

Die Anwendung der Feinbereichs-Elektronenbeugung bei der Strukturermittlung feinkristalliner Stoffe*

Von H. R. OSWALD

Laboratorium für Elektronenmikroskopie und Institut für anorganische, analytische und physikalische Chemie der Universität Bern

Bei der Untersuchung eines kristallinen Stoffes ist eine besonders wichtige Aufgabe die Ermittlung der Symmetrie und Größe der Elementarzelle und der vollständigen Kristallstruktur. Liegen Einkristalle von etwa 0,1 mm Größe oder mehr vor, so können davon Einkristallröntgenaufnahmen hergestellt werden. Dabei wird der Kristall um genau definierte Achsen gedreht oder geschwenkt, und die Interferenzen der einzelnen Gitterebenen können auf dem Film unschwer auseinandergehalten und zugeordnet werden. Aus der Anordnung der Röntgenreflexe ergibt sich die Symmetrie und Größe der Elementarzelle, und aus den Reflexintensitäten kann nach den Methoden der Röntgenstrukturanalyse (z. B. Fourier-Synthese) die vollständige Kristallstruktur ermittelt werden.

Weit schwieriger ist es, wenn ein Stoff nur in sehr feinteiliger Form vorliegt, wie es beispielsweise bei Hydroxiden und Hydroxidsalzen häufig der Fall ist. Die bekannte Pulvermethode nach DEBYE-SCHERRER beruht auf dem Prinzip, daß statt des Einkristalls eine große Anzahl wahllos angeordneter kleiner Kriställchen durchstrahlt wird, wobei sämtliche interferenzfähigen Lagen vertreten sind. An Stelle punktförmiger Einkristallreflexe erhalten wir hier Röntgenlinien, aus deren Anordnung die Symmetrie und Größe der Elementarzelle abgeleitet werden kann.

Das Braggsche Gesetz erlaubt die Berechnung der Gitterebenenabstände d aus den Glanzwinkeln θ , die aus dem Abstand der einzelnen Röntgenlinien erhalten werden:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta.$$

n ist die «Ordnung» der Beugung (eine einfache ganze Zahl), λ die Wellenlänge der verwendeten Strahlung.

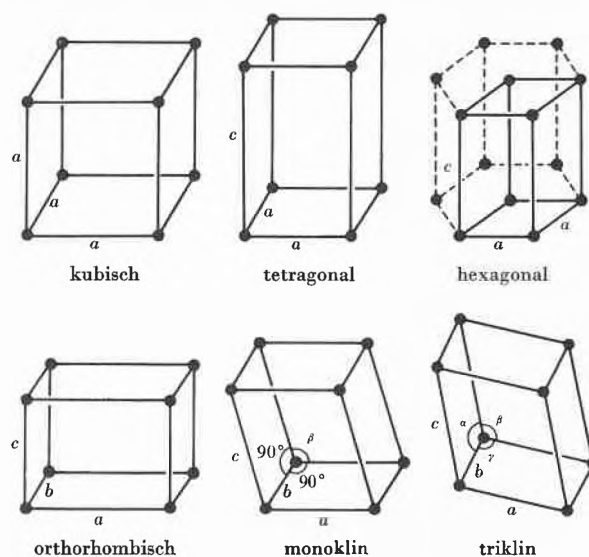


Fig. 1. Die verschiedenen Kristallsysteme (das rhomboedrische System wurde weggelassen, da es auch mit einem hexagonalen Achsenkreuz beschrieben werden kann)

Die «quadratischen Formen» verknüpfen für die einzelnen Kristallsysteme (Fig. 1) die Glanzwinkel θ aller möglichen Reflexe mit den gesuchten Gitterkonstanten. h, k, l sind die Millerschen Indizes, welche die Lagen der verschiedenen Gitterebenen im Kristall bezeichnen.

Kubisches System: Drei rechtwinklig aufeinanderstehende Achsen, gesucht Würfelkante a :

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right].$$

* Nach einem Vortrag, gehalten an der 6. Schweizerischen Elektronenmikroskopischen Tagung am 15. Mai 1961 im Anorganisch-Chemischen Institut der Universität Bern.

Tetragonales System: Drei rechtwinklig aufeinanderstehende Achsen, gesucht Achsenabschnitte a und c :

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right].$$

Hexagonales System: Zwei einander im Winkel von 120° schneidende Achsen, die dritte Achse steht rechtwinklig auf der Ebene der beiden anderen:

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{4(h^2 + k^2 + hk)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right].$$

Orthorhombisches System: Drei rechtwinklig aufeinanderstehende Achsen, gesucht Achsenabschnitte a, b, c :

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \right].$$

Monoklines System: Zwei einander im Winkel β schneidende Achsen, die dritte Achse steht rechtwinklig auf der Ebene der beiden anderen, gesucht Achsenabschnitte a, b, c , Winkel β :

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{h^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2 \sin^2 \beta} - \frac{2hl \cos \beta}{ac \sin^2 \beta} \right].$$

Triklines System: Drei schiefwinklig zueinander stehende Achsen, gesucht Achsenabschnitte a, b, c und Achsenwinkel α, β, γ :

$$\sin^2 \theta = K_1 \cdot h^2 + K_2 \cdot k^2 + K_3 \cdot l^2 + K_4 \cdot 2hk + K_5 \cdot 2hl + K_6 \cdot 2kl$$

(vereinfachte Schreibweise, K_1 bis K_6 sind sechs Unbekannte, aus denen die Achsenabschnitte und Winkel berechnet werden können).

Die Ermittlung des richtigen Kristallsystems und die Zuordnung der Millerschen Indizes zu den Reflexen nennt man *Indizierung* eines Röntgenfilms.

Das Indizierungsproblem entspricht einem Gleichungssystem mit einer bis sechs Unbekannten (je nach Kristallsystem), wobei man auf jeden Fall mehr Gleichungen (Reflexe) zur Verfügung hat, als zur Lösung nötig sind. Die Schwierigkeit besteht darin, daß man nicht weiß, wie die Gleichungen heißen, sondern sich diese selber aufstellen muß. Hat man die Unbekannten jedoch festgelegt, so müssen sämtliche Reflexe des Diagramms damit indizierbar sein. Für das kubische System (eine Unbekannte) ist das Indizieren sehr einfach, und auch für die Fälle mit zwei Unbekannten (tetragonales und hexagonales System) treten kaum Schwierigkeiten auf, da die Filme meist relativ wenig Linien zeigen und auch graphische Indiziermethoden existieren (Kurven von HULL-DAVEY¹, siehe auch DAVEY²). Bei niedriger symmetrischen Kristallsystemen häufen sich jedoch die Schwierigkeiten: Die Filme sind meist linienreich, was zu Koinzidenzen von Reflexen führen kann. Systematische Auslöschungen verwirren das Bild, und schließlich kommt dazu, daß die Reflexe nur mit beschränkter Ge-

nauigkeit vermessbar sind. Man verwendet in diesem Fall hochauflösende, fokussierende Röntgenkameras (z. B. Guinier-Kamera nach DE WOLFF³). Es gibt auch allgemeine, rein rechnerische Verfahren zur Indizierung von Pulverdiagrammen niedrigsymmetrisch kristallisierender Substanzen (z. B. nach ITO⁴) oder nach DE WOLFF⁵), doch haftet solchen Ergebnissen immer ein Rest von Unsicherheit an. In solchen Fällen kann die Methode der *Feinbereichs-Elektronenbeugung* (RIECKE und RUSKA⁶) weiterhelfen:

Statt Röntgenstrahlen kann auch der viel kurzwelligere Elektronenstrahl Interferenzen liefern (Prinzip des Elektronendiffraktographen). Haben wir auf einer Trägerfolie eine große Anzahl feiner Kriställchen und durchstrahlen sie mit Elektronen einer bestimmten Geschwindigkeit, so ergeben sich konzentrische Ringe, die genau dem Debye-Scherrer-Röntgendiagramm entsprechen (sogenannte «allgemeine Beugung», Fig. 2). Mit Hilfe moderner Elektronenmikroskope können nun aber bei hoher Vergrößerung ausgewählte Kriställchen einzeln durchstrahlt und zu Beugungsaufnahmen verwendet werden. Dabei erhält man gewissermaßen eine «Ein-

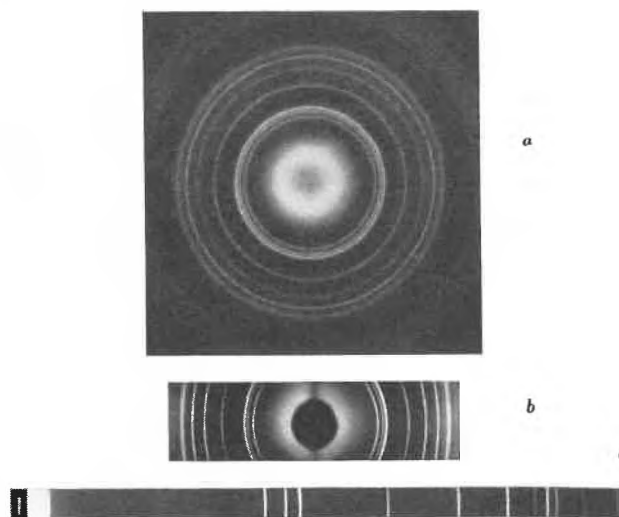


Fig. 2. Zinkoxid (ZnO). Vergleich «allgemeine Elektronenbeugung» – Röntgen-Pulveraufnahmen

- a) «allgemeine Elektronenbeugung» von Zinkoxid-Rauch
 b) Debye-Scherrer-Röntgenaufnahme von ZnO, 57,3 mm Kamera-durchmesser
 c) Pulveraufnahme von Zinkoxid mit der Guinier-Kamera nach DE WOLFF

kristallaufnahme im kleinen», die direkte Angaben über die Kristallsymmetrie liefert und es gestattet, eine oder mehrere Achsenlängen zu berechnen. Fig. 3 zeigt die Strahlengänge bei Abbildung und bei Beugung. Die minimal ausblendbare Fläche im Präparat beträgt ungefähr $1 \mu^2$. Ein Beispiel soll diese Technik näher beschreiben:

³ P. M. DE WOLFF, *Acta Crystallogr.* 1 (1948) 207.

⁴ T. ITO, *Nature* (London) 164 (1949) 755; *X-Ray Studies on Polymorphism*, Maruzen, Tokyo 1950.

⁵ P. M. DE WOLFF, *Acta Crystallogr.* 10 (1957) 590.

⁶ W. D. RIECKE und E. RUSKA, *Z. wiss. Mikr.* 63 (1957) 288.

¹ A. W. HULL und W. P. DAVEY, *Physic. Rev.* 17 (1921) 549.

² W. P. DAVEY, *A Study of Crystal Structure and its Applications*, McGraw-Hill, New York 1934.

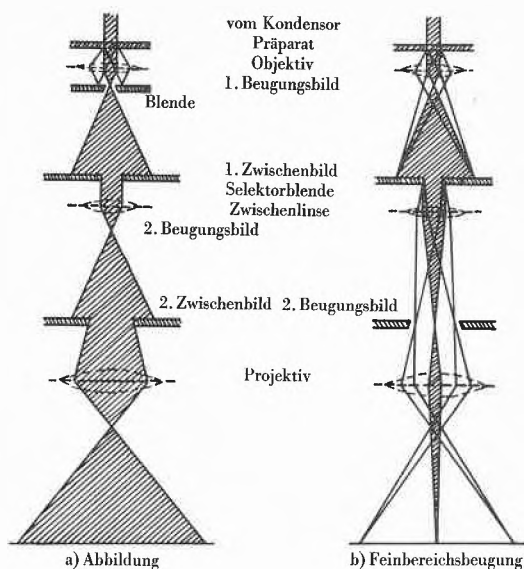


Fig. 3. Strahlengang beim Übergang von Abbildung zu Feinbereichsbeugung (Siemens-Elmiskop I)

Die untersuchte Substanz (ein Zinkhydroxidchromat der Formel $2\text{ZnCrO}_4 \cdot \text{Zn}[\text{OH}]_2$) ergibt ein recht kompliziertes Röntgendiagramm, das weder kubisch, noch tetragonal, noch hexagonal indiziert werden kann. Das

EM-Bild (Fig. 4a) zeigt Nadeln. Fig. 4b zeigt den zur Feinbereichsbeugung ausgeblendeten Bereich, und Fig. 4c gibt das durch Verändern der Zwischenlinserregung daraus erhaltene Beugungsbild wieder, welches auf eine orthogonale Zone hindeutet. Wir nehmen nun einmal an, daß sicher eine kristallographische Achse entlang der Nadelachse verlaufen dürfte, und können mit der Näherungsformel $d = \frac{L \cdot \lambda}{r}$ direkt den zugehörigen Gitterebenenabstand bestimmen (L = Kameralänge in mm, λ = Wellenlänge des Elektronenstrahls, für 80 kV z. B. $0,0417 \text{ \AA}$, r = Identitätsabstand der Punkte in Richtung der Nadelachse in mm). Eine gewisse Unsicherheit besteht in der Kameralänge L . Da bei der Feinbereichsbeugung Elektronenlinsen beteiligt sind, ist L nicht einfach die Länge vom Präparat bis zum Leuchtschirm bzw. der Photoplatte. Die Beugungslänge ist vielmehr abhängig von der Erregung der Zwischenlinse und basiert auf der Scharfstellung des Selektorblendenrandes in einem Bereich mit sehr großer Tiefenschärfe. Die den Wert für λ bestimmende Hochspannung ist zwar außerordentlich gut stabilisiert, ihrem Absolutwert nach aber auch nicht genau bekannt, so daß man das Produkt $L \cdot \lambda$ am besten aus Eichaufnahmen mit einem Stoff bekannter Gitterkonstante ermittelt. Hierzu eignen sich MgO ,

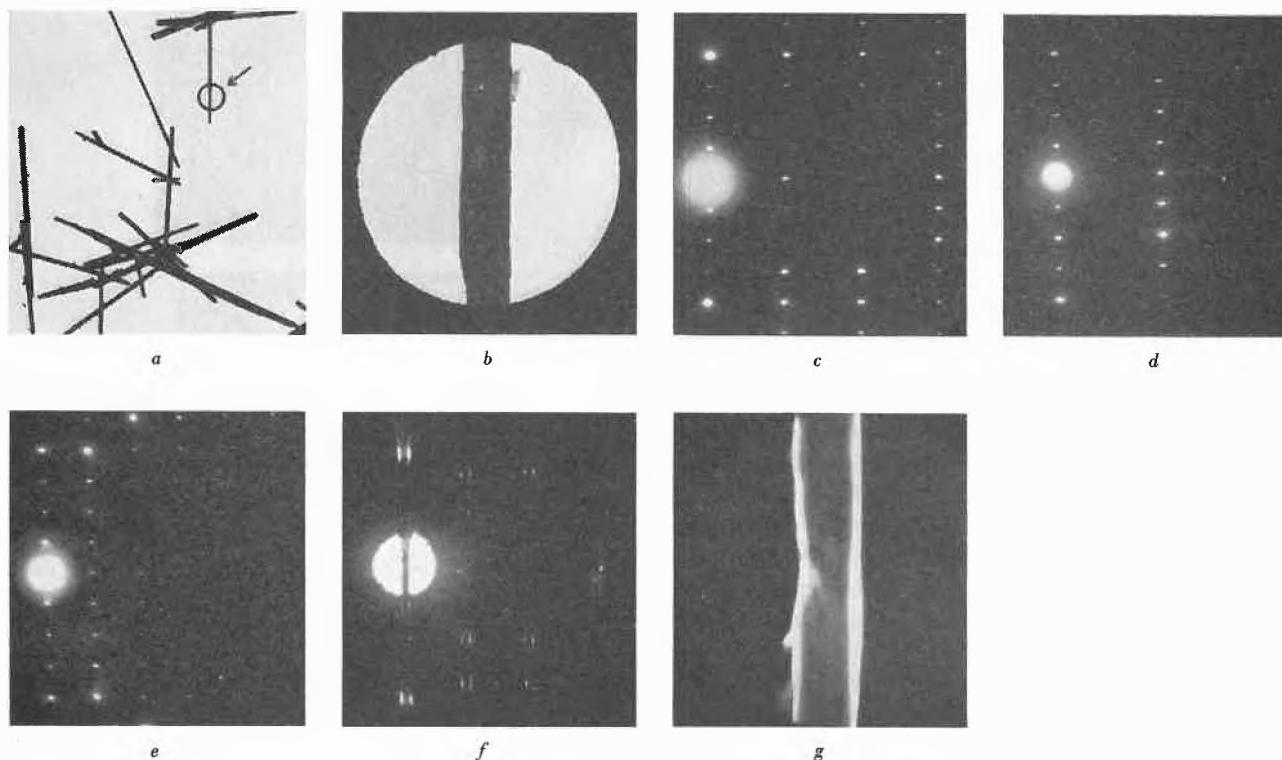


Fig. 4. Abbildung und Feinbereichsbeugung von Zinkhydroxidchromat ($2\text{ZnCrO}_4 \cdot \text{Zn}[\text{OH}]_2$)

- a Übersichtsabbildung, etwa $2500 \times$
 b Ausgeblendete Nadel, etwa $25000 \times$
 c Feinbereichsbeugung dazu
 d und e: Feinbereichsbeugungen weiterer Nadeln. Es ist jeweils nur die rechte Hälfte der Beugungsaufnahmen wiedergegeben
 f Leicht defokussierte Feinbereichsbeugung
 g Dunkelfeldabbildung der beugenden Nadel im Lichte eines definierten Reflexes (040)

ZnO und vor allem TlCl (BOSWELL⁷, MEYERHOFF⁸). Dagegen wird von den oft gebrauchten Metall-Aufdampfschichten (z. B. Gold) neuerdings abgeraten (z. B. REIMER⁹). Die Eichaufnahme kann mit unveränderter Linsenerregung unmittelbar nach der Hauptaufnahme erfolgen oder aber durch Aufdampfen des Eichstoffes auf das Präparat auch simultan.

Man ist in obigem Beispiel versucht, aus der zweiten, senkrecht zur Nadelachse stehenden Punktreihe eine zweite Achsenlänge zu ermitteln. Nimmt man aber von mehreren Nadeln Beugungsaufnahmen auf, so erkennt man, daß zwar immer die gleiche Nadelachse erhalten wird, aber verschiedene Abstände senkrecht dazu (Fig. 4d, e). Die Nadeln liegen demnach zwar in ihrer Längsausdehnung stets senkrecht zum Strahl, können aber natürlich beliebig gedreht sein. Nimmt man als Arbeitshypothese rhombische Symmetrie an und bezeichnet die Nadelachse als «*b*» (Punktreihe $0k0$), so müssen die Punktreihen senkrecht dazu der Zone ($h0l$) angehören. Wenn man die Möglichkeit hat, das Präparat zu kippen, so können auch an ein und derselben Nadel eine Reihe solcher Reflexe vermessen werden. Das weitere Vorgehen besteht nun darin, mit den $\sin^2 \theta$ für die hypothetische Nadelachse «*b*» und den Reflexen aus der Zone ($h0l$) in die Tabelle der beobachteten Röntgenreflexe zurückzugehen und zu versuchen, damit eine Indizierung aufzustellen. Hierbei stellt sich heraus, daß die drei gefundenen Netzebenenabstände senkrecht zur *b*-Achse einer orthogonalen Zone angehören und mit (103)

(Fig. 4c), (301) (Fig. 4d) und (002) (Fig. 4e) indiziert werden können, was die Achsenabschnitte *a* und *c* ergibt. Mit der so gefundenen orthorhombischen Elementarzelle ($a = 5,50_2 \text{ \AA}$, $b = 6,24_7 \text{ \AA}$, $c = 8,40_6 \text{ \AA}$) können sämtliche Reflexe des Pulverdiagramms einwandfrei indiziert werden.

Bei der Aufnahme von Feinbereichsbeugungen stellt sich die wichtige Frage, ob das erhaltene Beugungsbild wirklich von der ausgeblendeten Objektstelle herrührt. Dies kann auf die folgende Weise leicht geprüft werden: Durch leichtes Defokussieren der Zwischenlinse entsteht ein defokussiertes Beugungsbild, bei dem das im Zentrum stehende Schattenbild des ausgewählten Präparatbereiches vom System seiner Dunkelfeldbilder in Schattenabbildung umgeben ist (Fig. 4f). Man kann aber auch bei fokussiertem Beugungsbild mit der Objektivkontrastblende einen einzelnen Beugungsreflex ausblenden und die Erregung der Zwischenlinse bis zur Abbildung steigern. Dabei erhält man ein Dunkelfeldbild des beugenden Präparatbereiches im Lichte des betreffenden Reflexes (Fig. 4g). Dieses Vorgehen ist besonders wichtig bei unübersichtlichem Präparat, z. B. wenn verzwillingte Kristalle vorliegen.

Die nachfolgenden zwei Beispiele sollen zeigen, wie die Feinbereichsbeugungsmethode bei der Untersuchung von Hydroxiden und Hydroxidsalzen mit Erfolg angewendet werden konnte:

Kupferhydroxid ($\text{Cu}[\text{OH}]_2$): Während die Hydroxide einer Reihe zweiwertiger Metalle hexagonal kristallisieren, konnte die Kristallstruktur von $\text{Cu}(\text{OH})_2$ bisher nicht ermittelt werden, da $\text{Cu}(\text{OH})_2$ wegen seiner geringen Beständigkeit nicht in Einkristallen hergestellt werden konnte. Es tritt normalerweise in Form von sehr fei-

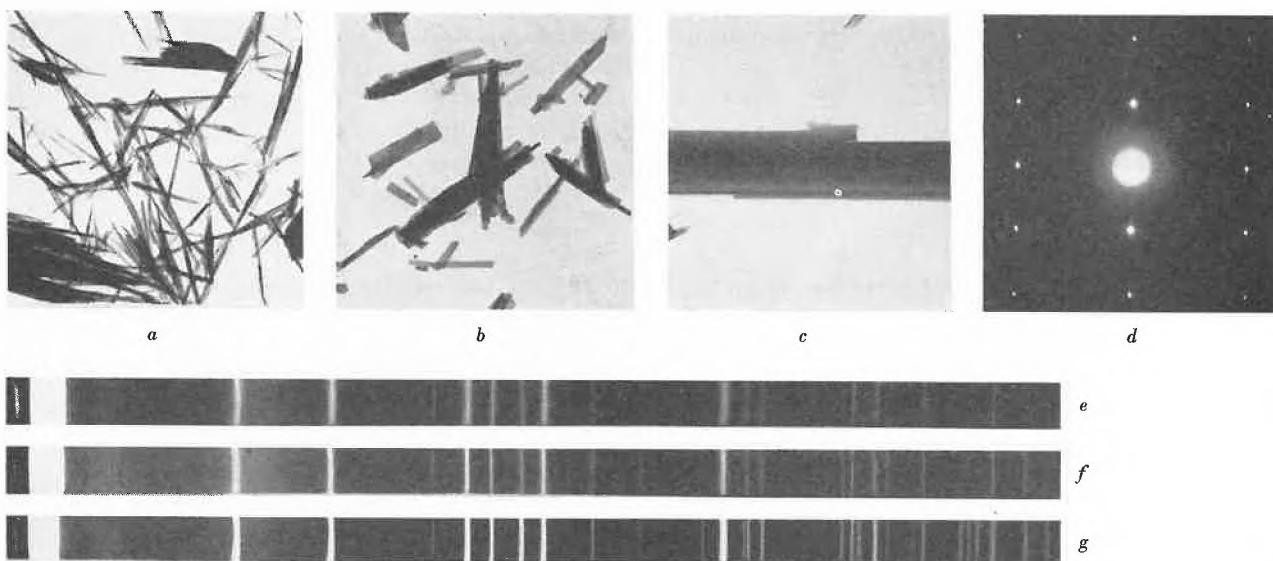


Fig. 5. Übersichtsabbildungen und Feinbereichsbeugung von $\text{Cu}(\text{OH})_2$

- a Nadelig ausgebildetes Präparat, $10000 \times$
 b Plättchenförmig ausgebildetes Präparat, $10000 \times$
 c Ausgeblendetes Plättchen (010), etwa $30000 \times$
 d Feinbereichsbeugung dazu, Reflexe $h0l$

- e Guinier-Aufnahme Präparat a
 f Guinier-Aufnahme Präparat b
 g Guinier-Aufnahme gröber kristallines $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (zur Intensitätsmessung geeignet)

nen Nadelchen auf (Fig. 5a). Die Röntgenaufnahmen (Fig. 5e) zeigten wegen der Kleinheit der Teilchen verbreiterte Reflexe, und nur ein Reflex fiel durch seine Schärfe auf. Mit Hilfe der Feinbereichsbeugung konnte er wie vermutet der Nadelachse (c) zugeordnet werden. Durch besondere Herstellungsarten gelang es, $\text{Cu}(\text{OH})_2$ statt als Nadelchen in Form von dünnen rechteckigen Plättchen herzustellen (Fig. 5b,c). Diese zeigten nun, wenn sie senkrecht zur Plättchenebene durchstrahlt wurden, stets das gleiche Beugungsdiagramm (Fig. 5d), weshalb versuchsweise die zwei Achsen aus den Beugungen als kristallographische Achsen a und c angenommen wurden. Die gefundene orthogonale Zone ($h0l$) konnte leicht auch im Röntgendiagramm aufgefunden werden. Durch Kippung des Plättchens wäre es ohne weiteres möglich, auch die dritte Achse aus Beugungsaufnahmen zu ermitteln, doch war aus den Röntgendaten sehr leicht ersichtlich, daß nur noch eine Unbekannte vorhanden sein konnte, d. h. daß rhombische Symmetrie vorlag. Selbstverständlich wurden die endgültigen Gitterkonstanten aus den Röntgenaufnahmen (ebenfalls mit Eichsubstanzen) und nicht aus den weniger genau vermeßbaren Elektronenbeugungen ermittelt ($a = 5,256 \text{ \AA}$, $b = 10,59_0 \text{ \AA}$, $c = 2,949 \text{ \AA}$).

Zur Ermittlung der Anzahl Moleküle (n), die in der Elementarzelle enthalten sind, muß nun lediglich noch die Dichte D gemessen werden:

$$n \cdot M = D \cdot \frac{V}{1,66}$$

$$n = 3,96$$

M = Molekulargewicht,

V = Volumen der Elementarzelle = $a \cdot b \cdot c$.

Eine gewisse Kontrolle der gefundenen Elementarzelle besteht darin, daß n eine möglichst ganze Zahl ergeben muß, da ja nicht eine gebrochene Anzahl Moleküle in der Elementarzelle vorhanden sein kann.

Es wäre grundsätzlich möglich, aus den Intensitäten der Beugungsreflexe Elektronendichteprojektionen oder sogar ganze Kristallstrukturen zu berechnen. Dem stehen jedoch gewisse Schwierigkeiten entgegen:

Die Intensitäten der Reflexe höherer Ordnung sind verglichen mit der Röntgenmethode sehr gering, so daß man mit wenigen Werten auskommen müßte. Dazu kommt, daß die wellenkinematische Theorie der Elektronenbeugung nur für sehr dünne Schichten (maximal einige hundert Å) gültig ist. In dickeren Kristallen sind die Wechselwirkungen zwischen den gestreuten Wellen und dem Primärstrahl so groß, daß mit der dynamischen Theorie gerechnet werden muß, nach der die Intensitäten auch von der Form und Größe des Kristalls abhängen.

Schließlich können durch Mehrfachreflexionen einzelne Reflexe mit höheren Indizes unerwartet viel stärker ausfallen, als der Theorie entspricht. Wir haben es deshalb vorgezogen, die Reflexintensitäten aus Pulveraufnahmen mit einem Zählrohrgeometrie zu bestimmen, die

mit besonders gut kristallinem $\text{Cu}(\text{OH})_2$ erhalten wurden (siehe Röntgenfilm Fig. 5g). Nachdem aus den systematischen Auslöschungen die Raumgruppe bestimmt war, wurde in Zusammenarbeit mit Herrn Dr. H. JAGGI die vollständige Kristallstruktur von $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ermittelt^{10,11}. Die Struktur ist stark verwandt mit derjenigen des Lepidokrokit ($\gamma\text{-FeOOH}$) und steht in schöner Übereinstimmung mit den morphologischen Beobachtungen an Kupferhydroxidkriställchen.

Hydroxidchloride MeOHCl : Eine Reihe zweiwertiger Metalle bilden einfache Hydroxidchloride MeOHCl ($\text{Me} = \text{Ni}, \text{Co}, \text{Zn}, \text{Fe}, \text{Cu}$ u. a.), die in Schichtengittern kristallisieren (OSWALD und FEITKNECHT¹²). Die Herstellung von Einkristallen ist hier ebenfalls sehr schwierig, weshalb die Präparate mit der Feinbereichsbeugungsmethode untersucht wurden. Die Röntgendiagramme der durchwegs in hexagonalen oder pseudohexagonalen Plättchen kristallisierenden Verbindungen sind einander sehr ähnlich. Einzelne Salze aus der Reihe zeigen jedoch auf ihren Röntgenfilmen charakteristische Verdoppelungen von Reflexen (vgl. z. B. Röntgenfilm von NiOHCl , Fig. 6g, mit demjenigen von $\alpha\text{-CoOHCl}$, Fig. 6h). Die Feinbereichsbeugungen der gleichen Verbindungen zeigen ebenfalls charakteristische Unterschiede (Fig. 6c, f): NiOHCl besitzt hexagonale Plättchen, die ein genau hexagonales Beugungsdiagramm ergeben. Die daraus ermittelte Gitterkonstante $a = 3,25_8 \text{ \AA}$ stimmt genau mit derjenigen aus dem hexagonal indizierten Röntgenfilm überein. Die Kristalle von $\alpha\text{-CoOHCl}$ zeigen Formen, die von der hexagonalen Symmetrie abweichen. Auf der Feinbereichsbeugung erkennt man, daß die hexagonale Symmetrie deformiert ist und daß weitere, schwache Punkte mit kleinerer Identitätsperiode und orthorhombischer Symmetrie auftreten. Entsprechend den kleineren Längen « r » resultiert daraus eine größere, orthorhombisch-pseudohexagonale Elementarzelle mit der Basisfläche $a = 5,76_0 \text{ \AA}$, $b = 6,60_0 \text{ \AA}$. Dies führt auf eine vollständige Indizierung des Röntgenfilmes und erklärt die Reflexverdoppelungen zwanglos. Eine solche Symmetrierniedrigung infolge Deformation von hexagonalen Schichten tritt bei Hydroxidsalzen sehr häufig auf (W. FEITKNECHT¹³).

Später gezüchtete Einkristalle von $\beta\text{-ZnOHCl}$ erlauben die vollständige röntgenographische Kristallstrukturanalyse eines MeOHCl -Salzes mit deformiert-hexagonalem Kristallgitter (FORSBERG und NOWACKI¹⁴), wobei die aus den Feinbereichsbeugungen gezogenen Schlüsse bestätigt wurden. Die Zink-Ionen sind in pseudohexagonalen Schichten (001) angeordnet, und die Hydroxid- und Chloridionen liegen in gemischten Schichten beidseitig der Metallionenschichten.

¹⁰ H. R. OSWALD und H. JAGGI, *Chimia* 14 (1960) 22.

¹¹ H. JAGGI und H. R. OSWALD, *Acta Crystallogr.*, im Druck.

¹² H. R. OSWALD und W. FEITKNECHT, *Helv. Chim. Acta* 44 (1961) 847.

¹³ W. FEITKNECHT, *Fortschr. chem. Forsch.* 2 (1953) 670.

¹⁴ H. E. FORSBERG und W. NOWACKI, *Acta Chem. Scand.* 13 (1959) 1049.

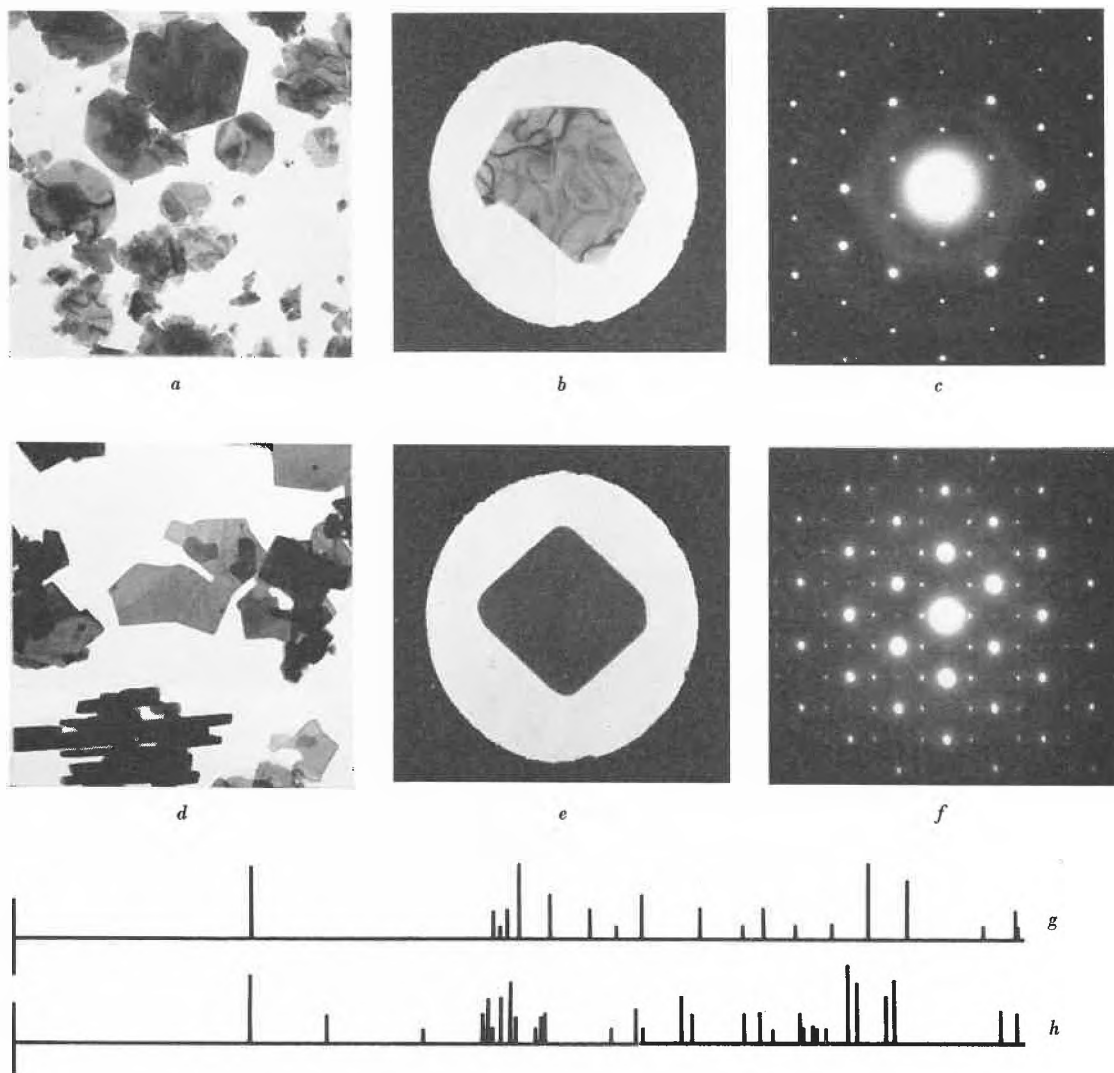


Fig. 6 Abbildungen und Feinbereichsbeugungen von Ni(OH)Cl und α -Co(OH)Cl

- a Übersichtsaufnahme von Ni(OH)Cl, 10 000 \times
 b Ausgeblendeter Kristall von Ni(OH)Cl, etwa 25 000 \times
 c Feinbereichsbeugung dazu. Undeformiert-hexagonale Zone liefert a_{hex} .
 d Übersichtsaufnahme von α -Co(OH)Cl, 20 000 \times (einzelne Plättchen von der Seite her gesehen)
 e Ausgeblendeter Kristall von α -Co(OH)Cl, etwa 25 000 \times
 f Feinbereichsbeugung dazu. Deformiert-hexagonale Zone liefert $a_{\text{o.rhomb.}}$, $b_{\text{o.rhomb.}}$.
 g Röntgenaufnahme von Ni(OH)Cl
 h Röntgenaufnahme von α -Co(OH)Cl
- } Guinier-Kamera nach DE WOLFF

Die hier geschilderten «zweidimensionalen» Beugungsbilder (Kreuzgitterspektren) werden immer dann erhalten, wenn die Kristalle eine im Vergleich zu ihrer Flächenausdehnung geringe Dicke aufweisen. Dickere Kristalle ergeben häufig sogenannte «dreidimensionale» Beugungsbilder, die auch eine direkte Bestimmung der dritten Achse erlauben. Dabei ist die Genauigkeit allerdings nur gering.

Schlußbemerkung

Die erwähnten Beispiele dürften gezeigt haben, daß die Methode der Feinbereichs-Elektronenbeugung ein sehr wirkungsvolles Mittel darstellt, um zusammen mit der Röntgen-Pulvermethode die Symmetrie und Größe

der Elementarzelle feinkristalliner Stoffe zu bestimmen. Sie ermöglicht oder erleichtert die vollständige Indizierung der Pulverdiagramme auch niedrigsymmetrischer Kristallarten. Liegt bereits eine Indizierung vor, so wird deren Richtigkeit auf direkte Art bestätigt, und zudem erhält man oft sehr wichtige Angaben über die Lage der verschiedenen Achsen im Kristall. Besonders auch bei der Untersuchung von Dünnschnitten, z. B. von Metalllegierungen, die mit Diamantmessern erhalten werden können, dürfte die Feinbereichsbeugung noch sehr wertvolle Aufschlüsse liefern können.

Herrn Prof. Dr. W. FEITKNECHT möchten wir für wertvolle Anregungen und Diskussionen bestens danken.