

Röntgenographische Abbildung des Verzerrungsfeldes einzelner Versetzungen in Germanium-Einkristallen

VON U. BONSE UND E. KAPLER

Physikalisches Institut der Universität Münster
(Z. Naturforsch. **13 a**, 348–349 [1958]; eingeg. am 3. März 1958)

Werden Germanium-Einkristalle mit geeigneten Ätzmitteln geätzt, so beobachtet man auf bevorzugt orientierten Oberflächen regelmäßig geformte Ätzstippen, z. B. dreieckige Stippen auf (111)-Oberflächen^{1–3}. Zahlreiche Autoren^{1–6} nehmen heute an, daß diese Stippen *einzelnen* Versetzungen zuzuordnen sind und jeweils dort entstehen, wo eine Versetzungslinie die Kristalloberfläche durchstößt. Die sicherste Stütze dieser Ansicht stellen wohl die Untersuchungen von VOGEL und Mitarbeitern¹ dar, wo der röntgenographisch gemessene Orientierungsunterschied an einer Feinkorn-grenze sehr gut mit dem aus dem Abstand⁷ der Ätzstippen ermittelten übereinstimmt.

Mit Hilfe einer dem Doppelkristallspektrometer⁸ verwandten Anordnung ist es gelungen, die durch *einzelne* Ätzstippen angezeigten Gitterstörungen auch röntgenographisch abzubilden. RÖNTGEN-Strahlung mit kleiner Strahldivergenz wird an einem möglichst idealen Vergleichskristall I und an dem zu untersuchenden Kristall II nacheinander reflektiert (Abb. 1). Für zwei

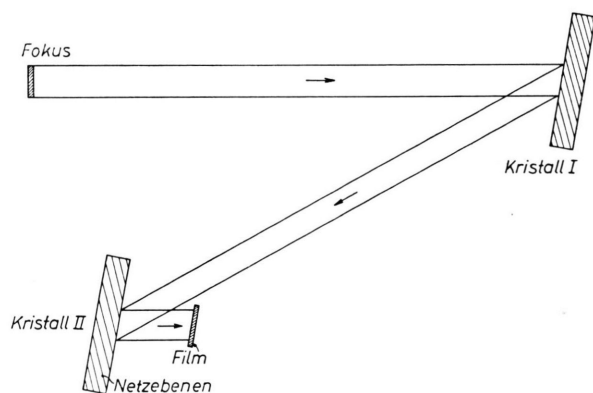


Abb. 1. Strahlengang (schematisch).

ideale Kristalle I und II wäre dann die von II reflektierte Intensität praktisch nur in der exakten Parallelstellung der Netzebenen beider Kristalle ungleich Null. In unserer Anordnung fällt die Intensität bei einer Abweichung von der Parallelstellung von nur 3,8° bereits auf die Hälfte ab. Wenn man für eine Abbildung des

Kristalles sorgt, so werden somit schon Kristallbereiche von II mit einer Fehlorientierung von 3,8° und noch weniger infolge verminderter Reflexion sichtbar. Diese Abbildung wird einfach durch einen möglichst dicht hinter II in den Strahlengang gebrachten Film erreicht. Die Auflösungsgrenze der Abbildung ist um so größer, je kleiner die Strahldivergenz und je kleiner der Abstand des Films vom Kristall II ist. Somit gewinnt man ein getreues Bild der Orientierungsfehler der etwa 9 μ dicken zur Reflexion beitragenden Schicht des Kristalls II. Es zeigt sich, daß Orientierungsunterschiede von etwa 1° noch sicher auf dem Film wahrgenommen werden können. Eine ähnliche Überlegung ergibt, daß auch lokale Abweichungen in der Gitterkonstanten bis herunter zu ca. $8 \cdot 10^{-5}\%$ sich in einer verminderten Reflexion auswirken.

Abb. 2 * zeigt in a) und b) zwei nach dem beschriebenen Verfahren hergestellte Abbildungen von der gleichen Kristallstelle, a) mit der (711)-Reflexion, b) mit der (171)-Reflexion. In c) ist die gleiche Stelle lichtmikroskopisch abgebildet, nachdem sie mit dem von BILLIG³ angegebenen Ätzmittel behandelt worden war. Man erkennt in c) eine von rechts nach links verlaufende Reihe von dreieckigen Ätzstippen. Auf der Aufnahme b) sind an den Stellen der Stippen kleine Pünktchen zu erkennen, die sich einzeln den Stippen der Aufnahme c) eindeutig zuordnen lassen (Pfeil!). Auf der Aufnahme a) sind diese Pünktchen gar nicht oder nur außerordentlich schwach zu erkennen. Da die Aufnahmen so gemacht worden sind, daß die mit der Oberfläche gebildeten Winkel der ein- und ausfallenden Strahlen bei beiden Aufnahmen identisch sind, ist es unmöglich, daß die Pünktchen lediglich auf die durch die Ätzstippen gegebene Vertiefung in der Kristalloberfläche zurückzuführen sind. Sie müßten sonst auf beiden Aufnahmen gleichermaßen sichtbar sein. Es wird daher angenommen, daß die Pünktchen tatsächlich anisotrope Gitterstörungen darstellen und an solchen Stellen vorliegen, wo bei der Ätzung Stippen entstehen.

Mit Hilfe weiterer Abbildungen durch Reflexion an anderen Netzebenen – (117), (551), (515) und (155) – kommt man zu dem Schluß, daß die beobachteten Gitterstörungen höchstwahrscheinlich Versetzungen mit dem BURGERS-Vektor (011) sind, wenn man mit WILSON⁹ annimmt, daß röntgenographisch eine Versetzung nur dann wirksam wird, wenn der BURGERS-Vektor nicht in der spiegelnden Netzebene liegt, und daß ihre Wirkung um so größer ist, je kleiner der Winkel zwischen Netzebenenormalen und BURGERS-Vektor ist.

Überraschend mag zunächst freilich erscheinen, daß bei der geringen Vergrößerung von 28 : 1 einzelne Versetzungen sichtbar werden sollen. Daß dies möglich

¹ F. L. VOGEL, W. G. PFANN, H. E. COREY u. E. E. THOMAS, Phys. Rev. **90**, 489 [1953].

² S. G. ELLIS, J. Appl. Phys. **26**, 1140 [1955].

³ E. BILLIG, Proc. Roy. Soc., Lond. A **235**, 35 [1956].

⁴ A. D. KURTZ, S. A. KULIN u. B. L. AVERBACH, Phys. Rev. **101**, 1285 [1956].

⁵ F. L. VOGEL, Acta Metall. **3**, 95 und 245 [1955].

⁶ J. OKADA, J. Phys. Soc., Japan **10**, 1018 [1955].

⁷ W. T. READ, Jr., Dislocations in Crystals, McGraw Hill Book, Inc., New York 1953, Seite 158.

⁸ W. EHRENBURG u. H. MARK, Z. Phys. **42**, 807 [1927].

* Abb. 2, 3 und 4 auf Tafel S. 348 a.

⁹ A. J. C. WILSON, Research **2**, 541 [1949]; **3**, 387 [1950]; Acta Cryst. **5**, 318 [1952].



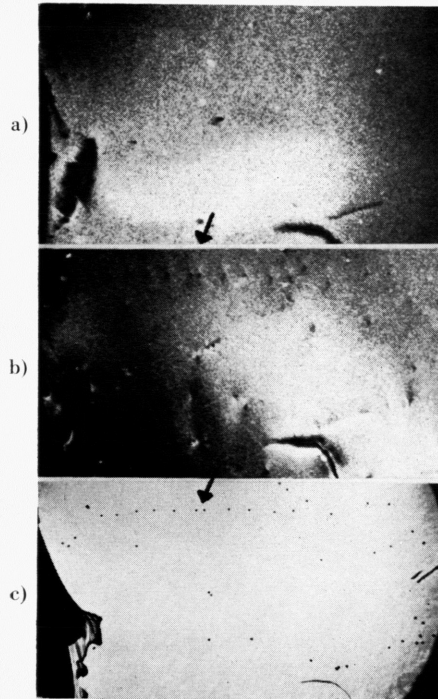


Abb. 2. (111)-Oberfläche.
a) (711)-Reflex;
b) (171)-Reflex;
c) lichtmikroskopisch.

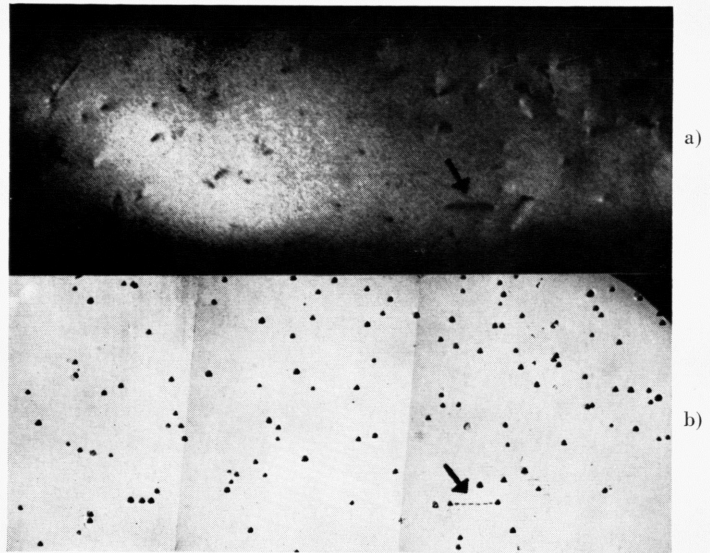
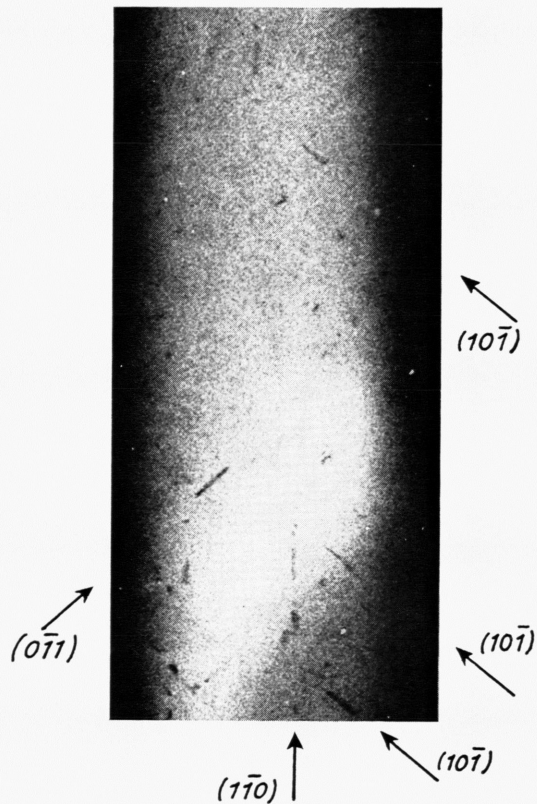


Abb. 3. (111)-Oberfläche.
a) Röntgenographisch;
b) lichtmikroskopisch.

Abb. 4. „Strichförmige“ Gitterstörungen
in ausgezeichneten Richtungen. $500\ \mu$



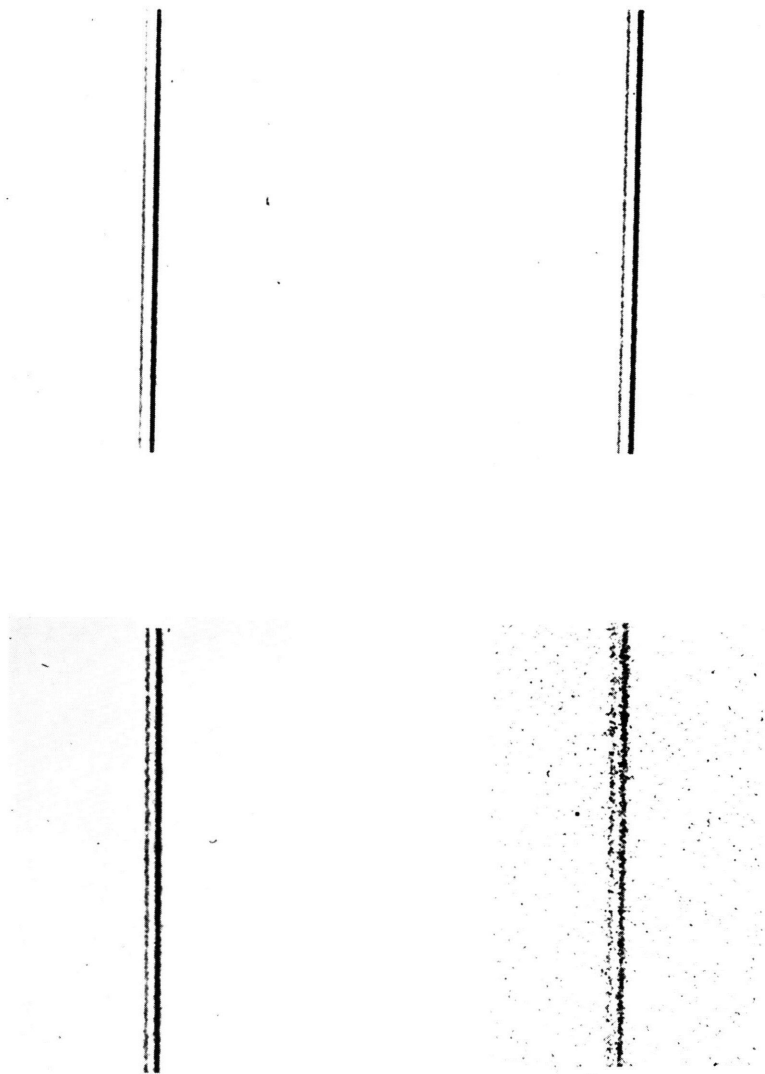


Abb. 2. Silber $K_{\beta 1,3}$ -Doublett; aufgenommen bei 1, 0,5, 0,25 und 0,125 m Fokalkreisradius. (Die Aufnahmen wurden im Verhältnis 1 : 2 : 4 : 8 vergrößert.) Die Aufnahmen wurden

mit einem provisorischen Aufbau gemacht. Die Einstellung der verschiedenen Fokalkreisradien geschah nur durch Verstellen der Mikrometerschraube ohne zusätzliche Justierung.

ist, zeigt folgende Abschätzung für eine Schraubenversetzung, die senkrecht zur reflektierenden Netzebene verläuft. Die wahre Ausdehnung der Pünktchen, z. B. in Abb. 2b beträgt auf der Kristalloberfläche ca. 20 bis 30 μ , d. h. 40 000 bis 60 000 Atomabstände. Eine Schraubenversetzung mit der Versetzungsstärke einer Gitterkonstanten würde im Abstand von 15 μ vom Versetzungskern eine Fehlorientierung von ca. 0,9° besitzen, was mit unserer Anordnung gerade noch nachweisbar ist*.

Zum Schluß sei noch erwähnt, daß in zahlreichen Fällen auch Störungen beobachtet wurden, denen sich direkt keine Ätzstippen zuordnen lassen. Ein Beispiel zeigt Abb. 3, wo wieder ein Röntgen-Bild und ein lichtmikroskopisches Bild der gleichen Kristallstelle wiedergegeben ist. Während sich im oberen Teil eine Zuord-

nung wenigstens teilweise durchführen läßt, sind unten auf dem Röntgen-Bild die Pünktchen fast durchweg an anderen Stellen als die Stippen. Außerdem sind auf dem Röntgen-Bild (Abb. 3 und 4) einige „strichförmige“ Gitterstörungen vorhanden (Pfeil!). Da derartige „Striche“ fast immer in den Richtungen (011), (101) und (110) beobachtet wurden, wird geschlossen, daß sie zu dicht unterhalb und parallel zur Oberfläche verlaufenden Versetzungen gehören. Aus der Unmöglichkeit, eine eindeutige Zuordnung zwischen Röntgen-Bild und Ätzbild in allen Fällen durchzuführen, folgt, daß im Kristall allgemein mehr Versetzungen vorhanden sind, als sich allein auf Grund der Ätzung ergibt. Dies ist schon von anderen Verfassern damit erklärt worden, daß Versetzungslinien nicht angeätzt werden, wenn sie allzu schräg die Oberfläche durchstoßen. Die vorliegenden Beobachtungen bestätigen diese Annahme.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die Unterstützung mit Apparaten.

Zur Phasenlage der Leuchtwellen-Nebenmaxima der Elektrolumineszenz

VON DIETRICH HAHN und F.-W. SEEMANN *

(Mitteilung aus der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt)
(Z. Naturforsch. 13 a, 349—350 [1958]; eingeg. am 3. März 1958)

Das Auftreten sekundärer oder Nebenmaxima (das sind zweite Lichtblitze pro Halbwelle des Feldes) bei sinusförmiger Anregung ist schon häufig beschrieben worden¹⁻⁵. Die Phasenlage dieser Nebenmaxima wird übereinstimmend beim Nulldurchgang des Sinusfeldes beobachtet. Darüber hinaus haben wir in einer früheren Arbeit⁶ die Nebenmaxima speziell bei Rechteckanregung untersucht und ihre Entstehung als Folge von Polarisationserscheinungen di- und par-elektrischer Natur experimentell nachgewiesen. Bezüglich ihrer Phasenlage konnten wir die genaue Gleichzeitigkeit der Abklingflanke des anregenden Impulses mit dem Beginn der Anklingung des Nebenmaximums unabhängig von Temperatur und Frequenz feststellen.

Bei Sinusanregung dagegen haben wir in Übereinstimmung mit den genannten Autoren eine Temperatur- und Frequenzabhängigkeit der Phasenlage der Nebenmaxima beobachtet. Bei Erwärmung wandern die Nebenmaxima häufig nicht nur, wie dort beschrieben wird, von der ansteigenden Flanke eines Hauptlichtblitzes auf die abfallende des vorhergehenden (also durch das zwischen beiden Flanken liegende Minimum hindurch^{3, 5}), sondern scheinen innerhalb eines kleinen Temperaturintervalls von wenigen Grad auch an einer Flanke hin-

auf, über das Hauptmaximum hinweg und an der anderen Flanke wieder hinabzuwandern (Abb. 1). Im letzten Teilbild (Abb. 1 f) sieht es sogar so aus, als hätte das Nebenmaximum nach dem Durchlaufen des Temperaturintervalls von 8 Grad eine Phasenverschiebung von ca. $\frac{1}{4}$ Wellenlänge des anregenden Feldes in positiver Zeitachsenrichtung erlitten.

Diese scheinbare große Phasenverschiebung, die sich durch Polarisationserscheinungen kaum deuten ließe, ist nun, wie das mitphotographierte Koordinatennetz auf den Bildern sofort deutlich erkennen läßt, eine optische Täuschung. Bei Betrachtung der Leuchtwellen allein (ohne Koordinatennetz) entsteht sie dadurch, daß man immer das kleinere Maximum als Nebenmaximum anspricht. Richtiger dürfte die Auffassung sein, daß unabhängig von seiner Größe immer derjenige Lichtblitz als Nebenmaximum zu bezeichnen ist, der zeitlich in der Nähe bzw. kurz vor dem Nulldurchgang der Spannung liegt. In Abb. 1 a—c ist, wie üblich, das größere Maximum pro Halbwelle der Hauptlichtblitz. In Abb. 1 d—f dagegen sind die Nebenmaxima größer als die Hauptmaxima, welche im letzten Bild nur noch andeutungsweise als kleine Inflexionen — den Spannungsextrema wie üblich zeitlich etwas vorausgehend — erscheinen.

Das so durch seine Phasenlage definierte Nebenmaximum erfährt außer dieser scheinbaren auch eine echte temperaturabhängige Phasenverschiebung. Die Verschiebung erfolgt bei Erwärmung entgegen der Richtung der Zeitachse und ist in der Figur deutlich zu erkennen: die Nebenmaxima in Abb. 1 c eilen nämlich 1,5 Rasterleistriche, die in Abb. 1 f 2,5 Teilstriche dem Null-

* Berlin-Charlottenburg.

¹ G. DESTRIAU u. H. F. IVEY, Proc. Instn. Radio Engrs 43, 1911 [1955].

² H. GOBRECHT, D. HAHN u. F.-W. SEEMANN, Z. Phys. 140, 432 [1955].

³ C. H. HAAKE, J. Appl. Phys. 28, 117 [1957].

⁴ H. A. KLASSENS, Intern. Koll. über Halbleiter u. Phosphore, Garmisch 1956.

⁵ J. MATTLER, J. Phys. Radium 17, 725 [1956].

⁶ D. HAHN u. F.-W. SEEMANN, Z. Phys. 149, 486 [1957].