

# 应用 X 射线定向仪测定晶面指数和取向的简便法

刘 来 保

(中国科学院安徽光学精密机械研究所)

本文介绍在 X 射线定向仪上用 CuK 辐射的两种特征谱线, 对同一晶面衍射所获得的  $\theta_{K\alpha_1} - \theta_{K\beta}$  角差  $\delta$  进行测定, 并与已计算好的  $\delta-d$  表进行对照, 从而达到测定晶面指数和取向的目的。

射线  $K\alpha_1$  和  $K\beta$  对同一晶面的衍射角差  $\delta$  来反推相应的  $\theta_{hkl}$  值是方便的。因为不管实际晶片表面与衍射晶面有多大偏角, 给定晶面的  $\delta$  角差是一定的。

Popović 曾提出过在 X 射线衍射仪上, 用不同波长对某一晶面衍射测得的角差  $\delta$  来计算  $d$  值的公式<sup>[1]</sup>:

## 一、原理和方法

X 射线定向仪通常用来精确测定晶片表面与已知晶面的取向偏离。对于未知晶面, 采用常规方法测定  $\theta_{hkl}$  值是不可能的。然而利用 X

$$d^2 = \frac{\left(\frac{\lambda_1}{2}\right)^2 + \left(\frac{\lambda_2}{2}\right)^2 - \frac{\lambda_1\lambda_2}{2} \cos \delta}{\sin \delta} \quad (1)$$

但计算起来很麻烦, 因此我们采取类似于晶体

表 1

| $\theta_{K\alpha_1} - \theta_{K\beta}$ | $d(\text{Å})$ | $\theta_{K\alpha_1}$ | $\theta_{K\alpha_2}$ | $\theta_{K\beta}$ |
|--|---------------|----------------------|----------------------|-------------------|
| 3°23'59"                               | 1.4504        | 32°04'42"            | 32°10'03"            | 28°40'53"         |
| 3°28'12"                               | 1.4278        | 32°38'59"            | 32°41'25"            | 29°10'45"         |
| 3°32'34"                               | 1.4062        | 33°12'51"            | 33°18'26"            | 29°40'16"         |
| 3°36'57"                               | 1.3859        | 33°46'22"            | 33°52'04"            | 30°09'25"         |
| 3°41'19"                               | 1.3659        | 34°19'33"            | 34°25'22"            | 30°38'13"         |
| 3°45'42"                               | 1.3472        | 34°52'24"            | 34°58'20"            | 31°06'41"         |
| 3°50'05"                               | 1.3292        | 35°24'55"            | 35°30'59"            | 31°34'50"         |
| 3°54'28"                               | 1.3120        | 35°57'03"            | 35°03'14"            | 32°02'35"         |
| 3°58'50"                               | 1.2955        | 36°28'49"            | 36°35'08"            | 33°29'59"         |
| 4°03'13"                               | 1.2797        | 37°00'17"            | 37°06'43"            | 32°57'04"         |
| 4°07'35"                               | 1.2646        | 37°31'22"            | 37°37'55"            | 33°23'47"         |
| 4°11'58"                               | 1.2501        | 38°02'08"            | 38°08'48"            | 33°50'10"         |
| 4°16'21"                               | 1.2362        | 38°32'34"            | 38°38'22"            | 34°16'13"         |
| 4°20'43"                               | 1.2228        | 39°02'40"            | 39°09'35"            | 34°41'56"         |
| 4°25'06"                               | 1.2099        | 39°32'25"            | 39°36'28"            | 35°07'19"         |
| 4°29'29"                               | 1.1975        | 40°01'52"            | 40°08'02"            | 35°32'23"         |
| 4°33'51"                               | 1.1856        | 40°30'57"            | 40°38'15"            | 35°57'06"         |
| 4°38'15"                               | 1.1742        | 40°59'46"            | 41°07'11"            | 36°21'31"         |
| 4°42'37"                               | 1.1632        | 41°28'13"            | 41°35'46"            | 36°45'36"         |
| 4°47'00"                               | 1.1525        | 41°56'23"            | 42°04'03"            | 37°09'22"         |
| 4°51'23"                               | 1.1422        | 42°24'11"            | 42°31'59"            | 37°32'49"         |
| 4°55'46"                               | 1.1323        | 42°51'43"            | 42°58'38"            | 37°55'57"         |
| -----                                  | ---           | -----                | -----                | -----             |

X射线衍射角与面网间距换算表对照的方法<sup>[2]</sup>,利用电子计算机对数据进行处理,列出CuK辐射对不同 $d$ 值时的 $\theta_{K\alpha_1}$ ,  $\theta_{K\alpha_2}$ ,  $\theta_{K\beta}$ 及 $\theta_{K\alpha_1} - \theta_{K\beta}(\delta)$  0—90度的系列表格(表1是部分 $\theta$ 间隔的数据)。只要测出某晶面的 $\delta$ 角差,就可直接查出 $d$ 值来。将其与此晶体的粉末衍射卡中的数据进行对照,即可得出该晶面的指数。

测量某面 $\delta$ 值的方法很简便:只要把欲测的晶棒或晶片置于定向仪样品台上,吸附或紧靠样品台直立面,使 $2\theta$ 角以一定间距变化,然后转动 $\theta$ 角,定能找到一个至数个衍射信号。根据其衍射信号 $2\theta$ 大小可大致知道 $\theta$ 是多少(误差约 $\pm 2^\circ$ )。若 $\theta$ 大于 $30^\circ$ ,则 $K\alpha_1$ 和 $K\alpha_2$ 可以分开(其差角也可以根据 $\theta$ 角大小估计)进行测定;若 $\theta$ 小于 $30^\circ$ ,则 $K\alpha_1$ 和 $K\alpha_2$ 很难分开,这时峰值读数是 $K\alpha$ 的位置。因为 $\theta$ 小于 $30^\circ$ ,其 $\theta_{K\alpha_2} - \theta_{K\alpha_1}$ 小于 $5'$ ,因此其峰值读数可视为 $\theta_{K\alpha_1}$ 。如果 $\theta$ 角小于 $30^\circ$ ,无法判断是 $K\alpha$ 还是 $K\beta$ 线,可加Ni滤光片检验。

在实际检测过程中,也许还会有其他因素的影响,使其衍射信号复杂化,但只要根据信号间的角度差值大小及其强度比例,就完全可以

判别。

## 二、测量精度分析

关于定向仪的测量误差同其他仪器设备一样不外有两种情况:一种是系统的,另一种偶然的。前者如样品的偏心、X射线的偏心、仪器的零点漂移等;后者如读数误差、峰值宽度大小等。

由于本方法采用测角差 $\delta$ 的方法,根据系统误差间的关系式 $\Delta\delta = \Delta\theta_{K\alpha_1} - \Delta\theta_{K\beta}$ <sup>[3]</sup>,而 $\Delta\theta_{K\alpha_1} \approx \Delta\theta_{K\beta}$ ,因此 $\Delta\delta \approx 0$ ,即利用此法本身可消除系统误差,具有线对法的优点。对于偶然误差,如果一个样品置于样品台不作任何移动,同时多次测量,其绝对误差对于丹东仪器厂生产的YX-1型定向仪来说,读数误差不大于 $30''$ 。但是,由于衍射峰较宽,峰位测量精度在不加单色仪情况下,一般为分量级,但这并不影响晶面指数的测定。

## 三、应用

根据实际鉴定工作的需要,我们实现了对

表 2

| 晶 体                | 实 测 晶 面 $\theta_{hkl}$ |                   | $\theta_{K\alpha_1} - \theta_{K\beta}$ | 查表得 $d$ 值<br>( $\text{\AA}$ ) | 卡片相近 $d$ 值<br>( $\text{\AA}$ ) | $hkl$ |
|--------------------|------------------------|-------------------|--|-------------------------------|--------------------------------|-------|
|                    | $\theta_{K\alpha_1}$   | $\theta_{K\beta}$ |  |                               |                                |       |
| 红 宝 石              | 38°40'15''             | 35°01'00''        | 3°39'15''                              | 1.3753                        | 1.374                          | 030   |
|                    | 20°35'30''             | 18°32'30''        | 1°53'00''                              | 2.372                         | 2.379                          | 110   |
|                    | 42°12'30''             | 37°40'30''        | 4°32'00''                              | 1.190                         | 1.189                          | 220   |
|                    | 45°35'30''             | 40°46'15''        | 4°49'15''                              | 1.1473                        | 1.147                          | 223   |
| AgGaS <sub>2</sub> | 14°01'30''             | 12°38'45''        | 1°22'45''                              | 3.170                         | 3.193                          | 112   |
|                    | 20°27'00''             | 18°56'00''        | 1°31'00''                              | 2.900                         | 2.878                          | 020   |
|                    | 37°21'15''             | 33°55'30''        | 3°26'45''                              | 1.435                         | 1.440                          | 040   |
|                    | 35°41'00''             | 31°48'30''        | 3°52'00''                              | 1.320                         | 1.312                          | 332   |
| Nd:YAG             | 12°05'30''             | 11°12'30''        | 0°53'00''                              | 4.830                         | 4.890                          | 211   |
|                    | 21°05'00''             | 19°17'15''        | 1°47'45''                              | 2.478                         | 2.45                           | 422   |
|                    | 30°20'00''             | 27°38'30''        | 2°41'15''                              | 1.750                         | 1.734                          | 444   |
| 金 录 石              | 18°30'00''             | 16°53'30''        | 1°36'30''                              | 2.741                         | 2.737                          | 200   |
|                    | 18°10'00''             | 16°08'15''        | 2°01'45''                              | 2.218                         | 2.212                          | 002   |

表 3

| 类别<br>序号 数据 | $\theta'_{\kappa\alpha_1}$ | $\theta'_{\kappa\beta}$ | $\theta'_{\kappa\alpha_1} - \theta'_{\kappa\beta}$ | 查表得 $d$ 值 ( $\text{\AA}$ ) | 卡片相近 $d$ 值 ( $\text{\AA}$ ) | $hkl$  |
|-------------|----------------------------|-------------------------|--|----------------------------|-----------------------------|--------|
| A           | 34°02'00"                  | 30°22'45"               | 3°40'15"   | 1.371                      | 1.374                       | 0 3 0  |
| 1           | 22°58'15"                  | 21°05'45"               | 1°52'45"   | 2.380                      | 2.379                       | 1 1 0  |
| 2           | 25°19'45"                  | 23°09'15"               | 2°10'30"   | 2.087                      | 2.085                       | 1 1 3  |
|             | 51°20'30"                  | 45°35'00"               | 5°45'00"   | 1.042                      | 1.0426                      | 2 2 6  |
| 3           | 30°40'00"                  | 27°40'15"               | 2°59'45"   | 1.597                      | 1.601                       | 1 1 6  |
| 4           | 24°40'15"                  | 22°36'15"               | 2°04'00"   | 2.180                      | 2.165                       | 0 0 6  |
|             | 49°07'30"                  | 43°47'45"               | 5°19'45"   | 1.083                      | 1.0831                      | 0 0 12 |

红宝石、AgGaS<sub>2</sub>、Nd:YAG 及金绿宝石等晶体的所需晶面指数的测定，并通过劳厄照相得到证实，其部分实例如表 2 所示。

对于同一  $d$  值，在高角度有可能代表几个面指数，从而对指标化带来一定困难，这可在操作过程中适当选择  $2\theta$  范围得到克服。

另外，若要求定出一个晶棒或晶片的取向，仅测出一个晶面指数是无法实现的，必须找出几个主要的晶面指数，再根据有关极图或简单立体草图，便可以很快定出此晶体结晶学方位来。对于一轴晶棒状晶体，在其棒表面找到晶体的轴面的几率是很高的，因此利用此法再结合文献 [4] 的方法，定出晶棒的取向是很简便的。

表 3 是一提拉法生长的红宝石晶片的几个不同方位实测数据。图 1 是根据这些数据定红宝石晶片方位的立体草图。

X 射线定向仪是一种广泛应用的简单设

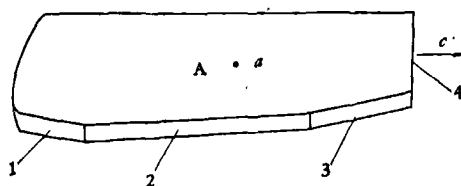


图 1 根据实测几个红宝石晶面指数定其方位的草图

备，目前应用面很窄，扩展其使用范围，解决晶体切割定向中的具体问题为人们所关心。本文仅对上述方法作一简单介绍，供有关人员参考。

本文初稿得到郭常霖、杨传铮等同志审阅指正，高余铭同志参加部分工作，样品来源于我单位各晶体生长组，在此一并致谢。

### 参 考 文 献

- [1] S. Popavić, *J. Appl. Cryst.*, **4**(1971), 240.
- [2] 张月明等, 晶体 X 射线衍射角与面网间距换算表, 科学出版社, (1966).
- [3] S. Popović, *J. Appl. Cryst.*, **6**(1973), 123.
- [4] 刘来保, 物理, **11-5**(1982), 301--303.

(上接第 719 页)

- Tokyo, Ed by T. Marumori, (1977), 474.
- [12] T. Kamae, *Nucl. Phys.*, **A374**(1982), 25.
- [13] C. Amsler et al., *Phys. Rev. Lett.*, **44**(1980), 853.
- [14] B. Povh, *Nucl. Phys.*, **A396**(1983), 3.
- [15] M. Rozanski et al., *Nucl. Phys.*, **B162**(1980), 505.
- [16] R. Bhandari et al., *Phys. Rev. Lett.*, **46**(1981), 1111.
- [17] W. Weise, *Nucl. Phys.*, **A374**(1982), 505; **A396**(1983), 373.
- [18] G. Goodman, *Nucl. Phys.*, **A374**(1982), 241.
- [19] W. Steffen et al., *Nucl. Phys.*, **A404**(1983), 413.