

# 背射 Kossel 衍射线的指标化

范得培 韩福森

(南京大学物理系) (中国科学院物理研究所)

1985年3月17日收到

## 提 要

背射 Kossel 线衍射花样由于各衍射圆锥不共顶点,因此它的指标化有一定困难,特别是对非立方晶系.

本文论述两种对立方晶系和非立方晶系都适用的背射 Kossel 线衍射花样指标化的方法.用本文介绍的极图法或计算机程序方法可以很容易地测定背射 Kossel 线的衍射指数.

第一种方法的特点是简单而且直观;第二种方法自动化程度高,且可以使用误差较大的测量数据.

## 一、引 言

背射 Kossel 线各衍射圆锥不共顶点,因此其衍射花样的指标化存在一定的困难.目前尚未见到背射法指标化方法的报道.背射法有很多优点.样品又易制备.应力应变分析<sup>[1]</sup>、半导体异质外延的界面错配<sup>[2]</sup>等工作更宜采用.所以背射法是广泛应用的.其衍射花样的指标化就更为重要.

背射 Kossel 线的衍射几何见图1.  $s$  为 X 射线点光源,  $s'_1$  和  $s'_2$  是不同衍射面产生的衍射圆锥的顶.  $D$  和  $h$  是样品到底片和到光源  $s$  的距离.  $\phi = 90^\circ - \theta$ ,  $\theta$  为 Bragg 角.  $\delta$  是晶面和样品表面的夹角.  $x_1, x'_1; x_2, x'_2$  是点光源  $s$  在底片上的投影点分别到衍射椭圆两端点的距离.由于  $s'_1$  和  $s'_2$  在底片上的投影点无法确定,从而  $\Delta_1$  和  $\Delta_2$  也无法测量,指标化的困难就在于此.本文报道的两种指标化方法各具特点,适用各种晶系.

## 二、利用极图的指标化方法

原理 背射 Kossel 线花样由很多椭圆、圆组成,很远的地方偶然有抛物线.见图2.照片上的大圆是接近样品表面的衍射面所产生的,其面指数是可知的.由于实验条件不同,大圆可能出现高阶指数.圆心即表面法线与底片的交点.大圆指数的确定是极图法指标化的关键.而在实验中又是容易获得大圆并确定其指数的.样品表面尽可能选取低指数面,否则有类似劳厄定向的转动程序.

晶面法线与底片的交点,类似于心射赤平投影.除大圆的晶面法线与底片的交点可测定之外,其他交点无法确定.但从图1的衍射几何可知

$$\begin{aligned} \operatorname{tg}(\phi_n + \delta_n) &= (x_n + \Delta_n)/(h + D), \\ \operatorname{tg}(\phi_n - \delta_n) &= (x'_n - \Delta'_n)/(h + D), \\ \text{所以} \quad \operatorname{tg}(\phi_n + \delta_n) + \operatorname{tg}(\phi_n - \delta_n) &= (x_n + x'_n)/(h + D), \\ n &= 1, 2, 3, \dots \end{aligned}$$

$h$  和  $D$  是实验数据,  $x_n + x'_n$  即各个衍射椭圆的对称轴长度. 图 1 右上角所示, 衍射圆锥顶点  $s'$  到样品的垂直距离也等于  $h$ .

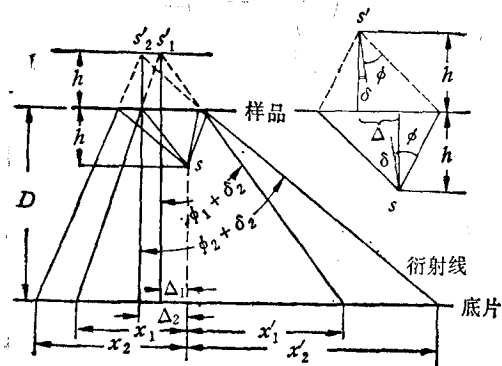


图 1 背射 Kossel 线的衍射几何

选择一张合适的极图, 测出各  $(x_n + x'_n)$  的值, 很容易定出各  $\delta < \theta$  的晶面的衍射指数

步骤

1. 已知待测晶体的晶系和最接近样品表面的衍射面的指数.

2. 参考相应的标准极图, 根据背射 Kossel 花样的对称性, 确定某些特定方向如  $\alpha_1, \alpha_2$  或  $x, y$ , 标明在底片上.

3. 由于指标化所确定  $hkl$  均为整数, 如  $h$  和  $D$  的测量精度  $< \pm 0.1 \text{ mm}$  就足以保证  $hkl$  的准确性, 而  $< \pm 0.1 \text{ mm}$  的测量精度是不难实现的.

4. 测出各  $(x_n + x'_n)$  值, 将底片中心与标准极图中心重合, 底片上的方位对准标准极图的同一方向, 大多数衍射椭圆的长轴落在某些晶带上, 从最靠近中心的椭圆算起, 逐渐向外一一计算, 最靠近中心的第一个椭圆就是极图上同一晶带靠近中心的第一个极点相对应. 用这个极点的指数代入, 可知  $\phi$  和  $\delta$ . 将  $(h + D)$  数值代入方程中计算出  $(x_n + x'_n)$  的大小与实测结果一致, 则这一椭圆的衍射指数即该极点的指数. 如不符, 再选沿中心向外的第二个极点计算. 在实际应用中, 多数情况是一次成功, 少数情况顶多试两次也就成功了.

依此类推, 定出所有椭圆的衍射指数.

选用对应极点时, 消光条件必须严格考虑. 另外, 作为参考的大圆不能偏差太大, 否则在计算其他椭圆时, 公式中的  $\delta$  并不是晶面和样品表面的夹角, 而要加上晶体表面和大圆的衍射面之间的夹角. 由于取向不同, 不能简单相加, 比较繁杂. 应尽量排除这一麻烦. 而在实验中获得一个偏差不大的大圆是并不难的.

### 三、计算机最小二乘自动指标化

原理 背射 Kossel 线可用 Newman 方程<sup>[3]</sup>表达:

$$\begin{aligned} (x^2 + y^2) \cos^2 \alpha - x^2 \sin^2 \phi - \sec \phi \sin \alpha [ \cos \phi \cos \alpha (y^2 \sec^2 \phi + x^2)^{1/2} \\ \cdot (D + h) + x \sin \phi \sin \alpha (D - h) ] = 0, \end{aligned} \quad (1)$$

$x, y$  为 Kossel 线上任一点的坐标,  $\alpha = 90^\circ - \theta$ ,  $\theta$  为 Bragg 角.  $D, h, \phi$  的意义见图

1. 光源  $S$  到底片的垂点为原点, 椭圆长轴为  $x$  轴、短轴为  $y$  轴. 测量  $n$  ( $n \sim 10$ ) 个点的位置坐标  $(x_i, y_i)$ . 任一  $x_i, y_i$  都应满足

$$F_i \equiv (x_i^2 + y_i^2) \cos^2 \alpha - x_i^2 \sin^2 \phi - \sec \phi \sin \alpha [\cos \phi \cos \alpha (y_i^2 \sec^2 \phi + x_i^2)^{1/2} \cdot (D + h) + x_i \sin \phi \sin \alpha (D - h)] = 0.$$

以  $hkl$  表示试用指标推导最小二乘法方程组并使  $\sum_{i=1}^n F_i^2$  取最小值. 同时考虑到测量时原点不准会造成较大的误差, 使全部  $(x_i)$  不准. 因此加入修正参量  $x_i$ , 所以有

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^n F_i \frac{\partial F_i}{\partial h} = 0, \quad \sum_{i=1}^n F_i \frac{\partial F_i}{\partial k} = 0, \\ \sum_{i=1}^n F_i \frac{\partial F_i}{\partial l} = 0, \quad \sum_{i=1}^n F_i \frac{\partial F_i}{\partial x_i} = 0. \end{aligned} \quad (2)$$

对  $F_i$  做 Taylor 展开并略去高阶无穷小项为

$$F_i = F_{i0} + \frac{\partial F_i}{\partial h} \Delta h + \frac{\partial F_i}{\partial k} \Delta k + \frac{\partial F_i}{\partial l} \Delta l + \frac{\partial F_i}{\partial x_i} \Delta x. \quad (3)$$

$F_{i0}$  代表以全部试用参量  $hkl$  和  $x_i$  代入 (1) 式时得到的计算  $F$  值. 将 (3) 式代入 (2) 式中, 可得到最小二乘法方程组为

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial F_i}{\partial h} \right)^2 \Delta h + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial h} \frac{\partial F_i}{\partial k} \Delta k + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial h} \frac{\partial F_i}{\partial l} \Delta l \\ + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial h} \frac{\partial F_i}{\partial x_i} \Delta x = - \sum_{i=1}^n F_{i0} \frac{\partial F_i}{\partial h}, \\ \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial k} \frac{\partial F_i}{\partial h} \Delta h + \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial F_i}{\partial k} \right)^2 \Delta k + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial k} \frac{\partial F_i}{\partial l} \Delta l \\ + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial k} \frac{\partial F_i}{\partial x_i} \Delta x = - \sum_{i=1}^n F_{i0} \frac{\partial F_i}{\partial k}, \\ \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial l} \frac{\partial F_i}{\partial h} \Delta h + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial l} \frac{\partial F_i}{\partial k} \Delta k + \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial F_i}{\partial l} \right)^2 \Delta l \\ + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial l} \frac{\partial F_i}{\partial x_i} \Delta x = - \sum_{i=1}^n F_{i0} \frac{\partial F_i}{\partial l}, \\ \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial x_i} \frac{\partial F_i}{\partial h} \Delta h + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial x_i} \frac{\partial F_i}{\partial k} \Delta k + \sum_{i=1}^n \frac{\partial F_i}{\partial x_i} \frac{\partial F_i}{\partial l} \Delta l \\ + \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial F_i}{\partial x_i} \right)^2 \Delta x = - \sum_{i=1}^n F_{i0} \frac{\partial F_i}{\partial x_i}, \end{aligned} \quad (4)$$

其中

$$\frac{\partial F_i}{\partial h} = \frac{\partial F_i}{\partial \alpha} \frac{\partial \alpha}{\partial h} + \frac{\partial F_i}{\partial \phi} \frac{\partial \phi}{\partial h}, \quad \frac{\partial F_i}{\partial k}, \quad \frac{\partial F_i}{\partial l} \text{ 同理求出.}$$

以此方程为基础, 选出初始指标  $hkl$  值进行计算. 将解出的  $\Delta h, \Delta k, \Delta l$  和  $\Delta x$  用于对  $hkl$  和  $(x_i)$  进行修正. 此过程可多轮反复.

程序设计 选择合适的试用指标是修正成败和提高效率的关键。程序首先排除倒易矢量太大或太小而不能产生 Kossel 线的指标。为了去掉另外一些远离真实衍射的指标,要求选用测量点包括最小  $x$  值的点,称此点为  $x_{\min}$  并与试用指标计算值进行比较,二者

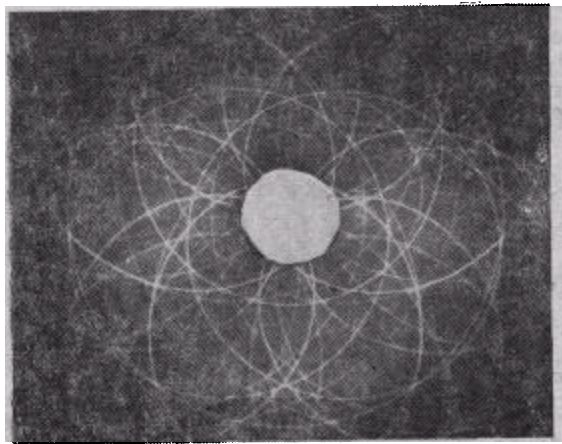


图 2

相近时为可用指标。否则另选。经这一严格判断,则可找到与真实衍射相近的试用指标。对每一轮最小二乘法修正所得的修正量,除  $\Delta x$  对全部  $(x_i)$  进行修正外,当  $\Delta h, \Delta k, \Delta l$  的绝对值大于 1 时,修正量只取  $\pm 1$ ,并保证修正出的新  $h, k, l \geq 0$ ,这一限制对修正过程起阻尼作用,保证向正确方向收敛。为判断修正结果的正确性,每轮修正用品质因子  $R$  表示结果好坏的程度, $R$  的定义为

$$R = \sum_{i=1}^n |F_i| / n, \text{ 此因子具有较高的}$$

灵敏度。一般来说修正出的正确指标

$h, k, l$  是若干等效衍射中的一个。程序对坐标测量允许有  $\pm 2\text{mm}$  的误差,对坐标原点位置,程序将误差范围再扩大五倍。此程序适用于立方、四方、六方晶系,经简单扩充后适用于任何晶系。

程序找到真实指标后自动打印出相应测量点的计算坐标值,可与原始数据比较。

实例 由图 2  $\text{LiNbO}_3$  晶体 (0001) 的 Kossel 花样中<sup>[4]</sup>,某一曲线上测得九个点的坐标(表 2),程序自动选出 0, 2, 9 为试用指标,经过七轮修正,得出 2, 1, 10 为真实指标,计算机自动停止,修正过程中输出中间结果列于表 1 中。

表 1

轮 数	0	1	2	3	4	5	6	7
$h, k, l$	029	0210	0211	1111	2211	2210	229	2110
$R$	263.9	142.7	604.9	685.7	700.9	137.3	262.0	5.1

表 2

测量坐标 (mm)	$x$	-25.0	-4.0	15.0	35.0	50.0	68.0	86.0	115.0	126.0
	$y$	4.8	24.0	34.0	40.0	43.0	44.0	44.0	41.0	37.0
计算坐标 (mm)	$x$	-26.63	-5.63	13.37	33.37	48.37	66.37	84.37	113.37	124.37
	$y$	3.38	24.68	34.33	40.30	42.96	44.52	44.46	40.84	38.14

程序最后自动打印出按 2110 为指标的九个  $(x, y)$  值(表 2)。全部计算使用 FORT-RAN-IV 语言编写的程序。在 IBM 4341 中型机上完成, CPU 运算时间为 1.08 s。

## 参 考 文 献

- [ 1 ] T. Ellis, L. F. Nanni, A. Shrier, *et al.*, *J. Appl. Physics.*, 35 (1964), 3364.  
[ 2 ] O. Igarashi, *J. J. Appl. Physics*, 15 (1976), 1435.  
[ 3 ] B. A. Newman, *J Appl. Cryst*, 3(1970), 191.  
[ 4 ] 范得培、张建中、李加季, *物理学报*, 34(1985), 390.

THE INDEXING OF BACK-REFLECTION KOSSEL  
DIFFRACTION PATTERNS

FAN DE-PEI

*(Department of Physics, Nanjing University)*

HAN FU-SEN

*(Institute of Physics, Academia Sinica)*

## ABSTRACT

The difficulty in indexing back-reflection Kossel diffraction patterns, especially for non-cubic systems arises from the fact that the diffraction cones do not have common vertex.

Two methods which can be used for indexing diffraction patterns, both in cubic and non-cubic systems, are presented in this paper. By means of the stereographic projection or computer programm described here, one can easily determine the diffraction indices of back-reflection Kossel lines.

The advantage of the first method is simple and direct. For the second method, the degree of automatization is higher, and measured data with some errors can be employed.