

立方晶系单晶电子衍射 谱斑点指数的快速标定方法

张 家 春

提 要 文中给出一种快速标定立方晶系单晶电子衍射谱的方法。

立方晶系单晶电子衍射谱有两个重要特征, 即:

1. 斑点呈矩形排列;
2. 矩形的两个邻边间具有确定的简单数学关系。

根据上述特点制成一表列于文后, 用该表可以快速标定电子衍射花样, 这种新方法比传统的方法简单。

一、前 言

一九六六年, 杨国力、艾宝瑞提出利用特征基本平行四边形法来分析单晶电子衍射图形, 使分析单晶电子衍射谱的方法大为简化, 从而提高了分析速度。实践证明, 这种方法行之有效, 不仅使用起来非常方便, 而且大大缩短了分析底版的时间^[1]。

由于立方晶系晶体点阵的对称性高于其他任何晶系, 所以, 其单晶电子衍射谱的对称性会更高。

已经证明, 立方晶系中无论哪个晶带, 其单晶电子衍射谱都具有矩形或有心矩形的斑点排列特征^[2]。后来, 又揭示了矩形邻边比与晶带轴三指数平方和之平方根的简单数学关系^[3]。这样, 就有可能使立方晶系单晶电子衍射谱的斑点指数标定程序更为简化, 本文就是作者对这一问题探讨的初步结果。

二、标定方法及举例

如果已知某单晶电子衍射谱是属于立方晶系(面心立方、体心立方, 简单立方或金刚石立方), 那么, 根据该衍射谱的矩形排列特征和边长比, 便可定出它属于什么 N 值的晶带, 再根据消光条件, 标出每个斑点的指数。

具体方法是, 当给出一张立方晶系单晶电子衍射谱时, 首先, 找出离透射斑点 O 最

近(或次近)的衍射斑点A,然后连接该衍射斑点A与透射斑点O成一直线AO,再通过透射斑点O作一直线OB,使其垂直于AO,其中B是该直线上离透射斑点O最近的斑点。最后,过B点作OA的平行线,过A点作OB的平行线,二线必交于另一衍射斑点C,由此便构成了一个基本矩形(或次近矩形、有心矩形、二心矩形……说明详后)。如图1所示。在OA延长线上找距离最远的两点D和E,测量线段DE的长度,除以间隔数5,得到OA的平均长度 r_1 ,同法测出OB的平均长度 r_2 ,如图2所示。然后,算出 r_2^2/r_1^2 ,若其值十分接近某整数,则这个整数便是N值,(若不接近某整数,可乘或除一简单整数,使其变为整数)。最后根据N值选择 $[u^v w]$,并标定A,B,C及所有斑点指数。

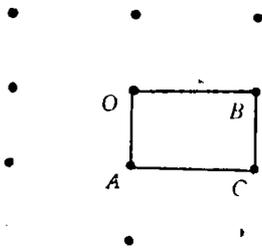
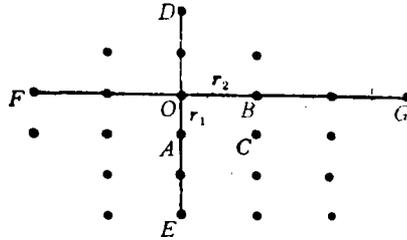


图1 矩形法标定示意图

图2 r_1, r_2 测法示意图

如果采用查阅本文介绍的“立方晶系单晶电子衍射谱标定表”的方法进行标定,其标定速度会更快。

这里要说明的是,矩形根据其特点可分为如下几种,即:

1. 以离透射斑点最近的衍射斑点作为矩形的角顶而矩形内部又无斑点的矩形,称为基本矩形,以□表示;

2. 以离透射斑点第二近的衍射斑点作为矩形角顶而矩形内部又无斑点的矩形,称为二近矩形或次近矩形,以▨表示;

3. 矩形的二对角线交点上有一斑点者称为有心矩形,以□·表示;

4. 矩形的某对角线上有两个或多个斑点者称为二心、三心或多心矩形,以□··表示(记号中点数对应之斑点数);

5. 矩形内,对角线外有斑点者,称为偏心矩形,以□⊗表示。

标定举例:

例1 某金膜的电子衍射谱如图3所示,(采用H-800电子显微镜,加速电压220kV实验日期:1985年4月25日,以下各例同)。

解 1. 金是面心立方晶体,
2. 测得基本矩形之边长为:

$$r_1 = 11\text{mm}, r_2 = 11\text{mm},$$

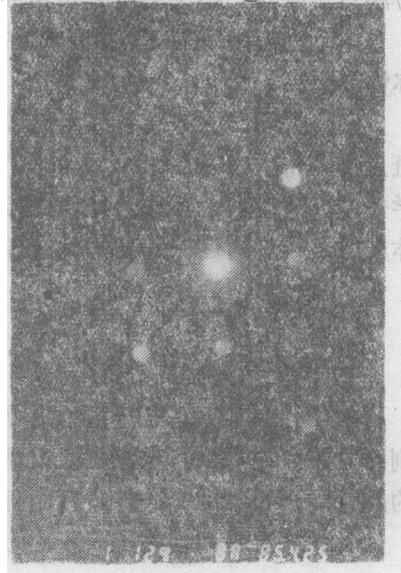


图3 金膜的电子衍射花样。

3. 计算 $(r_2/r_1)^2=1$, 即 $N=1$,
4. 取 $[u\ v\ w]=[100]$
5. 取距 (000) 最近的衍射斑点 A 为 (002) , 又乘法求 B:

$$\begin{array}{l} u\ v\ w: \\ h_1\ k_1\ l_1: \\ h_2\ k_2\ l_2: \end{array} \left| \begin{array}{ccc|c} 1 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 2 & 0 & 0 & 2 \\ \hline & & & 0 & \bar{2} & 0 \end{array} \right.$$

6. 全谱标定结果如图 4 所示。

其实, 对于低指数的晶带, 只要知道是立方系, 不必按上述程序一步一步地标定, 如本例中的斑点呈正方形排列, 自然 $(r_2/r_1)^2$ 等于 1, 必定是 $[100]$ 晶带的衍射谱。又如, 文献[4]和文献[5]中的衍射谱, 在已知面心立方晶体的情况下, 每三个相邻的斑点都呈等边三角形排列, 如图 5 所示, 有心矩形 ABCD 之边长比必为 $\sqrt{3}$ 。故其 N 必为 3, 这种花样肯定是 $[111]$ 晶带的花样。

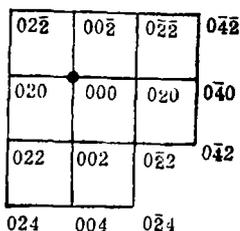


图 4 对图 8 衍射谱的标定

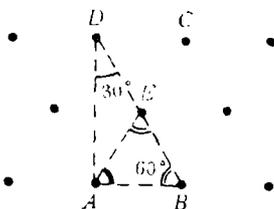


图 5 衍射斑点呈等边三角形排列图



图 6 某金单晶的电子衍射谱

如果对几何图形较熟悉的话, 不难断定文献[6]中的图谱为有心矩形, 其边长比为 $\sqrt{2}$, 即是 $[110]$ 晶带的衍射谱。

对于高指数的晶带, 由于矩形边长比大一些, 图形内部斑点也增多了, 这时, 可查由本文作者制定的“立方晶系单晶电子衍射谱标定用表”的方法来标定。

例 2 已知金单晶的电子衍射谱如图 6 所示, 试确定其晶带轴, 并标定其斑点指数。

- 解**
1. 金是面心立方金属晶体,
 2. 测得基本矩形之边长为:

$$5r_1 = 46.2\text{nm}, \quad 2r_2 = 30.2\text{nm},$$

以上各例说明：用矩形法标定立方系衍射谱是方便的，对低指数晶带，一看便知；对高指数晶带，一查就晓。

三、讨 论

1. 用矩形法标定单晶电子衍射谱，显然 N 值越低越易识别， N 值越高，相邻两 N 值的边长比越接近。如 $\sqrt{1}$ ， $\sqrt{2}$ ， $\sqrt{3}$ 三种边长比值肉眼即可辨别； $\sqrt{4}$ ， $\sqrt{5}$ ， $\sqrt{6}$ 的值分别为2，2.236，2.449，用普通直尺测量是可以分清的；但 $\sqrt{25}$ 和 $\sqrt{26}$ 的值为5，5.099，数据很接近因而较难分辨。当然，太高的 N 值实际意义不大。

2. 用矩形法，有时可起鉴定物相的作用，如有两个衍射花样，其矩形边长比都是1.414而基本矩形特征排列者必是体心立方，次近有心矩形特征排列的必是面心立方晶体。在“立方晶系单晶电子衍射谱标定用表”中，常见的边长比 $\leq 3.742(\sqrt{14})$ 以内的20种图形，只有三种既可能是面心又可能是体心，而其余十七种全是独立的，面心和体心不会混淆。

3. 如果得到的衍射谱斑点很少，不能直接看出矩形特征，可在二维方向延展，根据文献[2]，总会找出矩形。

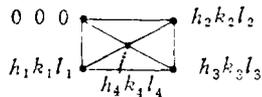
参 考 文 献

- [1] 杨国力，艾宝瑞，单晶高压电子衍射分析方法，特征基本平行四边形分析法，科学出版社，1979年。
- [2] 张家春，快速绘制标准单晶电子衍射谱的方法——矩形法，国防科技大学学报，1984年第2期，第87页至90页。
- [3] 张家春，立方晶系单晶电子衍射谱的特征——矩形及边长比规律，国防科技大学学报，1985年，第1期。
- [4] P. 赫什，A. 豪伊等著，刘安生，李永洪译，薄晶体电子显微学，科学出版社，1983年，第一版，344页。
- [5] 洪斑德主编，金属电子显微分析实验指导，哈尔滨工业大学出版社，1984年，第1版，第40页。
- [6] 陈世朴，王永瑞合编，金属电子显微分析，机械工业出版社，1982年，北京第一版，第78页。

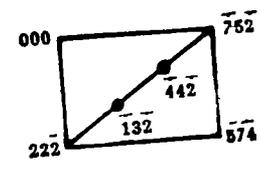
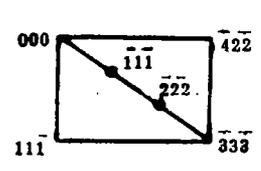
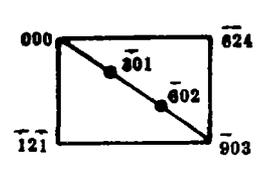
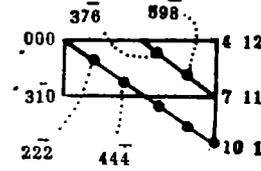
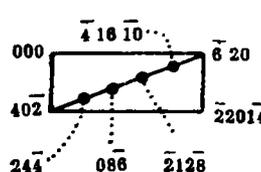
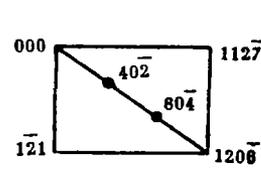
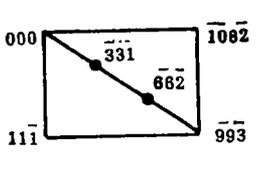
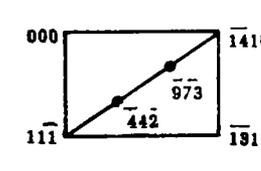
附表 立方晶系(面心和体心)单晶电子衍射谱标定用表(图例在表后)

序号	d_{hkl}	矩形类别	面心立方			体心立方			备注
			uvw	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$	uvw	$h_1k_1l_1$	$h_2k_2l_2$	
1	1.000		0 0 1	2 0 0	0 0 2	0 0 1	1 1 0	$\bar{1}$ 1 0	
2	1.173		2 3 3	0 2 $\bar{2}$	$\bar{3}$ 1 1				
3						0 1 1	0 1 $\bar{1}$	2 0 0	
4	1.414		0 1 1	2 0 0	0 0 2				中心点最近
5						1 2 4	2 1 $\bar{1}$	$\bar{2}$ 3 $\bar{1}$	
6	1.528		1 2 4	4 2 $\bar{2}$	4 6 $\bar{2}$				中心点最近
7	1.581					0 1 3	2 0 0	0 0 3	$\bar{1}$
8	1.633		1 1 2	1 1 $\bar{1}$	$\bar{2}$ 2 0				
9	1.732		1 1 1	2 $\bar{2}$ 0	2 2 $\bar{4}$	1 1 1	1 $\bar{1}$ 0	1 1 $\bar{2}$	
10	2.121		1 1 4	2 $\bar{2}$ 0	4 4 $\bar{2}$				
11			0 1 2	2 0 0	0 0 4				
12	2.236					0 1 2	2 0 0	0 0 4	$\bar{2}$
13	2.449					1 1 2	1 $\bar{1}$ 0	$\bar{2}$ 2 $\bar{2}$	
14						0 1 5	2 0 0	0 0 5	$\bar{1}$
15	2.550					1 3 4	2 2 $\bar{2}$	7 5 $\bar{2}$	见附图 1 号
16	2.828		0 1 1	1 1 $\bar{1}$	4 2 $\bar{2}$				见附图 2 号
17						1 2 2	0 1 1	4 1 1	
18	3.000		1 2 2	0 2 $\bar{2}$	8 2 $\bar{2}$				
19	3.162		0 1 3	2 0 0	0 0 6				
20	3.317		1 1 3	2 $\bar{2}$ 0	6 6 4	1 1 3	1 $\bar{1}$ 0	3 3 $\bar{2}$	
21			0 2 3	2 0 0	0 0 6				
22	3.606					0 2 3	2 0 0	0 0 6	$\bar{4}$
23	3.742					1 2 3	1 2 $\bar{1}$	8 2 $\bar{4}$	见附图 3 号
24			0 1 4	2 0 0	0 8 $\bar{2}$	2 2 3	1 $\bar{1}$ 0	3 3 $\bar{4}$	
25	4.123		2 2 3	2 $\bar{2}$ 0	6 6 $\bar{8}$	0 1 4	2 0 0	0 8 $\bar{2}$	
26	4.243					1 1 4	1 $\bar{1}$ 0	4 4 $\bar{2}$	
27	4.359		1 3 3	0 2 $\bar{1}$	2 2 $\bar{2}$	1 3 3	0 1 $\bar{1}$	$\bar{6}$ 1 1	
28	4.690					2 3 3	0 1 $\bar{1}$	6 2 2	
29			0 3 4	2 0 0	0 8 $\bar{6}$				
30	5.000					0 3 4	2 0 0	0 8 $\bar{6}$	
31						1 3 4	3 $\bar{1}$ 0	4 1 2	10
32	5.099		0 1 5	2 0 0	0 10 $\bar{2}$				见附图 4 号
33	5.196		1 1 5	2 $\bar{2}$ 0	10 10 $\bar{4}$	1 1 5	1 $\bar{1}$ 0	5 5 $\bar{2}$	
34			0 2 5	2 0 0	0 10 $\bar{4}$				
35	5.385					0 2 5	2 0 0	0 10 $\bar{4}$	
36			2 3 4	0 2 $\bar{6}$	2 0 $\bar{12}$				见附图 5 号
37						2 3 4	1 $\bar{2}$ 1	1 1 2	7
38	7.483		1 2 3	1 1 $\bar{1}$	10 8 $\bar{2}$				见附图 7 号
39	10.198		1 3 4	1 1 $\bar{1}$	11 10 $\bar{4}$				见附图 8 号

图例:



附图 几个复杂矩形的标定

附图号	表中序号	晶类晶轴指数	标定图	附图号	表中序号	晶类晶轴指数	标定图
1	15	体 134		2	16	面 011	
3	23	体 123		4	31	体 134	
5	36	面 234		6	37	体 234	
7	38	面 123		8	39	面 134	

A New Method of Rapidly Signing Single-Crystal Electron Diffraction Patterns in the Cubic System

Zhang Jiachun

Abstract

A new method of rapidly signing single-crystal electron diffraction patterns in the cubic system has been described in this paper.

There are two important features of single-crystal electron diffraction patterns in the cubic system;

1. Rectangular arrangement of spots;
2. There is a mathematical relationship between the two adjacent edges of the rectangle.

The value of the above mentioned features has been listed in a table at the end of this paper.

The patterns can be signed rapidly by means of the above mentioned table. This new method is simpler than any other traditional ones.