

# 利用同步辐射确定晶体缺陷 空间方位的方法\*

于万里<sup>1</sup> 罗永安<sup>1</sup> 王明智<sup>1</sup> 郑秋菊<sup>1</sup>

张慧君<sup>1</sup> 田玉莲<sup>2</sup> 黄万霞<sup>2</sup>

1 (燕山大学材料科学与工程学院 秦皇岛 066004)

2 (中国科学院高能物理研究所 北京 100039)

**摘要** 提出了利用同步辐射白光,采用异向入射成像技术,计算晶体缺陷空间方位的新方法.运用此方法研究了金刚石中的晶体缺陷,计算了位错的走向,确定了位错的类型和位错的三维分布特点.

**关键词** 同步辐射 晶体缺陷 空间方位

## 1 引言

晶体中缺陷的分布是在晶体研究中需要确定的一个基本问题.许多实验手段都可以用来研究晶体中的缺陷,其中最常用的是透射电子显微镜.但是,由于电子的穿透能力很弱,电镜的样品必须做得非常薄,一般要在数百个纳米甚至更薄.一方面,使样品的制备难度较大;另一个方面,由于样品极薄,使得我们的研究在某些方面只能获得二维的而不是三维的信息,从而使研究受到限制.X射线的穿透能力要比电子强得多,尤其是同步辐射产生的X射线具有非常高的强度适合做透射实验.利用同步辐射来研究晶体的缺陷,样品的厚度可以很大,尤其是原子序数较低的样品,由于其质量吸收系数很小,样品的厚度可以更大些.由于样品的厚度比较大,就可以获得样品中晶体缺陷的三维分布信息而不仅仅是二维信息.

利用X射线貌相技术研究晶体中缺陷的三维分布,最早由Jenkinson和Lang<sup>[1,2]</sup>提出了立体对貌相法.它是拍摄(hkl)和( $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ )两张透射投影貌相图,然后借助于立体显微镜来研究其中的缺陷.但是( $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ )照片的获得比较麻烦.它需要在摄取一张(hkl)衍射的貌相图之后,将晶体旋转 $2\theta$ 角,再拍摄一张( $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ )的衍射图.由于晶体中的缺陷在两张貌相图上的投影是不同的,这种投影的差别类似于用肉眼从略微有些差角的两个方向观察物体的

\* 燕山大学博士基金和北京正负电子对撞机国家实验室基金资助

差别. 因此, 两个投影图形成了一个立体对, 这一立体对经过适当放大后可以借助于标准的立体观察镜来研究其中的缺陷. 这种立体对貌相法只适合于单色光成像, 而不适合白光成像. 本文提出了一种利用同步辐射白光测定晶体中缺陷空间取向的方法, 可以方便、快捷地测定晶体中缺陷的空间方位.

## 2 实验原理

从一张同步辐射衍衬像上可以获得多个同一晶体的形貌像. 但是, 要想确定晶体中缺陷的空间方位, 只有一个方向的衍衬像是不够的, 还必须有至少两个以上从不同方向入射的 X 射线所成的衍衬像. 如图 1 所示, 入射 X 射线沿  $d_1$  方向照射到样品 S 上, 沿  $r_1$  方向发生衍射, 产生衍射斑点  $M_1$ . 假设样品 S 中存在一个线型晶体缺陷  $l$ , 其空间走向记为  $l$ . 此缺陷在衍射斑点  $M_1$  上所成的像为  $l_1$ , 走向亦记为  $l_1$ . 由图 1 可见, 晶体缺

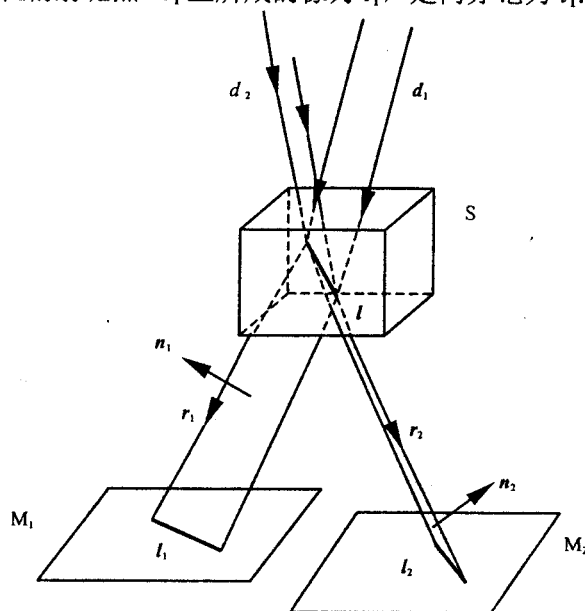


图 1 晶体缺陷空间取向计算示意图

陷  $l$  位于由  $r_1$  和  $l_1$  二者所决定的平面上, 从而确定缺陷  $l$  所在平面的法线矢量  $n_1$  为

$$n_1 = r_1 \times l_1 \quad (1)$$

其中衍射斑点的衍射方向  $r_1$  可以从衍射底片上计算出来,  $l_1$  的方向可以从衍衬像  $M_1$  上测量出来. 这样, 缺陷  $l$  所在平面的法线  $n_1$  就可以由式 (1) 计算出来.

同理, 沿  $d_2$  方向入射的 X 射线沿  $r_2$  方向发生衍射, 产生衍射斑点  $M_2$ . 缺陷  $l$  在  $M_2$  斑点内所成的像沿  $l_2$  方向分布. 缺陷  $l$  位于  $r_2$  和  $l_2$  二者所在的平面内. 此平面的法线方向  $n_2$  为

$$n_2 = r_2 \times l_2 \quad (2)$$

由于  $l$  与  $n_1$ ,  $n_2$  都垂直, 所以, 缺陷  $l$  的空间取向为

$$l = n_1 \times n_2 \quad (3)$$

### 3 实验方法

实验中利用同步辐射白光作为射线源, 根据样品情况拍下某晶体取向的衍衬像. 将样品转动一定角度, 一般在  $20^\circ$ — $40^\circ$  之间, 再拍下另一张衍衬像. 根据样品情况, 可以再将样品转回到原始位置, 然后再向相反方向转动  $20^\circ$ — $40^\circ$ , 再拍下一张衍衬像.

分析所拍的照片. 将不同方向所拍的照片中含有同一缺陷的斑点选出, 标定各个斑点的指数, 确定晶体取向, 确定晶体 3 个坐标轴  $a, b, c$ , 即  $[100], [010], [001]$  的空间投影位置. 比如, 缺陷 D 在形貌像 1 中出现, 先计算该衍射斑点的空间取向. 利用吴氏网, 计算衍射斑点投影方向与 3 个结晶轴  $a, b, c$  之间的夹角  $\alpha_{01}, \beta_{01}, \gamma_{01}$ . 对于欲求特征量的晶体缺陷 D, 利用乌氏网计算缺陷 D 的像与  $a, b, c$  三轴之间的夹角  $\alpha_{11}, \beta_{11}, \gamma_{11}$ . 对于立方晶系, 由斑点  $M_1$  可以确定缺陷 D 所在平面的法线方向指数  $n_1$  为

$$n_1 = [\cos\alpha_{01}, \cos\beta_{01}, \cos\gamma_{01}] \times [\cos\alpha_{11}, \cos\beta_{11}, \cos\gamma_{11}] = [u_1 v_1 w_1].$$

同理, 选择含有缺陷 D 的形貌像 2 (形貌像 2 的 X 射线入射方向与形貌像 1 不同), 计算形貌像 2 的衍射方向与 3 个结晶轴  $a, b, c$  之间的夹角  $\alpha_{02}, \beta_{02}, \gamma_{02}$  和缺陷 D 在  $M_2$  中的像与  $a, b, c$  轴的夹角  $\alpha_{12}, \beta_{12}, \gamma_{12}$ . 由斑点  $M_2$  可确定缺陷 D 所在的法线方向指数  $n_2$  为

$$n_2 = [\cos\alpha_{02}, \cos\beta_{02}, \cos\gamma_{02}] \times [\cos\alpha_{12}, \cos\beta_{12}, \cos\gamma_{12}] = [u_2 v_2 w_2],$$

从而可以计算出缺陷 D 的空间取向  $l$  为

$$l = n_1 \times n_2 = [u_1 v_1 w_1] \times [u_2 v_2 w_2],$$

对于其它晶系, 计算公式有所不同, 这里不再详细讨论.

### 4 实验结果示例

近期曾有人利用同步辐射<sup>[3-5]</sup>及其它方法<sup>[6-8]</sup>研究金刚石的晶体缺陷, 但是都没有确定晶体中缺陷的空间分布. 本文利用同步辐射白光对天然金刚石晶体进行了形貌研究. 样品呈无色透明, 近于八面体, 其中一组  $\{111\}$  面比其它  $\{111\}$  面发育程度好, 沿此方向晶体厚度为 3mm, 其它方向晶体延长 4mm. 晶体表面生长阶梯发育, 多与晶棱方向近于平行. 晶棱略向外弯曲, 呈凸晶. 样品重 0.104g. 实验前样品未做任何处理.

实验装置如图 2 所示. 实验条件为: 能量=2.1996 GeV, 流强=103.3mA, 样品与底片距离  $D=35$ mm, 曝光时间  $t=1$ s.

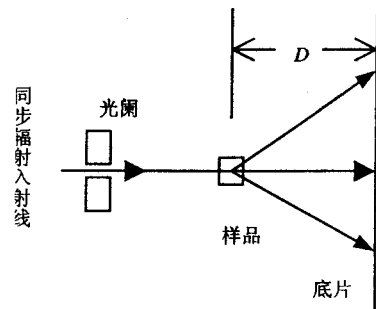


图 2 实验装置示意图

样品的取向为入射线近于垂直样品的(111)面, [101]近于垂直向下。拍下底片 1 后, 样品绕直立轴逆时针转动  $15^\circ$ , 拍下底片 2。继续逆时针转动  $45^\circ$ , 拍下底片 3。图 3(a), (b)分别选自底片 2 和底片 3。两者入射 X 射线之间相差  $45^\circ$ 。图 3(a)衍射矢量  $g_1=111$ , 图 3(b)衍射矢量  $g_2=111$ 。图 3(a), (b)两者投影成像的方向间夹角为  $43^\circ$ , 比较接近, 因而两者很相像。

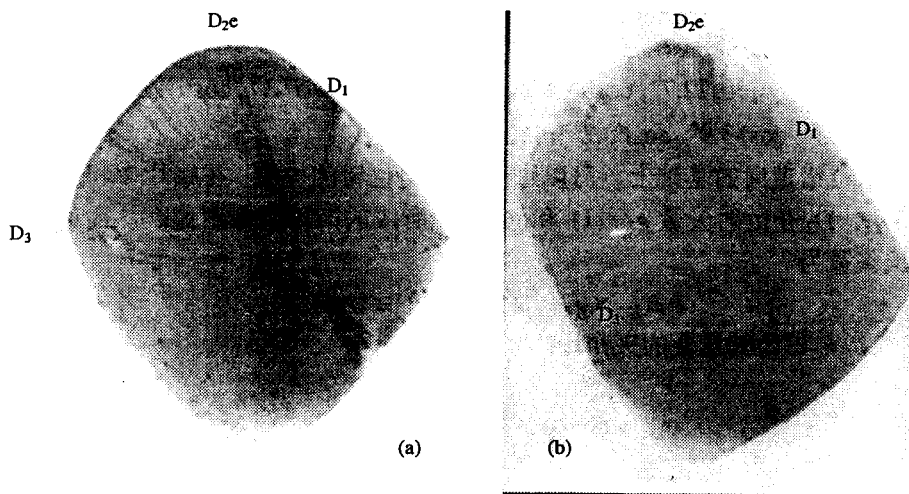


图 3 天然金刚石晶体同步辐射形貌像

(a)  $g_1=111$ ; (b)  $g_2=111$ .

对照图 3(a)和(b), 可以看出两图中都可见  $D_1$ ,  $D_{2c}$ ,  $D_3$  等位错像。经过测定, 图 3(a)中位错  $D_1$  与  $a$ ,  $b$ ,  $c$  三轴的夹角分别为  $133^\circ$ ,  $78^\circ$  和  $46.5^\circ$ ,  $g_1=111$  衍射斑点的投影方向与  $a$ ,  $b$ ,  $c$  的夹角分别为  $68.6^\circ$ ,  $102.5^\circ$  和  $24.5^\circ$ 。可以计算出  $D_1$  所在平面的法线

$$n_{D_1} = [\cos 68.6^\circ, \cos 102.5^\circ, \cos 24.5^\circ] \times [\cos 133^\circ, \cos 78^\circ, \cos 46.5^\circ] = [\cos 68.9^\circ, \cos 21.6^\circ, \cos 85.6^\circ].$$

由图 3(b)可以计算出  $D_1$  与  $a$ ,  $b$ ,  $c$  轴夹角为  $124.5^\circ$ ,  $80^\circ$  和  $36^\circ$ 。  $g_2=111$  衍射斑点的投影方向与  $a$ ,  $b$ ,  $c$  三轴夹角为  $23.5^\circ$ ,  $101.5^\circ$  和  $70.5^\circ$ , 因而  $D_1$  所在平面法线矢量

$$n_{D_1} = [\cos 23.5^\circ, \cos 101.5^\circ, \cos 70.5^\circ] \times [\cos 124.5^\circ, \cos 80^\circ, \cos 36^\circ] = [\cos 103.2^\circ, \cos 166.5^\circ, \cos 87.2^\circ].$$

从而位错  $D_1$  的走向  $l_{D_1}$  的方向指数为

$$l_{D_1} = n_{D_1} \times n_{D_1} = [\cos 68.9^\circ, \cos 21.6^\circ, \cos 85.6^\circ] \times [\cos 103.2^\circ, \cos 166.5^\circ, \cos 87.2^\circ] = [\cos 130.2^\circ, \cos 79.1^\circ, \cos 42.2^\circ] = [-3.42, 1, 3.92].$$

同理, 可以计算出其它位错的方向指数。

对于位错  $D_{2c}$ :

$$n_{D_{2c}} = [\cos 68.6^\circ, \cos 102.5^\circ, \cos 24.5^\circ] \times [\cos 123^\circ, \cos 105.5^\circ, \cos 37.5^\circ] = [\cos 85^\circ, \cos 164^\circ, \cos 105.3^\circ],$$

$$n_{D_{2c}} = [\cos 23.5^\circ, \cos 101.5^\circ, \cos 70.5^\circ] \times [\cos 133.8^\circ, \cos 98^\circ, \cos 44.5^\circ] = [\cos 95.9^\circ, \cos 162.3^\circ, \cos 106.6^\circ],$$

$$l_{D_{2e}} = n_{D_{2e}1} \times n_{D_{2e}2} = [\cos 85^\circ, \cos 164^\circ, \cos 105.3^\circ] \times [\cos 95.9^\circ, \cos 162.3^\circ, \cos 106.6^\circ] = [\cos 83^\circ, \cos 74.2^\circ, \cos 162.6^\circ] = [1, 2.2, -7.8].$$

对于位错  $D_3$ :

$$n_{D_{31}} = [\cos 68.6^\circ, \cos 102.5^\circ, \cos 24.5^\circ] \times [\cos 84.5^\circ, \cos 158.5^\circ, \cos 68.8^\circ] = [\cos 22.7^\circ, \cos 93.1^\circ, \cos 112.5^\circ].$$

$$n_{D_{32}} = [\cos 23.5^\circ, \cos 101.5^\circ, \cos 70.5^\circ] \times [\cos 100^\circ, \cos 149.3^\circ, \cos 118.2^\circ] = [\cos 67.1^\circ, \cos 67.5^\circ, \cos 147^\circ]$$

$$l_{D_3} = n_{D_{31}} \times n_{D_{32}} = [\cos 22.7^\circ, \cos 93.1^\circ, \cos 112.5^\circ] \times [\cos 67.1^\circ, \cos 67.5^\circ, \cos 147^\circ] = [\cos 75.2^\circ, \cos 33.9^\circ, \cos 60.2^\circ] = [1, 3.2, 2].$$

在计算了位错走向的基础上, 可以进一步确定位错的类型. 在底片 2 和底片 3 中, 位错  $D_1$ ,  $D_{2e}$ ,  $D_3$  在衍射矢量  $g_3=111$  和  $g_4=111$  所成的衍衬像中消像, 从而可以计算出它们的柏氏矢量为

$$b = g_3 \times g_4 = [111] \times [111] = 1/2[101].$$

位错  $D_1$  的走向与柏氏矢量  $b$  的夹角  $\alpha_{D_1}$  为

$$\alpha_{D_1} = \arccos \frac{l_{D_1} \cdot b_{D_1}}{|l_{D_1}| |b_{D_1}|} = 168.5^\circ,$$

即位错  $D_1$  的走向与柏氏矢量  $b$  近于平行, 夹角仅为  $11.5^\circ$ , 所以, 位错  $D_1$  为近于纯螺型位错. 位错  $D_{2e}$  和  $D_3$  的走向与柏氏矢量的夹角分别为

$$\alpha_{D_{2e}} = 40.4^\circ, \alpha_{D_3} = 99.8^\circ.$$

可见, 位错  $D_3$  几乎为纯刃型位错. 位错  $D_{2e}$  为混合位错, 其中刃型位错与螺型位错所占比例大致相当.

### 参考文献(References)

- 1 Jenkinson A E. Phil. Tech. Rev., 1961/62, 23: 82
- 2 Jenkinson A E, Lang A R. Direct Observation of Imperfections. New York: Interscience, 1962. 471
- 3 Lang A R, Makepeace A P W, Alexander W B et al. Journal of Crystal Growth, 1999, 200(3—4):446—457
- 4 YU Wan-Li, LI Lan-Jie, TIAN Yu-Lian et al. Acta Mineralogica Sinica, 2001, 21(1):39—42(in Chinese)  
(于万里, 李兰杰, 田玉莲等. 矿物学报, 2001, 21(1):39—42)
- 5 YU Wan-Li, TAN Yu-Lian, JIANG Jian-Hua et al. Journal of Foundational Materials (in Chinese, in press)  
(于万里, 田玉莲, 蒋建华等. 功能材料(待发表))
- 6 Ramanan R R, Niranjana S, Goswami N et al. Acta Cryst., 1998, A54:163—171
- 7 Yacoot A, Moreton Moore, Machado W G. J. Appl. Cryst., 1998, 31:767—776
- 8 Machado W G, Moreton Moore, Yacoot A. J. Appl. Cryst., 1998, 31:777—782

## A New Method to Determine the Orientations of Crystal Defects by Synchrotron Radiation\*

YU Wan-Li<sup>1</sup> LUO Yong-An<sup>1</sup> WANG Ming-Zhi<sup>1</sup> ZHENG Qiu-Ju<sup>1</sup>  
ZHANG Hui-Jun<sup>1</sup> TIAN Yu-Lian<sup>2</sup> HUANG Wan-Xia<sup>2</sup>

1(College of Material Science and Engineering, Yanshan University, Qinhuangdao 066004, China)

2(Institute of High Energy Physics, CAS, Beijing 100039, China)

**Abstract** A new method was put forward to determine the orientations of crystal defects by synchrotron radiation. Instead of using monochromic radiation as it was done before, a simple method was proposed using white radiation to calculate directions of crystal defects. In order to do so, at least two topographs with different beam incident directions were needed. The direction of an image of a defect should be figured out first. It can be fixed by the angles between the direction of the image and [100], [010] and [001]. Suppose the direction of the topograph is  $[u_1 v_1 w_1]$  and the direction of the image in the first topograph is  $[\cos\alpha_{11}, \cos\beta_{11}, \cos\gamma_{11}]$ ,  $\alpha_{11}$ ,  $\beta_{11}$  and  $\gamma_{11}$  are the angles between the image and [100], [010] and [001], respectively, then the direction of the defect should be in the plane with normal  $n_1 = [u_1 v_1 w_1] \times [\cos\alpha_{11}, \cos\beta_{11}, \cos\gamma_{11}]$ . Similarly, in the second topograph, the normal of the plane in which the same defect lies is  $n_2 = [u_2 v_2 w_2] \times [\cos\alpha_{12}, \cos\beta_{12}, \cos\gamma_{12}]$ , in which  $[u_2 v_2 w_2]$  is the direction of the second topograph,  $\alpha_{12}$ ,  $\beta_{12}$  and  $\gamma_{12}$  are the angles between the direction of the image and [100], [010] and [001]. Since the defect are normal to  $n_1$  and  $n_2$ , its direction  $n$  can be calculated out as  $n = n_1 \times n_2 = [u v w]$ . Using this method, the directions of dislocations in natural diamond were calculated and the types of the dislocations were figured out.

**Key words** synchrotron radiation, crystal defect, orientation