

O. Schulte und W. B. Holzapfel (Fachbereich Physik der Universität-GH-Paderborn, Paderborn). **Energiedispersive Röntgenbeugung an Quecksilber in weiten Druck- und Temperaturbereichen.**

Untersuchungen des Verhaltens von Quecksilber unter Druck mit energiedispersiver Röntgenbeugung zeigen, daß Quecksilber bei einem Druck von 30(3) GPa und Raumtemperatur in eine hexagonal dichte Struktur übergeht [1]. In weiteren Messungen bei verschiedenen Temperaturen ( $130 \text{ K} \leq T \leq 450 \text{ K}$ ) wurde der Verlauf der Phasengrenzen zwischen der rhomboedrischen  $\alpha$ -Phase, der tetragonal-innenzentrierten  $\beta$ -Phase und der neuen hexagonalen  $\delta$ -Phase des Quecksilbers bestimmt [2]. Die Ergebnisse dieser Experimente werden mit theoretischen Vorhersagen der Phasenstabilitätsgrenzen [3] verglichen.

### Literatur

1. Schulte, O., Holzapfel, W. B.: Phys. Lett. A **131** (1988) 38.
2. Schulte, O.: Diplomarbeit, Uni-GH-Paderborn 1988.
3. Moriarty, J. A.: Phys. Lett. A **131** (1988) 41.

Ch. Schwarte und W. Fischer (Inst. f. Mineralogie der Philipps-Universität Marburg). **Zur Kristallstruktur des K-Mg-Fe-Voltaits.**

Synthetisch hergestellte Voltaite bilden eine umfangreiche Gruppe von Substanzen, bei welcher die Kationenzusammensetzung variiert. Es wurde ein K-Mg-Fe-Voltait mit der chemischen Formel  $\text{K}_2\text{Mg}_5\text{Fe}_4[\text{SO}_4]_{12} \cdot 18 \text{ H}_2\text{O}$  hergestellt. Hierbei wurden die Sulfate der Kationen in den der Stöchiometrie des Voltaits entsprechenden Mengen in Wasser gelöst und mit konzentrierter Schwefelsäure versetzt [1, 2]. Die so erhaltene Lösung wurde bei einer Temperatur von  $80^\circ \text{C}$  eingeengt. Es bildeten sich Voltaiteinkristalle mit kubischer Tracht und bis zu 1 mm Durchmesser.

Die Intensitätsmessung erfolgte an einem 4-Kreis-Diffraktometer CAD4. Von den 4115 vermessenen Reflexen sind 754 symmetrieunabhängig. Die Mittelung über alle symmetrieäquivalenten LP-korrigierten Reflexe ergab einen Mittelungs- $R_M$ -Wert von 3,45%.

Der Strukturtyp des Voltaits wurde von Mereiter [3, 4] bestimmt. Die von Mereiter für einen K-Fe<sup>2+</sup>-Fe<sup>3+</sup>-Al-Voltait erhaltenen Ortsparameter [4] dienen bei der vorliegenden Strukturverfeinerung als Startparameter ( $R = 3,69\%$  und  $R_G = 3,24\%$ ).

Der Vergleich der Ergebnisse mit denen von Mereiter [4] ergab Unterschiede in der Orientierung der  $\text{Fe}^{3+}\text{O}_6$ -Oktaeder im  $\text{K}-\text{Mg}-\text{Fe}$ -Voltait und der  $\text{AlO}_6$ -Oktaeder im  $\text{K}-\text{Fe}^{2+}-\text{Fe}^{3+}-\text{Al}$ -Voltait.

Unter Verwendung von Grenzkomplexbeziehungen kann die Voltaitstruktur vom Perowskit-Typ abgeleitet werden [5].

### Literatur

1. Goßner, B., Bäuerlein, Th.: Ber. d. deutschen Chem. Ges. **63** (1930) 2151.
2. Wennemer, M.: Diplomarbeit (1977).
3. Mereiter, K.: Naturwissenschaften **12** (1970) 670.
4. Mereiter, K.: Tscherm. mineral. petrogr. Mitt. **18** (1972) 185.
5. Koch, E.: Z. Kristallogr. **140** (1974) 75.

M. T. Sebastian and H. Klapper (Inst. f. Kristallographie der RWTH Aachen). **The effect of sweeping on the dislocation networks in quartz crystals.**

Sweeping or solid state electrolysis is a process which selectively exchanges monovalent impurity ions in  $\alpha$ -quartz crystals [1, 2]. Sweeping prior to device fabrication is known to improve the performance and increases the radiation hardness of quartz resonators used in precision oscillators. The electrodiffusion process is reported [3, 4] to lower the production of dislocation etch channels significantly which is very important in the production of devices by photolithographic techniques and of very high-frequency bulk wave quartz oscillators. Many vacuum swept crystals were observed to be free of etch channels. The present paper explains the non-observance of dislocation etch channels in vacuum swept and irradiated crystals. X-ray topographic studies of swept crystals reveal [5] that the basic dislocation network remains the same. The X-ray topographs, however, show [6] an additional contrast due to space charge collection. Along the (hollow) core of the dislocations, unbonded oxygen atoms exist, and this is an obvious place for the collection of impurities [7]. It is well known [8, 9] that during vacuum sweeping and irradiation the alkali and proton charge compensators are replaced by holes ( $e^+$ ). This converts the reactive structural elements for the etchant into the unreactive ones and thus there is no preferential etching at the dislocation sites.

### References

1. King, J. C.: Bell Syst. Techn. J. **38** (1959) 583.
2. Brown, R. N., O'Connor, J. J., Armington, A. F.: Mater. Res. Bull. **15** (1980) 1063.
3. Martin, J. J.: IEEE Trans. Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control **35** (1988) 288.
4. Balascio, J. F., Armington, A. F.: Proc. 40th Ann. Freq. Control Symp. IEEE (1986) 70.
5. Hansom, W.: Proc. 41st Ann. Freq. Control Symp. IEEE (1987) 228.

6. Sebastian, M. T., Zarka, A., Capelle, B.: J. Appl. Crystallogr. **21** (1988) 326.
7. Johnson, G. R., Irvine, R. A.: Proc. 41st Ann. Freq. Control Symp. IEEE (1987) 175.
8. Subramanian, B., Halliburton, L. E., Martin, J. J.: J. Phys. Chem. Solids **45** (1984) 575.
9. Koumvakalis, S.: J. Appl. Phys. **51** (1980) 5528.

V. Shakeri und S. Haussühl (Inst. f. Kristallographie der Universität zu Köln). **Kristallzüchtung und Charakterisierung von Mg-, Ca-, Ba- und Zn-Sulfanilaten.**

Die Asymmetrie des Sulfanilations läßt eine erhöhte Wahrscheinlichkeit für die Bildung azentrischer Salze mit interessanten polaren Eigenschaften erwarten. Außer einigen Salzen der Alkaliionen ist über die Eigenschaften der Sulfanilate bisher nur wenig bekannt geworden.

Es wurden zunächst Einkristalle der im Titel genannten Sulfanilate aus wäßrigen Lösungen durch kontrollierte Temperaturänderung und Eindunsten des Lösungsmittels bei etwa 308 K gezüchtet. Die Kristalle mit Abmessungen bis zu mehreren Zentimetern sind farblos und besitzen optische Qualität in großen Bereichen. Während der Züchtung entstehen häufig durch den Sauerstoff der Luft gewisse Oxydationsprodukte der Sulfanilsäure, die zu einer wechselnden Färbung der später gewachsenen Kristallbereiche von blau, grün, gelb, rot bis braun-schwarz führen können. Es wird insbesondere über die strukturellen und physikalischen Eigenschaften von  $MgX_2 \cdot 6 H_2O$ ,  $CaX_2 \cdot 3 H_2O$ ,  $BaX_2 \cdot 4 H_2O$ ,  $ZnX_2 \cdot 4 H_2O$  ( $X = C_6H_4-NH_2SO_3$ ) berichtet.

H. Siegert (Inst. f. Kristallographie der Universität zu Köln). **Selbstkonsistenter Algorithmus zur vollständigen Bestimmung des Elastizitätstensors aus Schallgeschwindigkeitsmessungen.**

Die Ausbreitung ebener Wellen in Kristallen wird unter der Annahme der Gültigkeit des Hookeschen Gesetzes durch die Gleichung

$$(\Gamma = \rho v^2 E) \xi = 0$$

beschrieben (Haussühl, 1983).  $\xi$  ist ein Eigenvektor des Tensors

$$\Gamma = c_{ijkl} g_j g_l$$

und  $\rho v^2$  ein Eigenwert. Die charakteristische Gleichung

$$|- \rho v^2 \delta_{ik} + c_{ijkl} g_j g_l| = 0$$

liefert damit den Zusammenhang zwischen den für die Ausbreitungsrich-