne, den Streifen entnommen. — Die Schädigung des Garns rührt von der Ueberdehnung des Kettfadens her. Man kann sich die Deformation so erklären, dass die stärker gespannten Fäden ein anderes Schrumpfverhalten zeigen als ein normaler Faden. Bei einer nachfolgenden Nass- und Trockenbehandlung, bei der diese Kettspannungsunterschiede durch mechanische Einwirkungen auszugleichen versucht werden, tritt dann die im Lupenbild gezeigte Schädigung ein



Abbildungen 3 und 4 Abdruck von 2 Falten in einem Gewebe aus PA-Endlosfäden (70:1). — Normalerweise haben Kettspannungsunterschiede Kettbanden oder Kettstreifen zur Folge. Je nach der Einstellung des Gewebes und dem Ausmass dieser Differenzen können aber auch Falten entstehen. In einer Falte finden nämlich die Spannungsunterschiede einen Ausgleich. Die Mikrofotografien zeigen, wie in den Falten einige Garne etwas weniger gespannt sind als ihre Nachbarfäden.

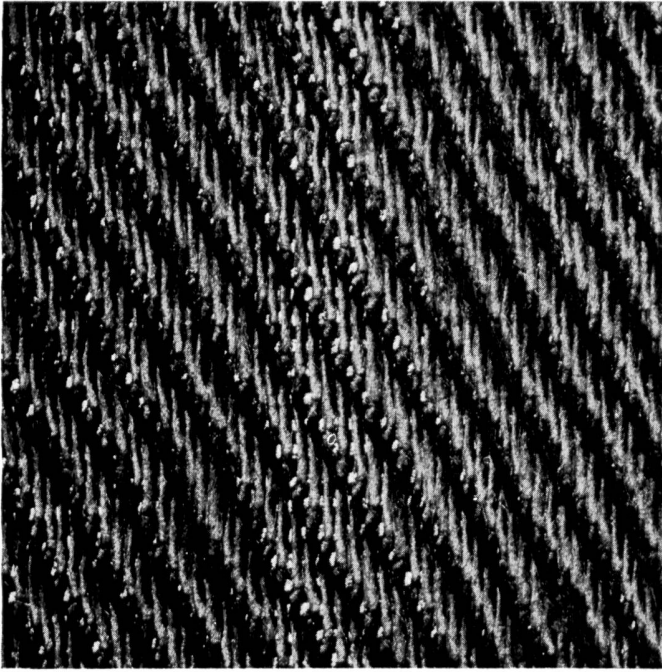
## Fehler in Geweben



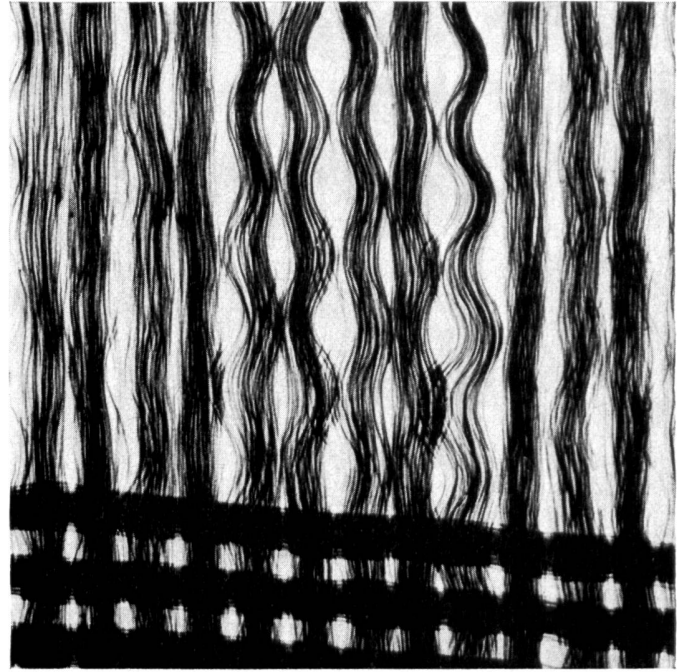
In dieser Mitteilung sind einige typische Fehler in Geweben zusammengestellt. Gemeint sind Fehler, die eine Veränderung der Gewebestruktur zur Folge haben. Störungen im Aufbau des Gewebes können sich nach dem Färben als Unegalität von der nichtgestörten Umgebung abheben. Die Folge sind Banden, Streifen oder Flek-

ken. Aber auch in der Appretur kann ein nicht richtig eingestelltes Gewebe die Ursache von Reklamationen sein: der Griff, die Elastizität der Ware fallen unter Umständen nicht entsprechend den Wünschen des Auftraggebers aus.

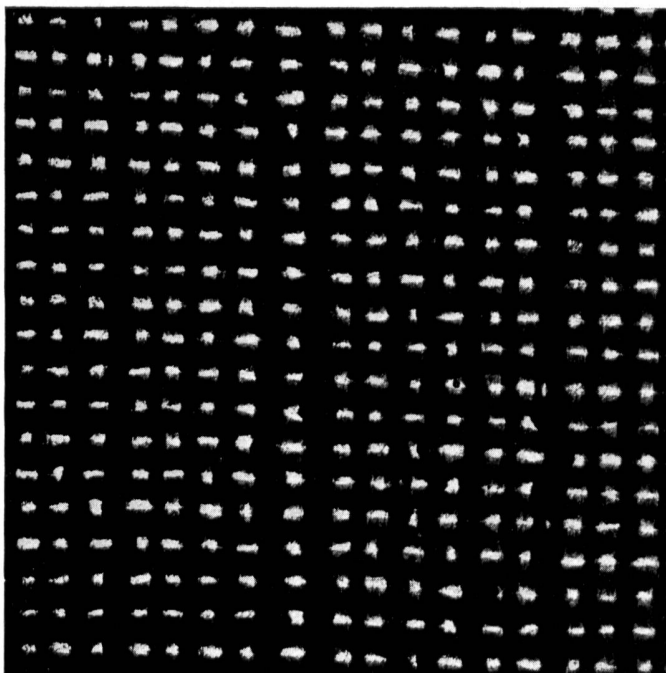




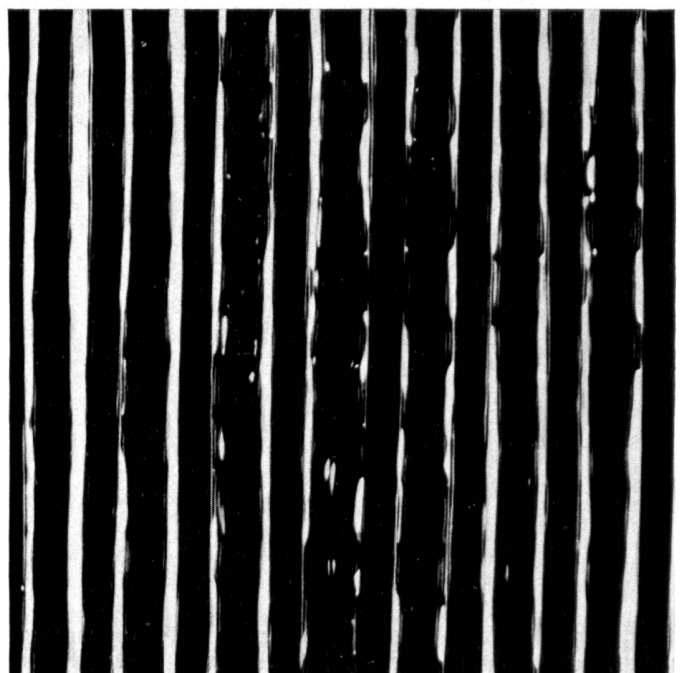
Bei dem im auf- und durchfallenden Licht fotografierten Baumwollgewebe fällt auf, dass der sich heller anfärbende Steifen aus dünnerem Garn gebildet wird (5:1)



Der streifige Warenausfall eines Gewebes aus Viskosekunstseide konnte in diesem Fall auf Kettspannungs-Unterschiede zurückgeführt werden (25:1)

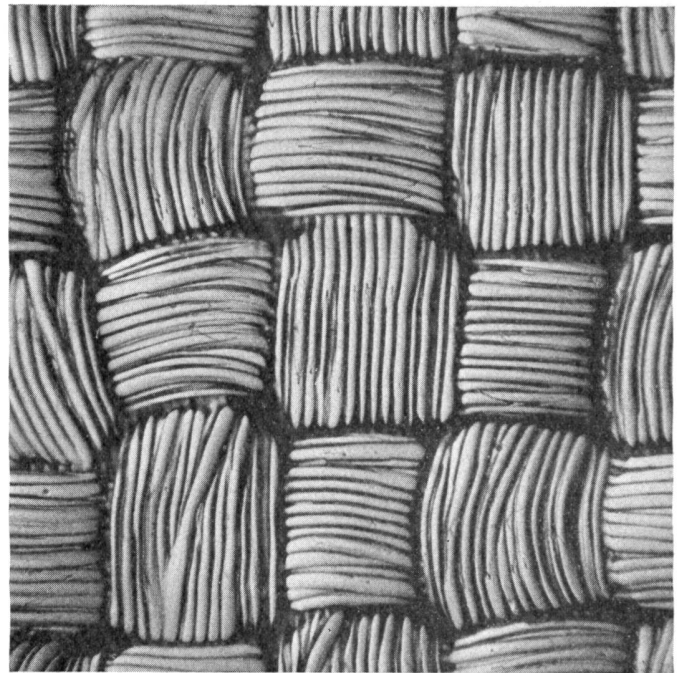
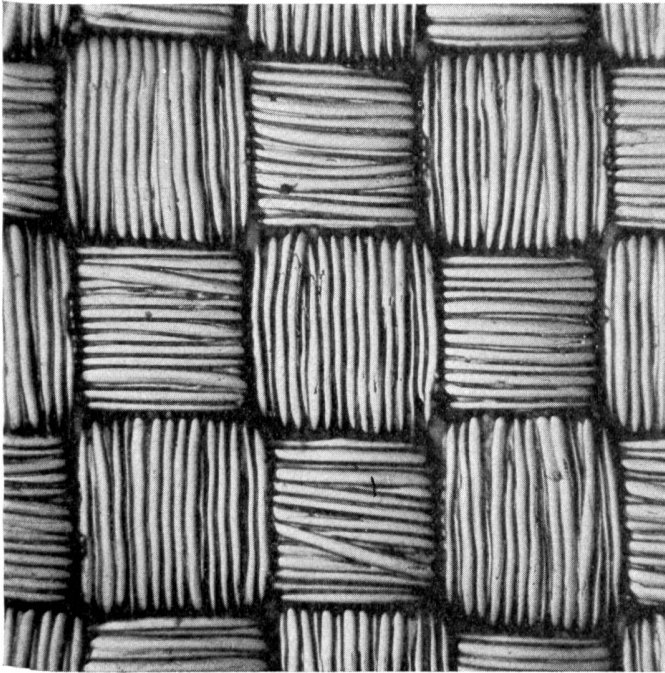


Bei diesem Zellwollgewebe waren Garnnummer-Schwankungen die Ursache eines unegal Farbausfalles (20:1)

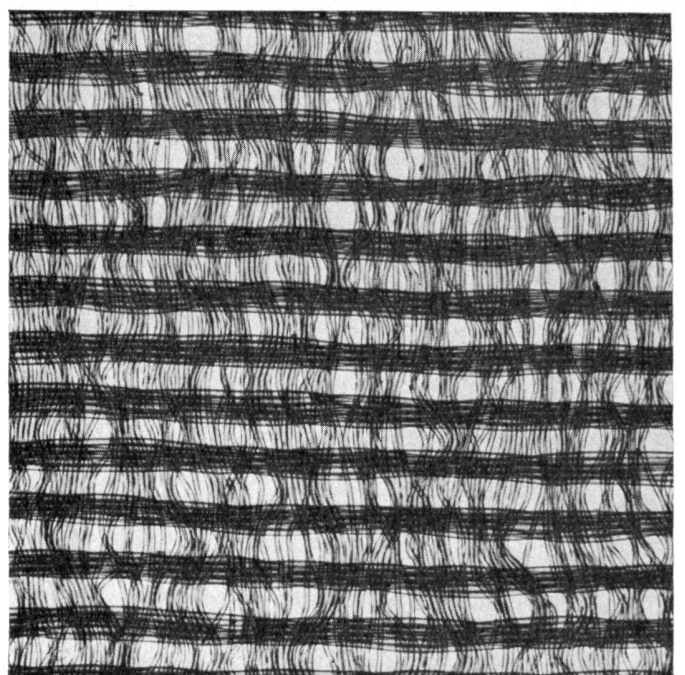
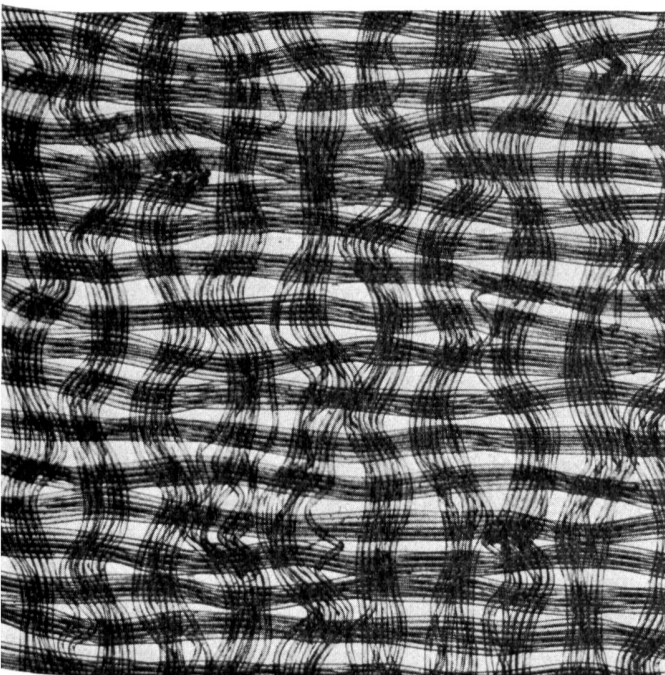


Die mit dieser Fotografie abgebildeten Kettfäden wurden einem streifigen Anorakgewebe entnommen. Die Einzelfasern der Kettfäden sind teilweise aufgespreizt, es wurde eine statische Aufladung vermutet (25:1).





Streifiger Ausfall eines PA-Gewebes. – Gegenübergestellt sind ein egalere Abschnitt (links) und ein streifiger Abschnitt (rechts). Die unterschiedliche Einarbeitung der Kettfäden tritt beim Vergleich augenfällig in Erscheinung (Abdruck 50:1).



Dieser Schadenfall machte dem Ausrüster zu schaffen. Es ging um elastische Gewebe aus texturierten PA-Fäden. Mit der linken Abbildung ist die elastische Vorlage dargestellt. Mit Hilfe der Fotografie konnte dann nachgewiesen werden, dass das nichtelastische Gewebe (rechts) eine ganz andere Zusammensetzung aufwies; die Kettfäden sind hier nicht texturiert (30:1).

## Fadenreiniger können gefährlich sein

Fadenführer, Fadenbremsen, Platinen, Fadenreiniger können für Chemiefasern dann gefährlich sein, wenn sie durch Korrosion oder Abnutzung aufgeraut worden sind.

Im hier besprochenen Fall war es der Fadenreiniger, der durch die Reibung erhitzt wurde und so die Polyacrylnitrilfasern zum Schmelzen brachte, wodurch der Faden riss.

Die thermische Schädigung lässt sich an der Blasenbildung in der Faser nachweisen.

Die mechanische Schädigung, die die Pyrolyse begleitet, ist an der Defibrillierung der Faser zu erkennen. Fasermaterial löst sich in Fetzen vom Faserstamm ab.

Die Abbildungen 1, 2 und 3 zeigen Querschnitte des bestandenen Garns aus PAC-Fasern (Phako 1000:1).

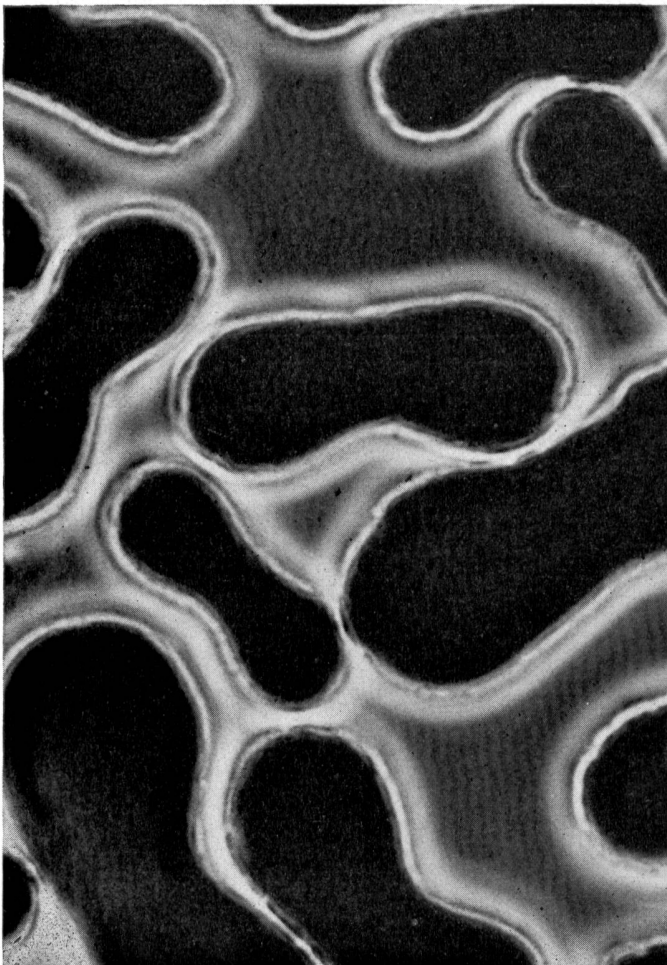


Abbildung 1 Querschnitt einer nicht geschädigten Stelle im Garn

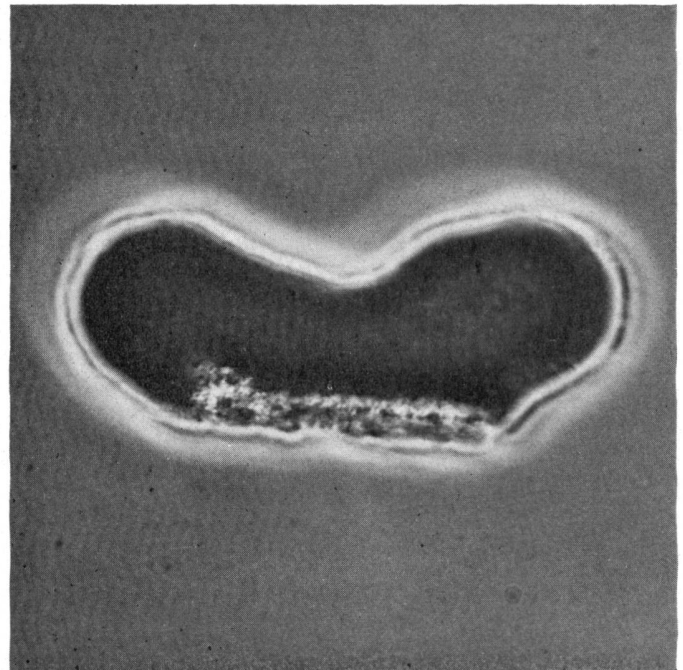


Abbildung 2

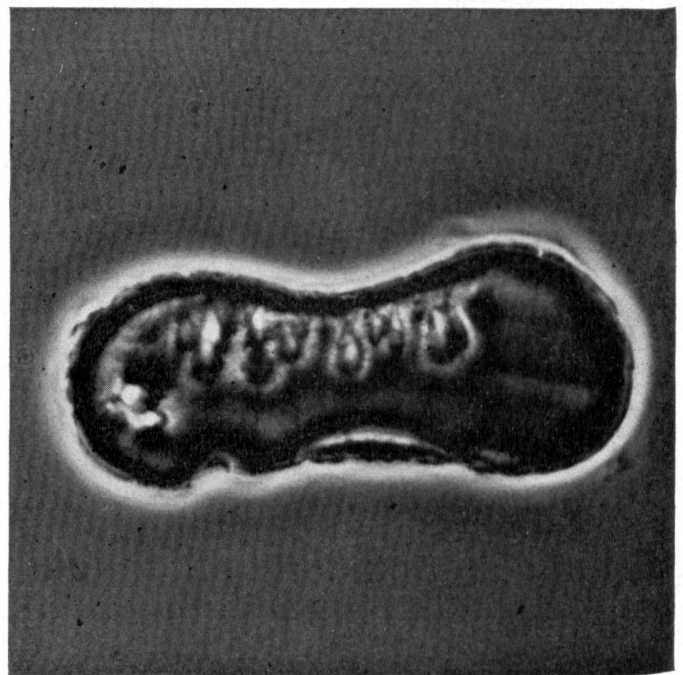


Abbildung 3

Abbildungen 2 und 3 Querschnitte geschädigter PAC-Fasern

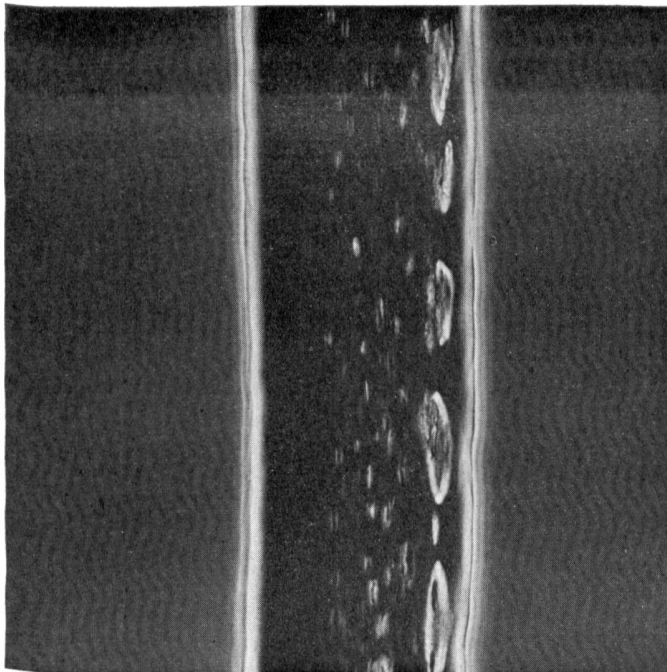


Abbildung 4

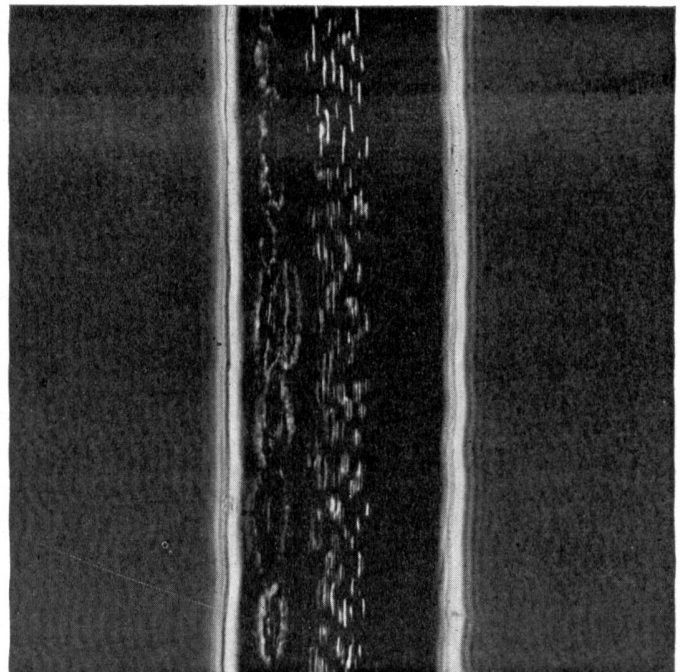


Abbildung 5

Abbildungen 4 und 5 Thermisch geschädigte Fasern (Phako 1000:1)

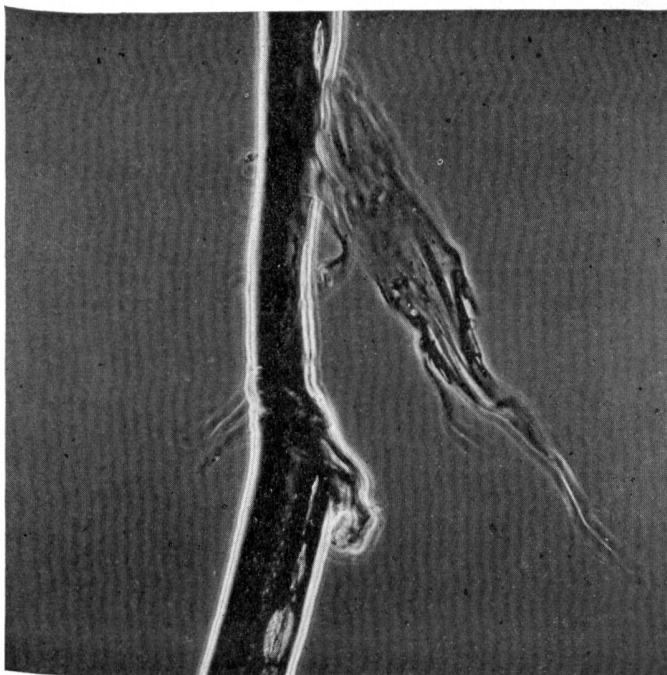


Abbildung 6

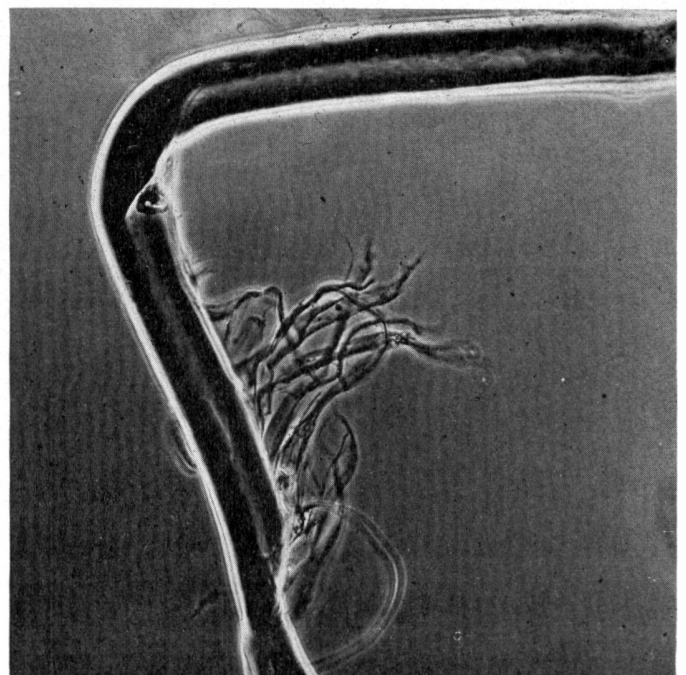


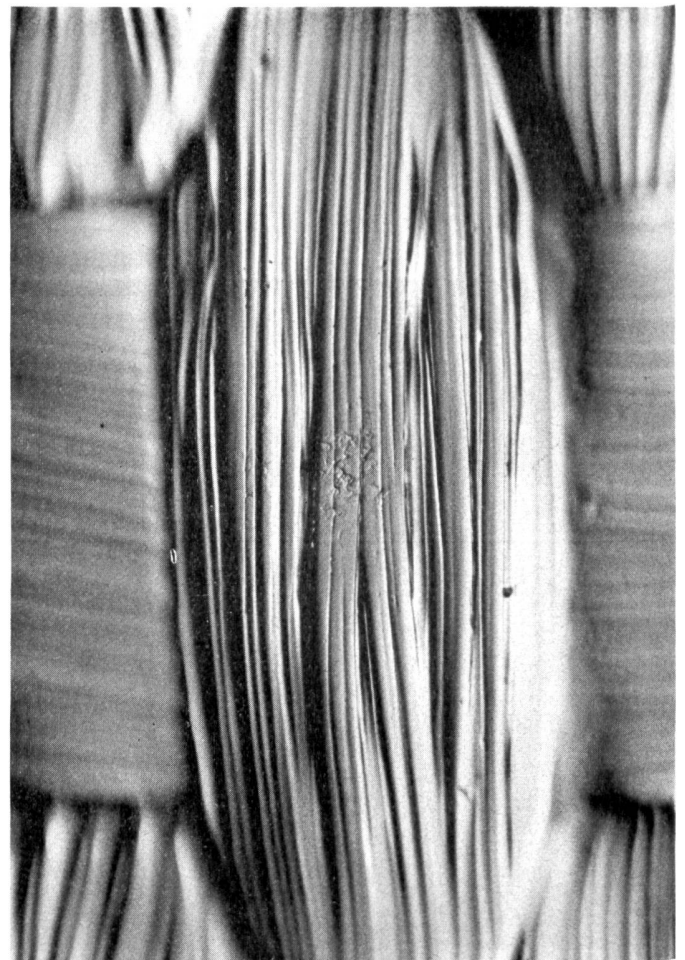
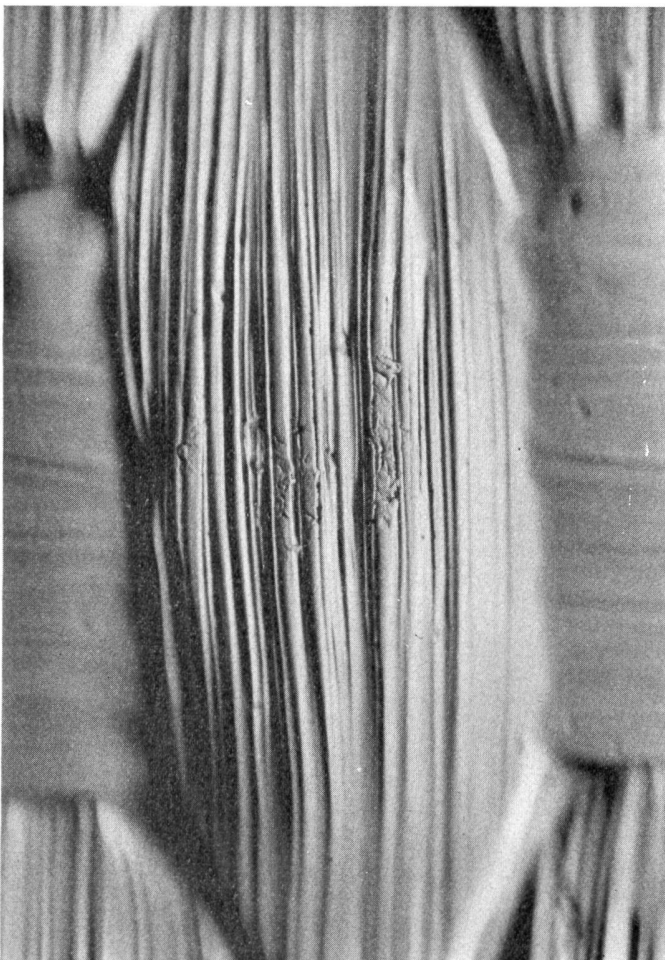
Abbildung 7

Abbildungen 6 und 7 Mechanisch geschädigte Fasern (Phako 500:1)



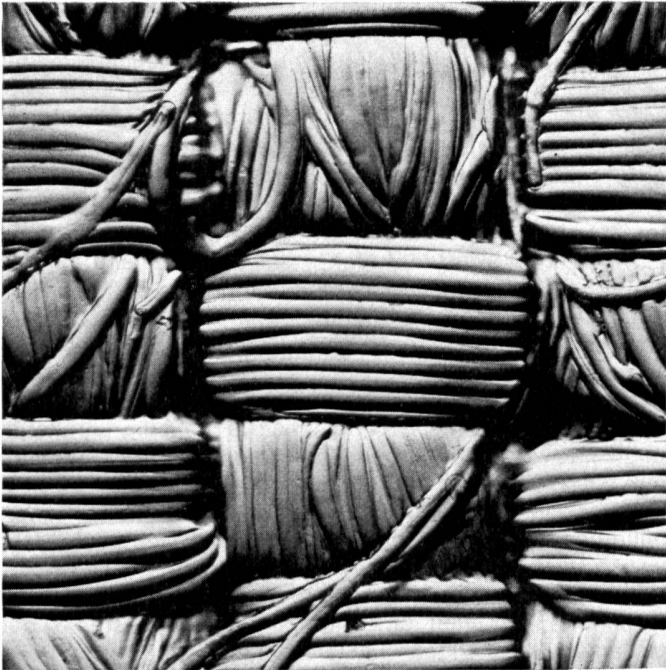
## Schädigungen am Schautisch durch das Meterzählwerk

Es gibt immer noch Schautische mit Meterzählwerken, die nicht nur die Länge messen, sondern zugleich auch die gemessene Gewebbahn beschädigen. Der Fehler, ein heller Streifen, der parallel, aber nicht fadengerade, längs der Webkante verläuft, kommt nur bei Geweben aus thermoplastischen Fasern vor. Hier kann die Rolle des Zählwerks, durch Friktion erwärmt, die Fasern leicht deformieren. Schäden solcher Art lassen sich am besten mit der Abdruckmethode nachweisen.



Abdrücke von Bindeköpfen eines Gewebes aus Sekundäracetat. Die Schädigung ist an der leichten Abplattung der Fasern zu erkennen (200:1).





Gewebe aus Polyamid-Stapelfasern, dessen Oberfläche in Gelatine abgedrückt wurde (100:1) .– Nichtgeschädigte Stellen.



Gewebe aus Polyamid-Stapelfasern, dessen Oberfläche in Gelatine abgedrückt wurde (100:1). – Bindeköpfe aus dem Streifen, der durch die Markierung des Meterzählwerkes entstand. Auch hier ist die Schädigung durch die Deformation der Fasern zu erkennen.

## Spezielle Präparationsmethoden der Licht- und Elektronenmikroskopie und ihre Anwendung in der Textilforschung

### Einleitung

Im Textillaboratorium spielt neben der reinen Fasermikroskopie und der mikroskopischen Untersuchung von textilen Fertigprodukten die Oberfläche der während des technologischen und chemischen Herstellungs- und Verarbeitungsprozesses mit dem Textil in Berührung kommenden Werkstoffe eine immer stärkere Rolle. Es treten Fragen der Korrosion, des Verschleisses, der Haftung und Gleitfähigkeit oder Probleme im Zusammenhang mit ausrüstungsbedingten Oberflächenveränderungen auf, deren Lösung unmittelbar zur Qualitätsverbesserung und Beseitigung von Produktionsstörungen etc. beiträgt. Es hat sich herausgestellt, dass bei der Bearbeitung der erwähnten Probleme eine möglichst hohe Bildauflösung von grosser Wichtigkeit ist, und dies erschwert die mikroskopische Untersuchung ungemein, zumal die zu untersuchenden Objekte oft gross dimensioniert sind und durch eine Probenentnahme nicht zerstört werden dürfen. Es war deshalb wichtig, Präparationsverfahren auszuarbeiten und zu verfeinern, welche diesen Anforderungen entsprachen. Hierzu gehören u. a. die Abdruckmethoden, welche besonders in Verbindung mit der modernen Raster-Elektronenmikroskopie der angewandten Forschung neue Wege erschliessen. Die Raster-Elektronenmikroskopie ist dafür geeignet, bei der Entwicklung neuer Verfahren vergleichende Untersuchungen am Objekt und Abdruck vorzunehmen, um so eine Sicherheit in der Frage der Darstellungstreue oder Masshaltigkeit zu schaffen. Die Anforderungen, welche an eine Abdruckmethode gestellt werden, sind oft vom Objekt und Problem her diktiert, andererseits werden gerade durch das Objekt die Möglichkeiten oft eingeschränkt, und es muss eine Kompromisslösung gefunden werden. Von der konventionellen Transmissions-Elektronenmikroskopie her wissen wir beispielsweise aus Erfahrung, dass Platin/Kohle-Replicas von aus der Schmelze hergestellten Polystyrol-Abdrücken Struktureinzelheiten unterhalb 100 Å noch erkennen lassen.

Solche Polystyrol-Abdrücke wären also für die Raster-Elektronenmikroskopie, deren Auflösungsvermögen bei rund 200 Å liegt, bestens geeignet. Einer der Nachteile dieser Methode ist die hohe Temperatur von 110 °C bis 150 °C, welche notwendig ist, um das Polystyrol genügend zu erweichen. Ein anderer Nachteil besteht in der Sprödigkeit des Polystyrols nach dem Erkalten, welche bei rauher und besonders bei porösen Oberflächen — während der mechanischen Trennung des Polystyrols vom Objekt — zu Riss- und Artefaktbildungen führen kann. Diese Bemerkungen gelten für alle thermoplastischen Materialien.

### Methoden

Polystyrol-Abdrücke mit galvanoplastischer Verstärkung der aufgedampften Metallschicht

Handelt es sich bei dem zu untersuchenden Objekt um eine glatte, geschlossene Oberfläche ohne Poren, kann die Methode der galvanoplastischen Verstärkung bedampfter Polystyrol-Abdrücke angewandt werden (Abbildung 2/II). Das Polystyrol wird entweder in gelöstem Zustand auf das Objekt aufgetragen und nach dem Eintrocknen als Film abgezogen oder in Form einer Platte oder Folie bei mechanischer Belastung unter gleichzeitiger Einwirkung einer Temperatur von 110 °C bis 150 °C (je nach Polystyrolart) auf das Objekt aufgepresst. In beiden Fällen erhält man ein Negativ aus Polystyrol, welches im Vakuum mit Metall bedampft wird. Die dünne Metallschicht kann nachträglich nun galvanisch verstärkt werden mit Kupfer beispielsweise, so dass sie nach Auflösung des Polystyrols leicht manipulierbar ist und auf den Objektträger des Raster-Elektronenmikroskopes montiert werden kann. Abbildung 1 zeigt einen Vergleich zwischen dem mit Gold/Palladium bedampften Original eines Mikro-Schaltkreises und der galvanisch verstärkten Gold/Palladium-Replica vom Polystyrol-Abdruck der gleichen Stelle des Objektes. Man bemerkt, dass die Einzelheiten der Strukturen zum Teil in der Replica besser sichtbar werden als in dem metallbedampften Original. Das ist erklärlich, wenn wir bedenken, dass wir auf dem Original die Oberseite der ca. 1000 Å starken Bedampfungsschicht betrachten, während wir auf der galvanoplastisch verstärkten Metallreplica die Unterseite jener Bedampfungsschicht vor uns liegen haben, welche mit dem aufgelösten Polystyrol-Abdruck in direktem Kontakt stand.

### Abdrücke mit Elastomer-Abformmassen

Es wurde bereits eingangs erwähnt, dass Polystyrol-Abdrücke auf Grund gewisser Nachteile bei vielen Objekten nicht angewendet werden können. Sogenannte Feinabdruckmassen aus Elastomerharzen, wie sie in der Dentaltechnik verwendet werden, haben demgegenüber gewisse Vorteile, die sie trotz ihrer weitaus ungünstigeren Abbildungstreue in der rasterelektronenmikroskopischen Präparationstechnik nahezu unentbehrlich machen (Abbildung 2/I). Ihre hochelastischen Eigenschaften gestatten es, Abdrücke von Mikro-Kavitäten herzustellen, ohne dass dabei Beschädigungen an der Negativ-Abformung bei der Trennung vom Original auftreten. Sie eignen sich deshalb besonders bei Objekten mit poröser Oberfläche und insbesondere da, wo weder Druck noch hohe Temperaturen zulässig sind. Auch bei Objekten, die organischen Lösungsmitteln gegenüber empfindlich sind, bleibt nur dieser Ausweg übrig. Lediglich bei der Abformung durchlässiger, voluminöser Objekte, wie es die meisten Textilien sind, entstehen Schwierigkeiten wegen der Durchdringung durch die Abdruckmasse und die Auffüllung sämtlicher Kapillarräume. Die für dentale Zwecke im Handel erhältlichen Silikonabdruckmassen sind nicht toxisch und können ohne Schaden bei biologischen Objekten und lebenden Organismen zur Herstellung von Abdrücken eingesetzt werden.

Es ist beispielsweise möglich, sowohl bei Wachstumsvorgängen, Krankheitserscheinungen und -veränderungen an biologischen Objekten und dermatologischen Untersuchungen als auch bei technisch-chemischen Veredlungsverfahren (siehe Abbildung 5 a+b) Veränderungen an genau definierten und markierten Stellen nach verschiedenen Zeiträumen bzw. Arbeitsphasen über den Weg des Abdruckes zu vergleichen. Für die licht- und rasterelektronenmikroskopische Untersuchung ist es unerlässlich, vom elastischen Abdruck eine Replica herzustellen. Man erhält damit praktisch eine genaue Kopie des zu untersuchenden Objektes. Für die Replica eignen sich beispielsweise Uhu-hart® und ähnliche, klar aushärtende Substanzen oder in Toluol gelöstes Polystyrol. Die Stärke des Auftrages richtet sich nach dem Relief der Struktur des Objektes und dem vorgesehenen Untersuchungsgang. Für die lichtmikroskopische Darstellung muss der Replica-Film wegen der geringen Tiefenschärfe klar und dünn sein, Objekte mit grossen Höhendifferenzen eignen sich also nicht, es sei denn, man beobachtet nur kleine Abschnitte.

Die Replica werden im zentrischen Durchlicht oder im Schräglicht untersucht, wobei man in letzterem Fall eine

sehr gute Plastizität in der Darstellung erreicht. Für raster-elektronenmikroskopische Untersuchungen dagegen kann die Replica stärker sein. Es empfiehlt sich, stark zerklüftete Objekte durch schichtweises Auftragen des Polystyrols auf den Elastomerabdruck abzuformen, da die Trocknungskinetik andernfalls Schrumpfungen und Risse verursachen kann. Nach einer Kohle- und (oder) Metallbedampfung kann die Replica im Rasterelektronenmikroskop, aber auch zu Uebersichtszwecken im Auflichtmikroskop untersucht werden.

Eine weitere interessante Möglichkeit ist bei Anwendung der Elastomer/Polystyrol-Abdrücke in der Querschnittsanfertigung der Elastomermassen gegeben. Es lassen sich mittels eines Skalpells oder einer Rasierklinge sehr einfach dünne Scheibchen in der Art der Mikrotomschnitte an wichtigen Stellen ausschneiden. Die Untersuchungen dieser Schnitte im Lichtmikroskop erlauben Tiefen- und Rauigkeitsmessungen des Profils (siehe Abbildung 5 e).

Ebenfalls nach dieser Methode kann man Querschnittsvermessungen an Objekten durchführen, ohne diese zu

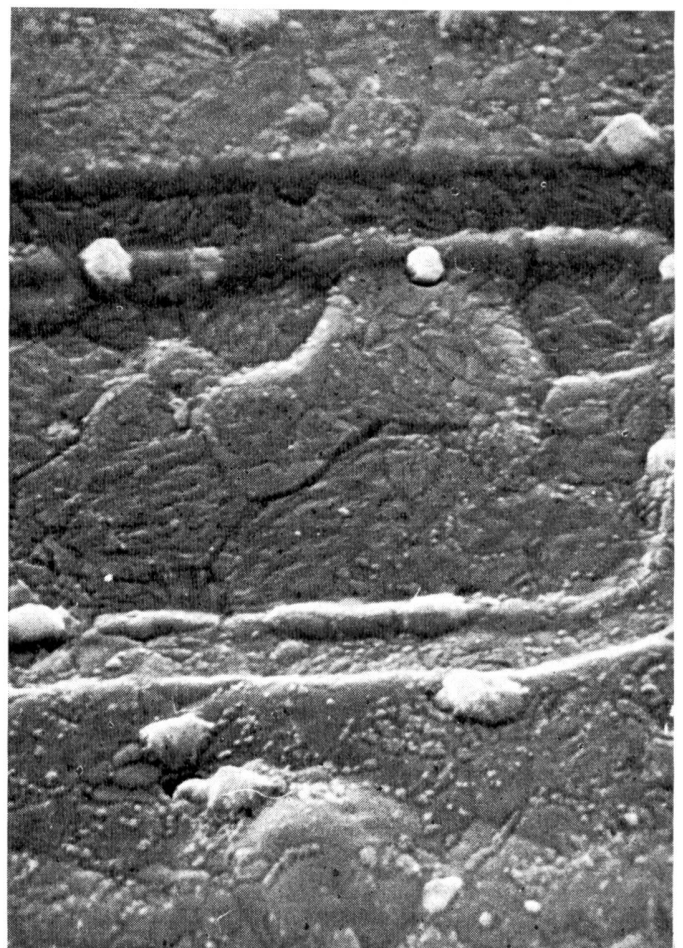
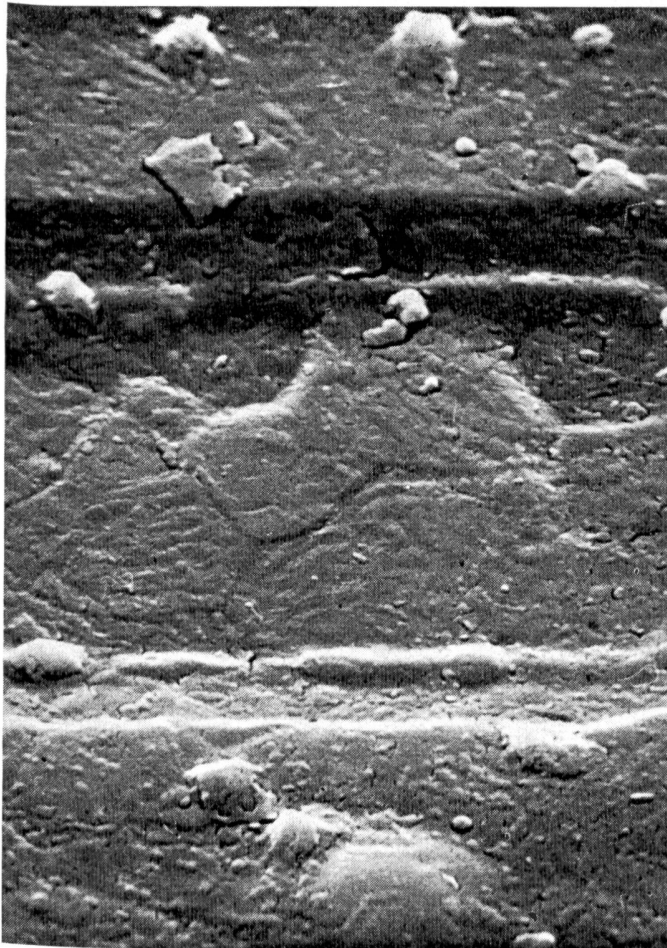


Abbildung 1 Gegenüberstellung des Originals (links) eines Mikro-Schaltkreises (metallbedampft) und der galvanoplastisch verstärkten Gold/Palladium-Replica vom Polystyrolabdruck der gleichen Objektstelle (rechts) (REM-Aufnahme 4000:1).



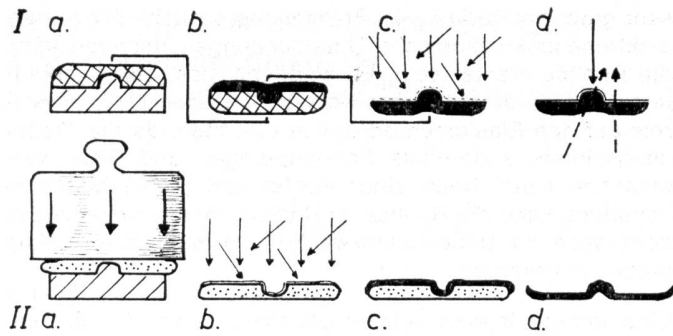


Abbildung 2 Schematische Darstellung der beschriebenen Abdruckmethoden

I. Abdrücke mit Elastomerharzen:

- a) Das Objekt wird mit Silikonkautschukmasse bedeckt
- b) Die Silikonkautschukmasse wird mit Polystyrol ausgegossen
- c) Metallbedampfung des Polystyrolfilmes
- d) Untersuchungsmöglichkeiten des bedampften Polystyrolabdruckes: REM und Auflichtmikroskop; am unbedampften Polystyrolabdruck: lichtmikroskopisch im zentrischen und schrägen Durchlicht.

II. Polystyrol-Abdrücke mit galvanoplastischer Verstärkung der aufgedampften Metallschicht:

- a) Eine Polystyrolfolie wird unter Druck und Wärmeeinwirkung auf das Objekt aufgepresst
- b) Nach Entfernen des Polystyrolabdruckes erfolgt eine allseitige Metallbedampfung
- c) Galvanoplastische Auftragung von Kupfer
- d) Ablösen des Polystyrols in Toluol o. ä. und Untersuchung im Auflichtmikroskop oder Rasterelektronenmikroskop.

zerstören. Die Abdruckmasse ist derart elastisch, dass das Objekt trotz eventuell vorhandener Dicken- oder Formenunterschiede ohne Beschädigung der Negativform herausgezogen werden kann. Die Methode wurde u. a. angewendet bei der Darstellung des Querschnittsverlaufes einer Nähnaedel. Der rasche Uebergang von der Spitze zu verstärkter Oesenzzone, Nadelhals und Nadelschaft ist bei hohen Nähgeschwindigkeiten für die Ausdehnung des Stichloches und somit Sprengschäden an Textilien (vorzugsweise Maschenwaren) von Bedeutung. Die Naedel kann trotz vollständiger Einbettung in Elastomerharz entfernt werden, wobei der Steg, welcher sich in der Oese gebildet hat, zwar zerreisst, aber nachher in die ursprüngliche Lage zurückspringt. Aus der Negativform werden an interessanten Stellen Querschnitte entnommen und den jeweiligen Höhen der Nadel-silhouette zugeordnet (siehe Abbildung 3).

**Anwendungsbeispiele für die Abdruckmethoden in der Textilindustrie**

In der Mehrzahl der Problemstellung kann, bzw. muss die unter «Abdrücke mit Elastomer-Abformmassen» beschriebene Methode der Elastomerabformmassen in Verbindung mit Polystyrolrepliken angewendet werden. Es handelt sich hierbei entweder um schwer zugängliche oder grossdimensionierte Objekte, welche ausserdem Porositäten, Kavitäten und Ueberhänge etc. aufweisen. Ein Beispiel ist die Untersuchung der Unebenheiten der Nadellauffläche, die als Ursache für die unterschiedlichen Nadelkopfstellungen im Nadelzylinder der Strickmaschine vermutet werden.

Die Forschungsarbeiten auf diesem Gebiet wurden ausgelöst durch Längsstreifenbildung in Damenstrümpfen (3). Es ist praktisch nicht möglich, mittels eines Auflicht- oder Stereomikroskopes die vertieft liegende Lauffläche der Gleitnute der Stricknaedel zu betrachten und zu vermessen. Die Lösung des Problems erfolgte durch Anwendung der Abdruckmethode. In die Nuten wird Elastomer-Abdruckmasse eingegossen. Das Negativ der Nadellauffläche befindet sich nach dem Herausziehen der Elastomer-masse dann auf den Höhen der Stege (Negativ der Nuten). Zunächst kann man nun senkrecht zur Nutrichtung einen Schnitt durchführen und nach fotografischer Umkehrung das Profil der Nut darstellen (siehe Abbildung 4 a). Es ist deutlich zu sehen, dass die Lauffläche an den Seiten Grate und in der Mitte Aufwölbungen zeigt. Diese Aufwölbungen müssen negative Auswirkungen auf die Nadelkopflage haben und verantwortlich sein für gemessene Reibkraftunterschiede. Die tatsächliche Beschaffenheit der Laufflächen ist in Abbildung 4 b dargestellt. Das Negativ der Nadellauffläche wurde mit einem dünnen Uhu hart®-Film über-

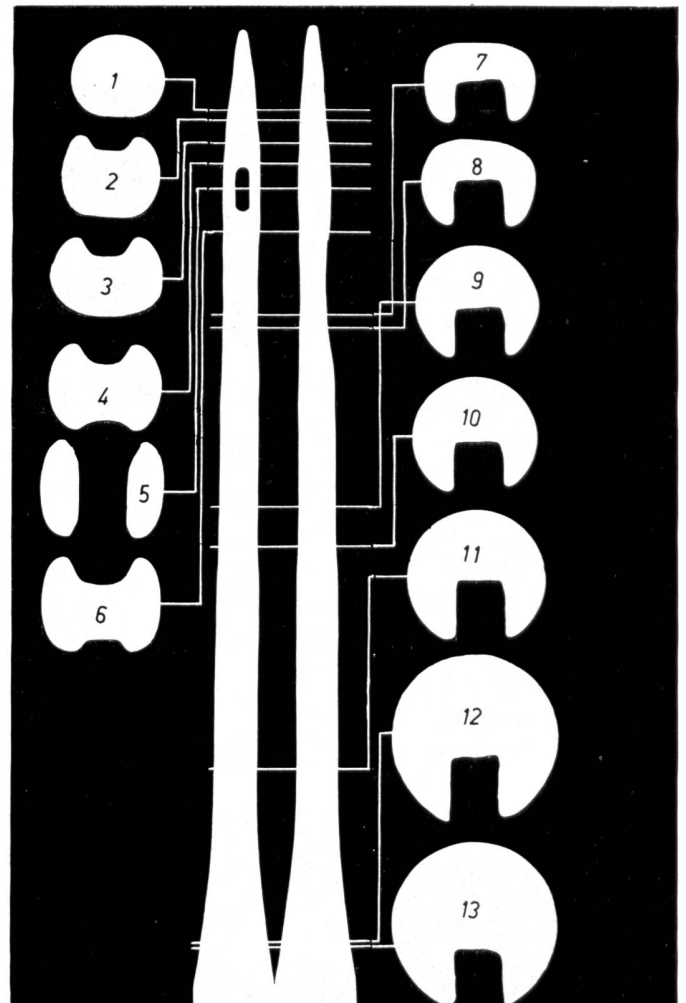


Abbildung 3 Darstellung des Verlaufes des Nähnaedelquerschnittes - Die Entnahmestellen sind bezeichnet an der in Front- und Seitenansicht gezeigten Naedel.



zogen und im Schräglicht dargestellt. Die seitlichen Unschärfen ergeben sich aus der Abbildung der seitlich hochstehenden Nutwänden.

Auch im Zusammenhang mit Forschungsarbeiten über Vorgänge bei der Farbpastenübergabe aus der Gravur auf das textile Substrat im Rouleaux-Druck bewährte sich die Elastomerabdruckmethode. Die Beschaffenheit der Druckwalzen spielt beim Druckvorgang eine grosse Rolle, wobei Direktuntersuchungen im Raster-Elektronenmikroskop nicht ohne Zerstörung der Walzen und im Lichtmikroskop nur unter erschwerten Umständen möglich sind.

Mittels der Abdruckmethode ist es möglich, die Güte der Gravur (Tiefe, Aetzgrund, Form der Stege, Tischhöhe etc.) zu kontrollieren, praktisch im laufenden Betrieb ohne Produktionsstörung oder bei der Herstellung der Walzen. Die Elastomer-Abformmasse muss sorgfältig in die Vertiefungen der Gravur eingerakelt werden, damit Luftblasenbildung vermieden wird. Dasselbe gilt für das Ausgiessen der Elastomer-Matrix mit Polystyrol. Abbildung 5 a+b zeigt eine Gegenüberstellung der gleichen Stelle einer Foto-gravur vor und nach dem Verchromen der Walze. Deutlich ist ein Auftrag des Chroms, verbunden mit der Schliessung der Riefen und eine Abrundung der Ränder zu verzeichnen. Auch Abbildung 5 c+d enthält wertvolle Informationen bezüglich Oberflächenbeschaffenheit in den Tiefen der Hachuren und eines einseitigen Ueberhanges, welcher auf eine Vorzugslaufrichtung beim Aetzen bzw. Verchromen hindeutet (1).

Die Anwendungsmöglichkeiten der Elastomerabdruckmassen sind recht vielseitig und erlauben vielerlei Abwandlungen. In dem Zusammenhang sei eine Methode beschrieben, die Verhältnisse in praktisch unzugänglichen, unter hohen mechanischen Drücken stehenden Objekten darzustellen. Beispielsweise ist es bei den heute üblichen Verzügen in den Streckwerken der Spinnmaschinen, der Flyer, der Strecken etc. zur Notwendigkeit geworden, die Anpressdrücke zu steigern. Es sind daraufhin in letzter Zeit immer mehr Fälle bekannt geworden, wo Fasermaterial in der Klemmlinie zwischen Riffelzylinder und Gummwalzenbezug deformiert und geschwächt wird. Auch hier kann mittels kombinierter Anwendung von Elastomer-massen und Kunstharzen Einblick in die wahren Verhältnisse gewonnen werden. Die Methode sei nachfolgend kurz beschrieben. Auf die Berührungsfläche des Riffelzylinders mit dem Druckroller wird Elastomerabdruckmasse aufgetragen und der Druckroller belastet. Nach sehr kurzer Zeit kann der Druckroller abgehoben werden, und die Riffelwalze plus Abdruckmasse zeigt die Anlagefläche des Gummibezuges bzw. die Einpresstiefe in die Rillen des Riffelzylinders.

Die Fläche wird mit Epoxyd-, Polyester- oder ähnlichen Harzen ausgegossen (siehe Abbildung 6 a, C) und dieser Abdruck nach dem Abziehen zur besseren Kontrastierung in angefärbtes Kunstharz eingebettet. Zur mikroskopischen Darstellung des Querschnittes wird von dem nun eingebetteten Abdruck ein Dünnschliff senkrecht zur Richtung der Rillen des Riffelzylinders hergestellt (Abbildung 6 b). Dies geschieht am besten mit Hilfe der Frästechnik (2),

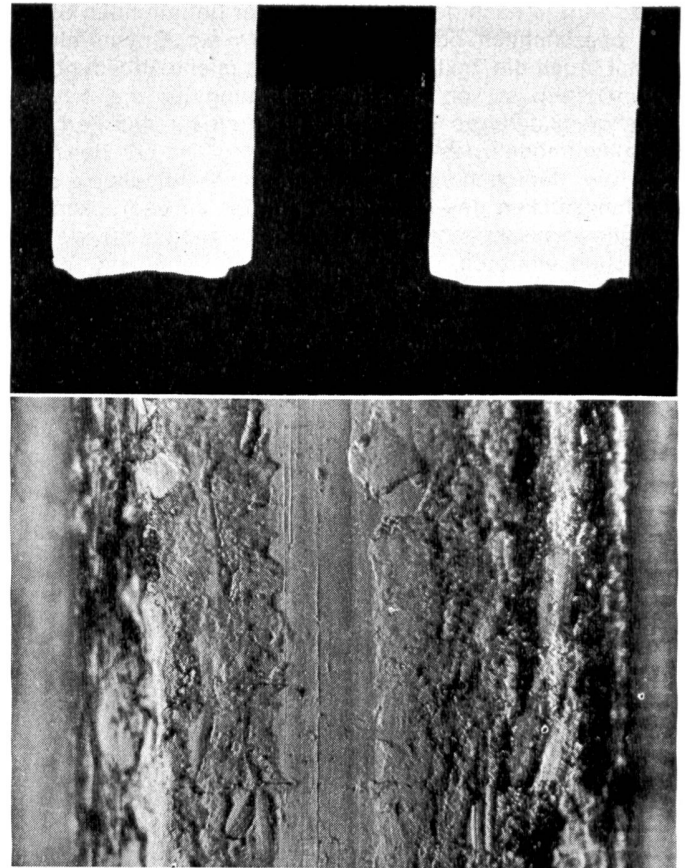


Abbildung 4 Untersuchung der Nadellauffläche im Nadelzylinder der Strickmaschine – Fotografisch umgekehrter Querschnitt durch die in die Nuten eingegossene Silikonkautschukmasse (oben). Replica aus Uhu hart<sup>®</sup> des Gleitnutengrundes einer anderen Stelle. Die Beobachtungen sind identisch mit der Darstellung des Querschnittes, in der Mitte die erhöhte Auflagefläche, seitlich starkte Gratbildung (unten).

auf die im Anschluss noch näher eingegangen wird. Die Grenzlinie zwischen Abdruck und angefärbtem Kunstharz zeigt den Verlauf des eingepressten Gummibezuges bzw. des Fasermaterials während des Verzuges, und es lassen sich anhand der einzelnen Praxisbeispiele (Abbildung 6 c, d, e) leicht Faserverquetschungen und -deformationen erklären (Abbildung 6 f). Nicht in jedem Fall ist es notwendig, vorhandene Hohlräume in stark komprimierten Objekten vorher mit Elastomerharzen auszufüllen. Falls die Oberflächenbeschaffenheit des Objektes ein Ablösen auch starrer Abformmassen erlaubt, gibt es vereinfachte Methoden. So gelang es beispielsweise, die Verhältnisse im Quetschspalt des Foulards oder der Rouleaux-Druckmaschine darzustellen, indem Proben des zu verarbeitenden Gewebes in angefärbtes Kunstharz getränkt wurden und unter Druck in der Quetschfuge zur Aushärtung gelangten. Diese Abdrücke wurden wiederum in klares Kunstharz eingebettet und ebenfalls mikrotomiert bzw. angeschliffen oder angefräst, siehe Abbildung 5 f. Man erkennt hier ganz deutlich die Problematik beim Textildruck überhaupt: Druckpastenangebot in feinen Rinnen oder Näpfchen (siehe Pfeile) gegenüber einem inhomogenen Substrat. Das Ge-

webe wird je nach der Situation an der betreffenden Stelle nur oberflächlich oder auch tiefer in die Gravur eingepresst. Auch die Textur des Mitläufers (siehe Abbildung 5 f, Doppelpfeil) ist von grosser Bedeutung für die örtliche Verengung der Kapillarräume und somit für das Farbaufnahmevermögen des Gewebes. Es können über den Stegen bzw. Näpfchen beispielsweise sowohl Bindeköpfe oder Bindungslücken des Mitläufers und des zu bedruckenden Gewebes zusammentreffen, als auch ausgleichende Situationen eintreten.

#### Herstellung von An- bzw. Querschnitten mittels Diamantfräse

Die Bearbeitung von in Kunstharzen eingebetteten Objekten zwecks Erzielung einer glatten Untersuchungsfläche für die Raster-Elektronenmikroskopie bzw. eines für die Durchlichtmikroskopie geeigneten Dünnschnittes mittels Fräsen wurde im Laufe der Abhandlung bereits mehrfach erwähnt. Die Methode wurde speziell entwickelt für raster-elektronenmikroskopische Untersuchungen. (2).

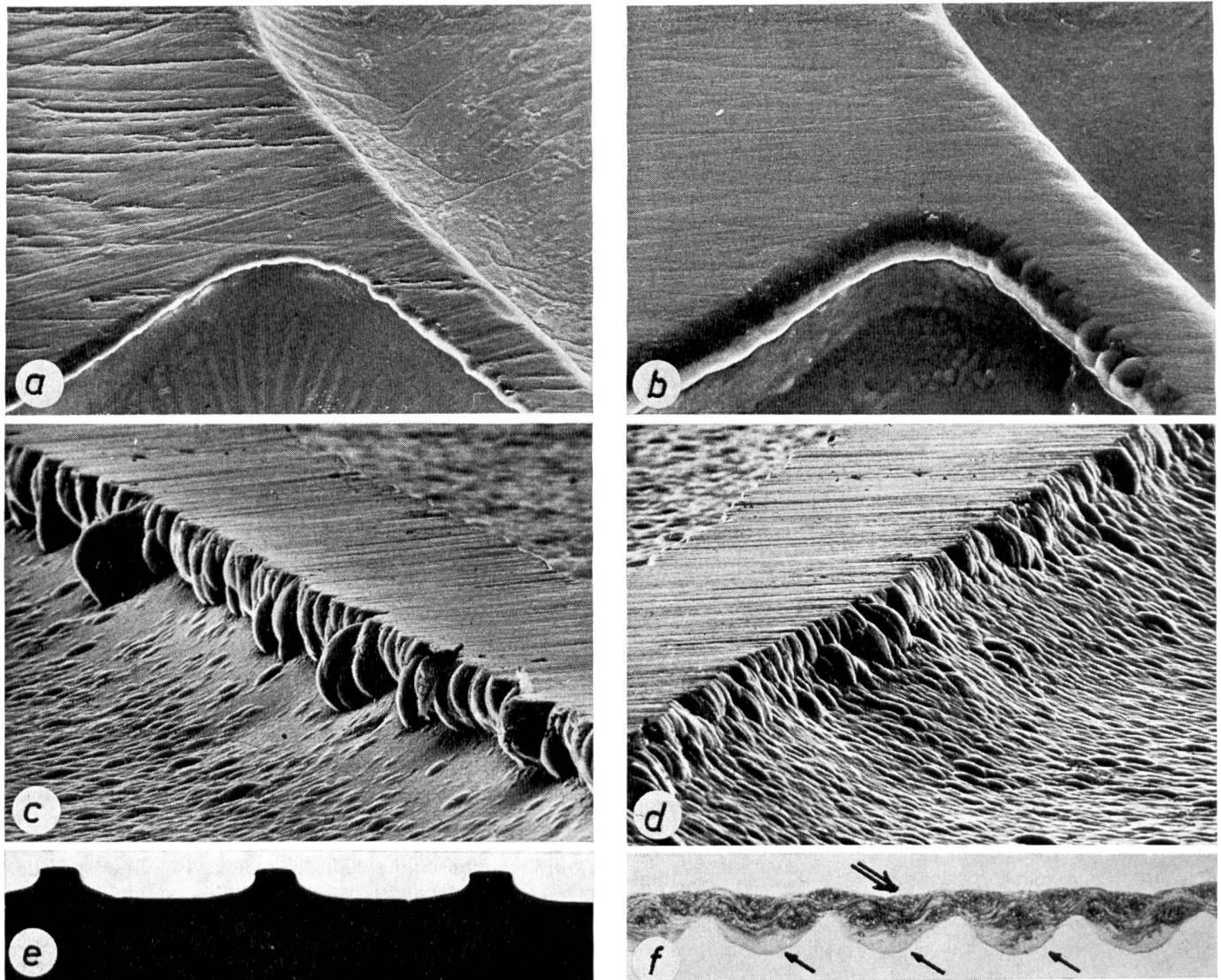


Abbildung 5 Anwendung der Abdruckmethode bei der Untersuchung von Druckwalzen – a+b) Untersuchung derselben Stelle mittels Abdruck nach einer Behandlung. In a) ist eine geätzte Stelle der reinen Kupfer-Rouleaux-Druckwalze dargestellt, b) zeigt dieselbe Stelle nach dem Verchromen. Es hat ein merklicher Auftrag stattgefunden, die Riefen sind geglättet und die Ränder abgerundet (REM-Aufnahme 200:1); c+d) Abdruck eines Steges der Gravur einer Rouleaux-Druckwalze, von zwei Seiten betrachtet. Der unterschiedliche Verlauf, d. h. einerseits glatter Auslauf, andererseits Ueberhang kommt deutlich zum Ausdruck im fotografisch umgekehrten Schnitt durch die Silikonkautschukmasse des Negativs; e) Schnitt durch die Abdruckmasse (fotografisch umgekehrt), Situation in c+d; f) Querschnitt durch ein im Walzenspalt befindliches Gewebe. Das Gewebe wurde in Kunstharz getränkt und unter mechanischem Druck ausgehärtet. Die Pfeile weisen auf das beim Druck vorhandene Farbpastenangebot hin. Interessant ist die wechselnde Situation von Gewebelücken und Bindeköpfen über den Näpfchen bzw. die eingepresste Textur des Mitläufers (Doppelpfeil).

Um harte Objekte (Metalle, Kunststoffe, mehrkomponentige Materialien, Faserstoffe usw.) zwei- und dreidimensional weitgehend artefaktfrei untersuchen zu können, bedient man sich vielfach der Techniken des Ueberschneidens, des Mikrotomierens oder des Schleifens und des Polierens. Für diese Präparationsmethoden ist es stets notwendig, dass die Härte der Giessharz-Blockummantelung auf die Härte des jeweiligen Objektes abgestimmt bzw. an sie angeglichen wird. Oft kann diese Voraussetzung nicht ganz realisiert werden, da zum Beispiel für eine bestimmte Schnittdicke oder für die Technik des Polierens eine gewisse Grundhärte der gesamten Objektfläche erforderlich ist. Es wurden deshalb Versuche unternommen, mittels Einsatzes einer für die Objektvorbereitung in der Ultramikrotomie entwickelten Trimm-Maschine, Oberflächen optimal vorzubereiten. Die Trimm-Maschine besteht im wesentlichen aus einer Mikrofräs-Einrichtung, die mit Stahl- oder Diamantfräsen bestückt werden kann und deren Winkelarm mit Objekthalter und Justiervorrichtung es gestattet, Materialschichten mit relativ hoher Präzision flächeneffizient abzutragen. Die ausserordentlich guten Ergebnisse, aber auch das Bedürfnis, grössere Objektflächen als jene mit dem Fräsradius der Trimm-Maschine zu erzielende zu bearbeiten, führten zu einer Weiterentwicklung. Der Messerträger eines Hartschnittmikrotoms wurde gegen einen speziell entwickelten Fräskopf ausgewechselt. Damit war es möglich, bei grossflächigen Objekten (bis zu  $10 \text{ cm}^2$ ) durch planflächiges Ueberschneiden gute Anschnitte zu erzielen. Gegenüber dem konventionellen Polierverfahren bietet das Fräsen von Oberflächen neben der Rapidität in der Präparation beachtliche Vorteile:

1. Bei grosser Eigenhärte von Materialien ist auch für kleinere Objekte keine Einbettung erforderlich. Schichten vorgegebener Dicke können nacheinander oder stufenweise abgetragen werden.
2. Poren oder Hohlräume im Material werden nicht durch Poliermittel verstopft und kontaminiert.
3. Bei Mehrphasensystemen werden Phasen verschiedener Härten in gleicher Höhe abgetragen.
4. Zur dreidimensionalen Darstellung der Mikrostrukturen können unter bekannten Winkeln abgekantete Flächen mühelos präpariert werden.

Mittels Diamantfräsen können also harte Objekte, unter anderem auch Metallflächen, durch einen Arbeitsgang und ohne weitere Nachbehandlung direkt für rasterelektronenmikroskopische und besonders für röntgenanalytische Untersuchungen präpariert werden. Interferenzmikroskopische Untersuchungen der Rauhtiefe ergaben Maximalwerte in der Grössenordnung von  $0,3\text{--}0,4 \mu\text{m}$ .

Aber auch für ganz spezielle Untersuchungen in der Lichtmikroskopie bietet die Methode gute Möglichkeiten. In dem Zusammenhang muss zunächst die Frage nach der förderlichen Schnittdicke bei mikroskopischen Untersuchungen berührt werden. Es ist nicht in jedem Falle so, dass der dünnste Mikrotomschnitt der beste ist; die Anforderungen sind sehr objektbezogen. Ist man beispielsweise bestrebt, Darstellungen von Faserquerschnitten an möglichst dünnen Schnitten vorzunehmen, um doppelte Konturen durch leicht schrägliegende Fasern zu vermei-

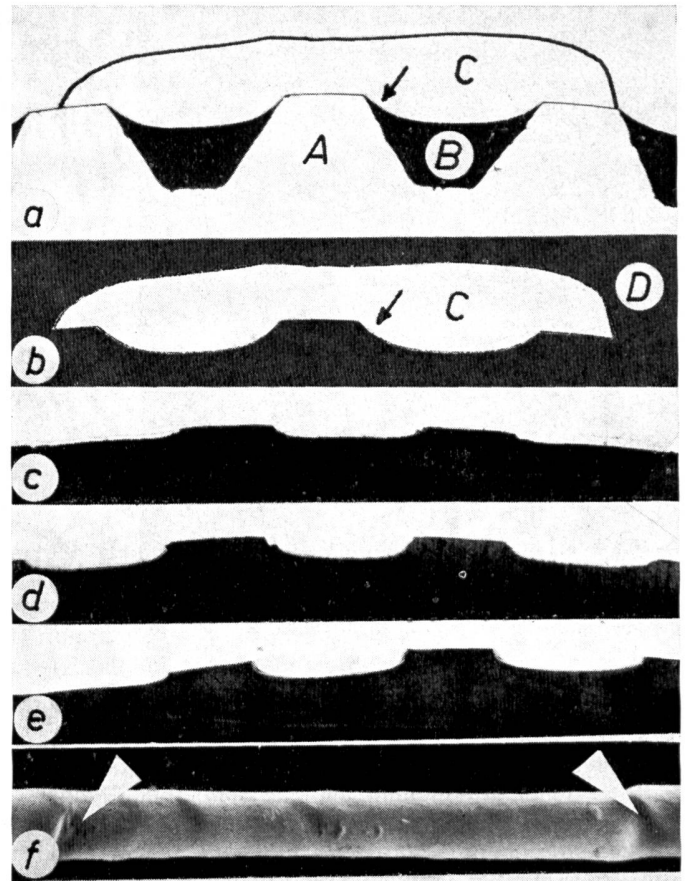


Abbildung 6 Darstellung des Anpressdruckes auf dem Riffelzylinder der Ringspinnmaschine – a) Schematische Darstellung der Riffelwalze (A), welche vor dem Anpressen mit Silikonkautschukmasse (B) eingestrichen wurde. Die Anpressfläche wurde nachträglich mit Kunstharz ausgegossen (C); b) Der Abdruck wurde in gefärbtes Kunstharz eingebettet und angefräst, wobei das Profil der Anpressfläche (siehe Pfeil) kontrastreich sichtbar wird. Diese Kurve entspricht der Lage des Fasermaterials während des Verzuges; Verquetschungen können somit leicht erklärt werden; c) Anpressprofil eines Druckrollers mit 85 shore Härte und einem Druck von  $4,5 \text{ kg/cm}$ ; d) Druckroller mit 65 shore Härte und einem Druck von  $4,5 \text{ kg/cm}$ ; e) Druckroller mit 65 shore Härte und einem Druck von  $3 \text{ kg/cm}$ ; f) Durch hohen Anpressdruck deformierte Polyesterfaser. Die Pfeile weisen auf die in regelmässigen Abständen (entsprechend der Riffel) auftretenden Ein-druckstellen hin.

den, muss ein Schnitt durch ein Gewebe dagegen mindestens eine Garnstärke betragen, um die Bindungsart erkennen zu lassen.

Ein anderes Beispiel ist die Darstellung der Einstichstellen in Nadelfilzen. Ein Mikrotomschnitt in der üblichen Stärke (siehe Abbildung 7 b) zeigt nur Fragmente der mittels der Nadelungstechnik verkreuzten Fasern. Der trichterförmige Einzug ist nicht klar erkennbar. Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme dazu (siehe Abbildung 7a) zeigt deutlich, in welcher Ebene und in welcher Stärke ein Schnitt ausgeführt werden müsste. Das Abheben von Schnitten in einer Stärke von ca.  $100 \mu\text{m}$  und mehr bereitet schon Schwierigkeiten, weil sie am Schnittwinkel hochgewölbt werden und leicht Risse und andere Artefakte entstehen.



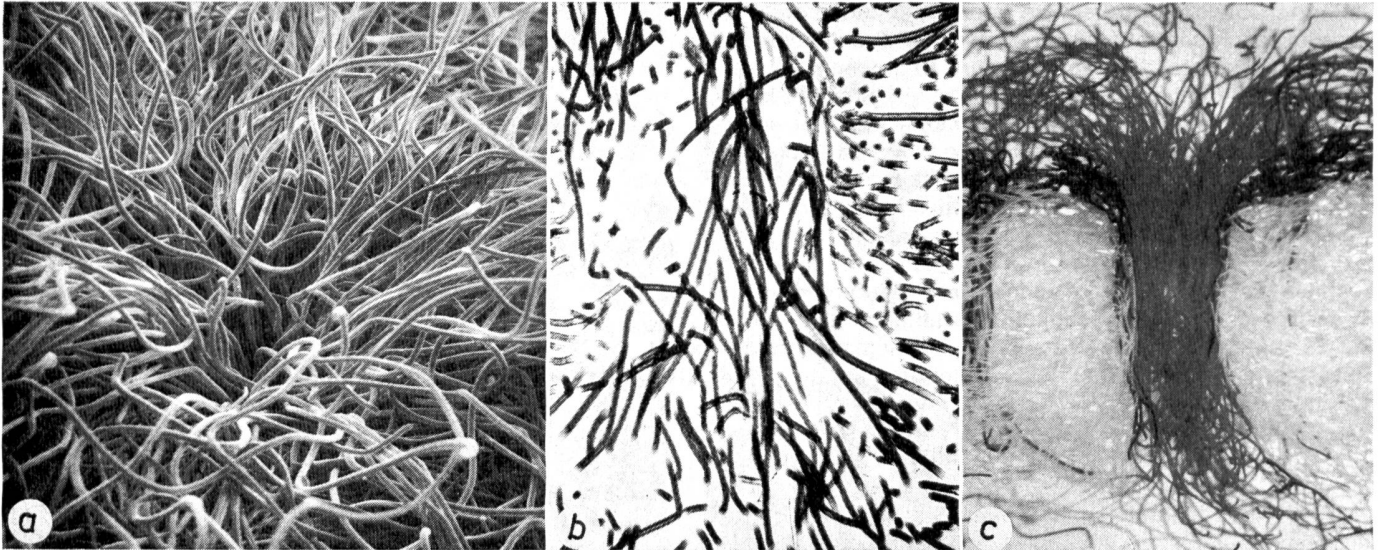


Abbildung 7 Darstellung der Einstichstelle an Nadelfilz nach verschiedenen mikroskopischen Methoden — a) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme bei einer Vergrößerung von 20:1; b) Mikrotomschnitt in der Einstichzone, es werden nur Fragmente der verhältnismässig wirt liegenden Fasern dargestellt; c) Dünnschliff, ca. 1 mm stark, die Aufnahmeerschärfe liegt auf der Anschliffebene.

Mittels der Mikrofräseinrichtung wird dieser Schnitt einfach und schnell hergestellt. Zunächst wird das Objekt in ein hartes, fräsbares Kunstharz eingebettet und nach oberflächlicher Behandlung mit der Stahl- und Diamantfräse bis auf die interessante Stelle abgetragen. Die so entstandene glatte Oberfläche wird mit dem gleichen Kunstharz, aus der die Einbettung besteht, auf ein Plexiglasklötzchen o. ä. aufgeklebt und anschliessend von der anderen Seite bis auf die gewünschte Stärke abgefräst. Man erhält auf diese Art ein gutes Durchlichtpräparat, welches mit Hilfe von Auflicht eine optimale Darstellung voluminöser Objekte, wie Textilien etc., bietet. Die Objekte der Abbildung 6 wurden in gleicher Weise zubereitet. Die zweite Fräsung erübrigt sich unter Umständen, wenn eine bestimmte Ebene eines Objektes vor dem verschwimmenden Hintergrund dargestellt werden soll, welches oftmals zusätzliche Informationen oder interessante Effekte bietet.

### Zusammenfassung

Die Entwicklung neuer Verfahren, Durchführung von Produktionskontrollen und Reklamationsbearbeitungen machen es oftmals notwendig, einen gesamten Arbeitsgang mittels mikroskopischer Methoden zu analysieren. Die in der vorliegenden Arbeit geschilderten speziellen Präparationsmethoden sollen dazu beitragen, mit zum Teil einfachen Mitteln diese Aufgaben zu lösen. Die verhältnismässig einfach zu handhabenden Abdruckmethoden bringen den Vorteil, dass sie vielseitig einsetzbar und als zerstörungsfreie Prüfmethode angewendet werden können.

Dir. Paul Kassenbeck, Textil-Ing. Arthur Neukirchner  
 Institut für angewandte Mikroskopie,  
 Photographie und Kinematographie  
 D-75 Karlsruhe-Waldstadt

### Literatur

- 1 Kassenbeck, P. und Neukirchner, A.: «Mikroskopische und kinematografische Studien über Vorgänge beim Textil-Rouleaux-Druck». Mel-liand TB 53 (1972), S. 1152–1159, 1261–1264.
- 2 Kassenbeck, P. «Ueber das Präparieren harter Oberflächen mit der Trimm-Maschine TM 60». Microscopica Acta, Band 73, Heft 2, S. 117–124, (1973).
- 3 Maidel, H.: «Ursachen der Bildung von Längsstreifen in Damenstrümpfen aus Polyamid». Wirkerei- und Strickerei-Technik, Coburg, Nr. 9 (1970), S. 545–568 und Nr. 10 (1970) S. 620–623, 643–646.
- 4 Neukirchner, A. und Jörg, F.: «Methoden und Möglichkeiten zur Herstellung von Dünnschnitten textiler Objekte». Mikrotom-Nachrichten, Heft 8, Februar 1972, S. 61–89, Heidelberg.