

Table 3 (cont.)

<i>hkl</i>	<i>F</i> _{obs.}	<i>F</i> _{calc.}															
16.1.1	2	-3	16.3.6	<3	0	17.2.1	6	+7	18.0.4	<3	-3	18.3.3	2	+2	19.3.5	2	+4
16.1.0	7	+7	16.3.7	<3	+2	17.2.2	5	+6	18.0.5	7	-7	18.3.4	2	+1	19.3.6	2	-4
16.1.1	4	+3	16.3.8	<3	+3	17.2.3	<3	0	18.0.6	<4	+4	18.3.5	3	+4	19.3.7	<2	0
16.1.2	<4	-1	16.3.9	<3	-1	17.2.4	<3	+1	18.0.7	<4	0	18.3.6	<3	+3	19.3.8	<2	0
16.1.3	4	-4	16.3.10	4	-4	17.2.5	5	+6	18.0.8	3	-3	18.3.7	4	-6	19.3.9	<2	-2
16.1.4	6	+4	16.3.11	<3	0	17.2.6	<3	+1	18.0.9	7	+8	18.3.8	2	-3	19.3.10	<2	-3
16.1.5	4	+3	16.3.12	<3	0	17.2.7	<3	0	18.0.10	8	+9	18.3.9	<3	+1	19.3.11	<2	0
16.1.6	4	+4	16.3.13	<3	0	17.2.8	3	-3	18.0.11	8	+9	18.3.10	<3	+2			
16.1.7	8	+6				17.2.9	<3	-1	18.0.12	5	-5	18.3.11	<3	-1	20.0.4	<2	0
16.1.8	10	+9	16.4.2	<2	-1	17.2.10	<3	+1	18.0.13	<3	+3	18.3.12	<2	+2	20.0.5	<3	-2
16.1.9	9	+6	16.4.3	<3	+1	17.2.11	<3	0	18.0.14	12	-13				20.0.6	<3	0
16.1.10	<4	0	16.4.4	<3	+2	17.2.12	3	+3	18.0.15	2	+4	18.4.6	<2	-1	20.0.7	5	-3
16.1.11	9	-8	16.4.5	4	-4	17.2.13	4	+5				18.4.7	2	+4	20.0.8	6	-6
16.1.12	<4	+1	16.4.6	4	-6	17.2.14	3	+4	18.1.2	<2	+1	18.4.8	3	-5	20.0.9	6	+6
16.1.13	5	+2	16.4.7	<3	-2				18.1.3	3	+3	18.4.9	2	-4	20.0.10	5	+3
16.1.14	3	-2	16.4.8	5	+7	17.3.2	<2	0	18.1.4	3	+3	18.4.10	2	-5	20.0.11	<3	-1
16.1.15	<2	+1	16.4.9	5	+7	17.3.3	2	+2	18.1.5	3	+3				20.0.12	<3	-1
			16.4.10	<3	+1	17.3.4	<3	+2	18.1.6	7	-7	19.1.3	<3	0	20.0.13	14	+16
16.2.1	<2	-3	16.4.11	<3	-1	17.3.5	<3	+3	18.1.7	<3	0	19.1.4	<3	+1			
16.2.0	<3	+3	16.4.12	2	+4	17.3.6	5	-8	18.1.8	<3	-1	19.1.5	3	-1	20.1.4	<3	-1
16.2.1	2	+3				17.3.7	3	+6	18.1.9	<3	-1	19.1.6	6	-4	20.1.5	5	+6
16.2.2	<3	0	16.5.6	<2	-1	17.3.8	<3	-3	18.1.10	<3	+2	19.1.7	3	-1	20.1.6	3	+2
16.2.3	3	-4	16.5.7	5	-5	17.3.9	2	+2	18.1.11	9	+7	19.1.8	<3	+2	20.1.7	<3	-2
16.2.4	4	+6	16.5.8	5	-8	17.3.10	3	-4	18.1.12	8	+7	19.1.9	6	+5	20.1.8	<3	+2
16.2.5	3	-4				17.3.11	3	+3	18.1.13	5	+5	19.1.10	4	-4	20.1.9	4	-4
16.2.6	12	-12	17.1.0	<3	0	17.3.12	<3	-3	18.1.14	<3	0	19.1.11	<3	+1	20.1.10	<3	-1
16.2.7	<4	0	17.1.1	<3	+1	17.3.13	<2	-1				19.1.12	3	+2	20.1.11	<3	-2
16.2.8	5	+4	17.1.2	3	-4				18.2.2	3	-5	19.1.13	9	+9	20.1.12	<3	-1
16.2.9	6	+6	17.1.3	<4	+2	17.4.4	2	+2	18.2.3	<3	1	19.1.14	<3	-4	20.1.13	<3	-2
16.2.10	<3	-1	17.1.4	<4	-2	17.4.5	<3	0	18.2.4	<3	0						
16.2.11	<3	+1	17.1.5	<4	+3	17.4.6	2	-1	18.2.5	4	+6	19.2.4	3	+3	20.2.5	<2	-1
16.2.12	<3	0	17.1.6	4	-3	17.4.7	4	-4	18.2.6	6	-9	19.2.5	9	+9	20.2.6	<2	0
16.2.13	3	+4	17.1.7	10	-10	17.4.8	<3	+2	18.2.7	<3	+1	19.2.6	<3	-1	20.2.7	2	-4
16.2.14	2	+3	17.1.8	4	-4	17.4.9	<3	+1	18.2.8	<3	-3	19.2.7	5	-4	20.2.8	2	+4
			17.1.9	9	+7	17.4.10	2	-4	18.2.9	<3	-1	19.2.8	<3	0	20.2.9	2	+2
16.3.0	<3	0	17.1.10	8	+5	17.4.11	3	-4	18.2.10	3	-5	19.2.9	<3	+2	20.2.10	<2	0
16.3.1	4	+5	17.1.11	<4	-1				18.2.11	3	+5	19.2.10	3	+3	20.2.11	3	-5
16.3.2	<3	+3	17.1.12	<4	-1	18.0.1	<3	0	18.2.12	3	+3	19.2.11	<3	0	20.2.13	1	+2
16.3.3	<3	+1	17.1.13	7	+6	18.0.2	<3	-3	18.2.13	<2	-1	19.2.12	2	+2			
16.3.4	<3	-1	17.1.14	3	-2	18.0.3	3	+4	18.2.14	1	+2	19.2.13	<2	+2			
16.3.5	3	+4	17.1.15	<3	-2												

Acta Cryst. (1949). 2, 13

Untersuchungen an Zink-Sublimationskristallen

VON D. GEIST

Institut für theoretische und angewandte Physik der Technischen Hochschule, Stuttgart, Deutschland

(Eingegangen am 2 September 1948 und wiedereingereicht am 25 Oktober 1948)

Zinc crystals grown by sublimation in air, in argon or *in vacuo* show stacks of plates parallel to the hexagonal basal plane. By direct microscopic and by interferometric measurement the thickness of these plates is shown to vary from 2μ down to less than 200 Å.

Einleitung

Zink läßt sich infolge seines relativ hohen Dampfdrucks (ca. 0,1 mm. Hg bei 400° C.) bekanntlich im Vakuum leicht sublimieren. Bei geeigneter Versuchsführung erhält man das sublimierte Zink in einzelnen kleinen Kriställchen (Straumanis, 1931, 1932), die ausgeprägt geschichteten Aufbau zeigen (Fig. 1). Die ausgezeichnete Ebene ist die Basisebene des hexagonalen Zinkgitters. Es ist nun von Interesse, die Dicke der Schich-

ten zu bestimmen, um eventuell Schlüsse auf den Wachstumsmechanismus der Kristalle ziehen zu können (Graf, 1942). Straumanis folgerte aus seinen Versuchen, daß die Schichtdicke bei Zink 8000 Å. oder ein Vielfaches davon sei. Die vorliegende Arbeit berichtet über Untersuchungen mit anderem Ergebnis. Die Schichtdicke wurde insbesondere mit dem Zeißschen Interferenzmikroskop bestimmt (Räntsch, 1944).

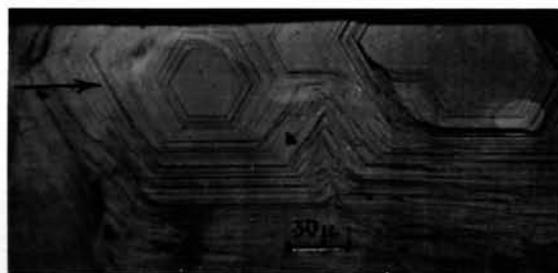


Fig. 1. Kristall'gebirge'.

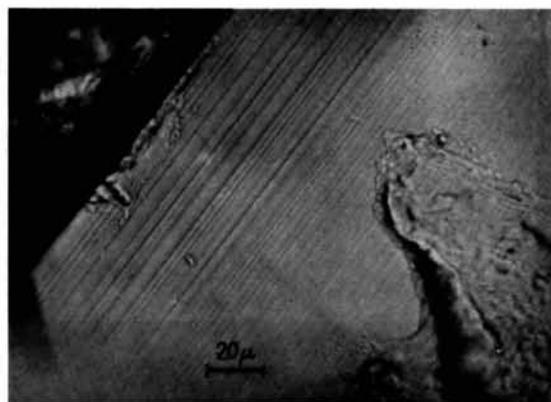


Fig. 2. Kristall von der Seite.



Fig. 3. Kristall ohne Interferenz-Linien.

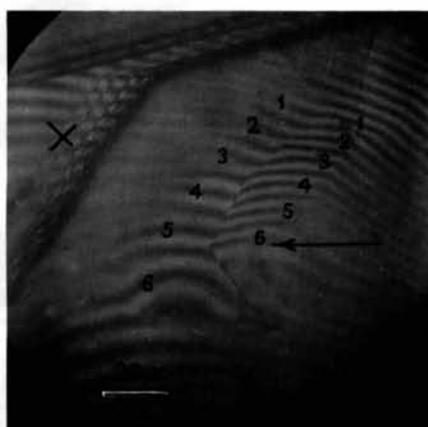


Fig. 4. Kristall mit Interferenz-Linien.

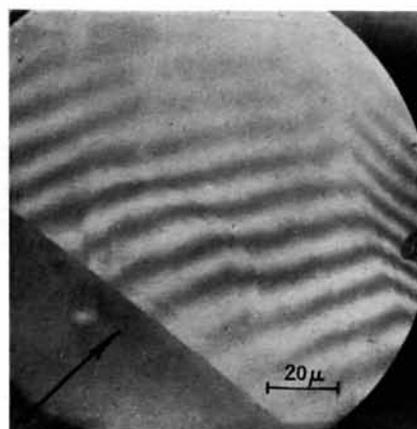


Fig. 5. Kristall mit zwei ovalen Schichten.

Versuchsdurchführung

Als Ausgangsmaterial diente reines (99,995 %) Zink. Zur Sublimation wurden je ca. 0,5 g. desselben in ca. 20 cm. lange Supremaxrohre (lichte Weite 5 bis 10 mm.) eingeschmolzen. Die Rohre wurden so in einen waagrechten Röhrenofen eingelegt, daß sie mit ca. einem Viertel ihrer Länge aus demselben hervorrugten. Das zu sublimierende Zink befand sich an der heißesten Stelle in der Mitte des Ofens. Die Temperatur wurde mittels Regler auf $\pm 5^\circ \text{C}$. konstant gehalten. Tabelle 1 gibt eine Übersicht über die Behandlung der verschiedenen Rohre.

Abzählen und Ausmessen erhält man für die mittlere Schichtdicke $\sim 2\mu$.

Die Höhe des 10 Schichten zählenden (mit einem Pfeil bezeichneten) Hügels in Fig. 1 ergibt sich (durch Messung mit dem Feintrieb des Mikroskops) zu $3,6\mu$.

Die Fig. 3 und 4 zeigen dieselbe Stelle eines Kristalls ohne und mit Interferenz- ('Höhen'-) Linien. Aus dem Verlauf der nummerierten Höhenlinien entnimmt man, daß die Schichtdicke allmählich anwächst und an der Ecke eine Dicke von $0,27\mu$ aufweist.

Fig. 5 zeigt (an der mit Pfeil markierten Stelle) zwei ovale Schichten von 400 A. Dicke. Weitere Schichten

Tabelle 1

Sublimation				Fig. Nr.	Mikroskop-Befund	Schichtdicke μ
$^\circ \text{C}$.	Zeit	Fremdgas	Druck mm. Hg.			
400	7d	Luft	$\sim 0,5$	2*	35 Schichten: $\frac{2}{3}\frac{2}{3}$ mm.	2
600	6h	Luft	$\sim 0,5$	1	10 Schichten: $3,6\mu$	0,36
600	6h	Luft	$\sim 0,5$	3,4	Verschiebung des Streifens Nr. 5 ca. eine Ordnung	0,27
400	7d	—	$\sim 10^{-4}$	5	Verschiebung des Streifens an der ovalen Schicht 0,145 Ordnungen	0,04
400	6d	Argon	~ 3	—†	Verschiebung der Streifen: $\frac{1}{2}$ Ordnung $\frac{1}{3}$ Ordnung 1 Ordnung	0,07 0,13 0,27

* Die Bestimmung kann dadurch gefälscht sein, daß wegen zu geringer Auflösung nicht alle Schichten gezählt wurden.

† Das zugehörige Bild eignet sich nicht zur Reproduktion.

Auswertung

Von den erhaltenen Kriställchen, deren Lineardimensionen 1 mm. selten überschritten, wurden außer normalen Mikroskopaufnahmen auch Aufnahmen mit dem Interferenzmikroskop angefertigt, um eine Höhenliniendarstellung der Fläche zu erhalten. Als monochromatisches Licht diente die grüne Thalliumlinie, $\lambda = 0,54\mu$. Der Höhenunterschied, h , auf der betrachteten Fläche, der einer Streifenverschiebung um b Interferenzordnungen entspricht, ist

$$h = \frac{1}{2}b\lambda = 0,27b\mu.$$

Zum Aussehen der erhaltenen Zinkkristalle ist folgendes zu bemerken. Bei niedrigerer Temperatur, also kleinem Dampfdruck und langsamem Wachstum, erhält man Schichten mit runder Begrenzung oder Kristalle mit ebenen Basisflächen. Das interferenzmikroskopische Bild zeigt im letzteren Falle völlig parallele, gerade Streifen; etwa noch vorhandene Unebenheiten sind kleiner als 200 A. Bei höheren Temperaturen erhält man geschichtete Kristall'gebirge' (Fig. 1). Bei mittleren Wachstumsgeschwindigkeiten ist der geschichtete Charakter mehr oder weniger ausgeprägt. Grundsätzliche Unterschiede im Schichtenaufbau zwischen den in Luft, Argon oder Vakuum gewachsenen Kristallen lassen sich nicht feststellen. Unter Wasserstoff wachsen nach Straumanis ebenfalls geschichtete Kristalle.

Zu den Messungen der Schichtdicke, die in Tabelle 1 zusammengestellt sind, ist folgendes zu bemerken:

Fig. 2 zeigt einen Kristall von der Seite. Durch

machen sich im Verlauf der Interferenzlinien kaum mehr bemerkbar, sind also höchstens 200 A. dick.*

Zusammenfassung

Die Herstellung und das Aussehen aus der Dampfphase gewachsener Zinkkristalle wird beschrieben. Die Kristalle zeigen geschichteten Aufbau parallel zur hexagonalen Basisebene; die Schichtung entsteht unter Luft und Argon sowie im Vakuum. Die Schichtdicke wird mikroskopisch und interferenzmikroskopisch gemessen; sie zeigt Werte von 2μ abwärts bis unter 200 A. und ist durchaus keine Konstante.

Herrn Prof. Dr. Dehlinger, Herrn Prof. Dr. Glocker und Herrn Dozent Dr. Graf danke ich für die zu den Untersuchungen zur Verfügung gestellten Geräte sowie für die Gewährung von Diskussionen.

* Im Falle einer Streifenverschiebung um einen Bruchteil einer Ordnung plus einer—die Messung störenden—unbekannten Anzahl ganzer Wellenlängen zeichnet sich die Verschiebungsstelle als durchgehender schwarzer Streifen ab (z.B. die mit x bezeichnete Stelle in Bild 4). Zur Messung wurden nur Stellen benutzt, die dieses Verhalten nicht zeigen.—(Vorteilhafterweise ist man bei der Messung mit dem Interferenzmikroskop keinen Störungen durch etwaige Verformung und Gleitlinienbildung ausgesetzt. Bei Kristallen wie in Fig. 2 ist jedoch ein solcher Effekt nur schwer unbedingt auszuschließen.)

Schrifttum

- GRAF, L. (1942). *Z. Elektrochem.* **48**, 181.
 RÄNTSCH, K. (1944). *Feinmech. u. Präzis.* **52**, 1.
 STRAUMANIS, M. (1931). *Z. phys. Chem. B*, **13**, 316.
 STRAUMANIS, M. (1932). *Z. phys. Chem. B*, **19**, 63.