



晶体取向的测定

张龙生

(上海市计量测试管理局)

晶体在电子工业等方面被广泛的使用。晶体取向不同电性能和物理特性将有显著的不同，因而需要测定晶体取向。

所谓晶体取向就是确定晶体的晶轴相对于试样经选定的外界参考坐标的取向或相应于特别方向的取向。

下面将分 X 射线法，机械法及光学法三方面来简要介绍晶体取向的测定。

一、X 射线法^[1,2,3,4,5]

利用 X 射线法测定晶体取向是最基础又正确的方法，但是拍摄 X 射线照片和对照片进行分析需化费一定时间，同时 X 射线又有损伤操作人员健康的危险。

用 X 射线测定晶体取向的方法有劳厄法、衍射仪法、周转法和回摆法等四种。这里简要叙述前两种方法。

1. 劳厄法

劳厄法是用连续波长的 X 射线入射到一个固定的晶体上，只有当晶体中某些点阵恰好满足布拉格定律（即 $n\lambda = 2d \sin \theta$ ）时，才被衍射，产生所谓劳厄斑点。

劳厄法随底片位置不同，可分背射和透射两种，见图 1。

背射劳厄法对试样的厚度及吸收无特殊要求，故应用较广。这里仅对背射法作一简要介绍。

在劳厄法中，晶体取向的测定系根据底片上劳厄斑点的位置而得到的，所以在实验时，在底片和试样上作一符号，以便参考。

在测定晶体取向的工作中，标准投影是有用的，从这些标准投影上可以看到晶面间的相对取向。在立方晶系中常作 (001)、(011) 或 (111) 的标准投影，如图 2a、b、c 所示，图 3 是较详细的 (001) 标准投影。而在其它晶系中，由于晶轴的比率不同，其晶面夹角可用公式进行计算（参阅有关晶体学方面的参考书）。此后，将所算得角度及利用晶带的关系，便可制成标准投影。图 4 为一张四方晶体（金红石）的 (001) 标准投影：图

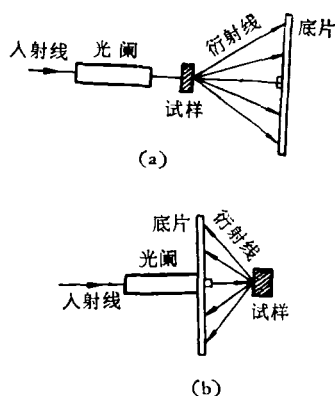


图 1 劳厄法实验布置
a——透射劳厄法实验布置示意图；
b——背射劳厄法实验布置示意图

5 为一张六方晶体 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) 的 (0001) 标准投影^[1]。

在介绍背射劳厄法测定晶体取向前，先略谈乌氏网和格伦林格图表的用途。为了很简单明了地表示晶体点阵中各个晶面的取向等，有关科技工作者创造了各种晶体投影方法。极射赤面投影应用最广而方便。在解决有关极射赤面投影时，使用的工具为图 6 中所示的乌氏网和图 7 所示的格伦林格图表。

应用乌氏网时，将晶体的极射赤面投影画在一张描图纸上，投影基圆和乌氏网的直径相同。然后把这张纸放在网上，使两圆心重合，用大头针钉住圆心。在投影图上任何两个极点间的角距离可由乌氏网的同一经线或赤道大圆上测量。

格伦林格图表分上下两部分。上部为 2° 间隔的网，网的下部分是一个量角器。按图 8 所示的方法可测量同一晶带上两斑点间角距离，晶带轴的倾角以及两相交晶带间角度（相交点离中心点要小于 10° ）。

利用背射劳厄法测定取向有数种方法，现介绍其中两种：

(1) 用格伦林格图表的直接法

在图 9（从锆晶体背射劳厄照片上描绘）中所示的

1) $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 属三方晶体，但我们按六方晶体进行计算。

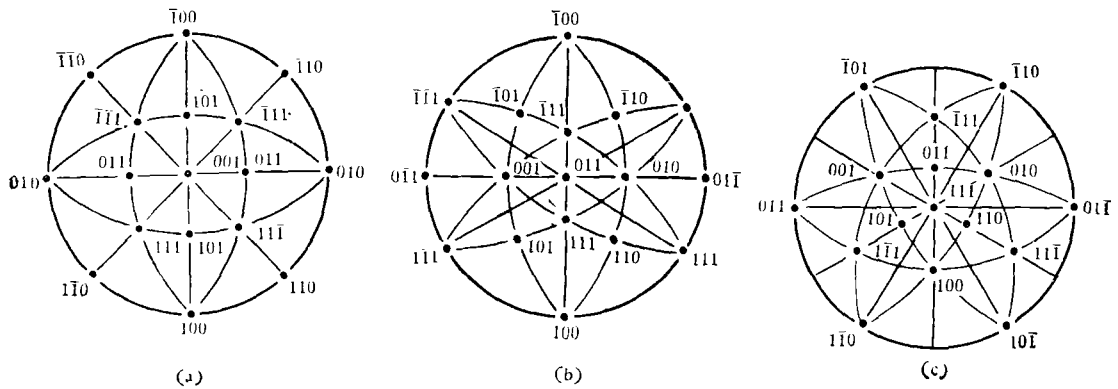


图2 立方晶体的标准投影
 a —(001); b —(011); c —(111)

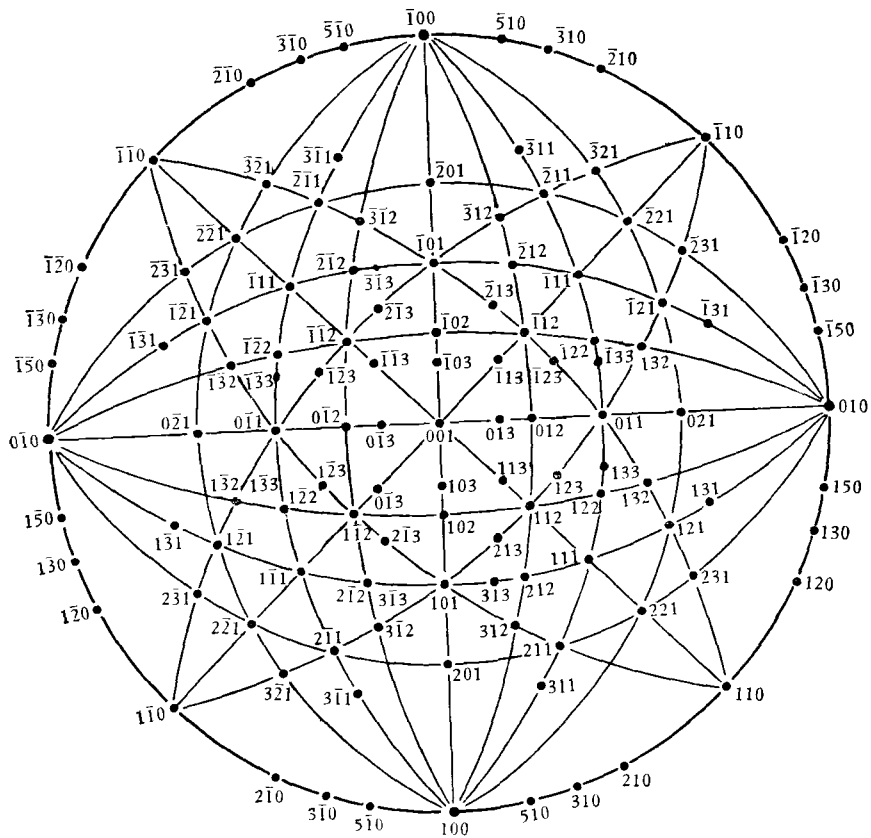


图3 立方晶体的(001)标准投影

下部有一个显著的极点,该点不但强度高,而且有四根晶带通过它,这就暗示该点可能是二次对称轴[(110)面]、或三次对称轴[(111)面]及四次对称轴[(001)面]。此时,将其重迭到格伦林格图表上,使中心重合,测量与邻点间角距离(同一晶带),结果如图9所示。据此,便可定出 B 、 B' 晶带相对称, A 、 A' 晶带相对称。而两

晶带间夹角(B 、 B')大于 90° ,而小于 180° 。这导致该点必然是一个 $\{111\}$ 极点。因为 $\{111\}$ 是三次对称轴,其晶带间夹角为 120° 。同上,可定出图中心上面的第二个显著极点为 $\{110\}$ 。到这里,错晶体可确定了。

(2) 用格伦林格图表和极射赤面投影的方法
 首先用透明纸把底片上的劳厄斑点描下来,如图

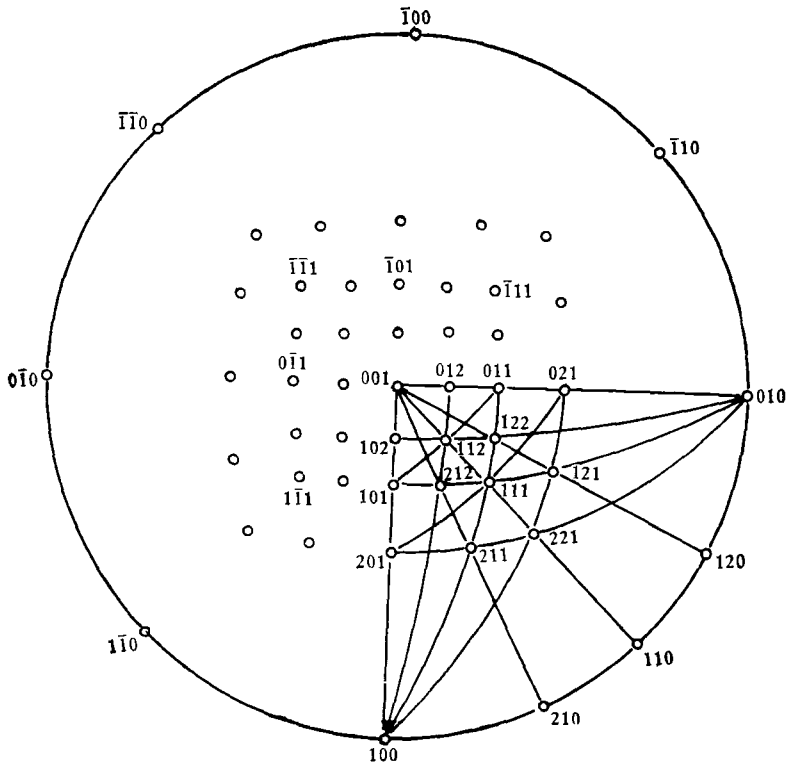


图4 四方晶体金红石的(001)标准投影($c/a = 0.64$)

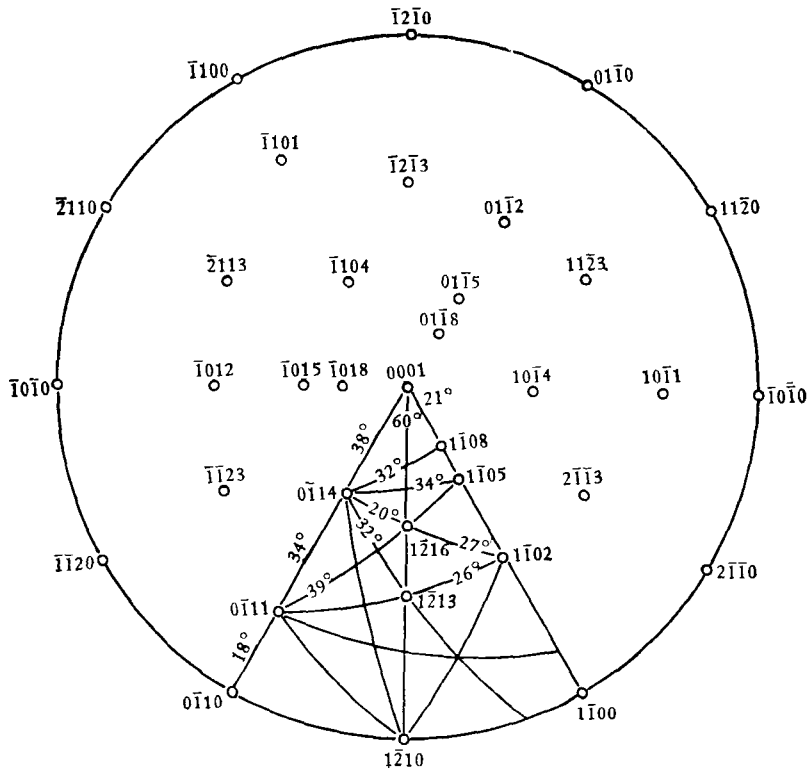


图5 六方晶体($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)的(0001)标准投影($c/a = 2.73$)

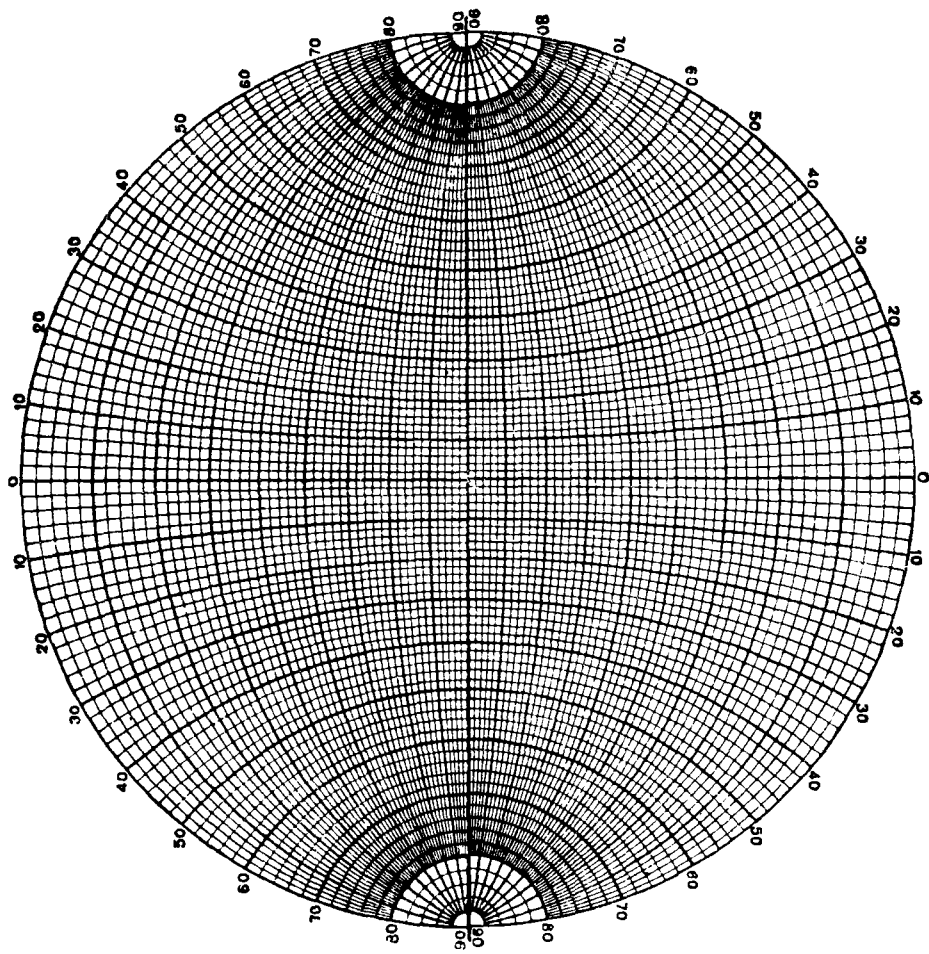


图6 2°间隔的乌氏网

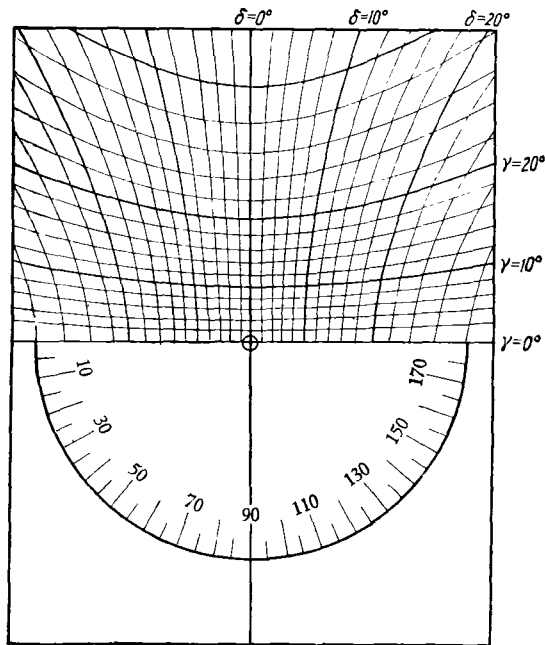


图7 格伦林格图表 ($D = 3$ 厘米)

10 所示。将它放在格伦林格图表上,使中心重合,如图 11(a) 所示。再取一张透明纸重迭在横放(即纬度曲线由上至下)的乌氏网上以绘制投影图,投影图中心和乌氏网中心相重迭,其基圆等于乌氏网的大小,底片上箭头方向和投影上的箭头方向一致。然后按图 11 所示的方法,测量每个斑点 (γ, δ) 位置,见表 1。接着将这些斑点都转移到投影图上,同时画出晶带和晶带轴 $P_{345}, P_{123}, P_{783}$ 和 P_{67} 等,得到图 12。

表1 用格伦林格图表所读出各斑点位置

| No. | γ° | δ° |
|-----|----------------|----------------|
| 1 | 28.0 | 3.0 |
| 2 | 22.5 | 10.5 |
| 3 | 12.0 | 23.0 |
| 4 | - 7.5 | 6.0 |
| 5 | - 14.0 | - 1.0 |
| 6 | - 6.5 | - 19.0 |
| 7 | 7.0 | - 21.0 |
| 8 | 9.5 | - 3.0 |

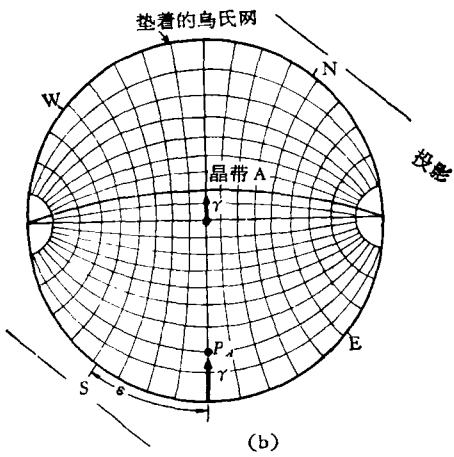
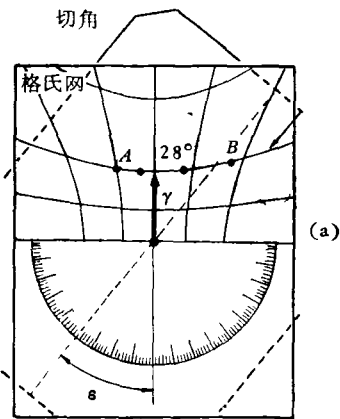


图8 用格林格图表在极射赤面投影上标绘晶带、晶带的轴 P_A , 直接在网上读出角距离

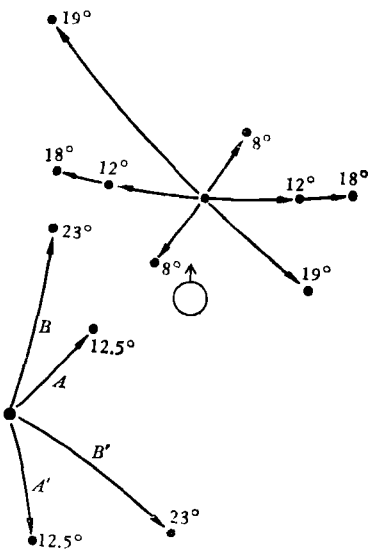


图9 锗单晶的背射劳厄花样

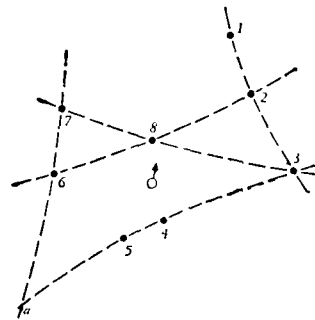


图10 背射劳厄衍射花样

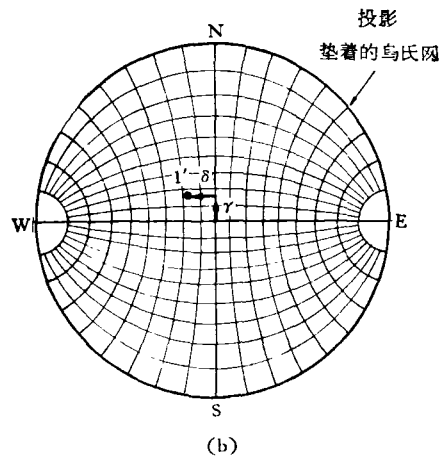
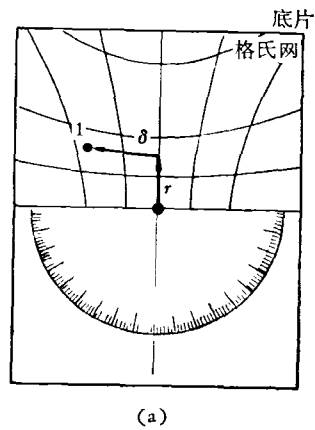


图11 应用格林格图表, 将某个反射面的极点、标绘在极射赤面投影上

现在我们注意力集中到3及7, 晶带相交点 a , 以及晶带轴的极点 $P_{345}, P_{123}, P_{783}$ 等。然后用乌氏网测量它们彼此间的角距离, $3-P_{345}, 3-P_{123}, P_{345}-P_{123}$ 均为 90° , $3-7, 3-P_{67}$ 为 45° 左右, $3-a$ 为 54° 左右, $7-a$ 为 35° 左右。再根据立方晶系晶面夹角数值表(可查阅有关晶体学参考书), 及图3可定出上述极点的指数, 见图13。这样取向就可说明了。

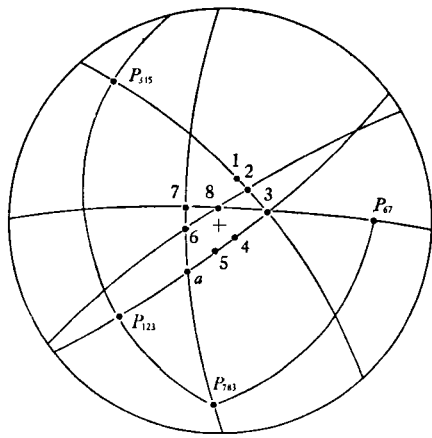


图 12 对应于图 10 背射图样的极射赤面投影

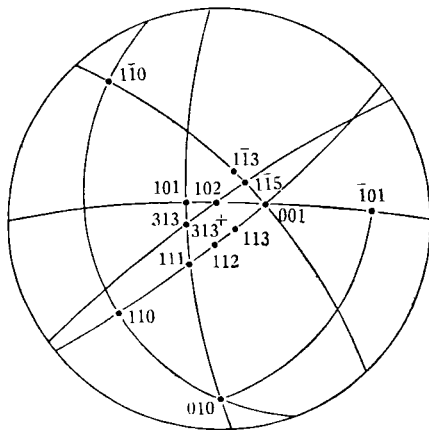


图 13 图 12 的极射赤面投影,极点已经过鉴定

图 14 是硅晶体背射劳厄花样。图 15 是从该照片上描下的一些晶带,此时将其重迭到格伦林格图表上,使中心重合。将纸围绕中心旋转,使一晶带与格伦林格图表上的 r 值恒定的“横”曲线相重合,在纸上作一记号和写上 r 值,如图 8a 所示。接着将投影在乌氏网

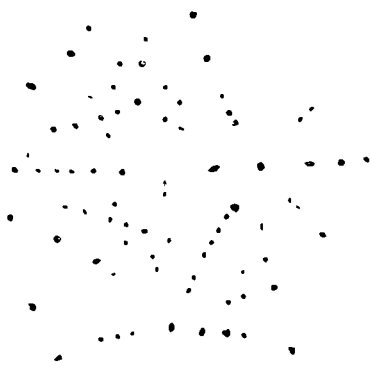


图 14 硅晶体背射劳厄衍射花样

上面的透明纸上,如图 8(b) 那样。经过上述手续后,将一些极点都转移到极射赤面投影图上,见图 16。此后,用乌氏网测量各晶带上交点间角距离,并将量得角度。再借助于立方晶系晶面夹角数值表和图 3,就可确定那几个极点的指数,见图 17。

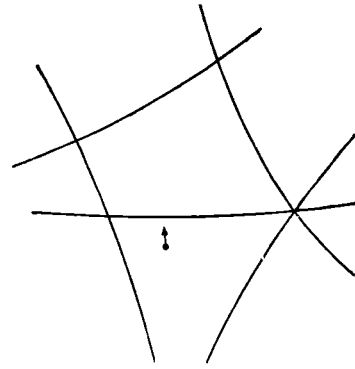


图 15 从图 14 中描下的一些晶带

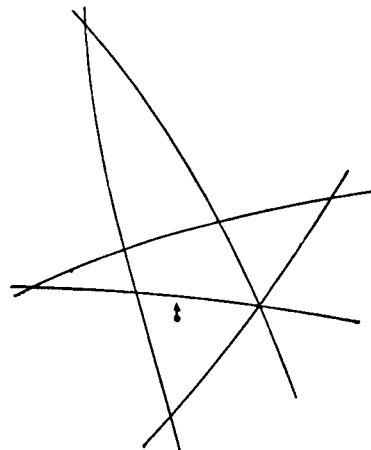


图 16 对应于图 15 的极射赤面投影

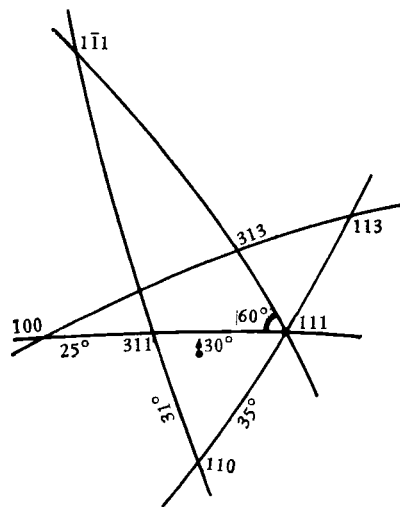


图 17 图 16 的极射赤面投影(极点已经过鉴定)

上面所列举的是测定立方晶体的取向，因为立方晶体平时工作中遇到机会最多。但是上述的方法也可用来测定其它晶体的取向，如图 18 所确定的六方晶体 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) 的极射赤面投影图。

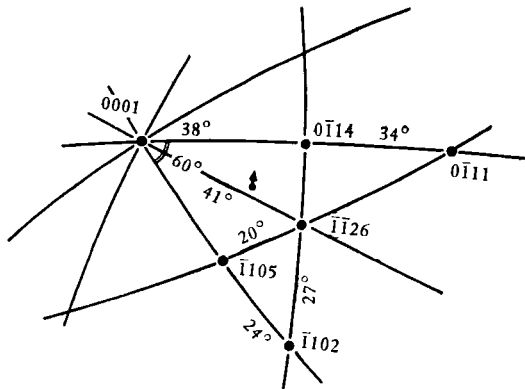


图 18 六方晶体 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) 的极射赤面投影 (极点已经过鉴定)

2. 衍射仪法

衍射仪测定晶体取向法有两种：一是测定已知晶面的取向，另一个是测定晶体的取向。下面简单叙述这两种方法。

(1) 测定已知晶面的取向

用衍射仪来测定已知晶面的取向，是为了获得更精确的结果。在衍射仪中采用单色辐射，计数管固定在与入射线成 2θ 的位置上，即二倍于所用晶面的衍射角，如图 19 所示。

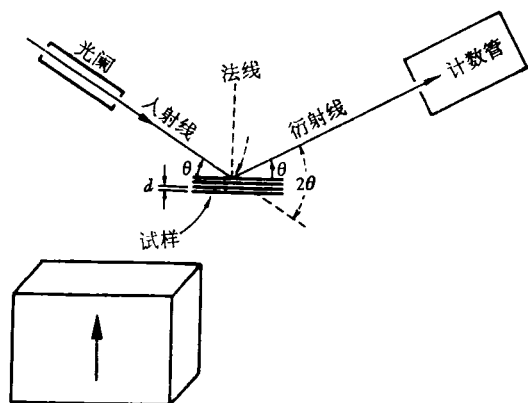


图 19 衍射仪法的实验示意图及试样

将有记号 (定向时作参考) 的试样放在测角头上，缓慢旋转测角头。当满足布拉格定律 ($n\lambda = 2d \sin \theta$) 时，在计数率仪上或记录器上观察到最大信号，读取角度值。假使无信号出现，而增大光阑宽度或增加射线管的电压和电流仍无效，那被测部位远偏标准面，而造成计数管不能探到信号。此时，将样品围绕法线旋

转一个角度后再进行测定，直到有信号出现为止。接着将样品转 90° 进行测定。这时可将这两个测得值与标准值比较，便知道偏差多少。

用一般衍射仪进行已知晶面的取向测定，应用狭窄的光阑或单色器，这样测定精度可达 3—4 分或更低。

(2) 测定晶体取向

用衍射法测定晶体取向，必须事先知道试样的晶面间距。如果只需要某个特定取向，只要知道那个晶面的间距就可以了。

衍射仪测定晶体取向是将试样放在三圆的测角头上，使试样可以依衍射仪轴及其它两个相互垂直轴转动，如图 20 所示。

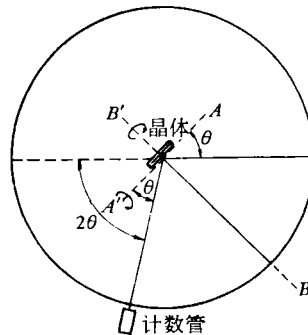


图 20 用衍射仪测定取向时的晶体旋转轴

选择衍射强度高的晶面 $\{hkl\}$ ，根据所用的波长 (λ)，晶面间距 (d)，算出 θ 值。于固定计数管在 2θ 位置上。此时，试样围绕衍射仪轴缓慢转动到有信号出现。接着转动其它两根轴使信号到最大止。这时，可用极射赤面投影标绘该点位置。

只要再确定一个晶面 $\{hkl\}$ ，晶体取向就可知道了。为此利用晶面间夹角关系，查出该点与上述那点间的角度，和以前一样手续，找到第二个点位置，这晶体的取向就可确定。

跟照相法相比，衍射仪法迅速，适合于大量工作以及精度高的要求。但不能显示晶体完整性。

二、机械法^[6]

一般用适当的手段给晶体以塑性变形，则在晶体的表面，由不同的晶体取向就显示了具有种种特征规则的破裂。例如晶面特有的形状的压像，沿一定晶面的解理等。可以运用这些现象来对已知晶体确定取向。这个方法虽然操作简单，但是这个方法对晶体本身具有一定的破坏性，同时其正确性也不如 X 射线法。

1. 利用解理面的方法

晶体在受到机械力的作用时，总是沿着一定方向

的解理面发生破裂。实验证明,解理面总是平行于晶体中的低指数晶面,因而可以利用解理来确定晶体取向。

在容易解理的晶体中,例如氟化锂、砷化镓等晶体,用刀片或小金属棒很容易劈开其解理面,分别为 $\{100\}$ 和 $\{110\}$ 。表2列出了一些常用晶体的解理面。

表2 常用晶体的解理面

| 名称 | 化学符号 | 晶系 | 解理面 |
|-----|---|----|------------------|
| 氟化锂 | LiF | 立方 | $\{100\}$ |
| 氯化钠 | NaCl | 立方 | $\{100\}$ |
| 氟化钙 | CaF ₂ | 立方 | $\{111\}$ |
| 方解石 | CaCO ₃ | 三方 | $\{100\}$ |
| 石膏 | CaSO ₄ ·2H ₂ O | 单斜 | (010) |
| 黄玉 | Al ₂ (SiO ₄) ₂ [F(OH)] ₂ | 正交 | (101) |
| 石墨 | C | 六方 | (0001) |
| 砷化镓 | GaAs | 立方 | $\{110\}$ |
| 铌酸锂 | LiNbO ₃ | 三方 | $\{10\bar{1}2\}$ |

2. 利用压象的方法

晶体在受到定向机械力作用时,除了表现为解理形式外,有时还可以表现其他规则形式的破裂,称为压象。

将细金属针垂直地置于平滑的晶体表面上加压,在晶体表面上出现了以受力点为中心的放射状裂纹。裂纹的长短随方向而异,它是符合晶体所固有的对称,因而可利用压象来了解晶体的取向。图21是白云母(001)面上的压象的示意图。

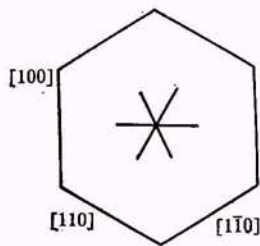


图21 白云母(001)面上的压象

三、光学法

用光学的方法来观察具有特征低指数晶面来确定取向。例如天然生长的晶体(水晶,方解石等)具有完好的多面体外形,可用测角法来测定其取向。但是有的晶体并不具有完整的外表面,则可采用蚀象法或光像法来测定取向,其准确度跟X射线一样高,但是前者需要有规格的试样,后两种对试样有破坏性。

详细地叙述这三种方法请参阅有关资料^[7]。这里

作一简单介绍。

1. 测角法

成分和构造相同的所有晶体,在同一条件下其对应晶面间的夹角相等,这称为面角恒定律。我们可以通过测定晶面间的角度数值来确定晶体取向。

测量晶体晶面之间的角度方法有三种:(1)接触测角仪;(2)单圈反射测角仪;(3)双圈反射测角仪。前一种适宜测量大晶体,精确度差。后两种精确度高,并可以测量小晶体。

在测量已知晶体时,只要用单圈反射测角仪测定面角或双圈反射测角仪测定晶面的 ρ 和 φ 值。测定值跟已知的面角或晶面方位^[8]相比较,就可以决定晶面指数,接着就可以确定其取向。

2. 蚀象法

晶体在一定的侵蚀条件下,被侵蚀表面会出现具有规则形状的蚀坑,这种蚀坑形状具有一定的结晶学取向,因而蚀坑形状可用来测定晶体的取向。

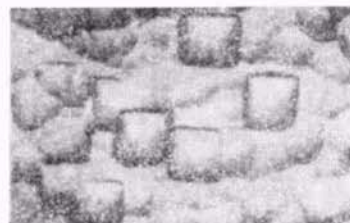
将晶面用600—1000号磨料进行研磨,然后用不同晶面的腐蚀液^[9]进行侵蚀,接着用100—500金相显微镜进行观察。图22表示硅晶体的各晶面上的蚀坑



(111)晶面



(110)晶面



(100)晶面

图22 硅晶体的各晶面蚀坑形状

形状^[10],它显示了(111)晶面上蚀坑呈正三角形,(110)面上蚀坑呈矩形或菱形,(100)面上呈正方形。晶面偏离正向,则蚀坑形状也随之变化^[11],图23为硅(111)面上蚀坑形状随偏离而变化。

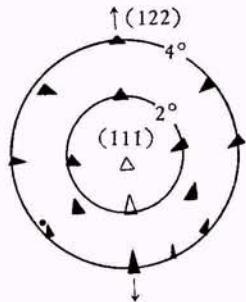


图23 硅(111)面上蚀坑形状随偏离而变化

蚀象法的精度主要受侵蚀条件影响(如腐蚀液的浓度、温度和时间等),所以侵蚀的条件应该管定。

3. 光像法

光像法定向是借助于经过适当腐蚀的晶体表面的光学反射图像来确定。

在光像法中,首先选择适当的侵蚀晶面,一般要求得到清晰的以及适于确定取向形状的光像,这样可以达到很高的精度。

由光像法定测定晶体取向的装置如图24所示,它有光源和测定取向的测角器所组成。

当一束平行光入射到晶体的侵蚀表面上,在屏上就显示出光像图形,图25表示锗和硅晶体中(111)、

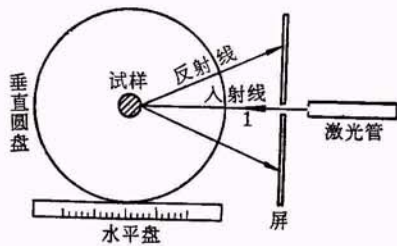


图24 光像法定测定取向装置示意图

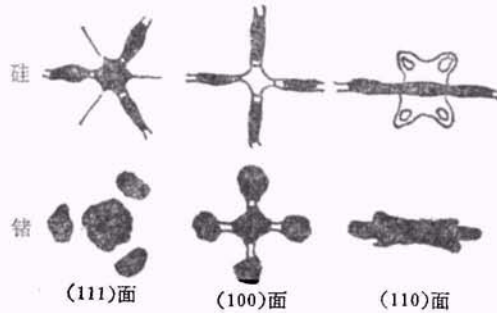


图25 硅和锗的光像图形

(110)和(100)面的光像图形^[12]。

光像图形的清晰度也随屏和试样间的距离变化而变。距离大,则光像图形放大,这对确定取向有利,但在屏上的图像变淡。所以它们间距离通常是几厘米。

参 考 资 料

- [1] 许顺生,《金属X射线学》,上海科学技术出版社,(1964),131,209.
- [2] 柯列迪, B. D.,《X射线金属学》,冯根源译,中国工业出版社,(1965),42,148.
- [3] Taylor A., *X-ray Metallography*, John Wiley & Sons, Inc., (1961), 567, 626, 953.
- [4] Wood E. A., *Crystal Orientation Manual*, Columbia University Press, (1963), 24, 39, 55.
- [5] 有山正孝等,《结晶の加工と表面》,日本物理学会,18.
- [6] 南京大学地质系矿物岩石教研组,《结晶学》下册,人民教育出版社,(1961),438,444.
- [7] 结晶工学ハンドブック編集委員会,《结晶工学》ハンドブック,共立出版株式会社,(1971),325.
- [8] *The Barker index of Crystals*, Heffer & Sons Cambridge, 1-3 (1951).
- [9] Kane P. F., Larrabee G. B., *Characterization of Semiconductor Materials*, McGraw-Hillbook commy 176-180.
- [10] 今村舜仁等,《半导体物性测定法》,日刊工业新闻社,(1965),302.
- [11] 同上,302.
- [12] 同[9],165.

(上接151页)

2. 作为合成金刚石的原料来讲,要求其碳素的石墨化程度高,也就是石墨的比重、反射率高,结晶完好的合成金刚石的效果也较好。我们曾用液态氮浸泡石墨后进行金刚石的合成实验,金刚石的质量有明显的提高,故认为石墨的孔隙多,有较多的空气参与合成金刚石的过程,也就是有氧等参加合成金刚石的实验是不利的。石墨浸氮以后,以去除氧,故合成金刚石的效果较好。因此,石墨块体中孔隙度对金刚石合成的

影响是较大的。

3. 根据所测石墨的性质及金刚石的合成效果,把十四种成型石墨分为七类。推荐II、III两类作为较理想的合成金刚石原料。

至于石墨的物理性质差异对合成金刚石的影响及其转化机理,有待进一步实验。

本文中合成金刚石的实验承某砂轮厂的帮助,在此致谢。