

Elektronenbeugung an Quarz

H. J. DUDEK und W. SCHÜZ

Physikalisches Laboratorium Mosbach/Baden *

(Z. Naturforsch. **23 a**, 533—534 [1968]; eingegangen am 23. Dezember 1967)

Es wird über Elektronen-Feinbereichsbeugung an Quarzeinkristallsplittern berichtet. Beobachtet wurde eine ringförmige Anordnung von Reflexen. Die auftretenden verbotenen Reflexe werden diskutiert.

Quarz (klarer farbloser Bergkristall**) wurde gemörsert, auf Kohlefolien aufgeschwemmt und im Elektronenmikroskop mit Feinbereichsbeugung untersucht. Polysynthetische Zwillingsbildung, wie sie bei Elektronenbeugung an Quarzproben (Amethyst) in ¹ beschrieben ist, wurde nicht festgestellt. Dagegen wurde gelegentlich eine kreisförmige, asymmetrisch zum Primärstrahl gelegene Intensitätsverstärkung von Reflexen beobachtet (Abb. 1). An der Peripherie des Kreises sind die Reflexe intensiv, in der Mitte dagegen nur schwach oder verschwindend. Dieser Ring intensiver Reflexe konnte bei verschiedenen Reflexmustern beobachtet werden. Er wurde von uns für die Einfallsrichtungen*** [001], [110] und [100] gefunden.

Dieser „Hexenring“ kann unter der Annahme eines starren Gitters mit der Ewaldschen Konstruktion erklärt werden. Auf dem Schnittkreis von Ewald-Kugel und reziproker Gitterebene liegt der Ursprung des Gitters (Abb. 2). Entlang dieses Kreises erfolgt optimale Anregung der Reflexe, in seinem Inneren

dagegen durchstoßen die Gitterstäbchen die Ewald-Kugel nur an deren Enden oder überhaupt nicht.

Die Länge der Gitterstäbchen erhält man aus den Nullstellen der Intensitätsfunktion². Dies ergibt eine Beziehung zwischen der Dicke D des Kristalls in Durchstrahlungsrichtung und der Länge der Gitterstäbchen B der Form $D = A/B$, wobei die Konstante A , wenn man von Nullstelle zur Nullstelle des Hauptmaximums der Intensitätsfunktion rechnet, den Wert $A = 2$ hat. Da die geschätzte Dicke des Kristalls etwa 1000 \AA ist, ergibt sich eine Gitterstäbchenlänge von $B = 2 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$.

Aus dem Radius des Ringes läßt sich andererseits die Gitterstäbchenlänge unter der Annahme ermitteln, daß die Stäbchen in der Mitte des Schnittkreises (von Ausbreitungskugel und reziproker Gitterebene) die Ewald-Kugel gerade noch berühren. Diese Länge ergibt sich zu ca. $5 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}^{-1}$, was einer Kristalldicke von rd. 40 \AA entsprechen würde. Der Unterschied von etwa einer Zehnerpotenz ist wohl hauptsächlich auf die Nebenmaxima der Intensitätsfunktion zurückzuführen^{3, 4}.

Die Möglichkeit zur Ausbildung des Ringes intensiver Reflexe bei geeigneter Kristallklippung schließt weitgehend die Verwacklung kleiner Kristallbereiche gegeneinander aus. Das Herstellungsverfahren der Kristallsplittter sowie die Tatsache, daß sämtliche Bereiche eines Kristalls (Verschiebung der Selektorbende bei Feinbereichsbeugung) einen Ring der Reflexe mit gleicher Lage und gleichem Radius ergibt, unterstützt diese Annahme.

Aus dem Radius des Ringes intensiver Reflexe läßt sich die Kippung des reziproken Gitters gegen-

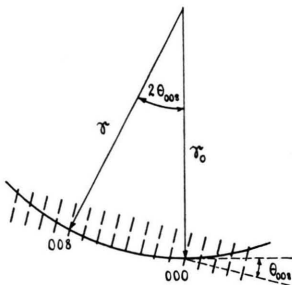


Abb. 2. Ewaldsche Konstruktion für die asymmetrische Beugung von Quarzeinkristallen.

* Angeschlossen an die Arbeitsgemeinschaft Industrieller Forschungsvereinigungen (AIF), Köln, V 117/67.

** Von Fa. Heraeus, Hanau, freundlicherweise überlassen.

*** Der dritte Bravaische Index $i = -(h+k)$ wird im folgenden weggelassen.

¹ A. C. McLAREN u. P. P. PHAKEY, Phys. Status Solidi **13**, 413 [1966].

² H. RAETHER, Elektroneninterferenzen, Hdb. Physik **32**, 443 [1957]; (Hrsg. S. Flügge), Springer-Verlag, Berlin.

³ F. KIRCHNER, Elektroneninterferenzen und Röntgen-Interferenzen, Ergebn. Exakt. Naturw. **11**, 64 [1932].

⁴ H. EHINGER u. CHR. MENZEL-KOPP, Z. Phys. **136**, 248 [1953].



über der normalen Lage bei symmetrischer Anordnung der Reflexe ermitteln. Er beträgt z. B. für die Abb. 1 * etwa 2,5 grad, für die Abb. 3 etwa 2 grad. Zwischen den Aufnahmen Abb. 3 a und 3 b hatte eine minimale zusätzliche Verkippung stattgefunden. Statt der Reflexionsreihen $h08$ wurden die Reflexionsreihen $h09$ intensitätsstark. Diese Verkippung um die Normale einer hexagonalen Prismenfläche beträgt $\Theta_{009} - \Theta_{008} = 1/8$ grad, was sich auch aus der Verschiebung der Kikuchi-Linien bestätigen läßt.

Vereinzelte treten auch Reflexe des ersten Hauptmaximums auf. Der mit $\bar{4}1\bar{5}$ in Abb. 1 bezeichnete Reflex dürfte durch Schnitte der Ewald-Kugel mit der reziproken Gitterebene $h1l$ entstanden sein. Die Zahl der Reflexe im ersten Hauptmaximum ist aber weitaus geringer als sie bei einem Beugungsdiagramm mit symmetrisch zum Primärstrahl gelegenen Laue-Zonen von KIRCHNER³ an Glimmer beobachtet wurde. Der $\bar{4}1\bar{5}$ -Reflex taucht auf, weil hier eine optimale Bragg-Lage ohne Anregungsfehler vorliegt, was auch die mitten durch den Reflex gehende Kikuchi-Linie beweist.

Der Radius des Ringes intensiver Reflexe und deren Lage gegenüber dem Beugungsmuster ist abhängig von der Neigung des Gitters gegenüber dem Elektronenstrahl. Sehr geringfügige Verkippung, wie sie durch Änderung der Beleuchtungsapertur und Stromstärke hervorgerufen werden, führen bereits zu starken Veränderungen der Intensitätsverteilung

auf die einzelnen Reflexe. Durch Kippung mit der Doppelkipp-Patrone am Siemens Elmiskop I lassen sich symmetrische Beugungsdiagramme in asymmetrische Ringe intensiver Reflexe überführen (Abb. 4 b geht aus 4 a durch Kippung von ca. 1 grad hervor). Bei großem Kippwinkel gegenüber der symmetrischen Lage (etwa oberhalb 3°) öffnet sich der Ring in eine mondsichelförmige Anordnung der Reflexe.

Zum Schluß sei noch auf das Auftreten verbotener Reflexe hingewiesen. Die Raumgruppen des trigonalen Quarzes sind $P3_12$ und $P3_22$ für die beiden enantiomorphen Formen. Durch die dreizählige Schraubenachse sind deswegen diejenigen Basisreflexe $00l$ verboten, für die $l \neq 3n$ ist ($n = \text{ganzzahlig}$). Im Gegensatz zu Beobachtungen an Tellur⁵, das in denselben Raumgruppen kristallisiert, ist bei Quarz kein prinzipieller Intensitätsunterschied zwischen verbotenen und erlaubten Reflexen zu beobachten. Die Intensität der verbotenen Reflexe (z. B. 008 in Abb. 3 a und Abb. 1) ist in demselben Maße wie die der erlaubten (z. B. 009 in Abb. 3 b) von der Entfernung des reziproken Gitterpunktes zur Ewald-Kugel abhängig. Die dynamischen Wechselwirkungen, die zu den verbotenen Reflexen führen, gelten nach den vorliegenden Beobachtungen auch für die primärstrahlernen Strahlen.

Dem Bundesministerium für Wirtschaft danken wir für die finanzielle Unterstützung.

* Abb. 1, 3 und 4 auf Tafel S. 534 a.

⁵ E. BRÜCHE u. W. SCHÜZ, Z. Phys. **199**, 135 [1967]. — W. SCHÜZ, Phys. Status Solidi **25**, 253 [1968].

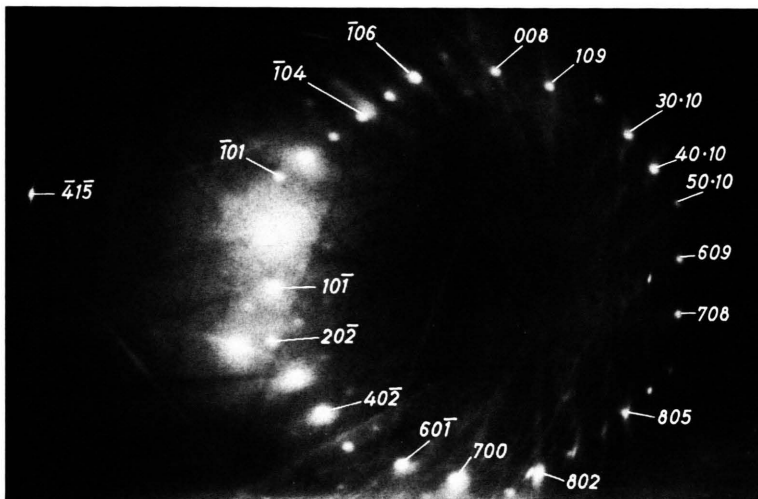


Abb. 1. Feinbereichsbeugung an Quarz: ca. $2\ \mu\text{m}$ Durchmesser, 100 kV, Einstrahlrichtung etwa in $[110]$ -Richtung.

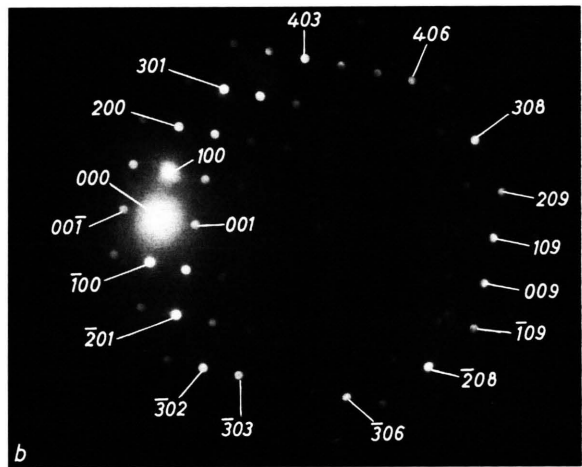
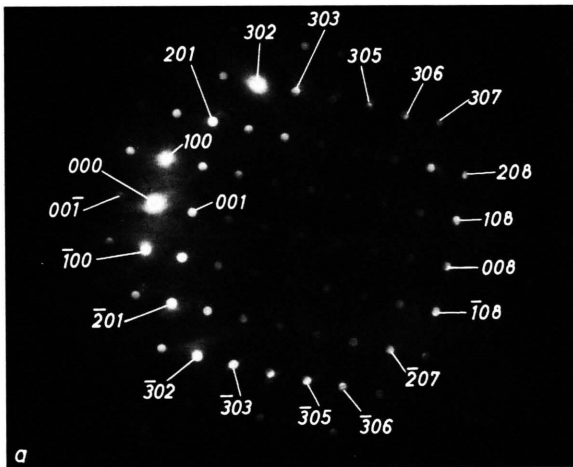


Abb. 3. Durch minimale Verkipfung (ca. $1/8$ grad) Verschiebung der Intensität von der $h08$ - (a) in die $h09$ -Reihe (b). Einstrahlrichtung etwa $[110]$, 100 kV.

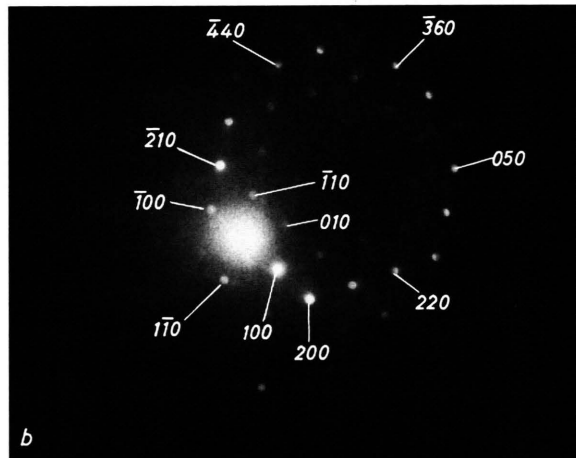
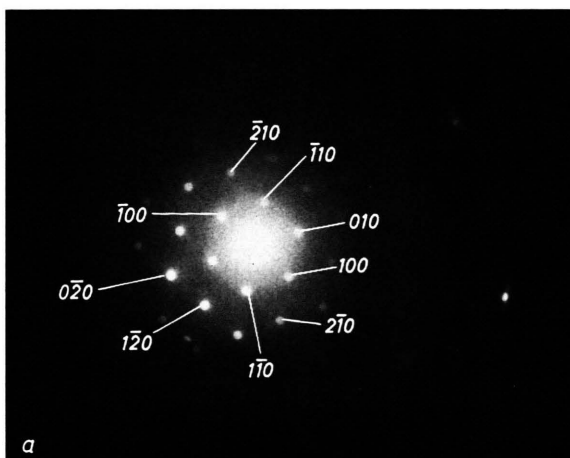


Abb. 4. Überführung der symmetrischen (a) in die asymmetrische Beugung (b) durch Kippung um ca. 1 grad. Einstrahlrichtung etwa $[001]$, 100 kV.

