

**Zeitschrift:** Helvetica Physica Acta  
**Band:** 20 (1947)  
**Heft:** IV-V

**Artikel:** Zur Kristallitgrösse dünner Antimonschichten  
**Autor:** Lutmar, W.  
**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-111811>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

### **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

### **Terms of use**

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

**Download PDF:** 14.03.2025

**ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>**

## Zur Kristallitgrösse dünner Antimonschichten

von W. Lotmar.

(3. VII. 1947.)

Vor einiger Zeit wurde hier über polarisationsoptische Befunde an im Vakuum aufgedampften Antimonschichten von einigen hundert Å Dicke berichtet<sup>1)</sup>. Ausser einer makroskopischen Sphäritstruktur der Kristallite war noch eine „Körnung“ von der Grössenordnung  $10 \mu$  gefunden worden. Diese Körner wurden als mehr oder weniger einheitliche Kristallite angesprochen, was durch die Rauigkeit der Interferenzbögen von Elektronenbeugungsaufnahmen gestützt erschien.

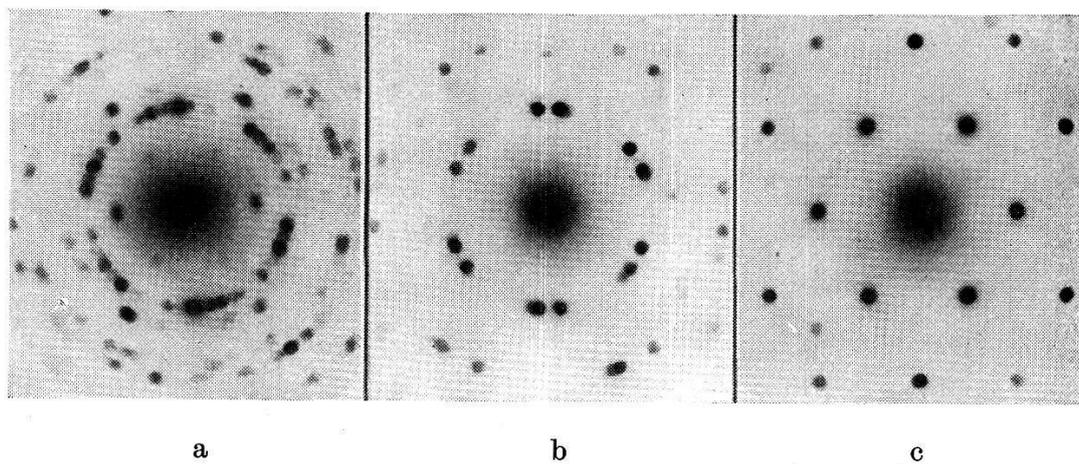


Fig. 1.

Diese Vermutung konnte nun durch neue Beugungsaufnahmen mit wesentlich kleinerem Strahldurchmesser, welche durch Umbau der verwendeten Apparatur möglich wurden, noch besser gesichert werden. Während nämlich der Strahldurchmesser am Ort des Präparates bei den früheren Aufnahmen etwa  $300 \mu$  betrug, war er bei den neuen nur etwa  $30 \mu$ . Die Anordnung war dabei derart, dass durch eine Elektronenlinse die Kathode verkleinert auf das Präparat und gleichzeitig eine Blende vergrössert auf den Leuchtschirm abgebildet wurde<sup>2)</sup>. Die Beugungsflecke sind dann ebenfalls Bilder dieser Blende.

Die Erwartung, dass durch einen Strahldurchmesser von  $30 \mu$  nur noch wenige Kristallite erfasst würden, bestätigte sich nun vollkommen, wie aus den Abbildungen 1a—c hervorgeht. Diese

zeigen Beugungsbilder von verschiedenen Stellen eines Präparates, das durch Aufdampfen auf Kollodiumfolie im Vakuum erhalten wurde und dessen Dicke nicht weit über der kritischen Kristallisationsdicke von 180 Å lag (siehe I). Die Diagramme sind im wesentlichen sechszählig (Antimon kristallisiert trigonal) und zeigen fünf, drei und einen Kristalliten.

Bei vier Kristalliten der Fig. 1 a liegt die *c*-Achse nahezu parallel zum Strahl, während der fünfte eine deutliche Neigung der *c*-Achse erkennen lässt, was ganz dem polarisationsoptischen Befund in (I) entspricht.

Durch die Feststellung eines Kristallitdurchmessers von der Größenordnung  $10 \mu$  erhält der Befund besonderes Interesse, dass im elektronenmikroskopischen Bild solcher Schichten noch ca. 300mal kleinere Strukturelemente erkennbar sind, wie bereits von verschiedenen Autoren beobachtet wurde<sup>3)4)5)6)</sup>.



Fig. 2.   
1  $\mu$

Fig. 2 zeigt diese Struktur, und zwar an der Grenzzone des kristallisierten und amorphen Bereichs.

WILLIAMS und WYCKOFF<sup>6)</sup> haben nun sehr wahrscheinlich gemacht, dass derartige Kontraste nicht durch Dickendifferenzen in der Schicht erzeugt werden, sondern durch Orientierungsunterschiede der Kristallachsen in den betreffenden Bereichen. Sie fanden nämlich bei Antimon wie auch andern Metallen in stereoskopischen Bildpaaren derselben Präparatstelle ganz verschiedene Details. Die Unähnlichkeit solcher Paare nahm dabei mit wachsender Schichtdicke zu.

Da andererseits ein Bezirk von Zehntausenden der elektronenmikroskopisch sichtbaren Strukturelemente ein einkristallartiges Beugungsdiagramm liefert, so muss geschlossen werden, dass die Orientierungsunterschiede der Elementarbereiche nur gering sein

können. Aus den Aufnahmen kann weiterhin geschlossen werden, dass solche Orientierungsunterschiede auch nur für die  $c$ -Achse in Betracht kommen, dagegen nicht für die  $a$ -Achsen, da die Interferenzen keinerlei Verlängerung in Richtung der DEBYE-SCHERRER-Kreise aufweisen.

Statistische Schwankungen der  $c$ -Achse um kleine Beträge dürften sich nun in der Tat im Beugungsdiagramm kaum bemerkbar machen. Die stärksten Interferenzen sind von der Form  $(hk0)$  und würden maximale Intensität bei  $1-2^\circ$  Neigung der betreffenden Ebenen gegen den Strahl ergeben. Dagegen würden von den niedrig indizierten  $(hkl)$ -Ebenen auch diejenigen mit den kleinsten Winkeln zur  $c$ -Achse, z. B.  $(201)$  und  $(322)$ , Winkel zwischen  $c$ -Achse und Strahl von  $8-9^\circ$  für maximale Reflexion erfordern.

Andererseits dürften Orientierungsunterschiede von  $1-2^\circ$  bei solchen Schichten schon genügen, um im Elektronenbild Kontraste zu erzeugen, da die Interferenzintensität in der Nähe des Maximums bei den vorliegenden Schichtdicken von rund 100 Netzebenen schon sehr richtungsempfindlich ist. Damit in Einklang wäre die erwähnte Beobachtung über die zunehmende Unähnlichkeit stereoskopischer Bildpaare mit der Schichtdicke. Die Apertur der Objektivlinse im Elektronenmikroskop ist ja normalerweise etwa  $10^{-3}$ , sodass die kohärent gestreuten Bündel abgeblendet werden. Intensitätsunterschiede im Bild entstehen daher nur durch mehr oder weniger starke Schwächung des Primärstrahls infolge kohärenter oder inkohärenter Streuung.

Es mag noch bemerkt werden, dass jedenfalls beim Antimon das Vorhandensein von Dickendifferenzen in der Schicht schwer verständlich wäre. Aufgedampfte Antimonschichten sind nämlich im amorphen Zustand, welcher für Dicken unterhalb  $180 \text{ \AA}$  bei Zimmertemperatur beständig ist, vollkommen strukturlos, wie von WILLIAMS und WYCKOFF und auch hier festgestellt wurde (im Gegensatz zu einer Angabe von RUEDY<sup>4</sup>). Sie besitzen also keine merklichen Dickenschwankungen. Da nun bei dickeren Schichten die Kristallisation nur von relativ wenigen Zentren ausgeht und von diesen über Bereiche von Millimetergrösse in der Schicht fortschreitet, so ist nicht einzusehen, wieso sich dabei Dickenunterschiede ausbilden sollten. Dagegen sind kleinere Orientierungsunterschiede der Kristallachsen bei der „überstürzten“ Kristallisation von rund  $10^4$  Netzebenen pro Sekunde wohl denkbar. (Bestimmung der Kristallisationsgeschwindigkeit siehe I.)

*Zusammenfassend* kann gesagt werden, dass die Kristallite von ca.  $10 \mu$  Durchmesser, die durch Beugungsaufnahmen festgestellt

werden, vermutlich mosaikartig aufgebaut sind, wobei sich die einzelnen Mosaikblöckchen von ca.  $30\text{ m}\mu$  Durchmesser durch Richtungsschwankungen der  $c$ -Achse um  $1\text{--}2^\circ$  unterscheiden, während die Regelung der  $a$ -Achsen in der Schichtebene vollkommen ist.

Die Aufnahmen wurden von Herrn G. INDUNI mit dem Elektronenmikroskop der Firma TRÜB, TÄUBER & Co. hergestellt. Ich möchte ihm hierfür sowie für verschiedene Diskussionen bestens danken.

Laboratorium der Kern & Co. AG., Aarau.

#### Literatur.

- 1) W. LOTMAR, H.P.A. **18**, 369 (1945). Als I. zitiert.
  - 2) G. INDUNI, H.P.A. **19**, 231 (1946).  
Siehe auch: W. KOSSEL und G. MÖLLENSTEDT, Ann. d. Ph. **36**, 113 (1939).  
H. BOERSCH, Z. f. Phys. **116**, 469 (1940).  
M. v. ARDENNE, Z. f. Phys. **117**, 515 (1941); **119**, 352 (1942).
  - 3) E. RUSKA, Wiss. Veröff. Siemenswerke, Werkstoffsonderheft 1940, S. 372.
  - 4) J. E. RUEDY, Phys. Rev. **59**, 926 (1941).
  - 5) G. HASS, Koll. Z. **100**, 230 (1942).
  - 6) R. C. WILLIAMS und R. W. G. WYCKOFF, J. appl. Phys. **15**, 712 (1944).
-