

求出二者的差值. 为了避免 γ 峰两侧翼不对称引起问题, 只取峰上半部 (75% 峰高以上) 的实验点做拟合. 这种做法的可靠性和优点也有过评论^[3]. ^{181}Hf 的 γ 峰在理论上是高斯曲线; 由于我们关心的是峰位相对改变, 对峰的上半部也近似来用二次函数拟合. 我们反复检验了计算程序对峰位变化的灵敏性和可信度, 表明用此方法求峰位相对变化, 引入误

表 1 e^+ 湮没峰与基准 γ 峰峰位的相对变化

样 品	^{181}Hf 峰位(道)	e^+ 峰位(道)	二峰位差(道)
国产 AD-1 高纯铝	5204.05	5478.97	274.92
	5203.91	5479.01	275.10
	5203.84	5478.92	275.08
	5203.81	5478.73	274.92
	5203.79	5478.80	275.01
	5203.69	5478.69	275.00
	5203.62	5478.61	274.99
	5203.63	5478.55	274.92
	5203.32	5478.30	274.98
	5203.32	5478.19	274.87
	5203.24	5478.24	275.00
	5203.27	5478.32	275.05
	5203.19	5478.15	274.96
	平均 5203.59 $\pm$ 0.28	5478.58 $\pm$ 0.30	274.98 $\pm$ 0.06
苏产 AD-1 高纯铝	5204.40	5479.56	275.16
	5204.47	5479.39	274.92
	5204.32	5479.28	274.96
	5204.18	5479.19	275.01
	5203.57	5478.62	275.05
	5203.55	5478.54	274.99
	5203.49	5478.57	275.08
	5203.46	5478.50	275.04
	5203.41	5478.39	274.98
	5203.41	5478.46	275.05
	5203.36	5478.40	275.04
	5203.34	5478.33	274.99
	5203.37	5478.37	275.00
	平均 5203.72 $\pm$ 0.42	5478.74 $\pm$ 0.42	275.02 $\pm$ 0.06

差 $< 2\text{eV}$.

每种样品在 12 小时内重复测量 13 次, 峰位漂移约 1 道. 因此, 单独测量 γ 能峰的峰位, 13 次重复测量精度为 ± 0.4 道, 相当于 $\pm 40\text{eV}$. 而利用同时测量基准峰相比较, 则可排除仪器漂移的影响, 精度达到 ± 0.06 道, 相当于 $\pm 6\text{eV}$. 实验结果见表 1 和图 1, 其中峰位的误差是由于两峰同向漂移引起的, 在峰位差中排除了这一影响, 因而达到高的精度.

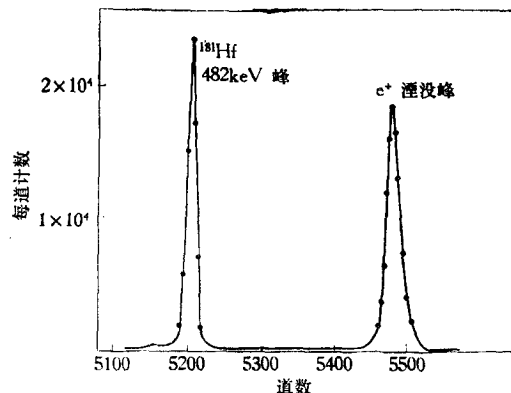


图 1 e^+ 湮没峰和 ^{181}Hf 482keV γ 峰

实验结果表明, 本工作测量湮没 γ 射线能量的精度可达到 $\pm 6\text{eV}$. Fransson 等^[4] 曾经测定正电子在几种金属中湮没 γ 射线的能量, 得出正、负电子的静止质量在 $\pm 20\text{ppm}$ 内一致的结论. 本工作测量使用同一个正电子源, $m_e + c^2$ 值相同, 比较表 1 中的实验数据, 表明在这两种铝样品中, 电子静止质量在 10eV 水平上是一致的.

作者对徐元彪同志给本实验的支持与协助表示感谢.

参 考 文 献

- [1] K. Shizuma, H. Inoue, Y. Yoshizama, *Nucl. Instr. Meth.*, **137**(1976), 599.
- [2] S. Berko, J. S. Plaskett, *Phys. Rev.*, **112**(1958), 1877.
- [3] K. Shizuma, *Nucl. Instr. Meth.*, **150**(1978), 447.
- [4] K. Fransson *et al.*, *Nucl. Instr. Meth.*, **138**(1976), 479.

PRECISE MEASUREMENT OF THE POSITRON ANNIHILATION RADIATION IN ALUMINUM

WANG YUN-YU ZHANG TIAN-BAO TANG XIAO-WEI

(Institute of High Energy Physics, Academia Sinica)

ABSTRACT

The radiation of positron annihilation in two aluminum samples from different origins was measured with the Ge(Li) detector. Using the 482 keV γ peak of ^{181}Hf as reference, the relative positions of the annihilation peak centers were repetitively determined, the precision of the determination reached $\pm 6\text{eV}$. The results show that the rest mass of electron in these two different aluminum samples is consistent on 10eV level.

偏硼酸钡低温相的晶体结构

卢绍芳 何美云 黄金陵

(中国科学院福建物质结构研究所)

1981 年 8 月 21 日收到

提 要

本文报道了新型倍频材料——偏硼酸钡 $[\text{Ba}_3(\text{B}_3\text{O}_6)_2]$ 低温相的晶体结构。晶体属三方晶系,空间群为 C_3^2-R3 ,取六方坐标系,晶胞参数为 $a = b = 12.532 \text{ \AA}$, $c = 12.717 \text{ \AA}$, $z = 6$ 。在 Philips PW-1100 四圆衍射仪上收集到独立衍射 693 个。采用重原子法通过三维帕特逊和三维傅里叶合成测定结构,并用对角矩阵最小二乘法修正至 $R = 0.046$ 。该晶体是一个由 Ba^{2+} 和 $(\text{B}_3\text{O}_6)^{3-}$ 环交错组成的层状阶梯式结构。其阴离子 $(\text{B}_3\text{O}_6)^{3-}$ 环基本上是平面状的。基团平面垂直于三次轴; Ba^{2+} 近邻有 7 个氧原子。将此结构与偏硼酸钡高温相比较表明,由于钡阳离子的非中心对称分布改变了阴离子硼氧环共轭基团的电子云密度,这一结构上的变化对该晶体的倍频效应做了主要贡献。

偏硼酸钡低温相晶体是本所晶体材料室首先发现的新型倍频晶体。早在 1949 年 Levin 和 McMurdie 已经报道, $\text{BaO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3$ 存在两种异构体,即高温相和低温相。 $\text{Ba}_3(\text{B}_3\text{O}_6)_2$ 高温相晶体结构已经在 1966 年由 Mighell 等人发表^[1]。而对偏硼酸钡低温相的物相研究仅在 1969 年 Hübner 的文章^[2]中简单提及,该文中报道了偏硼酸钡低温相的单胞参数和空间群,没有测定结构。

一、实验及结构分析

偏硼酸钡低温相的大块透明单晶是从 $\text{BaB}_2\text{O}_4-\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$ 二元体系中 ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$ 的配比为 13 mol%) 通过高温提拉法生长而成的^[3]。由单晶样品研磨成的粉末拍摄多晶衍射谱,所得的数据与 Hübner 所报道的数据符合,确定其物相为偏硼酸钡低温相。化学分析证实样品不含有 Na。

晶体的背射劳厄照片上呈现三次轴的对称性,同时,沿这一方向将晶体放在偏光显微镜下做了光学性质测试,观察到单轴晶体的特征干涉图样,进一步验证了晶体中存在三次轴以上的高次轴。借助魏森堡及旋进衍射照相图定出了晶胞参数及空间群如下:晶系:三方;可能的空间群: C_3^2-R3 , C_{3v}^2-R3m , D_3^2-R32 ;系统消光规律: $-H + K + L = 3n$;晶胞参数(六方坐标系): $a = b = 12.532 \text{ \AA}$; $c = 12.717 \text{ \AA}$; $z = 6$; ρ_0 —— 3.845 g/cm^3 (采用排量法测量); ρ_c —— 3.852 g/cm^3 。本文测定的偏硼酸钡低温相晶体结构参数及对称性与 Hübner 不同。表 1 列出两种晶胞参数。以 a_H, b_H, c_H 代表 Hübner 晶胞的参数; a, b, c 为本文测定得到的晶胞参数。

表 1

	Hübner 单 胞	本文测定的单胞
晶 系	单 斜	三 方
空 间 群	$C_{2h}^2-C^2/c$	$C_3^2-R3; C_{3v}^2-R3m; D_3^2-R32$
晶胞参数	$a_H = 11.133 \text{ \AA}$ $b_H = 12.67 \text{ \AA}$ $c_H = 8.381 \text{ \AA}$ $\beta = 100^\circ 2' \quad z = 12$	$a = 12.532 \text{ \AA}$ $b = 12.532 \text{ \AA}$ $c = 12.717 \text{ \AA}$ $\beta = 90^\circ \quad \gamma = 120^\circ \quad z = 6$
计算密度	3.838 g/cm^3	3.852 g/cm^3

仔细分析 Hübner 所报道的晶体学参数,并与本文所得的结果进行比较,我们发现,这两套晶胞参数所反映的实际上是同一个点阵,只是晶胞的选法不同而已。我们可以通过矩阵变换先把 Hübner 晶胞转换成本文三方晶系的斜方坐标晶胞,并由斜方坐标进一步变换到本文测定的晶胞,即

$$\begin{bmatrix} a \\ b \\ c \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{\sqrt{3}} & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -1 & 0 & 2 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_H \\ b_H \\ c_H \end{bmatrix}$$

问题在于, Hübner 所给的空间群没有充分表达出晶体的固有对称性,他把晶体的空间群弄错了。按照 Hübner 的结果,此晶体空间群属于 C^2/c , 有对称心。但倍频实验中所测

表 2

原 子	位置	x/a	y/b	z/c	$\beta_{11} \times 10^3$	$\beta_{22} \times 10^3$	$\beta_{33} \times 10^3$	$\beta_{12} \times 10^3$	$\beta_{23} \times 10^3$	$\beta_{13} \times 10^3$
Ba (1)	(9b)	0.33004	0.02486	0.00006	583	578	510	-40	123	623
Ba (2)	(9b)	0.33014	0.30632	0.50008	381	558	452	-64	123	563
O (1)	(9b)	0.64450	0.42820	0.03200	595	1170	565	-810	-31	899
O (2)	(9b)	0.57200	0.35501	0.53125	332	1170	513	-91	360	724
O (3)	(9b)	0.41953	0.91340	0.12979	1250	869	974	293	190	750
O (4)	(9b)	0.08577	0.58052	0.63140	439	1040	1190	-4	222	1330
O (5)	(9b)	0.85833	0.57103	0.02440	471	665	727	687	-127	206
O (6)	(9b)	0.86018	0.28979	0.52259	1380	508	415	-552	130	865
O (7)	(9b)	0.25216	0.70754	0.12073	1190	876	287	-380	4	763
O (8)	(9b)	0.29165	0.74946	0.62284	870	1180	770	-490	85	924
B (1)	(9b)	0.76709	0.45495	0.03344	381	275	1470	681	244	1340
B (2)	(9b)	0.54679	0.23537	0.52875	613	360	536	-20	-29	-72
B (3)	(9b)	0.37631	0.79704	0.12229	445	622	347	-388	632	-261
B (4)	(9b)	0.20466	0.62433	0.62586	1010	843	400	65	380	845

得的相当可观的倍频效应证明这个晶体是没有对称心的。而对晶体进行的光学观察也预示着这一晶体存在三次轴的可能性。这些讨论证实我们测得的结构参数是正确的。

在进行偏硼酸钡的 X 射线结构分析时,由大块单晶取下小颗粒晶体,磨制成半径约为 0.1 mm 的球形晶体。在 Philips PW-1100 四圆衍射仪上收集晶体的三维衍射强度数据,独立反射点为 693 个。从录谱所得的三维衍射数据来看,除了满足 R 点阵的消光规律外,似乎还存在着另一消光规律,即在 $H\bar{H}0L$ ($H + L = 3n$) 类型的衍射点中,大多数 $L = 2n + 1$ 的衍射不出现,只有少数强度弱的数据违背这条规律,因此,其空间结构将是相当接近于 C_{3v}^6-R3c 的。结构分析采用重原子法,由三维帕特逊图的高峰分布情况,确定空间群为 C_{3v}^6-R3 , 按此空间群定出的钡原子坐标计算结构因子,所得的结构偏离因子 R 为 0.134。计算电子云密度三维傅里叶合成,定出氧原子和硼原子的坐标,接着用对角矩阵最小二乘法进行修正,偏离因子 R 达到 0.046。所得到的坐标及各向异性温度因子均列于表 2。

全部计算采用自编程序在国产 TQ-16 计算机上进行。

二、结构描述

偏硼酸钡低温相是一个由二价钡离子和三价硼氧环阴离子交错分布的离子晶体。沿

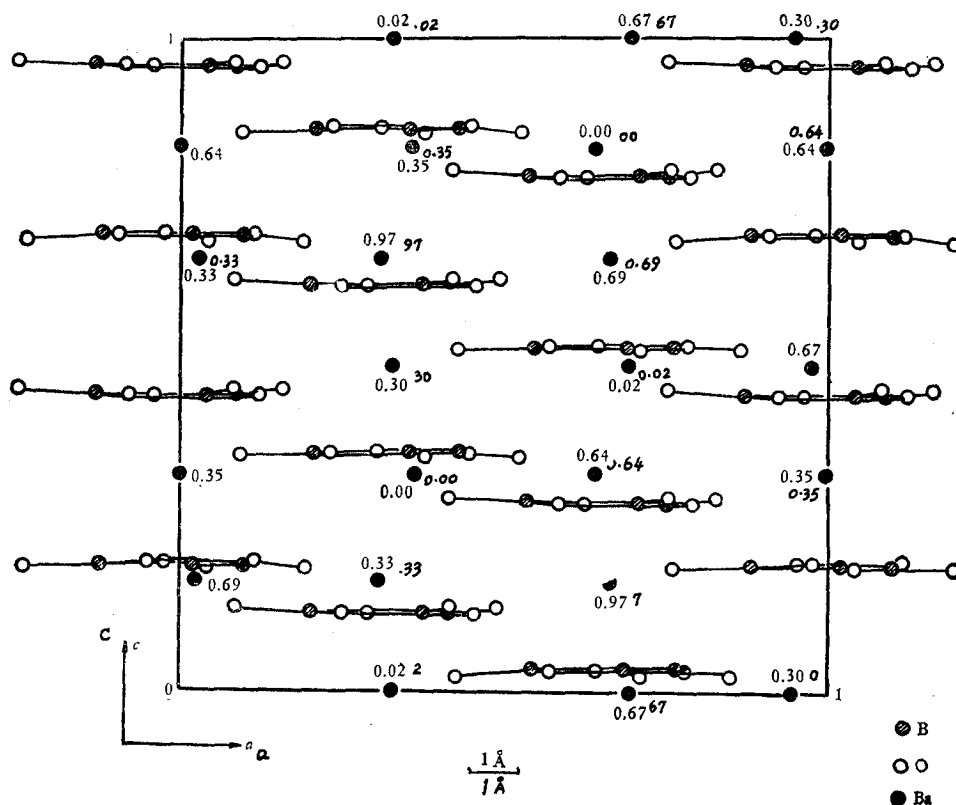


图 1

(原子旁边的数字表示原子的 y 轴坐标)

