

# 测定 (hkl) 面族中多级衍射等偏角的简易定向法

刘 来 保

(中国科学院安徽光学精密机械研究所)

X射线定向仪,以往通常仅用于测定被测晶面与已知结晶面之间的偏差,因此它仅应用于晶体方位的修正测试。然而,要想利用它直接测定某未知晶面的真正  $\theta_{hkl}$ ,从而计算出  $d$  值并确定晶面指数,是很困难的。这是因为实测晶面往往与某结晶面有偏离,使未知晶面的  $\theta_{hkl}$  无法确定。这样大大限制了它的应用。

为了解决上述问题,作者做过一些新的测试方法的摸索<sup>[1,2]</sup>。本文仅对利用定向仪测定 (hkl) 面族中多级衍射等偏角的原理来确定晶面指数或取向的方法作一简要介绍。

## 一、原理与方法

因单晶体中同一 (hkl) 面族中不同级晶面的方向

是严格一致的,因此不管晶面怎样偏离,同一面族中不同级晶面与被测晶面间的偏离角总是相等的。

如文献 [3] 指出的,任何一个被测晶面放于定向仪上,通过一定  $2\theta$  及  $\theta$  角的调整,是能很快找到一个或几个晶面衍射信号的。虽然这些信号提供的  $\theta'_{hkl}$  不能代表真正的  $\theta_{hkl}$ ,但计数管的  $2\theta_{hkl}$  是可作参考的。取  $2\theta_{hkl}$  的半角,查表<sup>[4]</sup>得  $d$  值,然后找此晶体的衍射卡上的相近的  $d_i$  值及面指数,并计算出  $\theta_{i,hkl} - \theta'_{i,hkl} = \Delta\theta_1$ 。类似地从二级衍射得  $\theta_{2,hkl} - \theta'_{2,hkl} = \Delta\theta_2$ ,若  $\Delta\theta_1 \approx \Delta\theta_2$ ,则证明所找晶面指数是正确的;若  $\Delta\theta_1 \neq \Delta\theta_2$ ,则说明衍射卡上的  $d_i$  值找得不对,此时可另找相近的  $d_i$  值,直至  $\Delta\theta_1 = \Delta\theta_2$  为止。

下面以 NaCl 晶体为例,作一说明。它的主要的晶面指数及相应的  $d$  值如表 1 所示。

若在定向仪上找到的衍射信号  $2\theta = 30^\circ$  左右<sup>[1]</sup>,

表 1 NaCl 衍射卡主要数据

hkl	(hhh)				(h00)			(hh0)		(311)	
	111	222	333	444	200	400	600	220	440	311	622
$d(\text{\AA})$	3.258	1.628	1.089	2.814	2.821	1.410	0.940	1.994	0.997	1.701	0.853
$\theta_{hkl}$	13°42'	28°16'	45°04'	71°17'	15°52'	33°08'	55°06'	22°44'	50°39'	26°57'	64°39'

$\theta' = 10^\circ 25'$ , 根据表 1, 首先考虑可能衍射面为 (111), 则  $\theta_{111} - \theta'_{111} = 3^\circ 17'$ 。保持晶片不动, 测高级衍射面, 将  $2\theta$  放置在  $56^\circ$ ,  $\theta'_{222}$  转到  $25^\circ$  左右, 若无信号, 说明考虑的 (111) 面不对, 应重新考虑衍射信号可能为 (200), 计算  $\Delta\theta_1 = \theta_{200} - \theta'_{200} = 15^\circ 52' - 10^\circ 25' = 5^\circ 27'$ , 保持晶片不动, 将  $2\theta$  放置  $66^\circ$  左右,  $\theta'$  放在  $28^\circ$  左右, 看是否有衍射信号。如在  $27^\circ 40'$  找到衍射峰, 计算  $\Delta\theta_2 = \theta_{400} - \theta'_{400} = 33^\circ 08' - 27^\circ 40' = 5^\circ 28'$ , 即  $\Delta\theta_1 \approx \Delta\theta_2$ , 证明所测面为 (h00), 但与晶片表面有  $5^\circ$  的偏差。为了使结果可靠, 可再用 (600) 面衍射作进一步验证。

为了迅速而可靠地测定晶面指数, 可以将上述方法与测  $\theta_{\alpha} - \theta_{\beta}$  角差定向法结合进行<sup>[1]</sup>。如上述方法测得  $\theta'_{\alpha} = 10^\circ 25'$  角的同时还可测得  $\theta'_{\beta} = 8^\circ 51'$ , 则  $\theta'_{\alpha} - \theta'_{\beta} = 1^\circ 34'$ 。查表<sup>[4]</sup>得  $d_{200} = 2.797 \text{\AA}$ ,  $\theta_{\alpha} = 15^\circ 58'$ 。与粉末衍射卡对照就可完全肯定为 (200), 而不是 (111)。

另外, 由于所有的衍射卡都是用多晶粉末相收集起来的实验数据, 衍射很弱的线条一般未测出并列入卡片, 因此许多在衍射卡上没有的数据, 而在定向仪上却有明显的衍射信号(因定向仪用单晶体, 其灵敏度高得多)。因此, 在实际应用时, 除利用衍射卡上已有的数据外, 还可推算某可能的多级晶面, 以便应用。

## 二、应用实例

根据实际测试工作的需要, 作者对  $\text{AgGaS}_2$  (四方),  $\text{AgAsS}_3$  (六角),  $\text{BeAl}_2\text{O}_4$  (正交),  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (三角),  $\text{Zn}$  单晶(六角)及  $\text{Y}_3\text{Ga}_5(\text{GaO}_4)_3$  (立方)等晶体的

- 1) 因计数器进光孔为  $\phi = 1.5 \text{ cm}$  的大窗口, 因此  $2\theta$  位置有  $\pm 5^\circ$  误差时, 衍射线仍能收集到。若以  $2\theta$  调到信号最强为准,  $2\theta$  的实际误差约为  $\pm 2^\circ$  左右。
- 2)  $\theta_{\alpha}, \theta_{\beta}, d, \theta_{\alpha}, \theta_{\alpha_1}, \theta_{\alpha_2}$  和  $\theta_{\beta}$  等相互关系表, 内部资料, 尚未发表。

表 2 几个晶体的实测数据

数据 晶体	项目 $2\theta_{hkl}$	$\theta'_{hkl}$	$d \text{ \AA}$	$\theta_{hkl}$	$\theta_{hkl} - \theta'_{hkl}$	考虑 $hkl$	证明结果
AgGaS <sub>2</sub>	17°	12°46'	5.02	8°38'	-04°08'	101	h0h
	34	21 01	2.501	16 54	-04 07	202*	
	76	42 01	1.255	37 52	-04 09	404	
AgAsS <sub>3</sub>	29	22 20	3.11	14 21	-07 59	300	h00
	60	37 38	1.559	29 38	-08 00	600	
	27	23 59	3.27	13 39	-10 20	211	211
	56	38 22	1.638	28 04	-10 18	422	
BeAl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	19	04 15	4.702	09 25	05 10	200	h00
	40	14 03	2.351	19 15	05 12	400	
	88	52 19	1.607	44 08	-08 11	004	00L
	40	28 36	2.213	20 24	-08 12	002*	
$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	26	06 08'	2.379	13.11	07 03	110	hh0
	80	33 21	1.190	40 23	07 02	220	
Zn 单晶	45	24 39	2.308	22.19	-02 30	100	h00
	84	44 23	1.154	41 55	-02 28	200	
Y <sub>3</sub> Ga <sub>5</sub> (GaO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	51	24 27	1.772	25 47	01 20	444	hhh
	120	59 07	0.886	60 28	01 21	880	
	23	11 20	3.544	12 40	01 20	222*	

\* 粉末衍射卡上没有的数据。

某些晶面,利用上述方法进行了测定,并对被测面进行指标化。具体数据见表 2。

为了测定晶体的结晶学方位,仅测某一晶面指数是不够的,必须用同样的方法测出二个或三个不同方位的晶面指数,再根据二个或三个晶面指数的空间关系,作出草图或根据其极图确定晶体的结晶学方位。

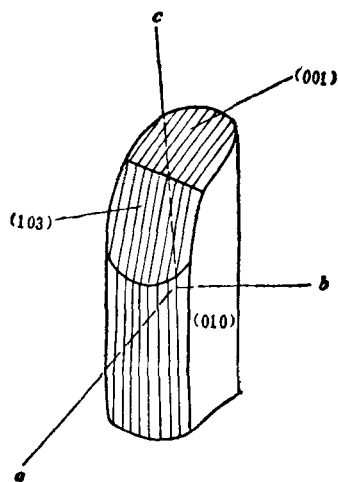


图 1

对于不同形状的样品,在定向过程中采用不同的操作方法。棒状晶体采用文献[1]中的方法寻找晶体柱面,找到以后,再测此柱面晶带上的面族。如果在棒表面上找到(h00),就可将此面磨平[最好与(h00)不差1度],然后以此面为底面(水平),绕[h00]逐渐转动,一定能找到[h00]晶带上所有的面指数。也可有意识地选定某一所需晶面的 $2\theta$ 及 $\theta$ ,加以固定,再徐徐转动样品寻找衍射信号,找到信号以后,再用测等偏角方

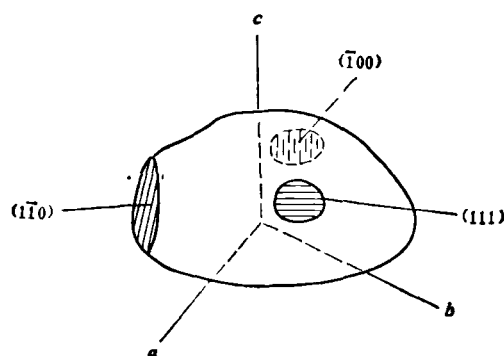


图 2 根据实测三个不同方向的面指数,定粒状 BeAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 晶体结晶学方位立体草图

(下转第 490 页)