

倾转晶体电子衍射图的自动标定

杨奇斌 张修睦 常 昕

(中国科学院金属研究所)

1981年10月26日收到

提 要

用电子计算机标定倾转晶体电子衍射斑点指数的计算公式如下：

$$[hkl] = [xy0] \Gamma^{(\theta)} \Gamma^{(\omega_0 - \omega)} \Gamma^{(\theta_0)} \mathbf{P}^{-1} \mathbf{H},$$

其中 θ, ω 为倾转角, θ_0, ω_0 为初始倾转角。一个适合于任意晶系的计算机程序已经编写出来。与极图法比较起来, 用计算机标定既简便又迅速。

一、引 言

在使用电子计算机进行材料的衍射分析时, 例如位错柏氏矢量的测定, 两部份晶体之间原子刚性位移的测定及应力场的分析等, 需要标定各种倾转角度下电子衍射斑点的密勒指数。传统的办法是利用极图进行标定^[1,2], 这种方法既费时间又烦琐, 而且受到如下限制: 1. 对于非立方晶系, 如六角晶系、四方晶系由于 U, V 及 W 的不可交换性, 所需极图数量比立方晶系要多得多, 且随 a, c 轴比的变化而变化。对于其他晶系的极图则更为复杂; 2. 一般用极图标定需要利用测角台处于零度位置的衍射斑点作为标定的基础, 但它往往对应于一高指数的倒易面, 而高指数的倒易面往往无现成的极图可用。利用旋转角处于非零度位置的倒易面进行标定, 过程较复杂, 而利用电子计算机进行标定速度快, 而且克服上述各种局限性。然而, 过去的电子计算机程序仅适用于一个倒易面^[3-5]。本文中编写出一个可用来标定任意晶系和任意倾转角度的电子衍射图的程序。

二、计算公式

电子显微镜的测角台有旋转台与双倾台两种, 我们以双倾台为例进行分析, 所得结果稍加修改即可适用于旋转台。

1. 坐标系的选择

为了便于计算电子衍射斑点的密勒指数, 我们选择了 \mathbf{X}, \mathbf{T} 和 \mathbf{A}^* (如图1所示) 三套坐标系。其中 \mathbf{X} 为与电子显微镜相对固定的笛卡儿坐标系, 其单位矢量为 $\mathbf{i}, \mathbf{j}, \mathbf{k}$, 长度为一毫米。其中 \mathbf{i} 与双倾台的一个倾轴相平行, \mathbf{k} 与电子显微镜的光轴相平行。 \mathbf{T} 坐标系为与样品架(或样品)相对固定的坐标系, 其单位矢量为 $\mathbf{t}_1, \mathbf{t}_2, \mathbf{t}_3$, 长度亦为一毫米, 其中 \mathbf{t}_2 为第二倾轴的方向。当两倾轴处于零度位置时, \mathbf{X}, \mathbf{T} 二坐标系相重合。 \mathbf{A}^* 坐

标系即晶体的倒易点阵基矢. 设在某一套倾角下, \mathbf{A}^* 坐标系与 \mathbf{X} 坐标系的变换矩阵为 \mathbf{S} , 则有

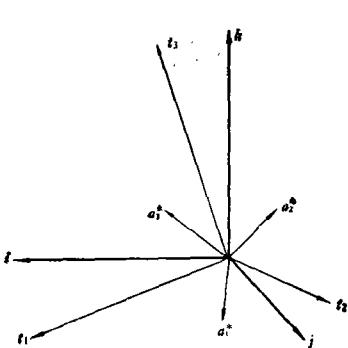


图 1 三套坐标系示意图

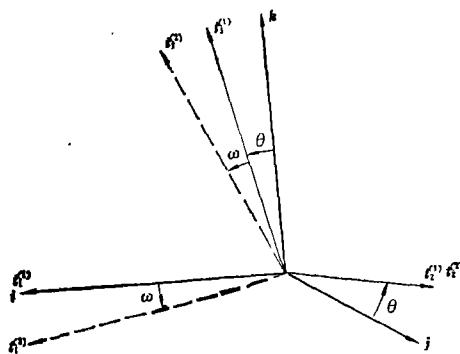


图 2 T 坐标系旋转 θ, ω 角以后的位置示意图

$$\mathbf{A}^* = \mathbf{S} \mathbf{X} \quad (1)$$

及

$$[hkl] = [xyz] \mathbf{S}^{-1}, \quad (2)$$

其中 x, y, z 为某一衍射斑点在 \mathbf{X} 坐标系中的坐标值, 由于衍射斑点都处于与 \mathbf{k} 相垂直且通过原点的平面内, 故 $z = 0$, hkl 为该衍射斑点的密勒指数. (2)式表明, 已知变换矩阵 \mathbf{S} 即可由衍射斑点在 \mathbf{X} 坐标系中的坐标值求得该衍射斑点的密勒指数.

2. 求解变换矩阵 \mathbf{S}

1) T, X 坐标系间的变换矩阵

当双倾台的倾角处于 θ, ω 的位置时, \mathbf{X}, \mathbf{T} 二坐标系之间的关系如图 2 所示. 显然

$$\mathbf{T} = \Gamma^{(\omega)} \Gamma^{(\theta)} \mathbf{X}, \quad (3)$$

其中

$$\Gamma^{(\theta)} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \theta & \sin \theta \\ 0 & -\sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix}, \quad \Gamma^{(\omega)} = \begin{bmatrix} \cos \omega & 0 & -\sin \omega \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \omega & 0 & \cos \omega \end{bmatrix}.$$

2) 设在双倾台的倾角为 $\theta = \theta_0, \omega = \omega_0$ 时摄得一张电子衍射照片, 内有两个不在一直线上且离原点最近的两个衍射斑点, 其密勒指数为 $(h_1 k_1 l_1)$ 及 $(h_2 k_2 l_2)$, 它们在 \mathbf{X} 坐标系中的坐标值分别为 $x_1, y_1, 0$ 及 $x_2, y_2, 0$, 则得

$$\begin{aligned} \mathbf{g}_1 &= h_1 \mathbf{a}_1^* + k_1 \mathbf{a}_2^* + l_1 \mathbf{a}_3^*, \quad \mathbf{g}_2 = h_2 \mathbf{a}_1^* + k_2 \mathbf{a}_2^* + l_2 \mathbf{a}_3^*, \\ \mathbf{g}_3 &= \mathbf{g}_1 * \mathbf{g}_2 / (|\mathbf{g}_1| |\mathbf{g}_2|) = h_3 \mathbf{a}_1^* + k_3 \mathbf{a}_2^* + l_3 \mathbf{a}_3^* \end{aligned}$$

以及

$$\mathbf{H} \mathbf{A}^* = \mathbf{P} \mathbf{X}, \quad (4)$$

其中

$$\mathbf{H} = \begin{bmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \\ h_3 & k_3 & l_3 \end{bmatrix}, \quad \mathbf{P} = \begin{bmatrix} x_1 & y_1 & 0 \\ x_2 & y_2 & 0 \\ 0 & 0 & L\lambda \end{bmatrix},$$

矩阵 \mathbf{P} 中的 $L\lambda$ 为仪器常数. 因为这时双倾台处于 $\theta = \theta_0, \omega = \omega_0$, 由(3)式及(4)式

得

$$T = \Gamma^{(\omega_0)} \Gamma^{(\theta_0)} P^{-1} H A^*. \quad (5)$$

将(5)式代入(3)式得

$$A^* = H^{-1} P \Gamma^{(\theta_0)} \Gamma^{(\omega - \omega_0)} \Gamma^{(\theta)} X$$

及

$$[hkl] = [xy0] \Gamma^{(\theta)} \Gamma^{(\omega_0 - \omega)} \Gamma^{(\theta_0)} P^{-1} H = [xy0] S^{-1}. \quad (6)$$

三、操作步骤

1. 测定双倾台的倾轴在照相底板上的方向^[6], 将其定为 *i* 轴. *j* 轴处于底板的平面内且与 *i* 相垂直.

2. 选择一张具有完整倒易面的电子衍射底板, 从中选择两个离中心斑点最近且不在一直线上的两个衍射斑点, 用人工的方法将其指标化为 $(h_1 k_1 l_1)$ 及 $(h_2 k_2 l_2)$.

3. 将待定的各衍射斑点的坐标值[包括 $(h_1 k_1 l_1)$ 及 $(h_2 k_2 l_2)$ 两个衍射斑点在内] x_i, y_i 及它们的转角 θ_i, ω_i 及点阵常数、仪器常数输入电子计算机, 利用(6)式即可求出各衍射斑点的密勒指数.

我们对面心立方的镍固溶体, 六角密堆的 α -Ti 及四方晶系的 σ 相的电子衍射斑点用极图和电子计算机同时进行了标定, 二者所得结果完全一致, 说明程序是可靠的, 而且操作是方便的.

四、讨 论

1. 由于电子衍射斑点具有 180° 的不唯一性, 所以一张底板有两种不等价的标法, 解决这一问题的途径有二: 其一是选择有二次对称轴的倒易面进行预先标定, 这样的倒易面无 180° 的不唯一性; 其二是对两种不同标法的计算结果的误差进行比较, 误差小的即是正确的标法.

2. 对于旋转台只要将 $\Gamma^{(\omega)}$ 改成

$$\Gamma^{(\omega)} = \begin{bmatrix} \cos \omega & \sin \omega & 0 \\ -\sin \omega & \cos \omega & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

的形式即可.

参 考 文 献

- [1] O. Johari and G. Thomas, The Stereographic Projection and Its Applications, Techniques of Metals Research, ed R. F. Bunshah, Interscience, New York, (1969).
- [2] K. W. Andrews, D. J. Dyson and S. R. Keown, Interpretation of Electron Diffraction Patterns, Hilger, London, (1971).
- [3] R. Buckseh, *J. Appl. Cryst.*, 6(1973), 304.
- [4] 金属研究所电镜实验室, 金属学报, 11(1975), 183.
- [5] 金属研究所电镜实验室, 金属学报, 12(1976), 198.

[6] C. E. Feltner and L. R. Sefton, Ford Motor Co. Tech. Rept., No. SL (1964). 64.

AUTOMATIC INDEXING OF ELECTRON DIFFRACTION PATTERNS FROM TILTED CRYSTAL

YANG QI-BING ZHANG XIU-MU CHANG XIN

(Institute of Metal Research, Academia Sinica)

ABSTRACT

The formula of indexing electron diffraction patterns from tilted crystal is as follows,

$$[hkl] = [xy0] \mathbf{F}^{(\theta)} \mathbf{F}^{(\omega_0 - \omega)} \mathbf{F}^{(\theta_0)} \mathbf{P}^{-1} \mathbf{H},$$

where θ, ω are rotating angles and θ_0, ω_0 primary ones. A program applicable to all the crystal systems has been worked out. This method is simpler and faster than that of stereographic projection.