

Finally, the last integral in (20) can be evaluated by integrating each term separately. We find then

$$\int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{(-1)^p}{(2p)!} \{ (f \cos \theta + g \sin \theta)^{2p} + (f \cos \theta - g \sin \theta)^{2p} \} d\theta = \frac{(-1)^p \pi}{4^p (p!)^2} (f^2 + g^2)^p. \quad (25)$$

Now we put $Y_j^2 + Z_j^2 = R_j^2$, so that

$$f^2 + g^2 = 4R_j^2/\lambda^2. \quad (26)$$

When all the expressions from (21) to (26) are substituted into (20) and this into (14) we obtain formula (15).

References

- EWALD, P. P. (1921). *Ann. Phys. Lpz.* **64**, 253.
 HARTMAN, P. & PERDOK, W. G. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 521.
 HØJENDAHL, KR. (1938). *K. danske Vidensk. Selsk. mat.-fys. Medd.* **16**, No. 2.
 HOLSER, W. T. (1956). *Z. Kristallogr.* **107**, 155.
 KLEBER, W. (1939). *N. Jb. Min. Geol. Paläont. Beil.-Bd. A*, **75**, 72.
 PINSKER, Z. G. (1941). *J. Physic. Chem. (USSR)*, **15**, 559.
 PINSKER, Z. G. (1943a). *Acta Physicochim. URSS*, **18**, 311.
 PINSKER, Z. G. (1943b). *Acta Physicochim. URSS*, **18**, 477.
 PINSKER, Z. G. (1945). *Acta Physicochim. URSS*, **20**, 121
Tables of Probability Functions (1941). New York Federal Works Agency.

Acta Cryst. (1958). **11**, 369

Präzisionsbestimmung der Gitterkonstanten von $A^{III}B^V$ -Verbindungen

VON G. GIESECKE UND H. PFISTER

Forschungslaboratorium der Siemens-Schuckertwerke AG, Erlangen, Deutschland

(Eingegangen am 24. Dezember 1957)

Precision cell dimensions of compounds of the type $A^{III}B^V$ have been determined from powder photographs, using the asymmetric method of Straumanis. Without correction for refraction the following values were obtained:

InSb: $a = 6.47877 \pm 0.00005 \text{ \AA}$; InAs: $a = 6.0584 \pm 0.0001 \text{ \AA}$; InP: $a = 5.86875 \pm 0.0001 \text{ \AA}$;
 GaSb: $a = 6.0954 \pm 0.0001 \text{ \AA}$; GaAs: $a = 5.6534 \pm 0.0002 \text{ \AA}$; GaP: $a = 5.4505 \pm 0.0001 \text{ \AA}$;
 AlSb: $a = 6.1355 \pm 0.0001 \text{ \AA}$.

The corrections for refraction are given.

Einleitung

Die im Zinkblende- (bzw. Wurtzit-) Gitter kristallisierenden AB -Verbindungen aus Elementen der III. und V. Hauptgruppe des periodischen Systems haben durch die grundlegenden Arbeiten von Welker (1952, 1953) grosses Interesse für die Halbleiterphysik erlangt. Dies führte dazu, dass Kristalle sehr hoher Reinheit hergestellt wurden, und es soll im folgenden über die Präzisionsbestimmung der Gitterkonstanten von einigen durch besondere chemische und physikalische Methoden gereinigten $A^{III}B^V$ -Verbindungen berichtet werden.

Verwendetes Probenmaterial

Die untersuchten Verbindungen wurden in unserem Forschungslaboratorium von Dr O. G. Folberth durch Zusammenschmelzen der Komponenten hergestellt. Die Ausgangsstoffe hierfür sind durch spezifische von

Dr G. Iwantscheff und Mitarbeitern ausgearbeitete chemische Verfahren gereinigt worden. Ausserdem wurden die Verbindungen noch durch Zonenziehen nachgereinigt. Die von Dr E. Golling durchgeführte Spektralanalyse der Proben liess keinerlei Verunreinigungen erkennen.

Durchführung der Gitterkonstantenbestimmung

Die Gitterkonstanten wurden aus Pulveraufnahmen nach der asymmetrischen Methode von Straumanis & Ievins (1940) bestimmt. Die Kamera hatte einen Durchmesser von 57,3 mm. Die stäbchenförmigen Pulverpräparate waren 0,1–0,15 mm. dick. Sie sind durch Aufbringen der zu untersuchenden Substanz auf 0,05 mm. dicke Quarzglasfäden hergestellt worden. Um Temperaturschwankungen während der Aufnahme auszuschliessen, befand sich die Kamera in einem Luftthermostaten, dessen Wände mit Wasser von kon-

stanter Temperatur umspült wurden. Bei allen Aufnahmen wurde eine Temperatur von $18,0 \pm 0,1$ °C. eingehalten. Die Filme sind jeweils 10 mal ausgemessen worden. Die Gitterkonstanten wurden aus Reflexen mit Glanzwinkeln θ von mindestens 75° nach der Bragg'schen Beziehung ermittelt. Dabei ist mit den von Siegbahn (1931) angegebenen Wellenlängen-Werten gerechnet worden, wobei allerdings an Stelle der kX -Einheit die Å-Einheit gewählt wurde (Umrechnungsfaktor 1,00202). Um die durch die Absorption der Strahlung in dem Präparat bedingte geringfügige aber noch merkliche Linienverschiebung zu berücksichtigen, wurden die aus den Rückwärtsinterferenzen ermittelten Gitterkonstantenwerte mit Hilfe der Funktion

$$\frac{1}{2} (\cos^2 \theta / \sin \theta + \cos^2 \theta / \theta)$$

auf $\theta = 90^\circ$ extrapoliert (Taylor & Sinclair, 1945; Nelson & Riley, 1945).

Ergebnisse

InSb

Es wurden zwei Proben mit $Co K\alpha$ -Strahlung ($\lambda(K\alpha_1) = 1,78889_6$ Å, $\lambda(K\alpha_2) = 1,79280_4$ Å) untersucht und der Reflex 551 bei $\theta = 80^\circ$ ausgewertet. Die aus dem Hall-Effekt bestimmte Störstellenkonzentration der Probe I betrug 2×10^{17} cm.⁻³, die der Probe II 10^{16} cm.⁻³.* Aus zwei Filmen der Probe I ergab sich für die Gitterkonstante ein Wert $6,47869 \pm 0,00002$ Å und für die Probe II ebenfalls ein Wert $6,47869 \pm 0,00003$ Å. Mit Berücksichtigung der Absorptionskorrektur ist die Gitterkonstante beider Proben $6,47877 \pm 0,00005$ Å.

InAs

Die Gitterkonstante wurde aus dem 533-Reflex ermittelt, der für $Cu K\alpha$ -Strahlung ($\lambda(K\alpha_1) = 1,540500_5$ Å, $\lambda(K\alpha_2) = 1,544345_3$ Å) bei $\theta = 78^\circ$ liegt. Aus vier Filmen ergab sich ein Mittelwert von $6,0583 \pm 0,0001$ Å und mit Berücksichtigung der Absorptionskorrektur $6,0584 \pm 0,0001$ Å.

InP

Es wurden zwei Proben mit $Cu K\alpha$ -Strahlung untersucht. Die Auswertung des Reflexes 642 bei $\theta = 80^\circ$ ergab für die Probe I einen Wert von $5,86869 \pm 0,00008$ Å und für die Probe II einen Wert von $5,86873 \pm 0,00007$ Å. Daraus ergibt sich mit Berücksichtigung der Absorptionskorrektur ein gemeinsamer Wert von $5,86875 \pm 0,0001$ Å.

GaSb

Die Auswertung des Reflexes 731 bei $\theta = 76^\circ$ ($Cu K\alpha$ -Strahlung) ergab aus drei Filmen einen Wert

* Die Angaben über die Konzentration der Störstellen verdanken wir Herrn Dr H. Weiss.

von $6,0953 \pm 0,0001$ Å und mit Berücksichtigung der Absorptionskorrektur $6,0954 \pm 0,0001$ Å.

GaAs

Die Auswertung des 551-Reflexes bei $\theta = 77^\circ$ ($Cu K\alpha$ -Strahlung) ergab aus drei Filmen einen Wert von $5,6533 \pm 0,0002$ Å und mit Berücksichtigung der Absorptionskorrektur $5,6534 \pm 0,0002$ Å.

GaP

Aus drei Aufnahmen mit $Co K\alpha$ -Strahlung ergab die Auswertung des 531-Reflexes bei $\theta = 76^\circ$ eine Gitterkonstante von $5,4505 \pm 0,0001$ Å.

AlSb

Es wurde der 622-Reflex einer $Co K\alpha$ -Aufnahme bei $\theta = 75^\circ$ und der 533-Reflex einer $Cu K\alpha$ -Aufnahme bei $\theta = 75^\circ$ ausgewertet. Es ergab sich mit Berücksichtigung der Absorptionskorrektur ein Wert von $6,1355 \pm 0,0001$ Å.

Brechungskorrektur

Die Bragg'sche Beziehung gilt exakt nur im Innern des Kristalls. Berücksichtigt man die Brechung der Röntgenstrahlen an der Kristalloberfläche, so ergibt sich die im Vakuum (oder in Luft) geltende Beziehung (Lindh, 1930)

$$2d(1 - \delta/\sin^2 \theta) \sin \theta = n\lambda. \quad (1)$$

Dabei ist δ die Abweichung des Brechungsindex μ von 1. Die Gitterkonstante eines kubischen Kristalls ergibt sich danach aus dem nach der einfachen Bragg'schen Beziehung ermittelten Wert a zu

$$a_{\text{kor.}} = a(1 + \delta/\sin^2 \theta). \quad (2)$$

Nach der klassischen Dispersionstheorie ist, falls die Frequenz der Strahlung gross ist gegen die Eigenfrequenzen der Elektronen in dem Kristall

$$\delta = 1 - \mu = Ne^2/2\pi m \nu^2 = Ne^2\lambda^2/2\pi mc^2. \quad (3)$$

Dabei bedeutet N die Zahl der Elektronen pro Volumeneinheit des brechenden Material, e die Ladung und m die Masse des Elektrons, ν die Frequenz bzw.

Tabelle 1. Brechungskorrekturen

Verbindung	Strahlung	Brechungskorrektur
InSb	$Co K\alpha$	$1,4 \times 10^{-4}$ Å
InAs	$Cu K\alpha$	$1,0 \times 10^{-4}$
InP	$Cu K\alpha$	$0,8 \times 10^{-4}$
GaSb	$Cu K\alpha$	$1,0 \times 10^{-4}$
GaAs	$Cu K\alpha$	$0,9 \times 10^{-4}$
GaP	$Co K\alpha$	$0,9 \times 10^{-4}$
AlSb	$Cu K\alpha$	$0,8 \times 10^{-4}$
	$Co K\alpha$	$1,0 \times 10^{-4}$

Tabelle 2. Gitterkonstanten von $A^{III}B^V$ -Verbindungen

Verbindung	Eigene Ergebnisse (18 °C.)		Frühere Ergebnisse*
	Ohne Brechungs- korrektur	Mit Brechungs- korrektur	
InSb	6,47877 ± 0,00005 Å	6,4789 Å	6,465 ± 0,004 Å 6,47 ₄ 6,4760 6,4782 6,04 ₃ 5,87 ₃ 6,105 ± 0,006 6,095 5,646 ± 0,002 5,447 ± 0,006 6,138 6,103 ± 0,006 6,1347
InAs	6,0584 ± 0,0001	6,0585	Goldschmidt (1926) Jandelli (1941)
InP	5,86875 ± 0,0001	5,8688	Lin & Peretti (1952)
GaSb	6,0954 ± 0,0001	6,0955	ASTM, <i>X-ray Diffraction Data</i> (1955) Jandelli (1941)
GaAs	5,6534 ± 0,0002	5,6535	Goldschmidt (1926) ASTM, <i>X-ray Diffraction Data</i> (1957)
GaP	5,4505 ± 0,0001	5,4506	Goldschmidt (1926)
AlSb	6,1355 ± 0,0001	6,1356	Goldschmidt (1926) Owen & Preston (1924) Goldschmidt (1924) ASTM, <i>X-ray Diffraction Data</i> (1955)

* Aus kX.- in Å-Einheiten umgerechnet.

λ die Wellenlänge der Strahlung und c die Lichtgeschwindigkeit.

Wenn die Wellenlänge einer Absorptionskante nahekommt, so ist, gemäss der allgemeinen Dispersionsformel (James, 1950) eine Korrektur an (3) anzubringen. In unserm Fall liegt diese Korrektur jedoch innerhalb der durch die Auswertung der Filme gegebenen Fehlergrenzen.

Die Beziehungen (1) und (2) gelten exakt nur für die symmetrische Reflexion an einem Einkristall. Wilson (1940) konnte aber zeigen, dass sie für Pulverproben von stark absorbierenden Substanzen noch eine gute Näherung darstellen.

Die nach (2) unter Berücksichtigung von (3) berechneten Brechungskorrekturen sind in Tabelle 1 wiedergegeben. In Tabelle 2 sind neben den ermittelten Gitterkonstantenwerten noch die Ergebnisse früherer Messungen zusammengestellt.

Wir danken Herrn Dr O. G. Folberth für die Überlassung der Proben.

Literatur

- GOLDSCHMIDT, V. M. (1926). *Skr. norske Vidensk. Akad. Mat.-Naturv.* Kl. 1926.
 JAMES, R. W. (1950). *The Optical Principles of the Diffraction of X-rays*. London: Bell.
 JANDELLI, A. (1941). *Gazz. chim. Ital.* **71**, 58.
 LINDH, A. E. (1930). *Handbuch der Experimentalphysik*, Band 24/2, S. 94.
 LIN, T. S. & PERETTI, E. A. (1952). *Trans. Amer. Soc. Met.* **44**, 539.
 NELSON, J. B. & RILEY, D. P. (1945). *Proc. Phys. Soc.* **57**, 160.
 OWEN, E. A. & PRESTON, G. D. (1924). *Nature, Lond.* **113**, 914.
 SIEGBAHN, M. (1931). *Spektroskopie der Röntgenstrahlen*. Berlin: Springer.
 STRAUMANIS, M. & LEVINS, A. (1940). *Die Präzisionsbestimmung der Gitterkonstanten nach der asymmetrischen Methode*. Berlin: Springer.
 TAYLOR, A. & SINCLAIR, H. (1945). *Proc. Phys. Soc.* **57**, 126.
 WELKER, H. (1952). *Z. Naturforsch.* **7a**, 744.
 WELKER, H. (1953). *Z. Naturforsch.* **8a**, 248.
 WILSON, A. J. C. (1940). *Proc. Camb. Phil. Soc.* **36**, 485.

Short Communications

Contributions intended for publication under this heading should be expressly so marked; they should not exceed about 500 words; they should be forwarded in the usual way to the appropriate Co-editor; they will be published as speedily as possible; and proofs will not generally be submitted to authors. Publication will be quicker if the contributions are without illustrations.

Acta Cryst. (1958). **11**, 371

Zur Struktur des $\text{BaSiO}_3 \cdot 5,3\text{H}_2\text{O}$. Von H. LIEBSCH und K. DORNBERGER-SCHIFF, *Deutsche Akademie der Wissenschaften zu Berlin, Institut für Kristallstrukturanalyse, Berlin-Adlershof, An der Rudower Chaussee, Deutschland*

(Eingegangen am 3. März 1958)

Die aus der Lösung gezüchteten Kristalle wurden uns vom Institut für anorganische Chemie der DAdW zur Untersuchung übergeben. Es handelt sich um durchsichtige,

weisse Nadelchen geringer Härte, die sich in Gegenwart von CO_2 -haltiger Luft zu BaCO_3 zersetzen.

Die Gitterkonstanten ergaben sich zu