

用差矢法标定高级劳厄点

刘文西 赵长安

1981 年 1 月 27 日收到

提 要

对于电子衍射谱的高级劳厄带斑点标定, 提出一种新的方法. 直接通过测定亮衍射斑的点间距和向量合成来标定高级劳厄带第一个衍射斑的指数, 进一步导出最靠近入射斑和其它的斑点指数.

目前报道的关于电子衍射谱高级劳厄带的标定方法^[1], 实际上只是对假定指数的一种验算, 计算也相当复杂, 因此有必要探讨一种简单直接的标定方法.

一、差矢指数与高级劳厄斑点指数间的关系

过去传统的电子衍射计算, 多是以入射斑为原点, 测定各衍射斑矢径 r_i 的参数(各个长度或其之间的夹角)^[2]. 但是较少注意到衍射斑点之间矢径差或称差矢的利用. 正如 r_i 对应于各倒易矢 g_i 一样, Δr 也应当对应于 Δg_i . 其中符合于布拉格衍射条件的两个亮斑点之间的 Δr 能够反映倒易矢 Δg 的大小和方向. 可以看出, 对于由零层与高层结点联成的 Δg 来说, 如果已知它的指数, 那么原点附近高级劳厄点的指数就可以简单地导出. 图 1 示出了部份反射球与两层倒易结点. 其中零层结点 A 与高层结点 B 和反射球相切, 其间的 Δg 指数假设已经设法标出, 为 hkl . g_1, g_2 是已经标定的零层倒易基矢. 则从图中的平移矢量来看, 应有

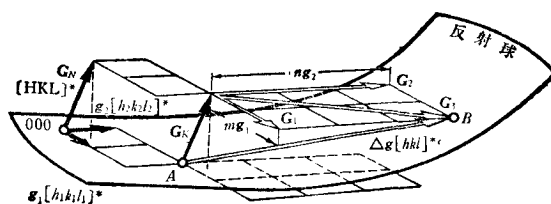


图 1

$$G_N = G_k; G_1 = mg_1; G_2 = ng_2.$$

此处 m, n 各为差矢 Δg 的终点相对它的起点移动 g_1, g_2 的整数倍, 这在衍射谱中是很易看出的. 则原点附近高级劳厄点的 G_N 可以表示如下:

$$G_N = G_k = \Delta g - G_1 - G_2$$

$$\text{故 } G_N = \Delta g - mg_1 - ng_2 \quad (1)$$

或写为

$$[HKL]^* = [hkl]^* - m[h_1k_1l_1]^* - n[h_2k_2l_2]^* \quad (1)$$

这里在选择使用 Δr 及 Δg 时, 需要注意三点:

1. 为了使 Δr 和 Δg 在量值上对应, 要求选择两个亮点间组成的差矢;
2. 为了标定 G_N 的指数, 所选用的 Δg 必须是搭接零层和高层的层间倒易矢量. 或者说要使用的 Δr , 它的两个端点分别为零级和高级劳厄点;
3. 为了计算方便, 规定 Δg 的方向: 它的起点在零层倒易面上, 而终点在高层倒易面上.

标定 G_N 指数的前题是首先标定 Δg 的指数. 一般在衍射谱上很容易量得 Δr 值, 并按 $d = L\lambda/\Delta r$ 求出面间距, 但它具有多种标定的可能性. 为了唯一地确定指数, 可根据矢量合成对应指数相加的规律^[3], 对其指数加以进一步地确定. 如图 2, 取三个亮点点, 其中 A, B 为零层斑点, C 为高层斑点. 按 r_i 和 Δr_i 直接写出所反映的 g_i 和 Δg_i 之间的关系:

$$\Delta g_3 = g_c - g_a,$$

$$\Delta g_2 = g_c - g_b,$$

$$\Delta g_1 = g_b - g_a,$$

则有

$$\Delta g_3 = \Delta g_1 + \Delta g_2. \quad (2)$$

显然这相当于原点附近的对应平移矢量之间的关系: $g'_3 = g'_1 + \Delta g'_2$. 可以看出, 这说明原点 O 连同其附近的倒易矢 g_i 可以平移到其它结点 (图 2 中 A 点), 并构成与 g_i 等价的

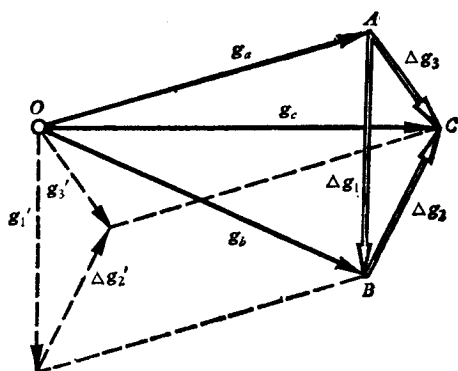


图 2

矢量. 一般对于倒易点阵来说, 由于各结点结构消光的差异, 这种原点沿各结点任意平移是不允许的. 但如上所述, 从矢量几何关系来看, 这种平移却是完全成立的. 由此可知, 电子衍射谱中的任何亮点均可作为测量 r_i 的原点. 至于这种方法造成的误差将在后面分析.

在标定指数时, 两个同层斑点构成的矢量, 均是已知的, 因为都可与一定的零层矢量相对应. 则只要量出另两个差

矢 Δr , 求出 d 和可能的指数. 再按差矢合成方法, 来选择 Δg 的指数. 在计算中可以选四个亮点. 但可借助于广义晶带定律计算出劳厄级指数 N , 并判定其合理性, 或借助于矢量指数间的特殊关系式, 经常选择三点, 就可以得出结果.

二、举 例

例 1 图 3 的衍射谱已标为 $Fe_3C [\bar{3}11]$ 零级劳厄带, 其中 $g_1 = [01\bar{1}]^*$, $g_2 = [112]^*$.

1) 此处倒易矢 $G_N = Ha^* + Kb^* + Lc^*$, 简写为 $[HKL]^*$. 其余写法类推.

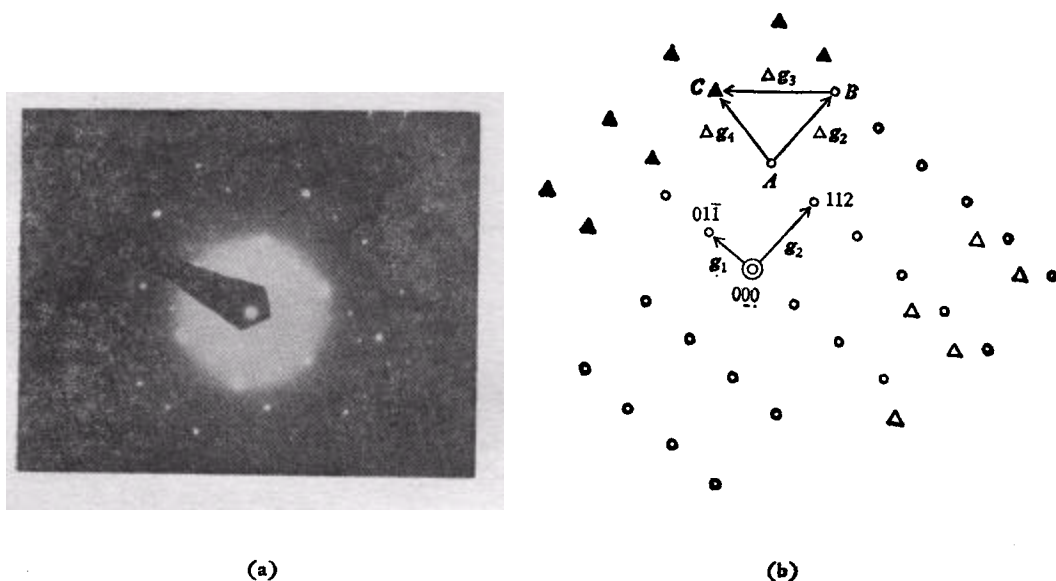


图 3

○ 为 $N=0$; ▲ 为 $N=1$; △ 为 $N=\bar{1}$

标定高级劳厄点的程序如下:

1. 如图 3(b), 选择谱中三个亮斑点 A, B, C , 其中 C 为高级劳厄点. 组成矢量三角形, 其中 $\Delta g_2 = g_2$, 指数已知为 $[112]^*$.

2. 测定另两边 Δr_i , 计算相应的 d 值, 并查出可能的 $h_i k_i l_i$.

$$\Delta r_3 = 11.9; d_3 = 1.89; h_3 k_3 l_3 \text{ 202, 113}$$

$$\Delta r_4 = 9.5; d_4 = 2.38; h_4 k_4 l_4 \text{ 112, 021}$$

3. 按(2)式 $\Delta g_1 = \Delta g_2 + \Delta g_3$, 则只能有

$[02\bar{1}]^* = [112]^* + [\bar{1}\bar{1}3]^*$. 计算 $N = hu + kv + lw = 1$, 说明结果合理. 则 $\Delta g_1 = [02\bar{1}]^*; \Delta g_3 = [\bar{1}\bar{1}3]^*$.

4. 按(1)式, 求距原点最近的 G_N 指数:

$$G_{+1} = \Delta g_1 - mg_1 - ng_2 = [02\bar{1}]^* - [01\bar{1}]^* = [010]^*, \quad m = 1, n = 0;$$

或

$$G_{+1} = \Delta g_3 - mg_1 - ng_2 = [\bar{1}\bar{1}3]^* - [01\bar{1}]^* + [112]^* = [010]^* \quad m = 1, n = \bar{1}.$$

在上述对顶网格中并有 $G_{-1} = -G_{+1} = [0\bar{1}0]^*$.

例 2 图 4 衍射谱已标出 $M_6C[114]$ 零级劳厄带, 其中 $g_1 = [\bar{2}20]^*$, $g_2 = [\bar{1}\bar{3}1]^*$. 标定高级劳厄带的程序如下:

1. 如图 4(b), 选 A, B, C 三点, 组成三角形. 其中 B, C 两点为高级劳厄点, 且 $\Delta g_2 = [\bar{1}\bar{3}1]^*$.

2. 测定 Δr_i , 计算 d_i , 查出可能的 $h_i k_i l_i$.

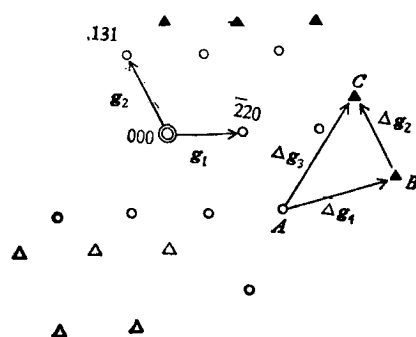
$$\Delta r_1 = 12.2; d = 2.50; h_1 k_1 l_1 \text{ 331, 420.}$$

$$\Delta r_3 = 14.1; d = 2.16; h_3 k_3 l_3 \text{ 333, 511.}$$

这是一种较为复杂的情况. 其中一个面间距 d_3 对应双指数族; 另一个与相近面间距数值



(a)



(b)

图 4

○ 为 $N=0$; ▲ 为 $N=\bar{2}$; △ 为 $N=2$

差别不大,两种情况都有可能.

3. 按图 $\Delta g_3 = \Delta g_2 + \Delta g_4$, 列出以下指数关系,并算出相应的高级劳厄级指数 N .

$$[\bar{5}\bar{1}1]^* = [\bar{7}\bar{3}1]^* + [\bar{4}20]^*, \quad N = -2, \text{ 合理};$$

$$[\bar{3}\bar{3}\bar{3}]^* = [\bar{1}\bar{3}1]^* + [402]^*, \quad N = 12, \text{ 否定};$$

$$[\bar{3}\bar{3}\bar{3}]^* = [\bar{1}\bar{3}1]^* + [\bar{2}0\bar{4}]^*, \quad N = 18, \text{ 否定}.$$

则 $\Delta g_3 = [\bar{5}\bar{1}1]^*$; $\Delta g_4 = [\bar{4}20]^*$.

4. $G_{-2} = \Delta g_4 - m g_1 - n g_2 = [\bar{4}20]^* - [\bar{2}20]^* = [\bar{2}00]^* \quad m=1, n=0$. 同时在对顶网格中, $G_{+2} = -G_{-2} = [200]^*$.

三、差矢的误差分析

由于 Δg 与投影面的夹角增大,则有必要对由此引起的误差作初步的估计. 如图 5,

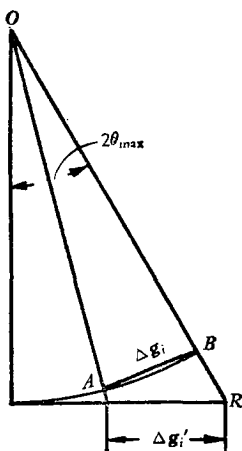


图 5

假定有一系列径向分布的 Δg_i , 它相应的投影为 $\Delta g_i'$. 最大误差是当矢量终点 B 在衍射极限角 $2\theta_{\max} (< 6^\circ)$ 的边缘处, 同时 $\Delta g \rightarrow 0$. 此时显然 $OA \parallel OR$, $AB \perp BR$. 最大计算径向误差:

$$\Delta_{\max} = \lim_{|\Delta g_i| \rightarrow 0} \frac{|\Delta g_i'| - |\Delta g_i|}{|\Delta g_i|} = \sec(2\theta_{\max}) - 1 = 0.0055.$$

通常 $2\theta \leq 2^\circ$, 一般误差 $\Delta \leq 0.0016$. 其周向误差与 Δg 大小有关, 其值在上述两值范围之内. 则差矢误差一般比电子衍射的测量误差要小一个数量级. 说明这种方法是可行的.

还需说明选取斑点的细节. 一是前文提到的亮斑点符合布拉格衍射条件, 这一点只是为了简化推导而引用的.

实际选择的斑点只要求相对强度大些. 经过实测证明, 这种情况的误差并不大. 二是选取的 Δr 不要太长. 因为这样, d 值较小经常对应着多指数

族,使标定过程复杂化。三是作为特例 $\Delta \mathbf{g} = \mathbf{g}$, 差矢端点也可以选择原点。

四、用差矢法标定不同倒易面的衍射谱

关于高级劳厄带和不同倒易面计算的假设,是设想的两种极端理想的情况。前者假定高层倒易棒严格垂直于零层倒易面^[1],并计算垂足的投影点在零层的位置;后者强调的是不同倒易面的特征结点与反射球相切。实际遇到的绝大多数情况是介于二者之间的,即既不严格垂直,也不准确相切。并且经常遇到对于同一个衍射谱,用上述两种处理方法计算得到相同的结果。这说明没有必要把这两种情况绝然分开,而又采取完全不同的标定方法。用差矢法同样可以标定不同倒易面的电子衍射谱。例如图 6,已标出 $\mathbf{g}_1, \mathbf{g}_2$ 所在的倒易面,再选亮点 B 。

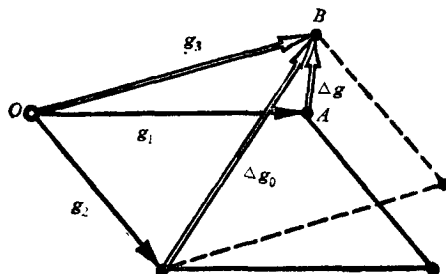


图 6

则有

$$\mathbf{g}_3 = \Delta \mathbf{g}_0 + \mathbf{g}_2,$$

$$\mathbf{g}_3 = \Delta \mathbf{g} + \mathbf{g}_1.$$

即可确定指数。

五、结 论

1. 差矢合成时,原点及 $\mathbf{g}_i$ 矢量,可沿任意亮衍射斑平移。根据亮斑点之间的距离及相应面间距,通过下式可以确定差矢的指数:

$$\Delta \mathbf{g}_3 = \Delta \mathbf{g}_1 + \Delta \mathbf{g}_2.$$

2. 入射斑附近的高级劳厄点与差矢指数之间满足下列关系式:

$$\mathbf{G}_N = \Delta \mathbf{g} - m\mathbf{g}_1 - n\mathbf{g}_2$$

或

$$[HKL]^* = [hkl]^* - m[h_1k_1l_1]^* - n[h_2k_2l_2]^*.$$

3. 电子衍射谱的高级劳厄带和不同倒易面是互相联系的两种情况,两者均可用差矢法来标定指数。

参 考 文 献

- [1] P. B. Hirsch *et al.*, *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Butterworths, London, (1975), 114.
- [2] K. W. Andrews *et al.*, *Interpretation of Electron Diffraction Patterns*, Hilger, London, (1971), 26.
- [3] Л. М. Утецкий, *Дифракционная электронная микроскопия в металловедении*, Металлургия, Москва, (1973), стр. 80.

INDEXING OF HIGH ORDER LAUE SPOTS BY A DIFFERENCE VECTOR METHOD

LIU WEN-XI ZHAO CHANG-AN

ABSTRACT

A new indexing method on the spots of high order Laue zone in electron diffraction pattern has been developed. The first spot indices of high order Laue zone are determined immediately by means of measuring the distances between the bright diffraction spots and a vector composition procedure the indices of the spot closest to the centre and other spots are then derived.