

研究简报

三铌酸锂空间群的会聚束电子衍射测定

杨翠英 冯国光 周玉清 唐棣生

(中国科学院物理研究所)

1984年2月14日收到

提 要

用会聚束电子衍射图中显现的动力学消光线,测定了三铌酸锂的空间群。结果表明,三铌酸锂有一2次螺旋轴和一垂直它的滑移面,从而空间群是 $P2_1/a$ 。同时得出点阵参数 $a = 1.545$ nm, $b = 0.503$ nm, $c = 0.753$ nm, $\beta = 107^\circ$ 。

一、引 言

在电子衍射中,由于动力学效应,空间群引起的运动学禁止点往往会变得不消光。然

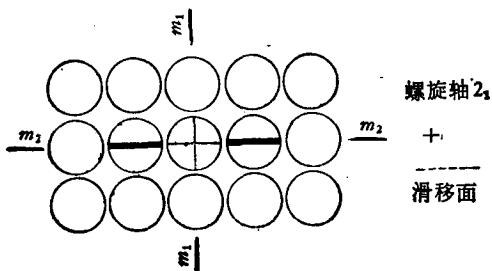


图1 CBED示意图衍射盘中的粗黑线是动力学消光线,明场中的细线是镜面

而,在某些特定的取向,它们仍保持继续消光,这动力学消光现象在会聚束电子衍射(CBED)^[1-2]带轴图中表现为消光线^[3]。在CBED中,由入射电子和晶体取向变化引起的强度分布在衍射盘内显现。图1是正轴CBED示意图,在中央透射盘(明场)两旁的衍射盘中交替出现动力学消光线,假如明场和全图的对称性都是 m ^[4],则镜面是 m_1 或 m_2 分别表示消光是由一垂直于电子束的2次螺旋轴

或平行于电子束的滑移面引起^[5]。所以用CBED可以有效地测定晶体的点群^[6]和空间群^[7]。目前CBED愈来愈广泛地被应用于材料科学。我所晶体学实研室生长了各类晶体。我们曾用CBED测定了钽酸铌^[6]和十四铌酸锂^[7]等的空间群。这儿我们用此方法找出了三铌酸锂的螺旋轴和滑移面,得出其空间群是 $P2_1/a$ 。这与X射线衍射结果^[8]相符。

二、实验方法和结果

三铌酸锂 ($\text{Li}_2\text{O} \cdot 3\text{Nb}_2\text{O}_5$) 是 $\text{Li}_2\text{O}-\text{Nb}_2\text{O}_5$ 赧二元系相图中的一种包晶化合物,属难长晶体之例。我们用的晶体是本所晶体学实研室用提拉法生长的。

电子显微镜制样方法是将块状三铌酸锂晶体放在玛瑙研钵中研成 $0.5-5\mu\text{m}$ 的小晶块,然后置于备有碳膜的铜网上即成。

CBED 方法较详细的论述可见文献 [9], 这儿需强调一点, 在实验中, 还需对不同样品厚薄区域进行同时观察, 拍摄多个带轴图, 仔细观察每个带轴图的主要衍射系列, 以利于检测动力学消光线并不致遗漏或误判。

三铌酸锂在电子显微镜中经过一系列的大角倾动和旋转, 仅发现一镜面对称。随后沿镜面线倾动, 从 $[103]$ 晶带经 $[101]$, $[100]$, $[10\bar{1}]$ 至 $[00\bar{1}]$ 晶带(指标化后的结果), 在这样宽达 130° 角范围内未见有新的对称性增加。图 2 (见图版 I) 是 $[103]$ 带轴图, 其中明场是镜面 (m) 对称, 全图是 m 对称, 从这个带轴图出发, 绕镜面线大角倾动, 沿途亦未发现新的对称性, 继续倾至 $[010]$ 带轴, $[010]$ 带轴图显 2 次旋转对称性, 因此可以确定三铌酸锂的点群是 $2/m^{[5]}$, 属单斜晶系。用电子衍射方法得到点阵参数 $a = 1.545\text{nm}$, $b = 0.503\text{nm}$, $c = 0.753\text{nm}$, $\beta = 107^\circ$ 。

进而观察三铌酸锂的消光规律。从三铌酸锂的主要带轴图的高阶劳厄带在零阶上的投影可知, 三铌酸锂有简单布喇菲格子。图 3 (见图版 I) 是三铌酸锂的 $[001]$ 带轴图, 全图有 m 对称, 与镜面线 m 垂直的方向是 $[0k0]$ 方向, 此方向的 $\pm(010)$, $\pm(030)$ 等盘内均可见一消光线平行于 $[0k0]$ 方向, 并在样品厚度变化时, 依然存在, 只是线条宽度随样品增厚而趋窄。它们是动力学消光线, 这样的动力学消光线出现, 表明在 $[0k0]$ 即 b 方向有一 2 次螺旋轴 (2_1) 存在^[6](图 1)。图 2 是 $[103]$ 带轴图, 在全图镜面线 (m) 方向的 hol 衍射系列中, 可见交替出现的动力学消光线平行于 m , 这证明平行于入射电子束方向有一滑移面^[5](图 1)。

这样, 从 CBED 带轴图中, 直观地检测到三铌酸锂在 b 方向即垂直于电子束方向有一 2_1 螺旋轴, 在垂直于 2_1 的方向(平行于电子束方向)有一滑移面。同时, 我们知道, 属于点群 $2/m$ 的空间群中, 有简单格子的共有四个(空间群表中第 10 号, 11 号, 13 号和 14 号), 其中既有 2_1 , 又有滑移面并互相垂直的即是 $P2_1/a^{[10]}$ 。所以三铌酸锂的空间群必是 $P2_1/a$ 。

三、结 语

CBED 是测定晶体对称性的有效工具。用 CBED 带轴图中显现的动力学消光线可以方便地检测晶体的螺旋轴和滑移面, 得出空间群。我们的实验结果表明三铌酸锂有一 2_1 次螺旋轴和垂直于它的滑移面, 空间群是 $P2_1/a$ 。点阵参数是 $a = 1.545\text{nm}$, $b = 0.503\text{nm}$, $c = 0.753\text{nm}$, $\beta = 107^\circ$ 。这与 X 射线衍射方法得到的结果^[8]相符。

本工作是在中国林业科学院综合分析室的 Philips EM-400T 电子显微镜上完成的, 电子显微镜组的孙福生等同志给了大力支持, 特此致谢。

参 考 文 献

- [1] J. W. Steeds, Introduction to Analytical Electron Microscopy, ed. by J. J. Hren *et al.*, New York, Plenum Press, (1979), p. 387.
- [2] 冯国光, 物理, **12**(1983), 183.
- [3] J. Gjønnes and A. F. Moodie, *Acta Cryst.*, **19**(1965), 65.
- [4] B. F. Buxton *et al.*, *Phil. Trans. Roy. Soc. Lond. A*, **281**(1976), 171.

- [5] J. W. Steeds and Vincent, *J. Appl. Cryst.*, **16**(1983), 317.
[6] C. Y. Yang *et al.*, *Acta Cryst. A*, **39**(1983), 531.
[7] 冯国光、杨翠英等, 物理学报, 本期.
[8] M. Lundberg, *Acta Chem. Scand.*, **25**(1971), 3337.
[9] 杨翠英等, 物理学报, 待发表.
[10] International Tables for X-Ray crystallography, Birmingham Kynoch Press, (1952), Vol. 1.

SPACE GROUP DETERMINATION OF $\text{Li}_2\text{O}\cdot 3\text{Nb}_2\text{O}_5$ BY CONVERGENT BEAM ELECTRON DIFFRACTION

YANG CUI-YING FENG GUO-GANG ZHOU YU-QING TANG DI-SHENG

(*Institute of Physics, Academia Sinica*)

ABSTRACT

Dynamic extinction lines which occur in CBED patterns have been used to determine the presence of twofold screw axis and glide plane in $\text{Li}_2\text{O}\cdot 3\text{Nb}_2\text{O}_5$. The space group is found to be $P2_1/a$.