

# X 射綫衍射儀的工作条件对干涉綫紋的 重心位置、均方寬度及綫型的影响\*

陈 麓

(鋼鐵研究院)

## 提 要

本文研究 X 射綫衍射儀的各种工作条件对干涉綫紋的重心位置、均方寬度和傅里叶系数的影响,得出了普遍的公式。对若干有关問題也进行了討論。

## 一、引 言

带計数管的 X 射綫衍射儀,由于种种优点正日益广泛地被用来研究多晶体金属。为了測定晶体結構,研究金属内部的亚显微結構,我們需要測定干涉綫紋的位置、寬度和綫型。因此,衍射儀的种种工作条件对干涉綫紋的位置、寬度以及綫型的影响就成为正确地整理数据的重要問題。

衍射儀的工作条件对干涉綫紋的重心位置的影响,曾有一些作者研究过<sup>[1,2,3]</sup>。他們大多在測角儀經理想調整这一前提下分析了部分工作条件的影响,惜未得出普遍的公式。晚近 M. M. Уманский 等对這問題作了較为深入的分析<sup>[4]</sup>,但有的因素仍未加以考虑,其中若干結果似尚可商榷。至于应用于干涉綫紋的寬度来研究金属的亚显微結構已有多年的历史<sup>[5,6]</sup>。迄今为止,为多数研究者所采用的是所謂勞厄寬度(或称积分寬度)。至于采用均方寬度的优点似还未見提到。同样,由 Stokes 和 Warren 及 Averbach 等所倡导的傅里叶級数法虽已被不少的作者所应用,但衍射儀工作条件对各項傅里叶系数的影响,以及展开区間的問題也还是值得研究的。对上述諸問題作相应的分析以期得出普遍适用的結果,就是本文的目的。

所謂衍射儀的工作条件我們所指的是:

1) X 射綫管焦斑尺寸, X 射綫束的水平及垂直发散度,計数管狹縫的尺寸以及因样品的有限厚度所引起的吸收这些几何参数的影响。

2) 測角儀的非理想調整。这里包括不理想的聚焦条件、X 射綫束中心綫不通过測角儀的中心軸、样品表面不包含此軸綫、計数管和样品的零位置不相重合等等因素。

3) 盖-弥計数管的死時間、計数管的角速率  $2\dot{\theta} = 2\omega$  以及积分綫路的时间常数  $RC$ 。

4) 标識譜綫本身寬度的影响,尤其是  $K_{\alpha_1\alpha_2}$  双綫的影响。虽然可以采用  $K_{\beta}$  来避免双綫所引起的麻煩,但由于  $K_{\alpha_1\alpha_2}$  强度大,采用較多,所以有必要加以分析。

多晶体金属的晶粒是由嵌块所組成的。每个嵌块是一个完善的小晶体,构成一个相

\* 1961 年 3 月 14 日收到。

干的散射区。相邻嵌块之间有一个很小的取向差，其交界则由位错排所组成。由于实际合金中所常存在的化学成份上的不均匀性，以及嵌块之间应力状态的差异，金属内所有的嵌块的  $(hkl)$  晶面距  $c$  就自然形成一个统计分布。我们将以  $h(c)dc$  代表这个分布。平均晶面间距  $\bar{c}$  的定义是

$$\bar{c} = \int ch(c)dc / \int h(c)dc, \quad (1.1)$$

而均方畸变的定义是

$$\bar{c}^2 = \int \left( \frac{c - \bar{c}}{\bar{c}} \right)^2 h(c)dc / \int h(c)dc. \quad (1.2)$$

嵌块的大小各异，以  $N$  代表嵌块中所包含的  $(hkl)$  晶面数，则所有嵌块的  $N$  也形成一个统计分布。我们用  $g(N)$  来代表这个统计分布，则

$$\bar{N} = \sum Ng(N) / \sum g(N). \quad (1.3)$$

函数  $h(c)$  和  $g(N)$  都具有尖锐的峰值。嵌块是个相干散射区，不同嵌块的衍射线其强度相迭加。

X 射线干涉条纹的位置以前多用峰顶的角度位置来标志。近来的研究结果说明采用条纹的重心位置更为合适。一则它取决于整个干涉条纹，所以偶然的波动对它的影响较小，二则它的位移能够较精确地算出。干涉条纹的重心位置的定义是 ( $I(\theta)$  代表线型)：

$$\bar{\theta} = \int \theta I(\theta)d\theta / \int I(\theta)d\theta, \quad (1.4)$$

劳厄宽度为

$$B_L = \int I(\theta)d(2\theta) / I_{\max}. \quad (1.5)$$

因为含有峰值  $I_{\max}$ ，所以用它来标志条纹的宽度和用峰顶位置来标志条纹的位置，其缺点相同。我们建议采用均方宽度  $\sigma^2$ ，其定义是：

$$\sigma^2 = \int (\theta - \theta_0)^2 I(\theta)d\theta / \int I(\theta)d\theta, \quad (1.6)$$

$\theta_0$  是和某波长  $\lambda_0$  和  $c_0$  相应的布喇格 (Bragg) 角：

$$\lambda_0 = 2c_0 \sin \theta_0, \quad (1.7)$$

$c_0$  和  $\lambda_0$  的精确定义将在以后提到。一般情况下在  $10^{-6}$  的精确度以内， $\lambda_0 = \bar{\lambda} =$  标识谱线的重心：

$$\bar{\lambda} = \int \lambda i(\lambda)d\lambda / \int i(\lambda)d\lambda, \quad (1.8)$$

$$\bar{c} = c_0. \quad (1.9)$$

本文中我们所讨论的是这样的情况：在样品的有效体积内嵌块的数目足够多，使统计有效，而且在实验中采取了有效的方法来消除结构的影响。

为了避免冗长的计算细节，我们仅仅说明计算的原理、要点和结果。

## 二、诸几何参数、非理想调整、和标识谱线宽度的影响

X 射线管焦点、入射 X 射线束以及衍射束的几何关系如图 1 所示。图 2 则是测角仪的“赤道平面”，我们采用以下的表示法。

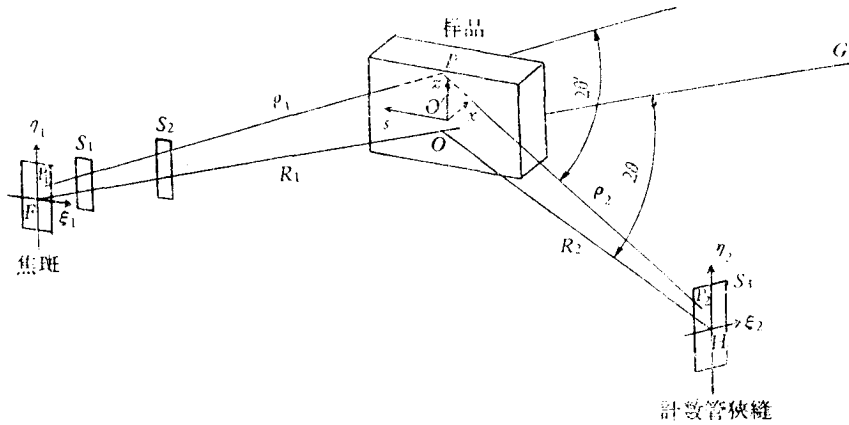


图1 测角仪光束几何

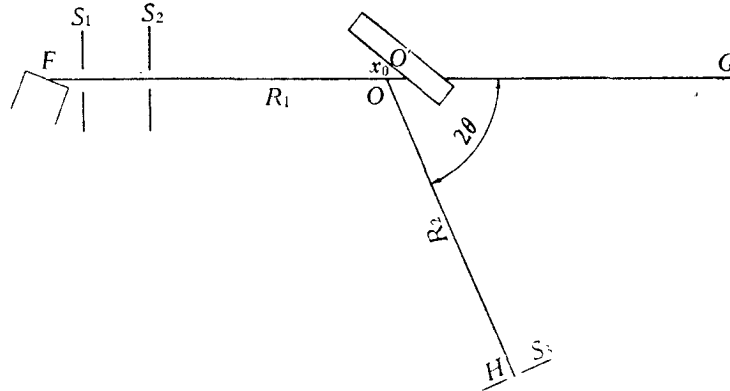


图2 赤道平面

$P_1$  代表焦斑上的任意点,其坐标是  $\xi_1, \eta_1$ , 它在赤道平面上的投影是  $Q_1$  点,  $F$  是焦斑中心.

$J(\xi_1, \eta_1)$  代表焦斑上的强度分布,  $F(\zeta_1)$  代表由焦斑所发出的 X 射线的强度的角分布(包括了窗口的减弱),  $i(\lambda)$  则代表标识谱线的强度分布.

$P$  是样品内的任意点,其坐标是  $x, s, z$ .  $P$  在赤道平面上的投影是  $Q$  点.

$O$  是测角仪轴与赤道平面的交点,  $O'$  点则是由  $O$  点引向试样表面的垂足,  $x_0 = OO'$  是样品和测角仪轴的偏离.

$P_2$  是计数管狭缝上的任意点,其坐标是  $(\xi_2, \eta_2)$ ,  $P_2$  在赤道平面上的投影是  $Q_2$  点.  $H$  是计数管狭缝中心,  $G$  是计数管的理论零点  $FOG$  在一条直线上.

$$\rho_1 = |P_1P| \quad R_1 = FO; \quad \rho_2 = |PP_2|, \quad R_2 = OH,$$

$$\angle GOH = 2\theta \quad \angle P_1PP_2 = 2\theta'$$

$\zeta_1 = P_1P$  与阳极表面所形成之角;

$\zeta_0 = FO$  与阳极表面所形成之角;

$\zeta_2 = PP_2$  与计数管狭缝平面所形成之角.

$\omega_1 = P_1P$  与样品表面所形成之角,

$\omega = FO$  与样品表面所形成之角,

$\omega_2 = PP_2$  与样品表面所形成之角,

$2\theta - \omega = OH$  与样品表面所形成之角.

$H_f, H_c, H_p$  分别代表焦斑、计数管狭缝及样品被照射部分的有效半高度.  $B_f, B_c, B_p$  分别代表焦斑、计数管狭缝及样品被照射部分的有效半宽度. 这些有效高及有效宽是由整个测角仪的光阑系统, 以及X射线管本身的設計和制作情况所决定的, 其中

$$H_f^2 = 3 \int \eta_1^2 J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1 / \int J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1 \quad (2.1)$$

$$B_f^2 = 3 \int \xi_1^2 J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1 / \int J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1 \quad (2.2)$$

$H_c, B_c$  的定义十分明确. 关于  $H_p$  及  $B_p$  简单說明如下: 在现代多数的测角仪里, 焦斑是几何上的光源. 换言之, 从样品上  $O'$  附近的全照射区可以“看見”整个焦斑, 而在較窄小的半照射区只能“看見”焦斑的一部分. 在半照射区里入射X射线的强度近于直线地变化. 于是

$$H_p = \text{全照射区半高} + \frac{1}{2} \times \text{半照射区高},$$

同样,  $B_p = \text{全照射区半宽} + \frac{1}{2} \times \text{半照射区宽}.$

如果测角仪的设计是以第一光阑  $S_1$  作为光源, 则  $H_f, B_f$  的定义也就十分明确. 届时  $R_1$  也就不是  $FO$  了.

$\mu$  代表样品对射线的减弱系数, 在金属的情况下, 它实际上等于吸收系数.

我们以  $f(\theta)$  代表样品单位体积的衍射函数, 由多晶体衍射理論得知, 在立方晶系的情况下, 在布喇格角附近<sup>[7]</sup>,

$$f(\theta) = K\lambda^2 \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta} \right) \frac{\sin^2 [N\xi]}{\sin^2 [\xi]}, \quad (2.3)$$

其中

$$\xi = 2\pi \left( \frac{c_0 \sin \theta}{\lambda_0} - \frac{c_0 \sin \theta_0}{\lambda_0} \right). \quad (2.4)$$

(2.3) 式是严格单色光, 各个嵌块中  $C$  和  $N$  完全相同的情况. 在我们所討論的实际情况下, (2.3) 式需用下式代替,

$$f(\theta) = K\lambda^2 \sum_N g(N) \int h(c) \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta} \right) \frac{\sin^2 [Nx]}{\sin^2 [x]} dc, \quad (2.5)$$

其中

$$x = 2\pi \left( \frac{c}{\lambda} \sin \theta - \frac{c_0}{\lambda_0} \sin \theta_0 \right) \quad (2.6)$$

是  $c, \lambda, \theta$  的函数.

于是当计数管在  $2\theta$  位置时进入计数管狭缝的衍射线强度是

$$I(\theta) = \int i(\lambda) d\lambda \int J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1 \frac{F(\xi_1)}{\rho_1^2} \cdot e^{-\mu x (\csc \omega_1 + \csc \omega_2)} dx ds dz \frac{f(\theta')}{\rho_2^2} \sin \zeta_2 d\xi_2 d\eta_2, \quad (2.7)$$

所应指出的是,上式中  $f(\theta)$  中的变量是  $\theta'$  而不是  $\theta$ , 这一点具有关键性的意义。(2.7) 的右端积分号下的诸函数分为两大类: 第一类是  $J(\xi_1, \eta_1)$ ,  $F(\zeta_1)$ ,  $\frac{1}{\rho_1^2}$ ,  $\frac{1}{\rho_2^2}$ ,  $\sin \zeta_2$ ,  $\sin \omega_1$ ,  $\sin \omega_2$  这些在积分域内变化缓慢的函数, 我们可以把它们围绕某中心值来展开。另一类则是  $i(\lambda)$ ,  $h(c)$ ,  $g(N)$  及  $\frac{\sin^2[Nx]}{\sin^2[x]}$  这些具有尖锐峰值的函数, 它们的宽度很小, 所以在积分域内不能应用展开的办法。

用

$$\gamma = \frac{2s}{R_1} \sin \theta, \quad (2.8)$$

及

$$y = \mu x [\csc \omega + \csc (2\theta - \omega)] \quad (2.9)$$

再变换积分次序, 则有  $(\phi(\theta))$  是任意函数

$$\begin{aligned} \int I(\theta) \phi(\theta) d\theta &= \frac{KF(\zeta_0)}{8\pi R_1 R_2^2} \sum g(N) \int \frac{\lambda^3}{\mu} i(\lambda) d\lambda \int \frac{h(c)}{c} dc, \\ &\int e^{-\gamma} J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1 dy d\gamma dx d\xi_2 d\eta_2 \int A(\theta, \omega) [1 + \Gamma(\xi_1 \cdots | \theta)] \times \\ &\times \phi(\theta) L(\theta') \frac{\sin^2[Nx]}{\sin^2[x]} dx, \end{aligned} \quad (2.10)$$

上式中

$$L(\theta') = (1 + \cos^2 2\theta') / \sin^2 \theta' \cos \theta', \quad (2.11)$$

$$A(\theta) = \sin \omega \sin (2\theta - \omega) \csc^2 \theta \sec (\theta - \omega), \quad (2.12)$$

而  $\Gamma$  则是个含诸几何参量至少一项的微小量:

$$\lim_{(\xi_1, \dots, \eta_2: x_0 \rightarrow 0)} \Gamma(\xi_1, \dots, \eta_2 | \theta) = 0, \quad (2.13)$$

$\omega$  作为  $\theta$  的函数由聚焦条件

$$\frac{\sin \omega}{R_1} - \frac{\sin (2\theta - \omega)}{R_2} = 0 \quad (2.14)$$

给定。一般情况下, 衍射仪按 Bragg-Brentano 方法聚焦, 即  $R_1 = R_2$ ,  $\omega = \theta$  但由于调整工作不理想, 我们令:

$$\Delta R = R_1 - R_2, \quad (2.15)$$

$$\omega_0 = \omega - \theta, \quad (2.16)$$

于是,

$$A(\theta, \omega) = 1 + \left( \frac{1}{2} - \csc^2 \theta \right) \omega_0^2 + \dots, \quad (2.17)$$

一般精度的调整已足使  $\omega_0^2 \sim 10^{-6}$ , 因此除非  $\theta$  极小,  $A(\theta, \omega)$  实际上等于 1。

(2.10) 中  $x$  的积分限是  $c$ ,  $\lambda$  以及诸几何参量的函数(因(2.6)中的  $\theta$  已为  $\theta'$  所代替), 但在  $\theta$  角的积分上下限  $\theta_1$  及  $\theta_2$ ,  $I(\theta_1)$ ,  $I(\theta_2)$  为零,  $I'(\theta_1)$  及  $I'(\theta_2)$  也基本上等于零。  $c - c_0$ ,  $\lambda - \lambda_0$  又极微小, 所以  $x$  的积分限可以作为常数, 而所引入的误差极为微小。需要说明的是: 虽然  $\Gamma$  很小, 但我们不能不加分析地笼统略去, 但对于我们所需要的  $\bar{\theta} - \theta_0$  和  $\sigma^2$ , 它可以略去, 否则它就只是上述微小量的改正项, 没有实际的意义。

令

$$\psi = \theta' - \theta, \quad (2.18)$$

$\psi$  是所有几何参量的函数,也是  $\theta$  的函数. 它在我們的所有結果中占极重要的地位.  $\psi$  在  $\theta = \theta_0$  时的值我們以  $\psi_0$  表示,并定义

$$\bar{\psi}_0 = \frac{\int e^{-yJ(\xi_1, \eta_1)} \psi_0 d\xi_1 d\eta_1 \cdots d\eta_n}{\int e^{-yJ(\xi_1, \eta_1)} d\xi_1 d\eta_1 \cdots d\eta_n}, \quad (2.19)$$

則計算表明:

$$(\bar{\theta} - \theta_0) = (\bar{\theta}_* - \theta_0) - \bar{\psi}_0, \quad (2.20)$$

(2.20)中  $\bar{\theta}_*$  是当諸几何参量全部为零的情况下的  $\bar{\theta}$  值,也就当焦斑、样品、計数管接受狭縫全縮小成为几何上的点时的  $\bar{\theta}$  值. (2.20)表明:由衍射仪的几何条件和調整不理想所引起的重心位移是一  $\bar{\psi}_0$ .

我們还得到

$$\begin{aligned} \bar{\theta}_* - \theta_0 &= \left[ \sum_N g(N) \int \frac{\lambda^3}{\mu} i(\lambda) d\lambda \int \frac{Z_1}{c} h(c) dc \right] \div \\ &\div \left[ \sum_N g(N) \int \frac{\lambda^3}{\mu} i(\lambda) d\lambda \int \frac{Z_0}{c} h(c) dc \right], \end{aligned} \quad (2.21)$$

$$Z_i = \int L(\theta') (\theta' - \theta_0)^i \frac{\sin^2[Nx]}{\sin^2[x]} dx. \quad (2.22)$$

$\bar{\theta}_* - \theta_0$  的存在与衍射仪毫无关系. 由于  $L(\theta')$  与  $x$  对  $\theta_0$  并不对称,所以  $\bar{\theta}_* - \theta_0 \neq 0$ . Уманский、Хейкер 等人的結果之所以与我們不同,就因为他們未留意到  $x$  对  $\theta_0$  的不对称性. 为計算  $Z_i$  我們只需将  $\theta' - \theta_0$  展开成为  $x$ ,  $\left(\frac{c - c_0}{c_0}\right)$ , 及  $\left(\frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0}\right)$  的級数:

$$\begin{aligned} \theta' - \theta_0 &= \tan \theta_0 \left[ \frac{x}{\pi} + \left(\frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0}\right) - \left(\frac{c - c_0}{c_0}\right) \right] + \frac{1}{2} \tan^3 \theta_0 \left(\frac{x}{\pi}\right)^2 + \\ &+ \frac{1}{2} \tan^3 \theta_0 \left(\frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0}\right)^2 + \tan \theta_0 \left(1 + \frac{1}{2} \tan^2 \theta_0\right) \left(\frac{c - c_0}{c_0}\right)^2 + \\ &+ \sec^2 \theta_0 \tan \theta_0 \left(\frac{x}{\pi}\right) \left(\frac{c - c_0}{c_0}\right) - \sec^2 \theta_0 \tan \theta_0 \left(\frac{x}{\pi}\right) \left(\frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0}\right) - \\ &- \sec^2 \theta_0 \tan \theta_0 \left(\frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0}\right) \left(\frac{c - c_0}{c_0}\right) + \dots \end{aligned} \quad (2.23)$$

引入  $c_0$  及  $\lambda_0$  使

$$\int \frac{\lambda^3}{\mu} (\lambda - \lambda_0) i(\lambda) d\lambda = 0, \quad (2.24)$$

$$\int \frac{1}{c} (c - c_0) h(c) dc = 0, \quad (2.25)$$

則有

$$\bar{\theta}_* - \theta_0 = \tan^2 \theta_0 \left[ \frac{1}{2} \tan \theta_0 + \frac{L'(\theta_0)}{L(\theta_0)} \right] \left(\frac{\sigma_1}{\lambda_0}\right)^2 + \tan^2 \theta_0 \times$$

$$\begin{aligned} & \times \left[ \frac{1}{2} \tan \theta_0 + \cot \theta_0 + \frac{L'(\theta_0)}{L(\theta_0)} \right] \bar{e}^2 + \tan^2 \theta_0 \left[ \frac{1}{2} \tan \theta_0 + \frac{L'(\theta_0)}{L(\theta_0)} \right] \times \\ & \times \left[ \frac{1}{\pi^2} \frac{\sum g(N)}{\sum g(N)} \int x^2 \frac{\sin^2[Nx]}{\sin^2[x]} dx \right], \end{aligned} \quad (2.26)$$

$\bar{e}^2$  及  $\bar{\lambda}$  的意义已在(一)中論及,  $\left(\frac{\sigma_\lambda}{\lambda_0}\right)^2$  的定义完全相似:

$$\left(\frac{\sigma_\lambda}{\lambda_0}\right)^2 = \int i(\lambda) \left(\frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0}\right)^2 d\lambda / \int i(\lambda) d\lambda. \quad (2.27)$$

$\sigma_\lambda^2$  就是标識譜綫的均方寬度。容易从(2.24)及(2.25)証明:

$$c_0 = \bar{e}(1 - \bar{e}^2), \quad (2.28)$$

$$\lambda_0 = \bar{\lambda} \left\{ 1 + \left[ 3 - \frac{\bar{\lambda}}{\mu} \left(\frac{d\mu}{d\lambda}\right)_{\lambda=\bar{\lambda}} \right] \left(\frac{\sigma_\lambda}{\bar{\lambda}}\right)^2 \right\} = \bar{\lambda}. \quad (2.29)$$

虽然  $\mu \propto \lambda^3$  的关系并不是十分精确,但(2.29)的精确度是高的。通常  $(\sigma_\lambda/\bar{\lambda})^2 \sim 10^{-6}$ 。

$$\beta_D^2 = \frac{\tan^2 \theta_0}{\pi^2} \cdot \frac{\sum g(N) \int x^2 \frac{\sin^2[Nx]}{\sin^2[x]} dx}{\sum g(N) \int \frac{\sin^2[Nx]}{\sin^2[x]} dx} \quad (2.30)$$

代表純粹由嵌块細化所引起的均方寬度。(2.26)的右端一般很小,可以不計,但对高  $\theta_0$  的干涉綫紋,  $\tan^2 \theta_0 \left[ \frac{1}{2} \tan \theta_0 + \frac{L'(\theta_0)}{L(\theta_0)} \right]$  很大,  $\bar{\theta}_* - \theta_0$  可以达到不小的数值(例如在  $\theta_0 = 80^\circ$  时,即使  $\bar{e}^2 = 0$ ,  $\beta_D^2 = 0$ ,  $\bar{\theta}_* - \theta_0$  也  $\sim 1'$ ), 在(2.26)实际有用的情况下,  $\cot \theta_0 \ll \tan \theta_0$ , 因此:

$$\bar{\theta}_* - \theta_0 = \left[ \frac{1}{2} \tan \theta_0 + \frac{L'(\theta_0)}{L(\theta_0)} \right] \cdot \left[ \beta_D^2 + \bar{e}^2 \tan^2 \theta_0 + \left(\frac{\sigma_\lambda}{\bar{\lambda}}\right)^2 \tan^2 \theta_0 \right]. \quad (2.31)$$

(2.20)和(2.31)就是我們关于重心位置的主要結果。关于均方寬度,則有

$$\sigma^2 = \sigma_*^2 + \bar{\psi}_0^2, \quad (2.32)$$

$$\bar{\psi}_0^2 = \frac{\int e^{-y} J(\xi_1, \eta_1) \bar{\psi}_0^2 d\xi_1 d\eta_1 \cdots d\eta_n}{\int e^{-y} J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1 \cdots d\eta_n}, \quad (2.33)$$

$$\begin{aligned} \sigma_*^2 &= \left[ \sum g(N) \int \frac{\lambda^3}{\mu} i(\lambda) d\lambda \int \frac{Z_2}{c} h(c) dc \right] \div \left[ \sum g(N) \int \frac{\lambda^3}{\mu} i(\lambda) d\lambda \int \frac{Z_0}{c} h(c) dc \right] = \\ &= \beta_D^2 + \tan^2 \theta_0 \bar{e}^2 + \tan^2 \theta_0 \left(\frac{\sigma_\lambda}{\bar{\lambda}}\right)^2, \end{aligned} \quad (2.34)$$

象(2.32)这样的簡單关系对劳厄寬度就不存在。因为  $\beta_D^2 + \bar{e}^2 \tan^2 \theta_0$  才是真正由样品的内部結構所决定的寬度,我們不妨把  $\bar{\psi}_0^2 + \left(\frac{\sigma_\lambda}{\bar{\lambda}}\right)^2 \tan^2 \theta_0$  叫做仪器寬度。注意(2.31)也可写成

$$\bar{\theta}_* - \theta_0 = \left[ \frac{1}{2} \tan \theta_0 + \frac{L'(\theta_0)}{L(\theta_0)} \right] \sigma_*^2. \quad (2.35)$$

現在我們来看傅里叶系数。我們的出发点 and Warren 及 Averbach<sup>[7]</sup> 及其他作者不同。Warren 和 Averbach 方法的实质是假設 (2.3) 式适用于整个  $-\frac{\pi}{2} \leq \xi \leq \frac{\pi}{2}$  的区間, 同时把  $L(\theta) \cos \theta = (1 + \cos^2 2\theta) / \sin^2 \theta$  的变化略去。从多晶体衍射的理論我們知道 (2.3) 式只在  $\xi$  值很小时才适用(用倒易格子法容易看出) 实际上, 用 Stokes 法来展开时我們所展开的函数, 仅在  $(\theta_1, \theta_2)$  区間(见图 3) 由 (2.7) 所給出而在这个区間之外則为

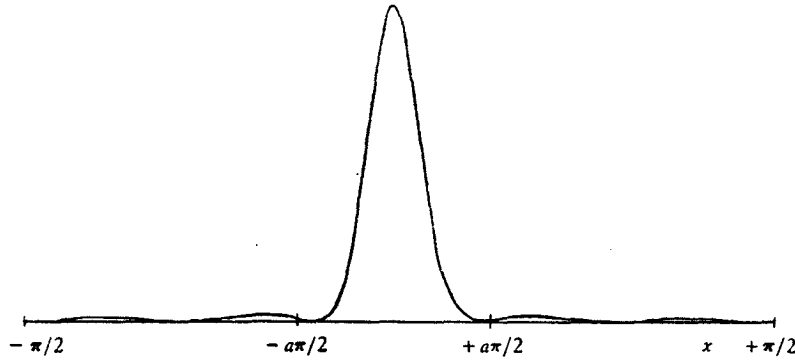


图 3 傅里叶分析区間

零。我們將从上述的实际情况出发来计算傅里叶系数, 結果也自然和他們不同。展开的結果和作者所曾作过的計算<sup>[8]</sup>是相符合的

令

$$I(\theta) = C_0 \left\{ 1 + 2 \sum_{j=1} A_j \cos \left( 2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi \right) + 2 \sum_{j=1} B_j \sin \left( 2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi \right) \right\}, \quad (2.36)$$

則

$$C_0(\theta_2 - \theta_1) = \int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) d\theta,$$

$$C_0(\theta_2 - \theta_1) A_j = \int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) \cos \left( 2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi \right) d\theta,$$

$$C_0(\theta_2 - \theta_1) B_j = \int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) \sin \left( 2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi \right) d\theta,$$

把  $\cos, \sin$  展开, 即得 ( $j$  小时)

$$\left. \begin{aligned} A_j &= 1 - \frac{2\pi^2 \sigma^2}{(\theta_2 - \theta_1)^2} j^2 + \frac{2}{3} \frac{\pi^4 p_4}{(\theta_2 - \theta_1)^4} j^4 - \dots, \\ B_j &= \frac{2\pi}{(\theta_2 - \theta_1)} (\theta - \theta_0) j - \frac{4}{3} \frac{\pi^3}{(\theta_2 - \theta_1)^3} p_3 j^3 + \dots, \end{aligned} \right\} \quad (2.37)$$

$$\left. \begin{aligned} p_3 &= \frac{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) (\theta - \theta_0)^3 d\theta}{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) d\theta}, \\ p_4 &= \frac{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) (\theta - \theta_0)^4 d\theta}{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) d\theta}. \end{aligned} \right\} \quad (2.38)$$

在我們所求得的  $A_j$  中不含有  $j'$  項, 这就是和 Averbach, Warren 結果不同之处。  $\sigma^2, p_3, p_4, \dots$  中包含有諸几何条件的影响。为了得到較精确的結果,  $\theta_2 - \theta_1$  宜取大一些, 这

样在  $i$  小时只要用最初二项就够了。

在展开  $I(\theta)$  时自然我們也可以用  $\bar{\theta}$  作为計算角度的起点,正如在定义  $\sigma^2$  时也可以用  $\bar{\theta}$  作为計算角度的起点,这时  $A_i$  仍适用,而  $B_i$  中就没有含  $i'$  的項了。容易看出,用  $\bar{\theta}$  来定义的均方宽度是极小值,因为( $\alpha$  为任意角)

$$\int (\theta - \alpha)^2 I(\theta) d\theta = \int (\theta - \bar{\theta})^2 I(\theta) d\theta + (\bar{\theta} - \alpha)^2 \int I(\theta) d\theta.$$

### 三、 $\bar{\psi}_0, \bar{\psi}_0^2, (\sigma_s/\lambda)^2$ 的計算

从

$$\begin{aligned} \mathbf{PP}_1 = & [R_1 \cos \omega + \xi_1 \cos(\omega - \zeta_0) - s] \mathbf{i} + \\ & + [R_1 \sin \omega + \xi_1 \sin(\omega - \zeta_0) + (x_0 + x)] \mathbf{j} + (\eta_1 - z) \mathbf{k}, \end{aligned} \quad (3.1)$$

$$\begin{aligned} \mathbf{PP}_2 = & [-R_2 \cos(2\theta - \omega) + \xi_2 \sin(2\theta - \omega) - s] \mathbf{i} + \\ & + [R_2 \sin(2\theta - \omega) + \xi_2 \cos(\omega - \omega) + (x_0 + x)] \mathbf{j} + (\eta_2 - z) \mathbf{k}, \end{aligned} \quad (3.2)$$

就可以得出:

$$\begin{aligned} \psi = & \frac{1}{2} (\mathcal{Q}_1 + \mathcal{Q}_2) + \frac{1}{4} \left[ \left( \frac{z - \eta_1}{R_1} \right)^2 + \left( \frac{z - \eta_2}{R_2} \right)^2 \right] \cot 2\theta + \\ & + \frac{1}{2} \left( \frac{z - \eta_1}{R_1} \right) \left( \frac{z - \eta_2}{R_2} \right) \csc 2\theta, \end{aligned} \quad (3.3)$$

其中

$$\begin{aligned} \mathcal{Q}_1 = & \frac{\xi_2}{R_2} - \frac{\xi_1 \sin \zeta_0}{R_1} + S \left[ \frac{\sin \omega}{R_1} - \frac{\sin(2\theta - \omega)}{R_2} \right] + \\ & + (x_0 + x) \left[ \frac{\cos \omega}{R_1} + \frac{\cos(2\theta - \omega)}{R_2} \right] \end{aligned} \quad (3.4)$$

含諸几何参量一次,而

$$\begin{aligned} \mathcal{Q}_2 = & \frac{1}{2} \sin 2\zeta_0 \left( \frac{\xi_1}{R_1} \right)^2 + \frac{1}{2} \sin 2\omega \left( \frac{S}{R_1} \right)^2 + \frac{1}{2} \sin(4\theta - 2\omega) \left( \frac{S}{R_2} \right)^2 - \\ & - \frac{1}{2} \sin 2\omega \left( \frac{x_0 + x}{R_1} \right)^2 - \frac{1}{2} \sin(4\theta - 2\omega) \left( \frac{x_0 + x}{R_2} \right)^2 - \\ & - \cos(2\theta - \omega) \left( \frac{\xi_2}{R_2} \right) \left( \frac{S}{R_2} \right) - \sin(2\theta - \omega) \left( \frac{\xi_2}{R_2} \right) \left( \frac{x_0 + x}{R_2} \right) - \\ & - \sin(\omega + \zeta_0) \left( \frac{\xi_1}{R_1} \right) \left( \frac{S}{R_1} \right) - \cos(\omega + \zeta_0) \left( \frac{\xi_1}{R_1} \right) \left( \frac{x_0 + x}{R_1} \right) + \\ & + \cos 2\omega \left( \frac{S}{R_1} \right) \left( \frac{x_0 + x}{R_1} \right) - \cos(4\theta - 2\omega) \left( \frac{S}{R_2} \right) \left( \frac{x_0 + x}{R_2} \right) \end{aligned} \quad (3.5)$$

則含諸几何参量二次。

(3.3), (3.4), (3.5) 适用于最普遍的情况。以前的一些作者所假設的理想的 Bragg-Brentano 聚焦条件和理想的調整就是:

- 1)  $R_1 = R_2 = R$ ;
- 2)  $\omega = \theta$ ;

3)  $\xi_1, \eta_1, \gamma, z, \xi_2$ , 及  $\eta_2$  的上下积分限是  $\pm B_f, \pm H_f, \pm \frac{1}{2}\gamma_0, \pm H_p, \pm B_c$  及  $\pm H_c$ ,

而且  $J(\xi_1, \eta_1)$  是  $\xi_1$  与  $\eta_1$  的偶函数。

在这种理想情况下, 就有(样品厚度足够使  $e^{-2\mu d \csc \theta_0} \ll 1$ )

$$\bar{\psi}_0 = \frac{1}{12} \gamma_0^2 \cot \theta_0 + \frac{1}{6} \left( \frac{H_p}{R} \right)^2 \cot \theta_0 + \frac{1}{12R^2} (H_c^2 + H_f^2) \cot 2\theta_0 + \frac{1}{12R^2} B_f^2 \sin 2\zeta_0 + \frac{\sin 2\theta_0}{4\mu R} - \sin 2\theta_0 \left( \frac{\sin \theta_0}{2\mu R} \right)^2, \quad (3.6)$$

借助于(3.3)(3.4)(3.5)以及(2.19), 我们就能够估计种种非理想调整的影响。由于调整的非理想性是多式多样的, 所以我们仅举几个例子。

1)  $x_0 \neq 0$  时应附加  $\frac{x_0 \cos \theta_0}{R}$ ;

2) 如果仅仅  $R_1 \neq R_2$ , 则应附加  $-\frac{1}{2} \left( \frac{\Delta R}{R_2} \right) \cos \theta_0 \left( \frac{\sin \theta_0}{2\mu R_2} \right)$ ;

3) 如果一切调整都理想, 但 X 射线束的中心线偏离开测角仪的轴 ( $S_2$  狭缝的中心不在  $FO$  线上)。我们以  $-\frac{\gamma_0}{2}(1 - \epsilon_r)$ ,  $+\frac{\gamma_0}{2}(1 + \epsilon_r)$  作为  $\gamma$  的上下限, 则应附加

$\frac{1}{4} \gamma_0^2 \epsilon_r^2 \cot \theta_0$  项;

4) X 射线管制作不理想, 焦斑左右上下并不对称, 则又引入

$$-\sin \zeta_0 \cdot \int \left( \frac{\xi_1}{R_1} \right) J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1 / \int J(\xi_1, \eta_1) d\xi_1 d\eta_1.$$

因此我们就需要知道标志调整的非理想性的参数如  $x_0, \epsilon_r, \Delta R \dots$  等, 以便计算应附加的校正项。上面的例子恰好属于四个类型, 所以顺便提一下测定和修正的方法:

1)  $x_0$  在有的测角仪上如 ГYP-3 附有望远镜, 可以直接测定  $x_0$ , 还可以用计数方法。

2) 在焦斑是光源的情况下,  $R_1$  的精确测定很不容易, 用特制的样板可以把  $R_1$  的测定至  $\pm 1$  毫米以内。有的测角仪  $R_2$  可以调整。

3) 对于  $\epsilon_r$  这一类的参量比较合适的办法是做一系列的曝光试验。我们把照相底片放在样品的位置上, 在一系列的水平和垂直发散度下选择合宜的  $\omega$  角进行曝光。例如我们在同一张底片上先后两个不同的  $\omega$  角下曝光(狭缝高度应当改变以利于测量), 则两次曝光中全照射区的中心线之间的距离是  $\frac{1}{2} R_1 \epsilon_r \gamma_0 (\csc \omega_1 - \csc \omega_2)$  (此处设  $x_0 = 0$ )。由此就可以求得  $\epsilon_r$ 。曝光法也是精确地测定  $\gamma_0$ 、垂直发散度  $\delta_0$ 、 $B_f \sin \zeta_0$ 、并验证入射光束强度分布均匀性的良好方法。

4) 由上述的 X 射线管制作不理想所引起的补正是个与  $\theta_0$  无关的常数, 这个校正实质上是要求我们把焦斑上的“重心”点作为  $F$  点。因为它是个常数, 所以它和计数管零位置的偏离, 性质上完全一样, 消除的办法也完全一样。一个方法是用干涉线纹宽度极小的标准样品在测角仪的左右方来测定同一  $(hkl)$  线的布喇格角, 然后用

$$\Delta = \frac{1}{2} (\theta_+ - \theta_-)$$

求出改正項。另一个办法是先作所有其他的校正,然后作晶格常数  $a$  与  $\cot \theta_0$  的图,这图应是直綫用外推法即可求得  $a$  的真值。

$\overline{\psi_0^2}$  的計算并无任何困难。为简单起见,我們只写出在理想調整情况下的表达式中的主項。

$$\begin{aligned} \overline{\psi_0^2} = & \frac{1}{12} \left( \frac{B_c}{R} \right)^2 + \frac{1}{12} \left( \frac{B_l^2 \sin^2 \zeta_0}{R^2} \right) + \frac{\sin 2\theta_0}{2\mu R} \left[ \frac{1}{12} \gamma_0^2 \cot \theta_0 + \frac{1}{6} \left( \frac{H_p}{R} \right)^2 \cot \theta_0 + \right. \\ & \left. + \frac{1}{12R^2} (H_l^2 + H_c^2) \cot 2\theta_0 + \frac{1}{12R^2} B_l^2 \sin 2\zeta_0 \right] + \frac{1}{8} \frac{\sin^2 2\theta_0}{\mu^2 R^2}, \end{aligned} \quad (3.7)$$

最后我們計算  $\sigma_{\lambda_i}^2$ 。理論証明,  $K_{\alpha_1}$ ,  $K_{\alpha_2}$  的綫型相同,但寬度与积分強度不等。  $K_{\alpha_1}K_{\alpha_2}$  同时存在未被分离的情况,在实际中应用最多。令

$$i(\lambda) = \phi(\lambda - \lambda_1/q_1) + p\phi(\lambda - \lambda_2/q_2), \quad (3.8)$$

其中  $v = pq_2/q_1$  是  $K_{\alpha_2}$  与  $K_{\alpha_1}$  积分強度的比值。理論与实践証明  $v = 0.50$ ,  $\phi$  是个偶函数。以

$$\sigma_{\lambda_i}^2 = qi^2 \int \xi^2 \phi(\xi) d\xi / \int \phi(\xi) d\xi \quad (3.9)$$

代表  $K_{\alpha_i}$  本身的均方寬度,則简单計算証明:

$$\bar{\lambda} = \frac{1}{1+v} (\lambda_1 + v\lambda_2), \quad (3.10)$$

$$\begin{aligned} \sigma_{\lambda}^2 &= \int i(\lambda) (\lambda - \bar{\lambda})^2 d\lambda / \int i(\lambda) d\lambda = \\ &= \frac{v}{(1+v)^2} (\lambda_2 - \lambda_1)^2 + \frac{1}{1+v} (\sigma_{\lambda_1}^2 + v\sigma_{\lambda_2}^2). \end{aligned} \quad (3.11)$$

在引用 Parratt 等人关于  $\sigma_{\lambda_i}$  的数据时<sup>[9]</sup>, 注意他所給出的是半高寬  $2w_i$ 。假設  $\phi(\xi) = e^{-m\xi^2}$ , 則

$$\sigma_{\lambda_i}^2 = \frac{1}{2 \ln 2} (w_i)^2. \quad (3.12)$$

几种常用的阳极的  $\bar{\lambda}$ ,  $\sigma_{\lambda_i}^2$ ,  $\sigma_{\lambda}^2$ ,  $(\sigma_{\lambda}/\bar{\lambda})^2$  之值見附录。

#### 四、計数管死時間的影响

由于加于 X 射綫管上的高压不是恆定的,所以从焦斑上发出的 X 射綫強度是脉动的。其結果仿佛計数器本身的死時間  $\tau$  增大  $k$  倍。以  $\tau_0$  代表此有效死時間,則根据 Klug 及 Alexander 的研究結果<sup>[10]</sup>,  $K$  的数值視整流装置是全波整流抑或半波整流而定。在前一种情况,  $K \cong 1.7$ ; 而在后者的情况下,約为 3.3—3.5。  $\tau$  之值則視所用計数器是盖-弥計数器,比例計数器或是閃爍計数器而定。我們假定实验时所用的  $I_{\max}$  不是太大,則被計数管所实际記錄的衍射綫強度是:

$$I_1(\theta) = I(\theta) - \tau_0 I^2(\theta), \quad (4.1)$$

因  $\tau_0$  而引起的重心附加位移是

$$\begin{aligned} \Delta_r^\theta &= \int \theta I_1(\theta) d\theta / \int I_1(\theta) d\theta - \int \theta I(\theta) d\theta / \int I(\theta) d\theta = \\ &= \tau_0 \cdot \frac{\int I^2(\theta) d\theta}{\int I(\theta) d\theta} \left\{ (\bar{\theta} - \theta_0) - \frac{\int (\theta - \theta_0) I^2(\theta) d\theta}{\int I^2(\theta) d\theta} \right\}. \end{aligned} \quad (4.2)$$

因为

$$\begin{aligned} I^2(\theta) &= \frac{K^2 F^2(\zeta_0)}{16R_1^2 R_2^2} \cdot \sum_N \sum_{N'} g(N)g(N') \iint \frac{\lambda^2}{\mu} \cdot \frac{\lambda'^2}{\mu'} i(\lambda)i(\lambda') d\lambda d\lambda' \iint h(c)h(c') dc dc' \times \\ &\times \int e^{-(y+y')} J(\xi_1, \eta_1) J(\xi'_1, \eta'_1) (1 + \Gamma)(1 + \Gamma') \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta'}{\sin^2 \theta'} \right) \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta''}{\sin^2 \theta''} \right) \times \\ &\times \frac{\sin^2[Nx]}{\sin^2[x]} \cdot \frac{\sin^2[N'x']}{\sin^2[x']} \cdot d\xi_1 d\eta_1 \cdots d\eta_2 d\xi'_1 \cdots d\eta'_2 \cong \\ &\cong \frac{K^2 F^2(\zeta_0)}{16R_1^2 R_2^2} \sum_N \sum_{N'} g(N)g(N') \iint \frac{\lambda^2 \lambda'^2}{\mu \mu'} i(\lambda)i(\lambda') d\lambda d\lambda' \iint h(c)h(c') dc dc' \times \\ &\times \int e^{-(y+y')} J(\xi_1, \eta_1) J(\xi'_1, \eta'_1) \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta} \right) \frac{\sin^4[N^*X]}{\sin^4[X]} d\xi_1 d\eta_1 \cdots d\eta'_2, \end{aligned} \quad (4.3)$$

其中

$$\left. \begin{aligned} \Theta &= \theta + \frac{1}{2} (\psi + \psi'), \\ X &= \pi \left( \frac{c}{\lambda} + \frac{c'}{\lambda'} \right) [\sin \Theta - \sin \theta_0], \\ N^* &= \left( N \frac{c}{\lambda} + N' \frac{c'}{\lambda'} \right) / \left( \frac{c}{\lambda} + \frac{c'}{\lambda'} \right). \end{aligned} \right\} \quad (4.4)$$

用完全相同的计算可以证明:

$$\begin{aligned} &\frac{\int (\theta - \theta_0) I^2(\theta) d\theta}{\int I^2(\theta) d\theta} = \\ &= -\bar{\psi}_0 + \left[ \frac{1}{2} \tan \theta_0 + \frac{M'(\theta_0)}{M(\theta_0)} \right] \left[ \beta_D'^2 + \bar{\epsilon}^2 \tan^2 \theta_0 + \left( \frac{\sigma_\lambda}{\lambda} \right)^2 \tan^2 \theta_0 \right], \end{aligned} \quad (4.5)$$

$$M(\theta) = \frac{(1 + \cos^2 2\theta)^2}{\sin^4 \theta \cos \theta} = L^2(\theta) \cos \theta, \quad (4.6)$$

$$\beta_D'^2 = \frac{\tan^2 \theta_0}{\pi^2} \cdot \frac{\sum g(N) \int x^2 \frac{\sin^4[Nx]}{\sin^4[x]} dx}{\sum g(N) \int \frac{\sin^4[Nx]}{\sin^4[x]} dx}. \quad (4.7)$$

于是(4.2)式的右端大括弧里是一个数量级为  $\tan \theta_0 \sigma^2$  的数。至于  $\int I^2(\theta) d\theta / \int I(\theta) d\theta$  则很显然数量级为  $I_{\max}$ 。  $\Delta_r^\theta$  比  $\bar{\theta}_* - \theta_0$  还要小约一个数量级,完全可以略去不计。

同样,因  $\tau_0$  而引起的宽度增加是

$$\begin{aligned} &\frac{\int (\theta - \theta_0)^2 I_1(\theta) d\theta}{\int I_1(\theta) d\theta} - \frac{\int (\theta - \theta_0)^2 I(\theta) d\theta}{\int I(\theta) d\theta} = \\ &= \tau_0 \cdot \frac{\int I^2(\theta) d\theta}{\int I(\theta) d\theta} \cdot \left\{ \sigma^2 - \frac{\int (\theta - \theta_0)^2 I^2(\theta) d\theta}{\int I^2(\theta) d\theta} \right\}, \end{aligned} \quad (4.8)$$

但

$$\int (\theta - \theta_0)^2 I^2(\theta) d\theta / \int I^2(\theta) d\theta = \beta_b^2 + \tan^2 \theta_0 \bar{e}^2 + \tan^2 \theta_0 \left(\frac{\sigma_\lambda}{\lambda}\right)^2 + \bar{\psi}_0^2, \quad (4.9)$$

所以均方宽度的增加是

$$\Delta_r^2 = \tau_0 \cdot \frac{\int I^2(\theta) d\theta}{\int I(\theta) d\theta} \cdot (\beta_b^2 - \beta_b'^2), \quad (4.9)$$

它有时不可忽视,尤其是当  $\beta_b^2$  在  $\sigma^2$  中占主要地位时。在这种情况下,近似地有

$$\int I^2(\theta) d\theta / \int I(\theta) d\theta = \frac{2}{3} I_{\max}, \quad (4.10)$$

我們就能估计改正项的大小了。

如以  $\left(-\frac{a\pi}{2}, +\frac{a\pi}{2}\right)$  代表  $x$  的积分区间,则有 ( $Si$  是积分正弦函数)

$$\beta_b^2 \cong \left(\frac{\tan \theta_0}{\pi}\right)^2 \frac{a\pi}{4N Si(\bar{N}a\pi)}, \quad (4.11)$$

$$\beta_b'^2 \cong \frac{3}{2} \left(\frac{\tan^2 \theta_0}{\pi^2}\right) \frac{1}{\bar{N}^2} \left[ \frac{Si(\bar{N}a\pi) - \frac{1}{2} Si(2\bar{N}a\pi)}{2Si(2\bar{N}a\pi) - Si(\bar{N}a\pi)} \right], \quad (4.12)$$

$$\int I^2(\theta) d\theta / \left[ \int I(\theta) d\theta \right]^2 \cong \frac{2\pi}{3} \bar{N} \cot \theta_0 \frac{[2Si(2\bar{N}a\pi) - Si(\bar{N}a\pi)]}{[Si(\bar{N}a\pi)]^2}. \quad (4.13)$$

$\bar{N}a$  常常  $\sim 10^1$ , 在这种情况下, (4.11), (4.12), (4.13) 简化为

$$\beta_b^2 \cong \frac{1}{2} \left(\frac{\tan \theta_0}{\pi}\right)^2 \frac{a}{\bar{N}}, \quad (4.14)$$

$$\beta_b'^2 \cong \frac{3}{4} \left(\frac{\tan \theta_0}{\pi}\right)^2 \frac{1}{\bar{N}^2}, \quad (4.15)$$

$$\int I^2(\theta) d\theta / \left[ \int I(\theta) d\theta \right]^2 \cong \frac{2}{3} \bar{N} \cot \theta_0. \quad (4.16)$$

(4.14), (4.15), 和 (4.16) 是颇有用的。譬如用 (4.16) 就可以从一条干涉纹求得相应的  $\bar{N}_{hkl}$  值。如所得的  $\bar{N}$  值能满足  $\bar{N}a \lesssim 10^1$ , 则可以进而用 (4.14) 求  $\beta_b^2$ ,  $\bar{e}^2$  也就可以由  $\sigma_*^2 = \sigma^2 - \bar{\psi}_0^2$  求得了。我们建议采用这个方法从单条纹来求  $\bar{N}$  及  $\bar{e}^2$ 。

$\tau_0$  对傅里叶系数的影响容易直接求得。和 (2.36) 完全相似, 有

$$I^2(\theta) = \frac{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I^2(\theta) d\theta}{(\theta_2 - \theta_1)} \left\{ 1 + 2 \sum_j A_j' \cos\left(2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi\right) + 2 \sum_j B_j' \sin\left(2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi\right) \right\},$$

$A_j', B_j'$  与  $A_j, B_j$  之不同仅在  $\sigma^2$  及  $\bar{\theta}$  上。如用  $u$  代表  $\tau_0 \int_{\theta_1}^{\theta_2} I^2(\theta) d\theta / \int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) d\theta$ , 则

$$I_1(\theta) = (1 - u) \frac{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I(\theta) d\theta}{(\theta_2 - \theta_1)} \left\{ 1 + 2 \sum_j |A_j + u(A_j - A_j')| \cos\left(2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi\right) + 2 \sum_j |B_j + u(B_j - B_j')| \sin\left(2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi\right) \right\}. \quad (4.17)$$

一般來說,諸傅里叶系数的变化都很小,尤其是  $B$  系数的变化,只要  $\tau\omega I_{\max} < 0.1$  是可以不計的,以后我們將写  $A_{j1} = A_j + \nu(A_j - A'_j)$ ,  $B_{j1} = B_j + \nu(B_j - B'_j)$ .

### 五、計数管角速 $\omega$ 以及計数率表時間常数 $RC$ 的影响

这个問題只在我們应用自动記錄法时才产生,由下面分析就可以看到它的影响較大,

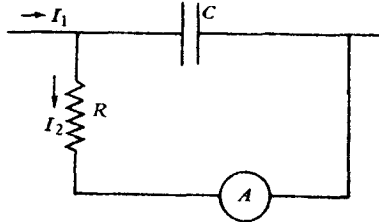


图4 計数率表綫路图

所以必須充分地估計到,我們考虑如图4的原則綫路图,  $I_1(\theta)$  代表为計数管所記錄的X光量子流强度,而  $I_2(\theta)$  代表为計数率表所記錄的强度,則有:

$$I_1 = I_2 + RC \frac{dI_2}{dt}, \quad (5.1)$$

令  $y = t/RC = (\theta - \theta_1)/\omega RC$ , 并积分上式,即得:

$$I_2(\theta) = e^{-y} \int_0^y e^{\eta} I_1(\theta_1 + \omega RC \eta) d\eta. \quad (5.2)$$

注意我們的  $\omega = \dot{\theta}$  是样品的轉动角速度,它仅是計数管的角速度的一半,我們所选用的区間  $\theta_2 - \theta_1$  应足够大使計数管扫过整个干涉綫紋所費的时间  $\gg RC$ ,也就是說,足使

$$e^{-(\theta_2 - \theta_1)/\omega RC} \ll 1. \quad (5.3)$$

在这种情况下,容易証明:

$$\int_{\theta_1}^{\theta_2} I_2(\theta) d\theta = \int_{\theta_1}^{\theta_2} I_1(\theta) d\theta, \quad (5.4)$$

也就是說,綫紋的积分强度不变,这点在我們应用积分强度来做各种分析时是很重要的,而

$$\int_{\theta_1}^{\theta_2} \theta I_2(\theta) d\theta = \omega RC \int_{\theta_1}^{\theta_2} I_2(\theta) d\theta + \int_{\theta_1}^{\theta_2} \theta I_1(\theta) d\theta \quad (5.5)$$

$$\int_{\theta_1}^{\theta_2} (\theta - \theta_0)^2 I_2(\theta) d\theta = 2\omega RC \int_{\theta_1}^{\theta_2} (\theta - \theta_0) I_2(\theta) d\theta + \int_{\theta_1}^{\theta_2} (\theta - \theta_0)^2 I_1(\theta) d\theta, \quad (5.6)$$

因而由  $\omega RC$  所引起的重心位移为

$$\Delta_{\omega}^0 = \frac{\int_{\theta_1}^{\theta_2} \theta I_2(\theta) d\theta}{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I_2(\theta) d\theta} - \frac{\int_{\theta_1}^{\theta_2} \theta I_1(\theta) d\theta}{\int_{\theta_1}^{\theta_2} I_1(\theta) d\theta} = \omega RC, \quad (5.7)$$

而由  $\omega RC$  所引起的均方寬度的增加是

$$\Delta_{\omega}^2 = 2\omega RC (\Delta_{\omega}^0 + \Delta_{\omega}^0 + \bar{\theta} - \theta_0). \quad (5.8)$$

当我們以同速反向开动計数管的时候,  $\omega$  反了一个符号,取正反向所得的  $\bar{\theta}$  的平均值就可以消去  $\omega$ ,但是  $\omega RC$  对均方寬度的影响用此法不能消去,因(5.8)中有  $2\omega^2 R^2 C^2$  这一項,所以我們必需把  $\omega RC$  尽可能减少,否則如果它在均方寬度中占了主要的地位,則虽然进行了校正,我們所得結果的誤差是較大的.

至于  $\omega RC$  对傅里叶系数的影响,我們只要以

$$I_2(\theta) = C_2 \left\{ 1 + 2 \sum_j A_{j2} \cos \left( 2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi \right) + 2 \sum_j B_{j2} \sin \left( 2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi \right) \right\} \quad (5.9)$$

代入(5.1),即得

$$I_1(\theta) = C_2 \left\{ 1 + 2 \sum_j \left[ A_{j2} + 2j \left( \frac{\pi\omega RC}{\theta_2 - \theta_1} \right) B_{j2} \right] \cos \left( 2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi \right) + \right. \\ \left. + 2 \sum_j \left[ B_{j2} - 2j \left( \frac{\pi\omega RC}{\theta_2 - \theta_1} \right) A_{j2} \right] \sin \left( 2j \frac{\theta - \theta_0}{\theta_2 - \theta_1} \pi \right) \right\}, \quad (5.10)$$

所以

$$\left. \begin{aligned} A_{j1} &= A_{j2} + 2j \left( \frac{\pi\omega RC}{\theta_2 - \theta_1} \right) B_{j2}, \\ B_{j1} &= B_{j2} - 2j \left( \frac{\pi\omega RC}{\theta_2 - \theta_1} \right) A_{j2}. \end{aligned} \right\} \quad (5.11)$$

上式清楚說明  $A$  系数受  $\omega RC$  的影响較小, 而  $B$  系数所受的影响則較大. 根据(5.11)式我們就可以从实验中直接求得的  $A_{j2}$ ,  $B_{j2}$  来計算  $A_{j1}$  及  $B_{j1}$ .

### 六、若干問題的討論

1) 采用重心位置来作結構分析的优点已为許多作者所提到, 本文的分析进一步显示了采用它来标志干涉綫紋位置的优点.  $\Delta_0^0 = \omega RC$ ,  $\Delta_1^0$  可以不計, 而  $\bar{\theta} - \theta_0$  由(2.20)、(2.19)和(2.31)給出.

2) 我們建議采用均方寬度, 其理由通过上面的分析已較明显. 采用它似可以避免采用积分寬度  $B_L$  时的一系列問題, 譬如关于选择最合适解析表达式的問題<sup>[11,8]</sup>, 直到最近还有研究者在进行許多的討論<sup>[12]</sup>.

采用均方寬度来求  $\bar{N}$  及  $\bar{e}^2$  时也有几种方法, 最好的是用同一个  $(hkl)$  面的不同級衍射綫的  $\sigma^2$  出发, 除去  $\left(\frac{\sigma_\lambda}{\lambda}\right)^2 \tan^2 \theta_0$  就得到  $\beta_0^2 + \bar{e}^2 \tan^2 \theta_0$ . 从几条綫就可求得  $\bar{e}^2$  及  $\bar{N}$ . 必需說明一点:  $N$  是晶面距的数, 对于第  $m$  級的衍射綫,  $\beta_0^2$  中的  $\bar{N}$  用  $m\bar{N}$  代替. 有的作者<sup>[11]</sup> 假設  $\sqrt{\bar{e}^2}$  和沿  $[hkl]$  方向的弹性模量成反比, 近似地說来无异是假設沿各个  $[hkl]$  方向的应力是相同的. 我們认为似缺乏根据. 事实上, 只要我們用同一晶面的不同級的衍射綫, 我們就可以不需要做任何的假設. 当然为此我們需要用較短的  $\lambda$ , 并采用較好的記錄设备, 如閃爍計数器和脉冲高度分析器等.

除此以外, 我們还可以从一条干涉綫紋来求  $\bar{e}^2$  及  $\bar{N}$ . 这已在上面提到, 不再重复.

在以往的許多作者的研究中, 都采用了所謂标准样品来消去仪器寬度. 这个样品的嵌块应当大到使  $\beta_0^2 \cong 0$ , 而且还应当使  $\bar{e}^2 \cong 0$ . 实际上这些条件是否得到滿足往往沒有証明. 即使存在这样的样品在消去仪器寬度时还得根据所选择的解析表达式, 而如果用均方寬度, 則有

$$\sigma^2(\text{样品}) - \sigma^2(\text{标准}) = \bar{e}^2 \tan^2 \theta_0 + \beta_0^2,$$

我們建議測定測角仪的諸光束几何参量, 并用之求出  $\bar{\psi}_0$  及  $\bar{\psi}_0^2$ .

3) 傅里叶級数法应用时需十分注意. 我們认为应用傅里叶方法似乎也只能通过  $\sigma^2$  来求  $\bar{e}^2$  及  $\bar{N}$ ; 和上述的方法相比, 是个間接而又費事的工作. Warren 及 Averbach 展开式中的  $A_j$  系数有个  $(1 - j/\bar{N})$  的因子之所以出現, 我們认为是由于他們假設(2.3)适用于整个  $-\frac{\pi}{2} \leq \xi \leq \frac{\pi}{2}$ , 而

$$\frac{\sin^2[N\xi]}{\sin^2[\xi]} = \sum_i^{N-1} \sum_j^i \cos 2(i-j)x = N + 2 \sum_{j=1}^{N-1} (N-j) \cos 2jx$$

的缘故。

## 附 录

表 1

$$F(\theta) = \frac{1}{2} \tan \theta + \frac{L'(\theta)}{L(\theta)} \quad \text{及} \quad \tan^2 \theta F(\theta) \quad \text{簡表}$$

$$\theta > 75^\circ \text{ 时 } F(\theta) \cong \frac{3}{2} \tan \theta$$

| $\theta$ | $F(\theta)$ | $\tan^2 \theta F(\theta)$ | $\theta$ | $F(\theta)$ | $\tan^2 \theta F(\theta)$ |
|----------|-------------|---------------------------|----------|-------------|---------------------------|
| 0°       | —∞          | —0.000                    | 50°      | 0.774       | 1.099                     |
| 5°       | —23.075     | —0.177                    | 55°      | 1.893       | 3.861                     |
| 10°      | —11.760     | —0.366                    | 60°      | 2.829       | 8.487                     |
| 15°      | —8.052      | —0.578                    | 65°      | 3.678       | 16.915                    |
| 20°      | —6.190      | —0.820                    | 70°      | 4.635       | 34.989                    |
| 25°      | —4.983      | —1.084                    | 75°      | 6.052       | 84.295                    |
| 30°      | —3.983      | —1.328                    | 80°      | 8.837       | 284.2                     |
| 35°      | —2.957      | —1.450                    | 85°      | 17.317      | 2262                      |
| 40°      | —1.789      | —1.260                    | 90°      | ∞           | ∞                         |
| 45°      | —0.500      | —0.500                    |          |             |                           |

表 2  $\lambda_0, \sigma_{\lambda^2}, \sigma_{\lambda^2}/\lambda_0^2$  之值

| 靶  | $\lambda_1$<br>(Å) | $\lambda_2$<br>(Å) | $\lambda_0 = \bar{\lambda}$<br>(Å) | $\Delta\lambda$<br>( $10^{-3}$ Å) | $\sigma_{\lambda_1^2}$<br>( $10^{-6}$ Å <sup>2</sup> ) | $\sigma_{\lambda_2^2}$<br>( $10^{-6}$ Å <sup>2</sup> ) | $\sigma_{\lambda^2}$<br>( $10^{-6}$ Å <sup>2</sup> ) | $\sigma_{\lambda^2}/\lambda_0^2$<br>$10^{-6}$ |
|----|--------------------|--------------------|------------------------------------|-----------------------------------|--|--|--|---|
| Cr | 2.28962            | 2.29351            | 2.29092                            | 3.89                              | 0.21   | 0.30   | 3.59   | 0.69  |
| Fe | 1.93597            | 1.93991            | 1.93728                            | 3.94                              | 0.19   | 0.25   | 3.66   | 0.97  |
| Co | 1.78892            | 1.79298            | 1.79021                            | 3.86                              | 0.12   | 0.16   | 3.43   | 1.07  |
| Ni | 1.65783            | 1.66168            | 1.65911                            | 3.85                              | 0.093  | 0.14   | 3.39   | 1.22  |
| Cu | 1.54050            | 1.54434            | 1.54178                            | 3.84                              | 0.040  | 0.079  | 3.32   | 1.40  |
| Mo | 0.70926            | 0.71354            | 0.71069                            | 4.28                              | 0.012  | 0.014  | 4.08   | 8.08  |

## 参 考 文 献

- [1] Wilson, *J. Scient. Instr.* **27** (1950), 321.
- [2] Eastabrook, *Brit. J. Appl. Phys.* **3** (1952), 349.
- [3] Trost, *Zt. Ang. Phys.* **7** (1955), 469.
- [4] М. М. Уманский, Д. М. Хейкер, Л. С. Зевин, *Кристаллография* **4** (1959), 372.
- [5] Г. В. Курдюмов, Л. И. Лысак, *Ж.Т.Ф.* **8** (1947).
- [6] A. Kochendörfer, *Zt. Krist. (A)* **105** (1944), 393.
- [7] Warren and Averbach, *J. Appl. Phys.* **21** (1950), 595.
- [8] 陈 旒, *金属学报* **3** (1958), 67.
- [9] Peiser, *X-ray Diffraction by Polycrystalline Materials*. Appendix 7.
- [10] Klug and Alexander, *X-ray Diffraction Procedures*.
- [11] Л. И. Лысак, *Вопросы Физики Металлов и Металловедения, АН УССР* (1952).
- [12] Я. М. Головчинер, *Зав. Лаб.* (1960) 431.

**THE INFLUENCE OF WORKING CONDITIONS OF X-RAY  
DIFFRACTOMETER ON THE POSITION OF THE  
CENTRE OF GRAVITY, THE MEAN-SQUARE  
WIDTH AND THE PROFILE OF  
INTERFERENCE LINES**

CHEN CHI

ABSTRACT

In this article general formulas are derived which account for the influence of X-ray geometry, the nonideal adjustment of goniometer and the parameters of recording system on the centre of gravity, on the mean-square width and on the Fourier coefficients of the line profile. Several related problems are briefly discussed.