

## Short Communications

*Contributions intended for publication under this heading should be expressly so marked; they should not exceed about 1000 words; they should be forwarded in the usual way to the appropriate Co-editor; they will be published as speedily as possible. Publication will be quicker if the contributions are without illustrations.*

*Acta Cryst.* (1971). A27, 296

**Contrast reversal of Kikuchi lines with specimen thickness: Corrections.** By Y. NAKAI, *Department of Physics, Nagoya University, Nagoya, Japan*

(Received 16 September 1970)

Corrections to a previous paper [*Acta Cryst.* (1970), A26, 349] are given.

In a recent paper with the above title (Nakai, 1970), it was stated that Thomas & Bell (1968) observed the normal Kikuchi line contrast for  $nl$  and reversed contrast for  $(n + \frac{1}{2})l$ . In their paper there was unfortunately no mention whether their electron micrographs were bright field or dark field images, and the above statement was made by understanding that they were bright field images. However, recently Thomas & Bell (1970, private communication) informed the present author that their electron micrographs were dark field images. Therefore, their result was that they observed the normal Kikuchi line contrast for  $(n + \frac{1}{2})l$  and reversed contrast for  $(n + \frac{3}{2})l$ . Thus, the result by the present author is in accord with theirs so far as the normal Kikuchi line contrast is concerned.

The following corrections should be made in the previous paper (Nakai, 1970):

- p 352. The formulae  $d = 2\pi l \sqrt{1 + W^2}$  and  $d' = 2\pi l \sqrt{1 + W'^2}$  in the second column should be replaced by  $d = 2\pi \sqrt{1 + W^2} / l$  and  $d' = 2\pi \sqrt{1 + W'^2} / l$ , respectively.  
p. 353. Parts (c) and (d) of Fig. 8. should be interchanged.

### References

- NAKAI, Y. (1970). *Acta Cryst.* A26, 349.  
THOMAS, G. & BELL, W. L. (1968). *Proceedings Fourth European Regional Conference on Electron Microscopy, Rome*, p. 283.

*Acta Cryst.* (1971). A27, 296

**Comment on Y. Nakai's correction.** By G. THOMAS and W. L. BELL, *Department of Materials Science and Engineering, University of California, Berkeley, California 94720, U.S.A.*

(Received 11 March 1971)

Comment on the preceding Short Communication.

The critical point of the effect of specimen thickness is that changes in thickness change the Kikuchi intensities. To experienced microscopists it should be obvious that Fig. 2(b) of our Rome abstract is a dark field image

and there was really no basis for Nakai to infer otherwise.

We accept his acknowledgement of his error in this regard and his correction, in the second paragraph above, of errors to which we had drawn his attention.

*Acta Cryst.* (1971). A27, 296

**Kristallstruktur und Doppelbrechung fehlgeordneter ZnS Einkristalle.** Von H. NELKOWSKI und O. PFÜTZENREUTER, II. *Physikalisches Institut der Technischen Universität Berlin, Berlin, Deutschland (BRD)*

(Eingegangen am 30. Dezember 1969 und wiedereingereicht am 27. Februar 1970)

By comparing the crystal structure (investigated by means of X-ray diffraction) and the birefringence of disordered ZnS crystals it is shown that the birefringence  $\Delta n$  is proportional to the hexagonality  $\sigma$ , i.e.  $\Delta n = \sigma \cdot \Delta n_{\text{Wurtz}}$ . The hexagonality  $\sigma$  is the part of hexagonal packing elements,  $\Delta n_{\text{Wurtz}}$  the birefringence of Wurtzite.

### Einleitung

Im Gegensatz zum optisch isotropen kubischen ZnS bewirkt hexagonales ZnS eine Doppelbrechung der Stärke  $\Delta n =$

$n_a - n_0 = 0,024$ . Eindimensionale fehlgeordnete ZnS-Kristalle zeigen bei der Betrachtung im Polarisationsmikroskop farbige Streifen unterschiedlicher Breite ( $< 1 \mu\text{m}$  bis einige  $100 \mu\text{m}$ ), die durch unterschiedliche Doppelbrechungswerte

in diesen Kristallgebieten verursacht werden, wobei  $\Delta n$  zwischen 0 und dem Wert des hexagonalen ZnS variiert. Diese Farbstreifen stehen stets senkrecht zur Richtung der Stapelachse. Aufgrund der Strukturanalysen von Jagodzinski & Laves (1948) und Müller (1952) sowie von Brandt (1966) darf angenommen werden, dass bei eindimensional fehlgeordneten Kristallen kubische und hexagonale Packungselemente statistisch verteilt sind, während sie bei Polytypen periodisch aufeinander folgen.

Die Tatsache, dass die Doppelbrechung sich nur in Richtung der Stapelachse ändert, in den Richtungen senkrecht dazu dagegen konstant ist, legt die Annahme nahe, dass die Doppelbrechung abhängig ist von dem Anteil der hexagonalen Packungselemente. Singer (1963) konnte in seiner Untersuchung an fehlgeordneten ZnS-Einkristallen allerdings keinen derartigen Zusammenhang finden,

während Brafman & Steinberger (1966) an ZnS-Polytypen eine lineare Abhängigkeit zwischen Hexagonalität und Doppelbrechung feststellte. Auch Brandt (1968) kam bei seinen Untersuchungen an ZnS-Einkristallen zu dem gleichen Ergebnis. In der vorliegenden Arbeit wird der Zusammenhang zwischen Doppelbrechung und Kristallstruktur für fehlgeordnete ZnS-Kristalle untersucht. Die Kristalle wurden im Institut durch Züchtung aus der Dampfphase (Wachstumstemperatur 800–1100°C) hergestellt.

**Die Bestimmung der Doppelbrechung**

Zur Bestimmung der Doppelbrechungswerte wurden die Kristalle senkrecht zur Stapelachse keilförmig geschliffen. Bei Durchstrahlung eines Kristalls im Polarisationsmikroskop (mit gekreuzten Polarisatoren) mit monochromatischem Licht konnte dann aus der Dicke des Kristalls am Ort der Auslöschung  $d_m$  und mit der benutzten Wellenlänge (grüne Hg-Linie  $\lambda = 546,1$  nm) die Doppelbrechung  $\Delta n$  bestimmt werden:  $\Delta n = m\lambda/d_m$ . Die Ordnung  $m$  des Interferenzminimums kann bei der Betrachtung des Kristalls im weissen Licht im Polarisationsmikroskop aus der Folge der Interferenzfarben längs jedes Streifens bestimmt werden. Der Kristall wurde stets auf eine solche Dicke geschliffen, dass die Ordnung des Interferenzminimums  $m = 1$  war.

**Bestimmung der Hexagonalität**

Zur Strukturbestimmung wurden Röntgenbeugungsaufnahmen nach der Drehkristallmethode angefertigt: die Drehachse war die hexagonale [001]-Achse. Der Verlauf der diffusen Intensität längs des Gitterstabes (10l) wurde mit einem Spektralphotometer bestimmt. Die jeweiligen Photometerkurven wurden mit den Intensitätsverläufen verglichen, die nach der Theorie von Jagodzinski (1949a, b, c) für die verschiedensten  $\alpha$ - und  $\beta$ -Wertepaare berechnet worden waren. Der Fehlordnungsparameter  $\alpha$  gibt die

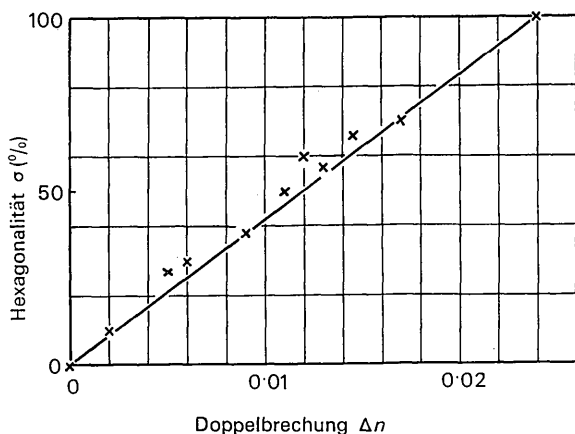


Fig. 1. Vergleich der röntgenographisch ermittelten Hexagonalität  $\sigma$  mit der optischen Doppelbrechung  $\Delta n$ .

Tabelle 1. Vergleich der aus Doppelbrechung und der aus Strukturanalysen berechneten Hexagonalität

In dieser Tabelle bedeuten:

- $\Delta n$  gemessene Doppelbrechungswerte
- $\sigma_{DB}$  Hexagonalität, die sich bei Annahme einer linearen Abhängigkeit der Doppelbrechung von der Hexagonalität ergibt
- $\alpha, \beta$  Fehlordnungsparameter nach Jagodzinski
- $\sigma$  aus Strukturanalyse ermittelte Hexagonalität

$\Delta n$	$\sigma_{DB}$	$\alpha$	$\beta$	$\sigma$	Bemerkungen
0,024	100	0	0	100	Wurtzit (2H)
0,017	70,8	-	-	70	Polytyp mit Fehlordnung*
0,0145	60,4	0,1	0,8	66	fehlgeordnet
0,012	50,0	0,2	0,7	60	fehlgeordnet
0,013	54,2	0,3	0,6	57	fehlgeordnet
0,011	45,8	1	0	50	4H-Polytyp
0,009	37,5	0,9	0,45	38	fehlgeordnet
0,006	25	0,9	0,6	30	fehlgeordnet
0,0045	18,7	0,1	0,95	27	fehlgeordnet
0,002	8,3	0,9	0,9	10	fehlgeordnet
0,000	0,0	1	1	0	Zinkblende (3C)

\* Dieser Kristall zeigte eine fehlgeordnete 2H-Struktur überlagert mit einer 4H-Struktur. Eine derartige Struktur wird durch die benutzte Theorie von Jagodzinski nicht beschrieben, d.h. es gibt kein einzelnes  $\alpha, \beta$ -Wertepaar, welches den experimentell gefundenen Intensitätsverlauf liefert. Deshalb wurde die Hexagonalität bei diesem Kristall durch integralen Intensitätsvergleich nach der Formel

$$\sigma = 1 - \left( 1/1 + \frac{F_1 + F_2}{2F_3} \right)$$

(Brandt, 1968, S. 71) berechnet.

$F_1$  bzw.  $F_2$  bezeichnen die integralen Intensitäten der Reflexe 2H (100) bzw. 2H(101) und  $F_3$  die Summe der integralen Intensitäten der Reflexe 3C (111) und 4H (101).

Wahrscheinlichkeit für den kubischen Weiterbau einer hexagonalen Stapelfolge an.  $(1-\beta)$  bezeichnet die Wahrscheinlichkeit für den hexagonalen Weiterbau einer kubischen Stapelfolge. Dadurch konnten die Fehlordnungsparameter für die jeweiligen Kristallbereiche ermittelt und daraus die Hexagonalität (Anteil der hexagonalen Packungselemente) entnommen werden:  $\sigma = (1-\beta)/(1+\alpha-\beta)$ . Bei der Anfertigung der Drehkristallaufnahmen wurde darauf geachtet, dass der Röntgenstrahl nicht gleichzeitig mehrere Kristallgebiete unterschiedlicher Doppelbrechung erfasste; es wurden deshalb möglichst breite einheitlich doppelbrechende Kristallgebiete zur Untersuchung herangezogen. Teilweise, besonders zur Anfertigung der Abtastaufnahmen, wurde der Röntgenstrahl auf eine Breite bis zu 2  $\mu\text{m}$  ausgeblendet.

### Versuchsergebnisse

Die Abtastaufnahmen in Gebieten konstanter Doppelbrechung zeigten in keinem Fall eine Änderung der Struktur, während bei Änderung der Doppelbrechung auch eine

Änderung der Struktur aus den Aufnahmen zu erkennen war.

Tabelle 1 zeigt die quantitativen Ergebnisse der Untersuchungen, die in der Abbildung auch noch graphisch dargestellt sind. Wie aus der Fig. 1 erkenntlich ist, besteht eine Proportionalität zwischen der Doppelbrechung  $\Delta n$  und der Hexagonalität  $\sigma$  mit dem Doppelbrechungswert der Wurtzitstruktur als Proportionalitätskonstante:  $\Delta n = \sigma \cdot \Delta n_{\text{Wurt}}$ .

### Literatur

- BRAFMAN, O. & STEINBERGER, I. T. (1966). *Phys. Rev.* **143**, 501.  
 BRANDT, G. (1968). Diss. TU-Berlin.  
 JAGODZINSKI, H. (1949a). *Acta Cryst.* **2**, 201.  
 JAGODZINSKI, H. (1949b). *Acta Cryst.* **2**, 208.  
 JAGODZINSKI, H. (1949c). *Acta Cryst.* **2**, 298.  
 JAGODZINSKI, H. & LAVES, F. (1948). *Schweiz. Min. Petrogr. Mitt.* **28**, 4.  
 MÜLLER, H. (1952). *Neues Jb. Miner. Abh.* **84**, 43.  
 SINGER, J. (1963). *J. Phys. Chem. Sol.* **24**, 1645.

*Acta Cryst.* (1971). A27, 298

**Ordering scheme for general positions in *International Tables*.** By E. F. BERTAUT *Laboratoire d'Electrostatique et de Physique du Métal, CNRS, Chemin des Martyrs, Grenoble, France* and H. WONDRAUSCHEK, *Institut für Kristallographie der Universität, 75 Karlsruhe 1, Kaiserstr. 12, Germany*

(Received 31 August 1970)

A logical scheme is proposed for the ordering of general positions in *International Tables for X-ray Crystallography*.

It is the authors' opinion that some questions debated at meetings of the Commission on *International Tables* should be brought to the attention of a broader audience.

The general positions in the *International Tables for X-ray Crystallography* (1969) (I.T.) can be taken as shorthand notation for the matrices  $(\alpha/\tau_\alpha)$  ( $\alpha$ =rotation or rotatory inversion,  $\tau_\alpha$ =translation component) describing the transformation  $r = xyz$  to  $r' = x'y'z'$  by

$$r' = (\alpha/\tau_\alpha)r. \quad (1)$$

The listing of general positions in I.T. seems to offer more typographical than mathematical convenience. There are many ways of ordering the general positions. One of them takes advantage of the property (well known to mathematicians) that a space group  $N_k$  in three dimensions is a soluble group, *i.e.* that there is a chain

$$N_0 \subset N_1 \subset N_2 \dots \subset N_k \quad (2)$$

such that  $N_i$  is an invariant subgroup of  $N_{i+1}$  for  $i=0, \dots, k-1$  and that  $N_{i+1}/N_i$  is a cyclic group. According to this proposal generators  $a_i$  for the space group  $N_k$  are chosen in such a way that  $N_i a_{i+1}$  is a generating coset of the cyclic group  $N_{i+1}/N_i$ . The advantage of such a generation of the space groups is the possibility of representing each symmetry operation as an ordered product

$$a_k^{\nu_k} a_{k-1}^{\nu_{k-1}} \dots a_i^{\nu_i} \dots a_1^{\nu_1} a_0^{\nu_0} \quad (3)$$

( $0 \leq \nu_i < n_i$ ,  $n_i$  order of  $N_i/N_{i-1}$ ) of powers of the generators  $a_i$ .

The general positions can be understood as a set of representatives of the cosets  $S/T$ , where  $S$  means the whole space group,  $T$  means the set of all translations. The set of all translations of a space group is always an invariant subgroup belonging to a chain (2). First one can generate the set of translations. The generation of the general positions then is second step, which shall be considered here.\*

In general there are different possible chains  $N_0, N_1, \dots, N_k$ . Therefore the choice of generators is not unique and one can impose further conditions on crystallographic grounds: *e.g.* one can choose the generators in such a way that *primarily* rotations are preferred, always using, in non-cubic space groups, the rotations of highest order. In cubic space groups there is no principal axis and the ordering scheme should reflect the aspects of the cubic system. In all cases an ordering scheme is preferred in which important subgroups can be seen at a glance.

It is noteworthy that the proposed ordering scheme was often obeyed in the 'old' *Internationale Tabellen* (1935) with

\* If a 'centred' lattice (*i.e.* a lattice defined by a multiple cell) belongs to a space group, then the centring translations can be added to the listed general positions, as is customary in *Internationale Tabellen* (1935) and I. T. For the systematic generation of all general positions belonging to a given unit cell these fractional translations have to be introduced as the first generators after the integral translations. Note that both integral and fractional centring translations are lattice translations whereas the translation component  $\tau_\alpha$  in (1) is a fractional, but not a lattice translation.