

Anwendung der Weitwinkelinterferenzen zur Untersuchung von akusto-elektrischen Gitterschwingungen in Kadmiumsulfid

Jörg Kies und Herbert Peibst

Akademie der Wissenschaften der DDR, Zentralinstitut für Elektronenphysik

(Z. Naturforsch. **28 a**, 1366–1369 [1973]; eingegangen am 5. April 1973)

Herrn Prof. Dr. Borrmann zum 65. Geburtstag gewidmet

Application of the Pseudo-Kossel-Line-Technique for the Investigation of Acoustoelectric Lattice Vibrations in Cadmium Sulfide

Changes in absolute and relative intensities of Pseudo-Kossel lines from crystals containing lattice vibrations were observed. Since the relation between vibration amplitude and intensity modification is known theoretically, vector amplitudes and gain factors of the acoustoelectric amplification can be determined. Advantages of this method are discussed.

Röntgen-Wellenfelder in fast idealen CdS-Kristallen werden von hochangeregten Gitterschwingungen in charakteristischer Weise beeinflußt.

Über Untersuchungen zur Abhängigkeit der integralen und winkelabhängigen Reflexionsintensität von Gitterschwingungen wird in den Arbeiten^{1–3} berichtet. Bei diesen Arbeiten wurde eine Goniometeranordnung benutzt.

Das Weitwinkelverfahren bietet die Möglichkeit, in relativ einfacher Weise mehrere Reflexe unter den gleichen Versuchsbedingungen zu erfassen und auszuwerten. Die Schwierigkeiten, die bei der Einstellung des Goniometers auf einen anderen Reflex unter Beibehaltung der übrigen, experimentellen Parameter auftreten, können vermieden werden.

Die Vor- und Nachteile des Weitwinkelverfahrens zur Untersuchung hochangeregter Gitterschwingungen werden mitgeteilt und einige mit dieser Methode gewonnene Ergebnisse diskutiert.

Experimente

Es wurde mit einer offenen Röhre gearbeitet; ihr Mikrofokus hatte einen Durchmesser von ca. 10 μm . Die Antikathodenfolie bestand aus zwei Schichten: einer dünnen, ca. 2 μm dicken Cu-Schicht, aufgetragen auf eine ca. 10 μm dicke Ni-Folie. Diese diente zugleich als Filter für die härtere Röntgen-Bremsstrahlung und die Cu-K $_{\beta}$ -Strahlung. Registriert wurde auf einer Photoplatte. Das Prinzip der Anordnung ist in Abb. 1 wiedergegeben. Es wurden Weitwinkelaufnahmen im $\langle 110 \rangle$ -Pol mit CuK $_{\alpha}$ -Strahlung (Anregungsspannung 15 kV) aufgenommen, Abbildung 2*.

* Abbildung 2 auf Tafel S. 1368 a.

Zur Auswertung wurde eine durchsichtige Kugel benutzt, auf der das volle Reflexsystem von CdS für CuK $_{\alpha}$ aufgetragen war. Mit ihr konnte durch Projektion aus dem Zentrum die Weitwinkelauflnahme simuliert und eine schnelle Indizierung der Linien vorgenommen werden.

Die Gitterschwingungen wurden in den CdS-Kristallen durch akustoelektrische Verstärkung geeigneter Moden des thermischen Untergrundes angeregt⁵. Einzelheiten über die Kristallgeometrie und die elektrische Anordnung können den Arbeiten^{1, 3, 4} entnommen werden.

Abbildung 3 zeigt für eine Netzebenenschar den Strahlengang einer Weitwinkelauflnahme und die zu erwartenden Schwärzungsbereiche auf der Photoplatte. Während R Bereiche erhöhte Intensität sind, sind H Bereiche erniedrigter Intensität gegenüber dem Untergrund. Ist d , der Abstand Röntgen-Quelle-Kristall, größer als 0,4 mm, so kann man durch genaues Vermessen der verschiedenen charakteristischen Abstände auf einer Weitwinkelauflnahme die Werte der Aufnahmegeometrie (d, D) bestimmen und kontrollieren.

So läßt sich z. B. eine unerwünschte Verkrümmung der Proben während des Versuchsablaufes bis zu einem Krümmungsradius von 100 m erkennen (Messungen an verkrümmten Kristallen wurden im weiteren nicht ausgewertet).

Würde man auf der Photoplatte zwischen R_{+h} und $-H$ (die Bezeichnungen entsprechen denen in Abb. 3) die durch die Röntgen-Strahlung hervorgerufene Schwärzung photometrieren, so erhielte man eine Intensitätsverteilung, wie sie schematisch in Abb. 4 wiedergegeben ist. Die ausgezogene Kurve entspricht der Intensität bei Anwesenheit von Gitterschwingungen, die gestrichelte der im ungestörten Zustand.

Die auf der Abszisse eingezeichneten Maßstäbe – Abstände auf der Photoplatte in μm , Öffnungswin-



kel in Minuten — gelten bei den im Experiment gewählten Werten $D = 80 \text{ mm}$ und $d = 1 \text{ mm}$. (Wegen des für ϑ und λ auf der Abszisse gewählten positiven Richtungssinnes sind die Darstellungen Abb. 3 und Abb. 4 zueinander seitenverkehrt.)

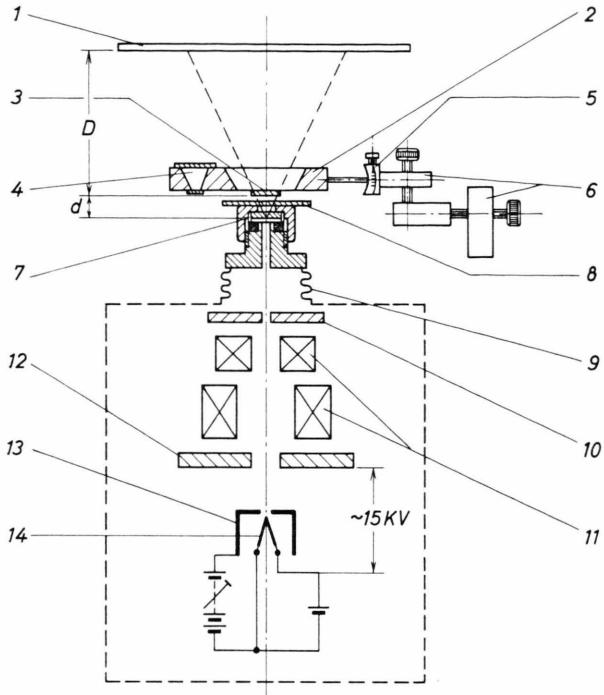


Abb. 1. Prinzipskizze der Anlage.

1. Photoplatte, verstellbar für verschiedene Abstand D . Durch Variation von D kann zwischen der im Kristall erzeugten Linienbreite und der Winkeldivergenz unterschieden werden.
2. Kristallhalter.
3. Der zu untersuchende CdS-Kristall. Die Kristalldicken liegen zwischen $10 \mu\text{m}$ und $50 \mu\text{m}$.
4. Brennfleckkontrolle, bestehend unten aus einem feinmaschigen Netz und einem oben aufgeklebten Leuchtschirm.
5. Goniometerkopf.
6. Dreifacher Kreuzschlitten, speziell gefertigt, um eine definierte, reproduzierbare Verschiebung des Kristalls in allen Richtungen zu ermöglichen.
7. Antikathode aus Ni-Folie mit einer speziell aufgetragenen Cu-Schicht.
8. Hilfsfilter aus Ni.
9. Federbalg zum Erleichtern der Brennfleckjustierung durch Höhenverstellung.
- Strahlerzeugungssystem, bestehend aus:
10. Blende
11. 2 Magnetlinsen,
12. Anode,
13. Wehnelt-Zylinder,
14. Wolframglühkathode.

Wir erwarten bei vorhandenen Gitterschwingungen (gestörter Fall) eine weitere Verringerung der Intensität im $-H$ -Bereich, die der Erhöhung der Intensität im R_{-0} -Bereich überlagert ist und diese

Linie schwächer erscheinen läßt. Im R_{+h} - bzw. R_{-h} -Bereich wird die integrale Intensität erhöht.

In den Weitwinkelauflnahmen gestörter Kristalle — siehe z. B. Abb. 2 — erkennt man bereits bei visuel-

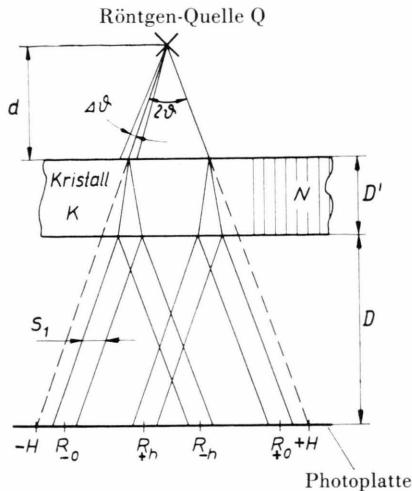


Abb. 3. Strahlengang bei der Beugung an einer Netzebenenschar N; K: Kathodenseite; übrige Bezeichnungen siehe Text.

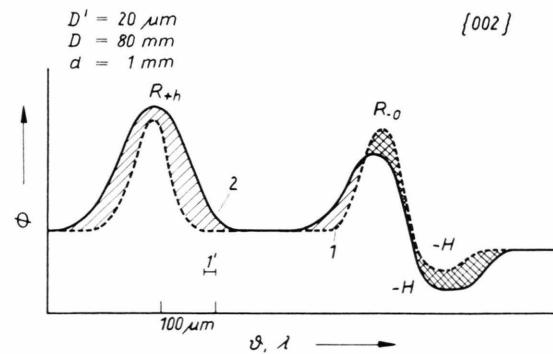


Abb. 4. Schematische Darstellung des Linienprofils einer Pseudo-Kossel-Linie.
— ungestörter Fall ($U_q=0$); — gestörter Fall ($U_q \neq 0$);
∅ Röntgen-Intensität.

ler Auswertung, daß die im kathodennahen Bereich des Kristalls entstehenden Reflexe R_{-h} geringer verstärkt werden als die im anodennahen Bereich erzeugten. Wie in den Arbeiten ^{1, 2, 4} abgeleitet wurde, ist die integrale Intensität am Ort eines Reflexes abhängig von dem Skalarprodukt zwischen dem reziproken Gittervektor \mathbf{h} und der Vektoramplitude \mathbf{U}_q der Gitterschwingungen. $(\mathbf{h}, \mathbf{U}_q)$ läßt sich aus der Änderung der integralen Intensität R bei vorgegebenen Parametern (Röntgen-Wellenlänge und Kristalldicke) bestimmen.

Die photometrische Auswertung der Weitwinkelauflnahmen in den in Abb. 5 angegebenen Bereichen I, II, III und VI ergeben die in der Abb. 6 zusam-

mengestellten Meßkurven. Ihre Auswertung führt zu den in Tab. 1 eingetragenen Werten. Hier ist das

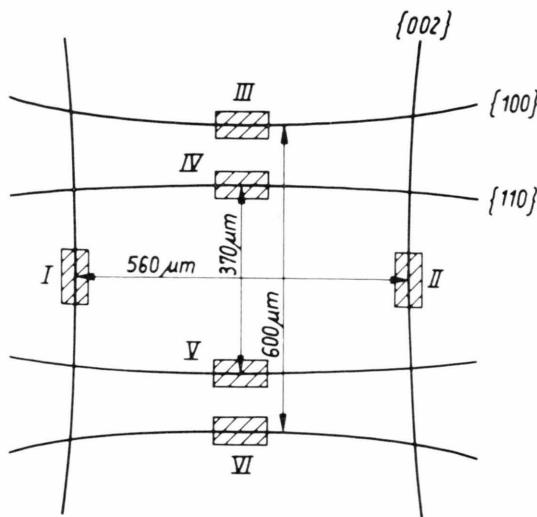


Abb. 5. Schematische Darstellung der geometrischen Orte im Kristall, an denen die Reflexe entstehen.

Tab. 1. Verhältnis der integralen Intensitäten — gestörter zu ungestörtem Fall —, das daraus berechnete Produkt aus Gittervektor und Gitterschwingungsamplitude und der ermittelte Verstärkungskoeffizient der akusto-elektrischen Gitterschwingungen für die Stromrichtungen \mathbf{I} parallel und \mathbf{I} senkrecht \mathbf{c} .

Orientierung	$\mathbf{c} \parallel \mathbf{I}$	$\mathbf{c} \perp \mathbf{I}$						
Reflex	(002)	(100)	(002)	(100)				
$R_{-h} R_{+h}$	$R_{-h} R_{+h}$	$R_{-h} R_{+h}$	$R_{-h} R_{+h}$	$R_{-h} R_{+h}$				
$R_{Uq \neq 0}/R_{Uq=0}$	1,4	1,9	1,2	1,2	1,5	1,5	2,1	3,3
$(\mathbf{h}, \mathbf{U}_q)$	0,18	0,58	0,14	0,14	0,50	0,50	1,3	2,2
Verstärkungskoeffizient	-40	0	0	-17				
Γ [cm ⁻¹]								

Verhältnis des integralen Reflexionsvermögens im gestörten Fall $R_{Uq \neq 0}$ zu dem des ungestörten Falles $R_{Uq=0}$ unter dem Reflex aufgeführt. Aus der Aufnahmegerometrie errechnen sich die in Abb. 5 angegebenen Abstände der Orte im Kristall, in denen die Reflexe R_{+h} bzw. R_{-h} angeregt werden. Die Verstärkungskoeffizienten Γ der akusto-elektrischen Schwingungen wurden auf der Basis dieser Abstände unter Annahme eines exponentiellen Anwachses der Schwingungsintensität^{3, 4} berechnet.

Diskussion

Nach der linearen Theorie der akusto-elektrischen Verstärkung von Gitterschwingungen⁵ ist in Richtung der Hauptachse des piezoelektrischen Tensors,

die der kristallographischen \mathbf{c} -Richtung entspricht, der größte Verstärkungskoeffizient zu erwarten. Die Tab. 1 zeigt, daß er bei unseren Messungen für die Stromrichtung \mathbf{I} parallel zu \mathbf{c} tatsächlich größer ist als in dem Falle \mathbf{I} senkrecht \mathbf{c} . Entgegen den theoretischen Voraussagen werden offensichtlich auch in diesem Falle longitudinale Gitterschwingungen angeregt. Hierfür lassen sich zwei Gründe anführen.

Aus Intensitätsgründen mußten Kristalle ausgewählt werden, die schon bei geringer elektrischer Belastung akusto-elektrische Verstärkung zeigten, und die deshalb bei konstanter Belastung nicht zerstört wurden. Sie hatten nicht immer die gewünschte Perfektion.

Da die Verstärkung aus dem theoretischen Untergrund der akustischen Schwingungen an der Kathode erfolgt, ist das Schwingungsfeld dort sehr entscheidend für die selektive Verstärkung. Theoretische Ausführungen darüber findet man in⁶. Eine Rückstreuung der Gitterschwingungen von Defekten und

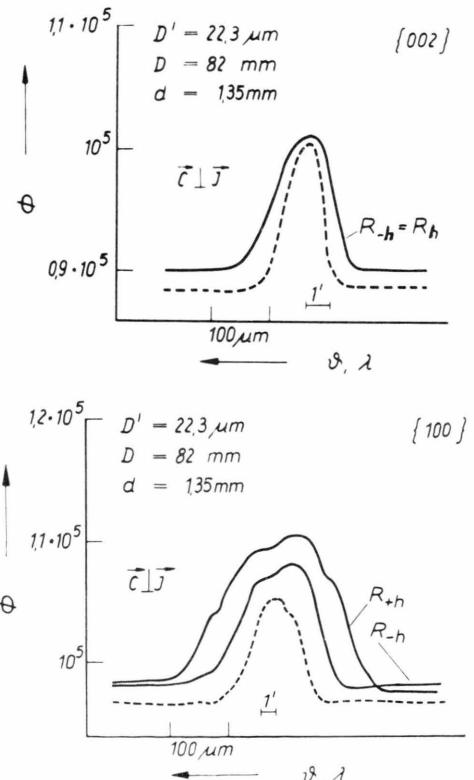


Abb. 6. Photometerkurven der in der Tabelle angegebenen Reflexe. Φ Röntgen-Intensität, — R_{+h} bzw. R_{-h} bei Anwesenheit von Gitterschwingungen, - - - ungestörter Fall. Photometrierung für den $\{002\}$ -Reflex im Bereich I und II, für den $\{100\}$ -Reflex im Bereich III und VI entsprechend Abbildung 5.

J. Kies u. H. Peibst, *Anwendung der Weitwinkelinterferenzen zur Untersuchung von akusto-elektrischen Gitterschwingungen in Kadmiumsulfid* (S. 1366).

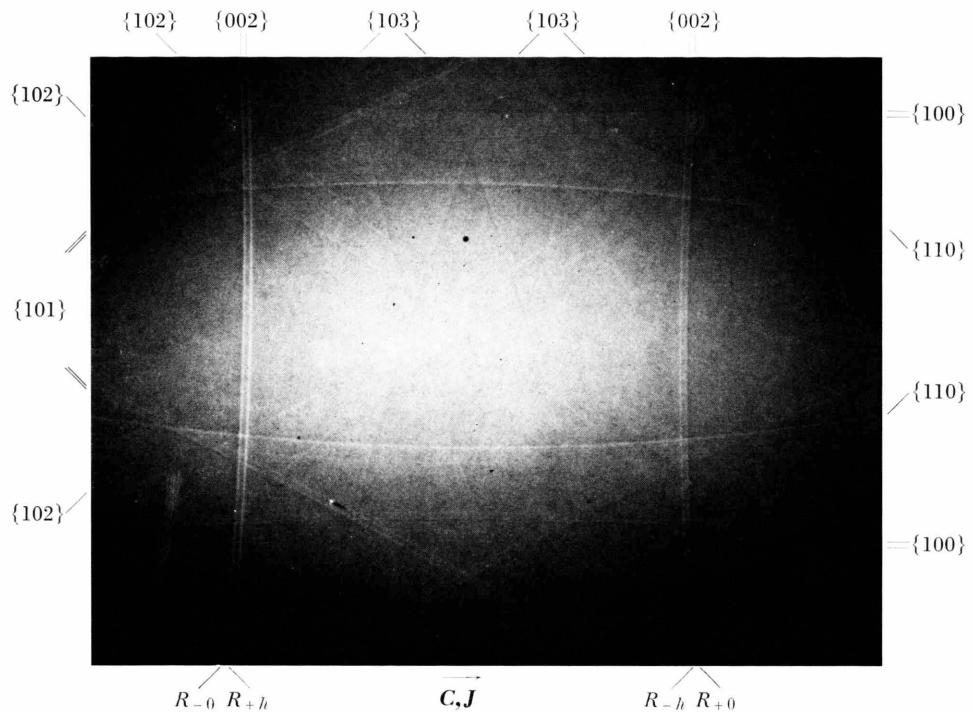


Abb. 2. Weitwinkelaufnahme eines CdS-Kristalles (Dicke 20 μm) im 110-Pol, CuK, 10 μm Ni-Filter, 15 kV. Der Strom I zur Erzeugung der Gitterschwingungen war parallel zur c -Achse gerichtet. [Weitwinkelaufnahmen von CdS ohne Gitterschwingungen (CuK ohne Filter, anomale Absorption) findet man in ^{3a}.]

von der Anode zur Kathode führt zur Rückkopplung und kann so die Amplitude sehr stark erhöhen. Die letzten Spalten der Tabelle sprechen dafür, obwohl I' selbst niedriger ist. Dieser Tatbestand ist damit zu erklären, daß das Schwingungsfeld an der Kathode größer sein muß als das rein thermisch zu erwartende.

Der zweite Grund ist eine mögliche Kopplung zwischen verschiedenen Schwingungsmoden im Kri-

stall sowie die Ausbildung von Oberflächenschwingungen. Eine Schwingungsanregung im Impulsbetrieb und eine bessere Kristallperfektion liefern eindeutigere Resultate, da sekundäre Effekte so weitgehend vermieden werden können. Die Anwendung des Weitwinkelverfahrens mit konventionellen Röntgen-Anlagen im Impulsbetrieb ist kaum durchführbar. Es können jedoch, wie gezeigt wurde, sehr wertvolle, ergänzende Aussagen gewonnen werden.

¹ R. Köhler, W. Möhling u. H. Peibst, Phys. Stat. Sol. **41**, 75 [1970].

² R. Köhler, Diss. bei der Humboldt-Universität Berlin 1973.

³ J. Kies, R. Köhler, W. Möhling u. H. Peibst, Z. Naturforsch. **28a**, 610 [1973].

^{3a} R. Broser, G. Hildebrandt u. H. Reibedanz, Phys. Stat. Sol. (a) **14**, K 11 [1972].

⁴ J. Kies, Diss. bei der Akademie der Wissenschaften der DDR 1971.

⁵ A. R. Hutson, J. H. McFee u. D. L. White, Phys. Rev. Lett. **7**, 237 [1961].

⁶ W. L. Gurjewitsch, R. Katilus u. B. D. Laichtman, Solid State Phys. (russ.) **10**, 2975 [1968].