

Ein neuer Kristallhalter für Ramanuntersuchungen

Michael Nippus

Sektion Physik der Universität München, 8000 München 40, Schellingstr. 4/IV, Germany

Erhalten am 6 Mai 1974, in endgültiger Fassung am 29 Mai 1974

Zusammenfassung Es wird ein neuartiger Kristallhalter für Laser-Ramanuntersuchungen beschrieben. Der Kristall kann zur Bestimmung der Komponenten des Raman Polarisierbarkeitstensors in alle notwendigen Orientierungen hinsichtlich der Streugeometrie gedreht werden.

A new crystal mounting for Raman investigations

Abstract This paper describes a new sample holder for crystals undergoing laser-Raman investigations. The mounting of the crystal is designed to allow all possible geometries and hence components of the derived Raman polarizability tensor to be determined.

1 Einführung

Bei der Aufnahme der Phononenspektren von Einkristallen mit Hilfe des Ramaneffekts und der zur Zuordnung der auftretenden Linien notwendigen Bestimmung der Elemente des Ramanstreuensors gemäß Loudon (1964) muß es aufgrund der gewählten 90° -Streugeometrie möglich sein, den im allgemeinen würfelförmigen Probenkristall so im Raum drehen zu können, daß der Wellenvektor des einfallenden Erregerlichtes parallel zu je einer Kristallhauptachse verläuft. Da die Lage der Streuebene durch die Apparatur bestimmt wird, muß der Kristall außerdem um die Achse des Erregerlichtstrahls gedreht werden können, um die beiden übrigen kartesischen Koordinatenachsen, welche meistens auch mit den Kristallachsen identisch sind, auf den Spektrometerspalt auszurichten. Durch geeignete Variation der Polarisationsrichtung des Erregerlichtes und des Analysators vor dem Eingangsspalt des Spektrometers können somit alle Komponenten des Ramanstreuensors bestimmt werden, da die Intensität der Ramanlinien proportional zu $|\alpha_{\rho\sigma}|^2$ ist, wobei $\alpha_{\rho\sigma}$ die jeweilige Komponente des Ramanstreuensors R ist. Die Einzelheiten darüber sind u.a. bei Anderson (1973) nachzulesen. Die Streugeometrie wird in der Ramanspektroskopie im allgemeinen nach der von Damen *et al.* (1966) eingeführten Nomenklatur definiert.

Bei den zeitlich aufeinanderfolgenden Aufnahmen der Ramanspektren in verschiedenen Streugeometrien sollen die erforderlichen Drehungen des Probenkristalls wohldefiniert durchzuführen sein, sodaß das Streuvolumen immer an der gleichen Stelle in der Probe liegt. So werden Fehler durch Verunreinigungen oder Gitterfehlstellen reduziert, welche bei der Messung absoluter Ramanintensitäten von Einfluß sein können. Aus dem gleichen Grund sind die Oberflächen des Kristalls möglichst sauber und ohne Kratzer zu halten. Außerdem ist Torsion, Zug und Druck zu vermeiden, d.h. der Kristall soll möglichst wenig berührt werden.

Über die Halterung von Probenkristallen wird in den

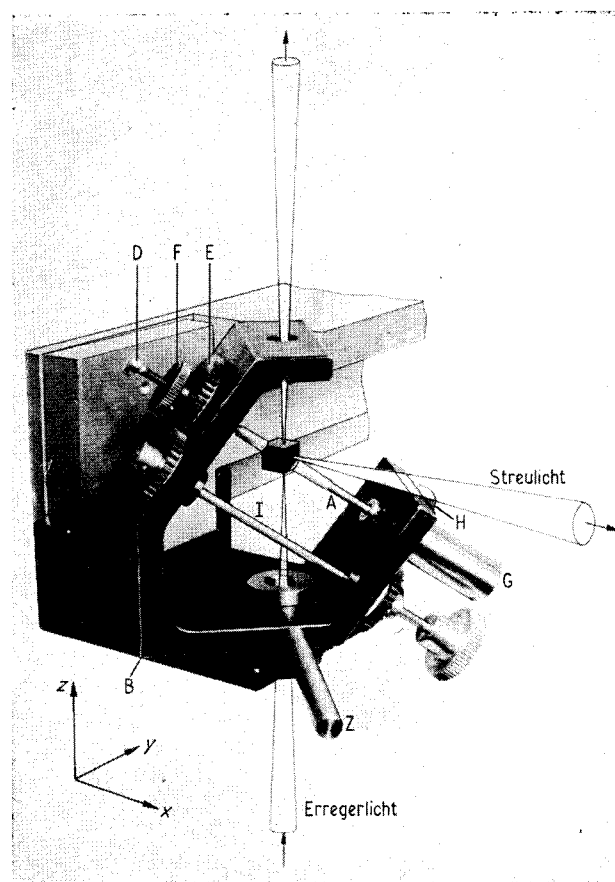


Abbildung 1 Kristallhalter mit GaAs Kristall (5.5 mm^3) und Strahlengang. Bezeichnungen siehe Text

Figure 1 Crystal mounting with GaAs crystal (5.5 mm^3), showing the light path. For designation of parts see text

meisten Veröffentlichungen, die sich mit Ramanspektroskopie befassen, nur sehr wenig mitgeteilt. Am gebräuchlichsten scheint das in der Kristallographie verwendete Goniometer zu sein. Dies ist zwar für sehr exakt reproduzierbare Drehungen geeignet, aber der Probenkristall ist nicht von allen Seiten her zugänglich, da mindestens eine Fläche als Auflagefläche dient.

2 Aufbau des Kristallhalters

Es wurde ein Kristallhalter für würfelförmige Proben konstruiert, der in der vorliegenden Ausführung Kristalle bis zu 10 mm Kantenlänge aufnehmen kann. Die entscheidende Grundidee ist, daß der Würfel an den Ecken, die Endpunkte einer Raumdiagonalen sind, so eingespannt wird, daß der von unten kommende Laserstrahl genau senkrecht auf der Unterseite einfällt, d.h. die Achse a (Abbildung 1) und damit die Raumdiagonale des Kristalls bildet mit der *xy*-Ebene den Winkel von $\beta = \arctan(2^{1/2}/2) = 35^\circ 15' 52''$. Dreht man nun den Kristall 120° um seine Raumdiagonale so fällt das Erregerlicht wiederum senkrecht auf einer anderen Seitenfläche ein, also parallel zu einer anderen Kristallhauptachse. Die jeweils interessierende 90° -Streulichtachse wird mit dem Hebel Z auf den Eingangsspalt des Ramanspektrometers ausgerichtet, d.h. der ganze Rahmen B kann um die Laserachse um 90° bezogen auf die Laserachse gedreht werden.

Die Achse A besteht aus zwei Teilen: Die Schraube D ist im Messinglager des Zahnrad E in ihrer Längsrichtung zu verstellen und wird durch die Konterscheibe F fixiert. Damit wird die Lage des Kristalls je nach seiner Größe im Strahlengang festgelegt. Eine Feder in der Büchse G, axial auf dem Zahnrad H montiert, drückt den unteren Achsenteil gegen die untere Kristallecke. Die Achsen sind 2 mm stark und an ihren Enden mit kurzen Kunststoffschläuchen versehen, welche sich nach Einspannen eines Kristalls seinen beiden Ecken weich anpassen. Die zur Achse A parallele Antriebssachse I ist so angebracht, daß sowohl der Strahlengang des Lasers als auch die beiden Streulichtstrahlengänge nicht beeinträchtigt werden. Um Torsionsspannungen im Kristall zu vermeiden, werden beide Teile der Halteachse synchron von zwei kleineren Zahnrädern angetrieben (Untersetzungsverhältnis 4:3), womit einerseits eine größere Einstellgenauigkeit, andererseits ein möglichst kleiner Achsabstand erreicht wurden, um die Abmessungen des Kristallhalters klein zu halten. Die Zahnräder sind im Handel erhältlich und bestehen aus Kunststoff, dessen Elastizität gegenüber Metallen es erlaubt, den Zahnradantrieb durch geringstmöglichen Achsabstand spielfrei zu machen. Die Durchlassöffnungen für den Erregerlichtstrahl haben 6 mm Durchmesser. Die Genauigkeit des Winkels β ist schätzungsweise $\pm \frac{1}{2}^\circ$ wegen des unvermeidlichen Spiels der beiden Halteachsenteile. Sie ist aber völlig ausreichend, da der Kristall wohl auch nicht genauer in die weichen Kunststoffschläuche eingesetzt werden kann. Der Rahmen und die Grundplatte des Kristallhalters sind aus Messing, die Achsen aus Stahl. An einem Justierblock montiert kann der Kristallhalter in den Strahlengang des Ramanspektrometers präzise in fünf Freiheitsgraden justiert werden.

3 Diskussion

Der oben beschriebene Kristallhalter erlaubt die exakte Einstellung der Streugeometrien nach der Definition von Damen *et al.* (1966) und somit die Bestimmung aller Komponenten des Raman Polarisierbarkeitstensors. Da dieser Tensor im allgemeinen symmetrisch ist, werden von jeder Komponente zwei Messungen gemacht. Die mechanische Ausführung kann den jeweiligen Erfordernissen der verschiedenen Ramanapparaturen angepaßt werden; entscheidend ist nur, daß der

Probenkristall an zwei Ecken gehalten wird und die Flächen des Würfels zu einem geringen Bruchteil verdeckt werden und deshalb von allen Seiten her zugänglich sind.

Literatur

Anderson A 1973 *The Raman Effect* vol 2 (New York: Dekker)
Damen T C, Porto S P S and Tell B 1966 *Phys. Rev.* **142** 570
Loudon R 1964 *Adv. Phys.* **13** 423

Journal of Physics E: Scientific Instruments 1974 Volume 7
Printed in Great Britain © 1974