

Kossel 技术中比率方法的改进¹⁾

黄 荣 王 冠 英

(中国科学院上海冶金研究所)

1987年12月23日收到

本文对 Kossel 比率方法进行了改进,同时得到一种 Kossel 定向方法. 它能适用于通常用的比率方法不能分析的许多 Kossel 花样. 并且用它分析了 Fe-0.76 wt% V-0.08 wt% N 稀合金的随意定向的 Kossel 花样,其点阵参数精度达 $5 \times 10^{-3} \text{ \AA}$.

一、引 言

比率方法是 Kossel 技术中用来测定立方体系点阵参数最常用的方法. 通常情况下它的测量精度优于 $10^{-4} \text{ \AA}$ ^[1]. 但是比率方法要求样品的表面平行于某一晶面,当样品表面平行于底片时,晶面的法向正好过底片中心. 或者是一些极端的情况^[1,2]. 否则,测量具有大的误差或者根本无法进行. 我们已在文献[3]中通过引入一个偏离角 β , 分析了用通常的比率方法根本无法分析的工业纯铁的 Kossel 花样. 本文则在文献[3]的基础上提出引入一个偏离角 β 的普遍分析步骤. 并且据此得到一种晶体定向方法.

二、新分析方法

比率方法通常用的 Kossel 花样如图1所示. 其中 Kossel 线 A, D 的衍射锥锥轴与 B, C 连线在同一个平面内, 其 Kossel 花样的特点是花样相对于花样中心(点光源 S 在直线 $ABCD$ 上投影 O , 对称, 这样要求衍射成 Kossel 线 A, D 和 E, F 的衍射晶面分别有相同的晶面间距. 在照片上测量 AD, BC , 并且取比率 $K = AD/BC$. 当样品为立方晶系时, K 只与样品的点阵参数 a 和衍射波长有关^[1]. 若衍射波长已知, 那么 K 就只是 a 的函数. 因此, K 值唯一地决定了点阵参数. 当样品的表面不平行于某个晶面或样品与底片不平行时; 再者, Kossel 花样不满足比率方法的对称要求, 单单一个 K 值就不能确定点阵参数 a , 如文献[3]所示. 若在照片上测量得到两个不相关的比率, 分析衍射几何使两个比率与这种不对称和点阵参数相联系, 可以确定点阵参数 a 和花样中心与某一个衍射锥锥轴的偏离角 β .

1. 点阵参数测量

如图1所示; 比率方法中一般利用两根 Kossel 线的交点; 这是因为 Kossel 线交点

1) 本文是黄容提交本所学位委员会的博士论文的一部分内容.

的位置容易确定,根据虚晶面概念^[4],对立方晶系,两根 Kossel 线相交形成的凸镜花样相应于一簇虚晶面,它可以象实晶面指数一样参加运算。

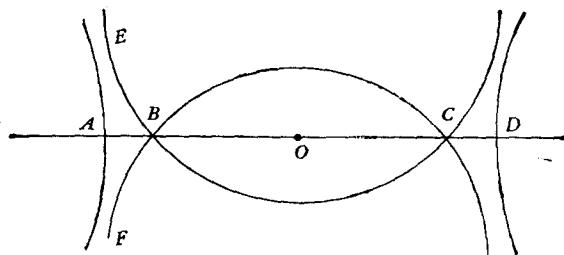


图1 比率方法中常用的 Kossel 花样,花样相对于花样中心 O 对称

在分析 Kossel 照片之前,如同比率方法一样首先指数化 Kossel 花样。没有一组 Kossel 花样如图2所示。

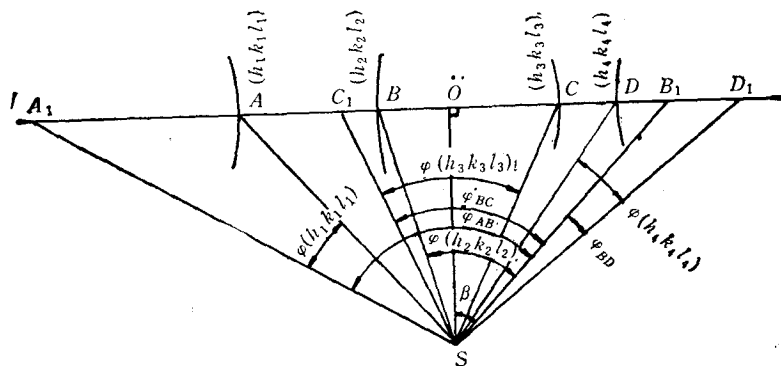


图2 改进比率方法用的典型 Kossel 花样

$(h_1k_1l_1)$, $(h_2k_2l_2)$, $(h_3k_3l_3)$ 和 $(h_4k_4l_4)$ 晶面同属于一个晶带。即 $(h_1k_1l_1)$, $(h_2k_2l_2)$, $(h_3k_3l_3)$, $(h_4k_4l_4)$ 衍射锥锥轴在同一个平面上。在这四个晶面中可能存在虚晶面。设这个平面和底片的交线与 $(h_1k_1l_1)$, $(h_2k_2l_2)$, $(h_3k_3l_3)$ 和 $(h_4k_4l_4)$ Kossel 线的交点为 A, B, C, D , 点光源 S 与它在 $ABCD$ 直线上垂足 O 的连线和晶向 $[h_2k_2l_2]$ 的夹角为 β , 并设点光源 S 到直线 $ABCD$ 之间的距离为 D 。根据三角关系,有

$$\begin{aligned} AB &= D[\tan(\varphi_{AB} - \varphi_{(h_1k_1l_1)} - \beta) - \tan(\varphi_{(h_2k_2l_2)} - \beta)], \\ CD &= D[\tan(\varphi_{BD} - \varphi_{(h_4k_4l_4)} + \beta) - \tan(\varphi_{BC} + \varphi_{(h_3k_3l_3)} + \beta)], \\ AD &= D[\tan(\varphi_{AB} - \varphi_{(h_1k_1l_1)} - \beta) + \tan(\varphi_{DB} - \varphi_{(h_4k_4l_4)} + \beta)], \\ BC &= D[\tan(\varphi_{(h_2k_2l_2)} - \beta) + \tan(\varphi_{BC} + \varphi_{(h_3k_3l_3)} + \beta)], \end{aligned} \quad (1)$$

式中 $\varphi_{AB}, \varphi_{BC}, \varphi_{BD}$ 为 $[h_2k_2l_2]$ 和 $[h_1k_1l_1], [h_3k_3l_3], [h_4k_4l_4]$ 晶向之间的夹角; $\varphi_{(h_ik_il_i)}$ ($i = 1, 2, 3, 4$) 为各衍射锥半顶角。对于立方晶系, $\varphi_{AB}, \varphi_{BC}, \varphi_{BD}$ 都为常数; $\varphi_{(h_ik_il_i)}$ ($i = 1, 2, 3, 4$) 为点阵参数 a 和衍射波长 λ 的函数。当拍照用的单色点光源的波长 λ 知道, $\varphi_{(h_ik_il_i)}$ ($i = 1, 2, 3, 4$) 仅为点阵参数 a 的函数。取比率 K_1, K_2

$$K_1 = \frac{AB}{CD} \quad K_2 = \frac{AD}{BC},$$

那么

$$K_1 = \frac{AB}{CD} = \frac{\tan(\varphi_{AB} - \varphi_{(h_1 k_1 l_1)} - \beta) - \tan(\varphi_{(h_2 k_2 l_2)} - \beta)}{\tan(\varphi_{BD} - \varphi_{(h_4 k_4 l_4)} + \beta) - \tan(\varphi_{BC} + \varphi_{(h_3 k_3 l_3)} + \beta)}$$

$$K_2 = \frac{AD}{BC} = \frac{\tan(\varphi_{AB} - \varphi_{(h_1 k_1 l_1)} - \beta) + \tan(\varphi_{BD} - \varphi_{(h_4 k_4 l_4)} + \beta)}{\tan(\varphi_{(h_2 k_2 l_2)} - \beta) + \tan(\varphi_{BC} + \varphi_{(h_3 k_3 l_3)} + \beta)}. \quad (2)$$

对立方体系, K_1, K_2 只是 α 和 β 的函数, 记为 $K_1(\alpha, \beta), K_2(\alpha, \beta)$. 因此只要在拍摄的照片上测得 AB, CD, AD 和 BC 就可以解出点阵参数 α 和偏离角 β .

2. 晶体定向

晶体定向是 Kossel 技术中的一个主要应用, 本节根据前节在求解点阵参数过程中求得的偏离角 β 提出一种定向方法.

若在摄得的 Kossel 照片上有如图 3 所示的两组 Kossel 花样; 它们彼此相交. 对每一组花样利用前节的方法求得点阵参数 $\alpha^{(j)}$ 和偏离角 $\beta^{(j)} (j = 1, 2)$. 根据(1)式求得

$$D^{(j)} = \frac{A^{(j)} B^{(j)}}{\tan(\varphi_{A^{(j)} B^{(j)}} - \varphi_{(h_1^{(j)} k_1^{(j)} l_1^{(j)})} - \beta^{(j)}) - \tan(\varphi_{(h_2^{(j)} k_2^{(j)} l_2^{(j)})} - \beta^{(j)})}, \quad (3)$$

根据三角关系求出 $SA_1^{(j)}, SD_1^{(j)}$ 为

$$SA_1^{(j)} = \frac{D^{(j)}}{\cos(\varphi_{A^{(j)} B^{(j)}} - \beta^{(j)})}; \quad SD_1^{(j)} = \frac{D^{(j)}}{\cos(\varphi_{B^{(j)} D^{(j)}} + \beta^{(j)})}, \quad (4)$$

式中 $A^{(j)}, D^{(j)}$ 分别为沿 $[h_1^{(j)} k_1^{(j)} l_1^{(j)}], [h_2^{(j)} k_2^{(j)} l_2^{(j)}]$ 方向的直线与 $A^{(j)} B^{(j)} C^{(j)} D^{(j)}$ 直线的交点. 进一步求得矢量 $SA_1^{(j)}, SD_1^{(j)}$

$$SA_1^{(j)} = SA_1^{(j)} \frac{[h_1^{(j)} k_1^{(j)} l_1^{(j)}]}{|[h_1^{(j)} k_1^{(j)} l_1^{(j)}]|}; \quad SD_1^{(j)} = SD_1^{(j)} \frac{[h_2^{(j)} k_2^{(j)} l_2^{(j)}]}{|[h_2^{(j)} k_2^{(j)} l_2^{(j)}]|}. \quad (5)$$

从而得到在照片上的两个矢量 $A_1^{(j)} D_1^{(j)} (j = 1, 2)$

$$A_1^{(j)} D_1^{(j)} = SA_1^{(j)} - SD_1^{(j)} = SA_1^{(j)} \frac{[h_1^{(j)} k_1^{(j)} l_1^{(j)}]}{|[h_1^{(j)} k_1^{(j)} l_1^{(j)}]|} - SD_1^{(j)} \frac{[h_2^{(j)} k_2^{(j)} l_2^{(j)}]}{|[h_2^{(j)} k_2^{(j)} l_2^{(j)}]|}. \quad (6)$$

因为照片的法向垂直于照片, 也垂直于照片上的直线, 因此照片的法线矢量 n 为

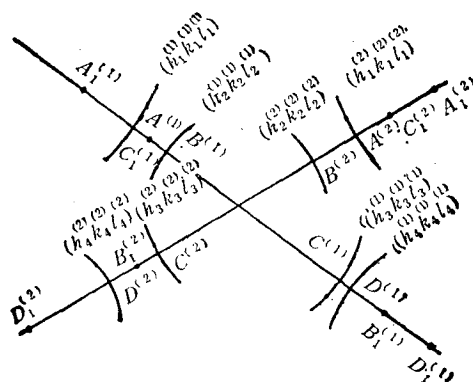
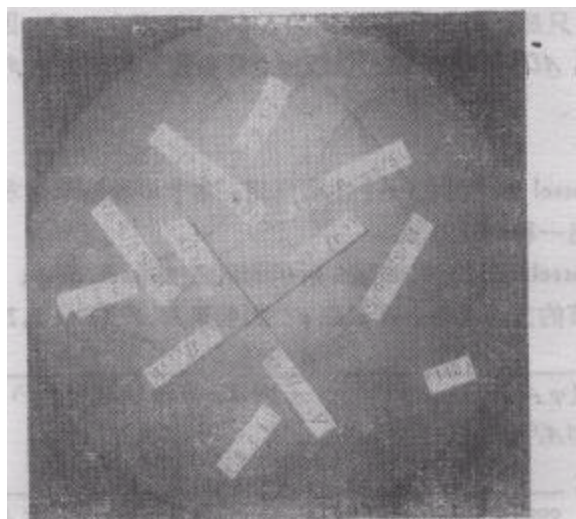


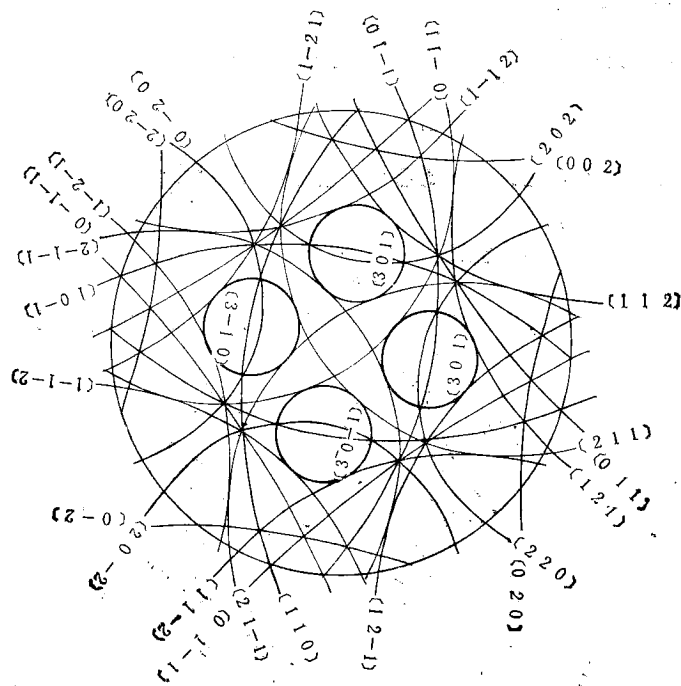
图 3 定向用的两组 Kossel 花样

$$n = \frac{A_1^{(1)} D_1^{(1)} \times A_1^{(2)} D_1^{(2)}}{|A_1^{(1)} D_1^{(1)} \times A_1^{(2)} D_1^{(2)}|} \quad (7)$$

显然,两组花样求得的 a 是一样的,因此,对其中一组花样只要求一个比率求出偏离角 β . 若样品的点阵参数是已知的,那么只要求列出两组花样的各一个比率以求出 $\beta^{(j)}$ ($j=1,2$). 这样与 Hålborg 等人^[5]提出的方法有相似性,但在这里只要求测量 Kossel



(a) Fe-0.76 wt%V-0.08 wt%N 稀合金的 Kossel 花样



(b) α -Fe [100] Kossel 极射赤面投影

图 4

线之间的距离,不象 Halburg 提出的方法中要人为地确定两根连线的交点,因此有利于提高精度。

三、应 用

图 4 为 Fe-0.76 wt% V-0.08 wt% N 稀合金的 Kossel 花样,其拍摄条件为加速电压 25kV,电子束直径为 $1\mu\text{m}$,样品吸收电流 $1\mu\text{A}$,室温为 20°C ,拍摄时间为 60s。辐射源为蒸发在 Al 膜上的 Co 膜,其 k_{α_1} 波长为 $1.78892\text{\AA}^{[6]}$ 。

Kossel 照片的指数化是通过比较摄制的照片与图 4 所示的 $\alpha\text{-Fe}[100]$ Kossel 极射赤面投影图。图 4 中的分数指数是计算得到的虚晶面指数,其测量和计算结果如表 1 所示。

表 1 定向过程的测量和计算结果

	第一组花样	第二组花样
K_1	0.94693 ± 0.00123	1.05658 ± 0.00119
K_2	1.33944 ± 0.00017	1.34029 ± 0.00056
a	$2.868475 \pm 0.000007(\text{\AA})$	$2.868439 \pm 0.000023(\text{\AA})$
β	$32.28 \pm 0.14^\circ$	$32.46 \pm 0.12^\circ$
AD	$78.2704 \pm 0.0050(\text{mm})$	$77.3830 \pm 0.0152(\text{mm})$
D	$248.443(\text{mm})$	$245.345(\text{mm})$
SA_1	$254.689(\text{mm})$	$269.247(\text{mm})$
SD_1	$272.283(\text{mm})$	$251.345(\text{mm})$
SA_1	$(241.619, 0.80, 5396)(\text{mm})$	$(255.430, -85.1435, 0)(\text{mm})$
SD_1	$(258.311, 0, -86.1036)(\text{mm})$	$(238.447, 79.4823, 0)(\text{mm})$
A_1D_1	$(-16.6920, 0, 166.643)(\text{mm})$	$(16.9834, -164.625, 0)(\text{mm})$
n	$(0.98977, 0.10211, 0.09914)$	
与 $[100]$ 夹角	8.2°	

四、结 论

1. 改进的比率方法较比率方法有更强的适用性,使一些原来不能用比率方法求解点阵参数的 Kossel 花样能够顺利地进行求解。

2. 在改进比率方法的基础上提出了一种定向方法。

3. 把改进比率方法用于测量 Fe-0.76 wt% V-0.08 wt% N 的点阵参数,精度优于 $5 \times 10^{-5}\text{\AA}$,并且分析了同一张照片上的两组 Kossel 花样,得到的两个点阵参数相差仅为 $3.6 \times 10^{-5}\text{\AA}$ 。说明了点阵参数测量精度的可靠性。

吴自良教授对本工作一直非常关心,在此表示衷心感谢。

- [1] H. Yokowitz, *Advances in Electronics and Electron Physics*, Suppl. 6, Eds. A. J. Tousi-miss; L. Marton, Academic Press, New York, (1969), p. 361.
- [2] A. Lutts & P. Gielen, *J. Appl. Cryst.*, **4**(1971) 242.
- [3] 黄 荣、张 伟、王冠英, *电子显微学报* **4**(1)(1985), 242.
- [4] 王冠英, *电子显微学报*, **2**(1)(1983), 30.
- [5] 许顺生, *金属X射线学*, 上海科学技术出版社, (1965).
- [6] H. Halburg, P. L. Ryder & W. Pitsch, *Proc. V Intern. Congr., on X-ray optics and Microanalysis*, Springer-Verlag, Berlin, (1969), p. 338.

AN IMPROVEMENT OF KOSSEL RATIO METHOD

HUANG RONG WANG GUANG-YING

(*Shanghai Institute of Metallurgy, Academia Sinica*)

ABSTRACT

An improvement of revised Kossel ratio method is put forward in this paper, at the same time a Kossel orientation method of crystal is developed. It can analyse more Kossel patterns than generally used ratio method. It is applied to a arbitrarily orientation Kossel pattern of a Fe-0.76wt%V-0.08wt%N alloy. The accuracy of the lattice parameter determination reaches $5 \times 10^{-3} \text{ \AA}$.