

Sektion für Kristallwachstum der SGK

Autor(en): [s.n.]

Objekttyp: **AssociationNews**

Zeitschrift: **Verhandlungen der Schweizerischen Naturforschenden Gesellschaft. Wissenschaftlicher und administrativer Teil = Actes de la Société Helvétique des Sciences Naturelles. Partie scientifique et administrative = Atti della Società Elvetica di Scienze Naturali**

Band (Jahr): **154 (1974)**

PDF erstellt am: **23.07.2024**

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.

12. Sektion für Kristallwachstum der SGK

Sektion für Kristallwachstum der SGK

Section pour l'étude de la croissance cristalline de la SSC

Sezione per la crescita dei cristalli della SSC

Präsident: PD Dr. E. Kaldis, Laboratorium für Festkörperphysik
der ETH, Hönggerberg, 8049 Zürich

Sekretär: Dr. H. Arend, Laboratorium für Festkörperphysik
der ETH, Hönggerberg, 8049 Zürich

Generalversammlung gemeinsam mit der Sektion für Kristallographie. –
Assemblée générale commune avec la section de cristallographie.

Kristallwachstum und Interdisziplinarität

Die Sektion für Kristallwachstum wurde als unabhängige Sektion im Rahmen der Schweizerischen Gesellschaft für Kristallographie gegründet. Obwohl die SGK Mitglied der SNG ist, sind die Ziele und Tätigkeit unserer Sektion den meisten Mitgliedern der SNG unbekannt. Im folgenden werden die historische Entwicklung des Kristallwachstums und die Ziele der SKW kurz skizziert.

Die Bedeutung der Kristallisationsvorgänge der Materie ist für viele naturwissenschaftliche Disziplinen anorganischer und organischer Richtung seit Ende der 40er Jahre in einem steilen Anstieg begriffen.

Das historisch überlieferte Interesse der Mineralogie, Kristallographie und Petrographie an den Vorgängen des Kristallwachstums wurde seit der Entdeckung des Transistors von den Festkörperwissenschaften (Festkörperphysik, Festkörperchemie, Elektronik u.a.) übernommen. War für die ersteren Disziplinen akademische Neugier das Motiv ihres Interesses, so wurde die Dringlichkeit der Interessen der Festkörperwissenschaften an den Vorgängen des Kristallwachstums durch das Erkennen seines geschwindigkeitsbestimmenden Einflusses auf ihre eigene Entwicklung bestimmt. In der Tat wären die bekannten grossen Erfolge der Festkörperwissenschaften in den letzten 30 Jahren undenkbar ohne die entsprechende Entwicklung der «materials science¹» und speziell ohne die grossen Fortschritte im Verständnis der Mechanismen des Kristallwachstums und ihrer Anwendungen.

Sind diese Interessen hauptsächlich auf die Kristallisation der anorganischen Materie konzentriert, so steigt in den letzten Jahren zunehmend das Interesse anderer Disziplinen auf die Kristallisationsvorgängen der orga-

¹ Diese ist hier im Sinne einer Wissenschaft der «electronic materials» zu verstehen, die mit den bei uns bekannten «Materialwissenschaften» in einer gewissen Beziehung – speziell über die physikalische Metallurgie – steht.

nischen Materie. Die erste Anregung in dieser Richtung hat die Erkenntnis der Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften organischer Polymere vom Mechanismus ihrer Kristallisation gebracht. Die faszinierende Entdeckung der «Faltung» der Makromoleküle, die das Wachstum der Einkristalle ermöglicht, hat eine Weiterentwicklung der mechanischen Eigenschaften der organischen Polymere erlaubt.

Zurzeit kommt durch die rasche Entwicklung der Bio-Wissenschaften eine Anzahl von Fragen an uns heran betreffend den Mechanismus der Kristallisation von biologisch interessanten Stoffen. Wir wissen heute zu wenig über die Kristallisationsvorgänge anorganischer Stoffe in lebenden Organismen (Schalen, Knochen, Nierensteine usw.) und über Mechanismen und Methoden der Kristallisation biologisch wichtiger Stoffe. Die Entwicklung der Naturwissenschaften durch die Jahrhunderte hat uns aber gelehrt, dass viele neue Fragen die beste Motivierung für eine Weiterentwicklung liefern.

Aus der hier rudimentär skizzierten Geschichte der interdisziplinären Entwicklung des Kristallwachstums kann man auch einige Gefahren ablesen, die einer freien Entfaltung der Wissenschaft des Kristallwachstums im Wege stehen. Das zweckgebundene, wohlgemeinte Interesse der oben erwähnten klassischen Wissenschaften hemmt oft die Grundlagenforschung der Kristallisationsvorgänge. Physiker, Chemiker und Kristallographen unterliegen leicht der Gefahr, «nur» Kristalle für ihre Zwecke züchten zu wollen ohne jegliche Kenntnis der Mechanismen des Wachstums. Für zahlreiche Fälle ist dies möglich. Für die interessantesten neuen Materialien braucht man aber sehr oft neue Züchtungsmethoden, die auf dem Verständnis des Wachstumsmechanismus beruhen. Nur Züchten führt früher oder später in eine Sackgasse. Die Situation wird noch schwieriger, weil es an Ausbildungsmöglichkeiten fehlt und die Originalliteratur einen nicht mehr leicht übersehbaren Umfang erreicht hat. Im Gegensatz zu USA und UdSSR gibt es in den europäischen Hochschulen fast keine Ausbildungsstätten für das Gebiet des Kristallwachstums, und obwohl in den letzten Jahren einige Monographien erschienen sind, fehlen immer noch didaktisch gut geschriebene Lehrbücher.

Unter diesen Umständen war die Gründung einer Gesellschaft, die die wissenschaftliche Entwicklung und industrielle Anwendung des Kristallwachstums fördert, naheliegend. Die Sektion für Kristallwachstum wurde als zweite wissenschaftliche Gesellschaft dieser Richtung in der Welt im Jahre 1968 gegründet. Den historischen Gegebenheiten folgend wurde damals auf die Gründung einer neuen Gesellschaft verzichtet und die Sektion für Kristallwachstum als eine weitgehend unabhängige Sektion im Rahmen der Schweizerischen Gesellschaft für Kristallographie gegründet.

Um ihre Ziele zu verwirklichen, steht die Sektion in engster Zusammenarbeit mit den ausländischen Schwestergesellschaften und war an der Gründung der «International Organisation for Crystal Growth» (IOCG), in deren Executive Committee sie auch einen «chair» innehat, beteiligt.

Trotz diesen Bemühungen zur Förderung der wissenschaftlichen Eigenständigkeit des Kristallwachstums wurde die Wichtigkeit der interdisziplinären Zusammenarbeit mit den klassischen Disziplinen Physik, Chemie und Kristallographie nicht vernachlässigt. Zurzeit führt Professor F. C. Frank, der Präsident der IOCG, Verhandlungen mit UPAP, UPAC und IUCr, um den Status einer assoziierten Organisation an diese drei Unions auch formell zu beschliessen.

Die wissenschaftliche Tätigkeit der Sektion für Kristallwachstum war seit ihrer Gründung sehr rege. Ausser den Jahrestagungen im Rahmen der Naturforschenden Gesellschaft wurden mehrere Arbeitstagungen in deutsch und französisch sprechenden Teilen des Landes sowie mehrere Reihen von Vorträgen organisiert. Einige davon in Zusammenarbeit mit dem Institut für anorganische Chemie der Universität Zürich und dem Institut für Kristallographie der ETH Zürich. Im Jahre 1970 hat die Sektion für Kristallwachstum die erste internationale Tagung für «Vapour Growth and Epitaxy» in Zürich veranstaltet. 1972 wurde in Deutschland eine gemeinsame Tagung mit der Deutschen Gesellschaft für Kristallwachstum und Kristallzüchtung und 1974 in Holland gemeinsam mit den holländischen und deutschen Gesellschaften organisiert.

Für die kommenden Jahre werden gemeinsame Tagungen mit den deutschen, holländischen und englischen Gesellschaften für Kristallwachstum geplant sowie die Durchführung der ersten europäischen Tagung für Kristallwachstum (Zürich 1976).

Diese intensive Tätigkeit der Sektion ist von einem zunehmenden Interesse der Hochschul- und Industrieforschung für das Gebiet des Kristallwachstums begleitet und findet seinen Niederschlag in den Arbeiten der Laboratorien für festkörperphysikalische Forschung an der ETHZ, EPUL, Université de Genève, BBC, RCA, IBM, Alusuisse, der Uhrenindustrie u.a.

PD Dr. E. Kaldis (Leiter der SKW)

Wissenschaftliche Sitzung / Séance scientifique

Samstag, 12. Oktober / Samedi 12 octobre

**1. H. Scholz (Philips Forschungslaboratorium Aachen, Deutschland):
Die Kristallzucht von HgJ_2 aus der Gasphase als Beispiel für die
Leistungsfähigkeit von Gradientenumkehrmethoden**

Die Methoden der Kristallzucht durch dynamische Gradientenumkehr sind dadurch gekennzeichnet, dass Wachstums- und Auflösungsvorgänge periodisch abwechseln. Dies hat zur Folge, dass die Gleichgewichtseinstellung während des Kristallisationsprozesses kontrolliert und gesteuert werden kann und dabei der Zustand niedrigster freier Enthalpie begünstigt wird.

Am Beispiel des HgJ_2 wird gezeigt, dass die in-situ-Nukleation von zwillings- und mosaikbaufreien Einkristallen möglich ist. Für die bisher als metastabil geltende orange Modifikation konnte durch pseudomorphe Umwandlung gezeigt werden, dass sie einen Stabilitätsbereich von etwa 10° hat.

Die Umwandlung von Kristallen der gelben Modifikation in die rote führt zu polykristallinen Aggregaten. Kleine Kristalle der orangen Modifikation (beobachtet bei Kristallen bis 1 mm Grösse) wachsen nach Umwandlung in die rote Modifikation als Einkristalle weiter.

Der hohe Bandabstand des Materials und die hohe Ordnungszahl des Quecksilbers lassen die Verbindung als γ -Strahlendetektor für die γ -Spektrometrie bei Zimmertemperatur interessant erscheinen.

Einkristalle bis zu 150 g bei einem Dampfdruck $< 0,1$ Torr erhalten.

2. H. Arend (Laboratorium für Festkörperphysik der ETH Zürich): Kristallzucht aus wässrigen Lösungen

Die Kristallzucht aus wässrigen Lösungen arbeitet mit Nährphasen, die Mehrkomponentensysteme darstellen. Vor- und Nachteile solcher Systeme vom Standpunkt der Kristallzüchtung werden unter Berücksichtigung besonderer physikalischer und chemischer Phänomene (wie z. B. Phasenumwandlungen oder Zersetzungserscheinungen) sowie apparativer Fragen erörtert.

Das Problem der Bestimmung von Phasendiagrammen in binären und ternären Systemen mit kongruent und inkongruent löslichen Verbindungen wird behandelt. Die bestehenden Kristallzuchttechniken werden auf Grund charakteristischer Grössen, die aus diesen Diagrammen abgeleitet werden können, beschrieben.

An Hand einiger wichtiger piezo- und ferroelektrischer Kristalltypen werden Anwendungsbeispiele dieser Techniken für technische Anwendungen gezeigt.

Abschliessend wird über neue Einsatzmöglichkeiten dieser Techniken auf dem Gebiet der Festkörperforschung berichtet.

3. R. Kern (Université Aix Marseille III CNRS, Laboratoire des Mécanismes de la Croissance Cristalline, Marseille, France): Mécanismes de l'épitaxie

Selon les énergies de surface respectivement du substrat et du dépôt, ainsi que de l'énergie interfaciale d'une épitaxie, l'on prévoit deux mécanismes extrêmes :

- l'un remontant à Volmer considère la formation épitaxique de cristaux tridimensionnels à partir d'une phase adsorbée très diluée,
- l'autre pour lequel à l'opposé se forme l'épitaxie par croissance couche après couche.

Ces deux cas, bien que généraux, sont illustrés d'une part sur les systèmes métaux CFC sur halogénures alcalins, d'autre part pour les gaz sur graphite. Des observations en microscopie et diffraction électroniques, en ellipsométrie, spectroscopie Auger servent de techniques expérimentales.

Un mécanisme intermédiaire, c'est-à-dire la formation d'une phase monocouche suivi de cristallites tridimensionnels, existe dans les cas des métaux CFC sur les cristaux type diamant.

Quelques considérations d'ordre pratique sont faites en guise de conclusion.

4. W. Stählin und W. Schmidt (Schweiz. Aluminium AG, Forschung und Entwicklung, Neuhausen a. R.): Automatische Regelung der Kristallzucht nach Czochralski

Die Kristallzucht nach Czochralski erstreckt sich meist über viele Stunden bis wenige Tage. Die Überwachung eines solchen Verfahrens muss demnach automatisiert werden. Zudem zeigt es sich, dass eine gute automatische Regelung meist einen entscheidenden Einfluss auf die Kristallqualität hat.

Die heute, meist erst in Entwicklungslaboratorien, verwendeten Systeme – optische oder röntgenoptische Verfahren oder Wägemethoden – werden vorgestellt. Das in unserem Labor entwickelte System wird besprochen. Die damit hergestellten Kristalle von Gadolinium-Gallium-Granat genügen den Anforderungen für Substrate für Bubble-Memories.

Die automatische Regelung besteht aus einer Waage (Mettler PT 1200) mit Digitalausgang, Uhr, Interface und Rechner (HP 9810 A). Die Auswertung erfolgt digital, wobei das Gewicht der Schmelze mit einem mit Hilfe eines Programmes errechneten Gewichtswert verglichen wird. Die Abweichung zwischen Soll- und Istgewicht wird in eine Leistungsänderung umgesetzt und dieses Signal der Heizung der Kristallzuchtanlage zugeführt.

5. W. Schmidt (Schweiz. Aluminium AG, Forschung und Entwicklung, Neuhausen a. R.): Wachstumsdefekte in Gadolinium-Gallium-Granat

$Gd_3Ga_5O_{12}$ (GGG) wird als Substrat zur epitaktischen Abscheidung von magnetischen Granatschichten verwendet. Die Anwendung dieser Schichten für Magnetblasenspeicher erfordert eine Einheitlichkeit der Gitterkonstanten von $\pm 0,0003 \text{ \AA}$ über die gesamte Oberfläche des Substrates. Wachstumsdefekte können lokale Verspannungen des Gitters bewirken und müssen daher möglichst vermieden werden. An Defekten sind bekannt: Lokal unterschiedliche Konzentration von Punktdefekten (Coring, Banding), Versetzungen (Stufen- oder Schraubenversetzungen sowie Mischtypen), Einschlüsse (Iridium, Ausscheidungen sowie Gasblasen).

Die meisten dieser Defekte können durch Wahl der Ausgangsstoffe und durch sorgfältige Regelung der Kristallzucht eliminiert bzw. vermindert werden.

**6. Z. Hauptman (Department of Geophysics and Planetary Physics, School of Physics, The University of Newcastle upon Tyne, England):
Crystal growing and the earth sciences**

The theories of the drifting continents, the geomagnetic dynamo and the reversals of geomagnetic field are now generally accepted due to the ever mounting evidence provided chiefly by palaeomagnetic research.

The basic source of experimental data for the latter research comes from countless tiny crystals of magnetic minerals contained in almost all igneous rocks. These crystals possessing natural remanent magnetisation (NRM) may be looked upon as the "memory bytes" carrying a record of the direction and sometimes also of the intensity of the geomagnetic field of the geological epoch in which they became consolidated. However the reliability of such a record must be carefully tested as the individual minerals, or their intergrown assemblages, very often show rather an intriguing magnetic behaviour. It is the main objective of the field of rock and mineral magnetism to provide a sound physical basis for understanding the mechanisms by which the magnetic crystals acquire a remanent moment which can be stable over millions of years. Fruitful research in the latter field requires experimental work with natural samples as well as with their synthetic equivalents. The inherent smallness of crystals of magnetic minerals in igneous rocks poses the task of preparing synthetic single crystals. This gives a challenging opportunity to the crystal maker.

By far the most common magnetic minerals in igneous rocks are spinel titanomagnetites. In their natural occurrence they are quite complex oxides in that they are very often non-stoichiometric and, besides their major constituents—iron and titanium—they contain varying concentrations of minor elements. To synthesise their single crystal equivalents requires a somewhat different approach from that used in most other fields of crystal growing. As the purpose is to simulate nature rather than to prepare pure, nearly perfect crystals, the approach is similar to that of an experimental petrologist.

At Newcastle we have developed a novel version of a strip-crucible technique for growing single crystals of titanomagnetites from the melt. This method is applicable to substances which do not severely attack platinum or iridium. The melt is contained in a depression in a strip of platinum or iridium which is heated directly by applying a low a.c. voltage to its terminals. The strip crucible can be shaped so as to create the desired temperature field for the particular growth mode selected (e.g. Kyropoulos or Bridgman-Stockbarger). A number of simple and complex spinel titanomagnetites have been successfully grown and their characteristics are briefly reported. The growing process takes place under controlled oxygen partial pressure. The technique also enables the thermal analysis of the solidification process to be carried out.

In co-operation with the Crystal Growing Section of the Clarendon Laboratory, Oxford, successful experiments have been performed in

which titanomagnetites have been grown also from a $\text{BaO} - \text{B}_2\text{O}_3$ flux in an iron crucible under reducing conditions.

7. S.Vepřek und H.R. Oswald (Anorganisch-chemisches Institut der Universität Zürich): Abscheidung von Phosphor durch Plasmatransport

Es ist bekannt, dass die Verdampfung des roten Phosphors unter Assoziation stattfindet, $\text{P}(\text{f, rot}) \rightarrow \text{P}_4(\text{g})$, was einen sehr kleinen Verdampfkoeffizienten zur Folge hat ($\alpha \sim 10^{-6}$). Umgekehrt wird aus der Gasphase unter Gleichgewichtsbedingungen nur die metastabile Modifikation, der weiße Phosphor, abgeschieden: $\text{P}_4(\text{g}) \rightarrow \text{P}_4(\text{f, weiss})$.

Die hohe Aktivierungsenergie der Oberflächenreaktion $4\text{P} \rightleftharpoons \text{P}_4$ kann dem System mittels eines nichtisothermen Niederdruckplasmas vorteilhaft zugeführt werden: Wird eine Niederdruckentladung im Dampf des weissen Phosphors aufrechterhalten, so scheidet sich roter Phosphor ab.

Eine andere Möglichkeit bietet der chemische Transport: Bei Anwendung einer Wasserstoff-Niederdruckentladung gelingt es, den roten Phosphor im Plasmagradienten zu transportieren. In diesem Fall wird sowohl die kinetische Barriere der Verdampfung [$\text{P}(\text{f, rot}) \rightarrow \text{P}_4(\text{g})$] als auch diejenige der Abscheidung [$\text{P}_4(\text{g}) \rightarrow \text{P}(\text{f, rot})$] überwunden. Das Produkt wird vorerst in röntgenamorpher Form abgeschieden und rekristallisiert durch Tempern bei ca. 200 °C in der Entladung.

8. U. Flückiger, H. Arend (Laboratorium für Festkörperphysik der ETH Zürich und anorganisch-chemisches Institut der Universität Zürich): Die Rolle der Gasphase bei der Züchtung von KNbO_3 Kristallen aus der Schmelze

Beim Tempern von KNbO_3 -Kristallen an Luft tritt oberhalb 1000 °C K_2O -Verlust ein, der unter Zersetzung zur Bildung K_2O -ärmerer Phasen führt. Der Vorgang wird durch H_2O beschleunigt. Unter Quasi-Gleichgewichtsbedingungen wurden KNbO_3 -Kristalle über Schmelzen mit verschiedenem $\text{K}_2\text{O} : \text{Nb}_2\text{O}_5$ -Verhältnis getempert und dabei je nach Temperatur und Zusammensetzung der Schmelze durch K_2O -Transport über die Gasphase sowohl K_2O -ärmere als auch reichere Phasen gefunden.

Die Resultate werden vom Standpunkt der top-seeding-Technik der KNbO_3 -Zucht analysiert.