

文章编号: 1000-6281(2015) 01-0025-08

已知晶体电子衍射指标化中的实际问题

施洪龙^{1*}, 雒敏婷², 王文忠¹

(1. 中央民族大学理学院, 2. 中国科学院过程工程研究所, 北京 100081)

摘 要: 电子衍射是晶体结构分析最为常用的实验技术之一, 电子衍射花样能直接反映晶体倒易点阵的特征。但利用传统方法对电子衍射花样进行指标化相当耗时、繁杂。为此, 本文基于一些常用软件和 DM 插件对指标化过程中衍射点间距的测量、晶面间距的计算和米勒指数的指认等环节进行实例分析, 对指标化过程中的一些常见问题进行可行性讨论, 以期实现更为便捷的衍射分析。

关键词: 电子衍射; 指标化; 衍射分析

中图分类号: O7 **文献标识码:** A **doi:** 10. 3969/j. 1000-6281. 2015. 01. 005

晶体的电子衍射花样是三维倒易点阵在底片或 CCD 上的二维投影放大像, 能直接反映不同微区在不同取向上晶体结构特征, 电子衍射是进行晶体结构分析最常用的实验技术之一。当电子束沿着带轴入射时, 就能观察到各衍射点以透射斑为中心, 均匀、对称分布的带轴电子衍射花样 (Zone axis pattern)。由于入射电子束的方向 (观察方向) 与带轴方向相反, 所以确定晶体带轴方向 $[uvw]$ 就成为电子衍射分析最基本的工作之一。每个晶带轴是由一系列与之平行的晶面组成, 通过识别这些晶面的米勒指数 (Miller indices), 再进行叉乘积就能得到带轴方向。通常又把晶带轴方向的确定, 以及各晶面的晶面指数指认过程称为指标化 (Indexing), 或衍射花样标定。衍射花样的指标化包括两种, 一种是已知晶体结构的指标化, 另一种是未知晶体的指标化。本文只讨论已知晶体的指标化过程。

已知晶体电子衍射花样的指标化, 在很多教科书^[1~4]中均有详细介绍, 基本过程包括以下六个步骤: ①以透射斑为中心选择平移矢量 R_1, R_2 确定特征平行四边形 (图 1a); ②量出近邻衍射点到透射斑的距离 R_1, R_2, R_3 以及夹角 θ_1, θ_2 ; ③根据公式 $Rd = L\lambda$ 计算出相应的晶面间距 d_1, d_2, d_3 ; ④由晶格常数 ($a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$) 计算出 d -值表; ⑤比较实验值和计算值确定晶面指数 ($h_1k_1l_1$)、($h_2k_2l_2$)、($h_3k_3l_3$); ⑥两晶面叉乘确定晶带轴方向 $[uvw] = (h_1k_1l_1) \times (h_2k_2l_2)$ 。然而, 在衍射分析中往往会碰

到各种实际问题, 使得指标化过程变得非常繁冗。为此, 本文将逐一列举这些常见问题, 并给出一些可能的解决方案, 以便读者能快捷、准确地对单晶电子衍射花样进行指标化。

1 四个问题

1.1 记录媒介

底片和 CCD 是透射电子显微镜进行实验信息记录的两种主要方式。九十年代以前的透射电子显微镜几乎都是以底片记录为主, 图 2a 为 Philip CM200 电镜上记录电子衍射花样。底片上除了记录衍射信息外, 通常还在底片一侧显示标尺长度、相机长度、记录日期、底片编号和样品名等信息。曝光 (记录) 后的底片需要显影、定影、清洗和晾干等过程, 不仅耗时、繁琐, 其中任何一个细节的疏忽都可能严重影响到数据质量。

20 世纪 90 年代以来随着半导体工业的不断发展, 慢扫 CCD 也逐渐应用到透射电子显微镜中。由 CCD 记录的衍射数据, 结合计算机分析技术已经实现一边做实验一边进行实时分析的功能。图 2b 是 Gatan Orius 832 CCD 进行 4s 曝光得到的电子衍射花样, 图中一般还给出标尺和标尺长度, 数据格式为 *. dm3。但细心的读者可能会发现, 除了显示的信息外, 该文件中还隐藏了很多有关电镜参数、标尺等信息。在 DigitalMicrograph (DM) 软件中打开一张 *. dm3 格式的衍射数据, 按快捷键 “Ctrl + D” 或选

收稿日期: 2014-10-15; 修订日期: 2014-11-18

基金项目: 北京高等学校青年英才计划项目 (No. YETP1297); 中央高校基本科研业务费专项资金资助 (No. 2014MDLXYQN09); 北京市大学生科学研究与创业行动计划 (No. BEIJ2014110004); 中央民族大学本科生研究训练计划 (No. URT2014110037)。

作者简介: 施洪龙 (1984-) 男 (白族), 云南祥云人, 讲师。E-mail: hlshi@muc.edu.cn

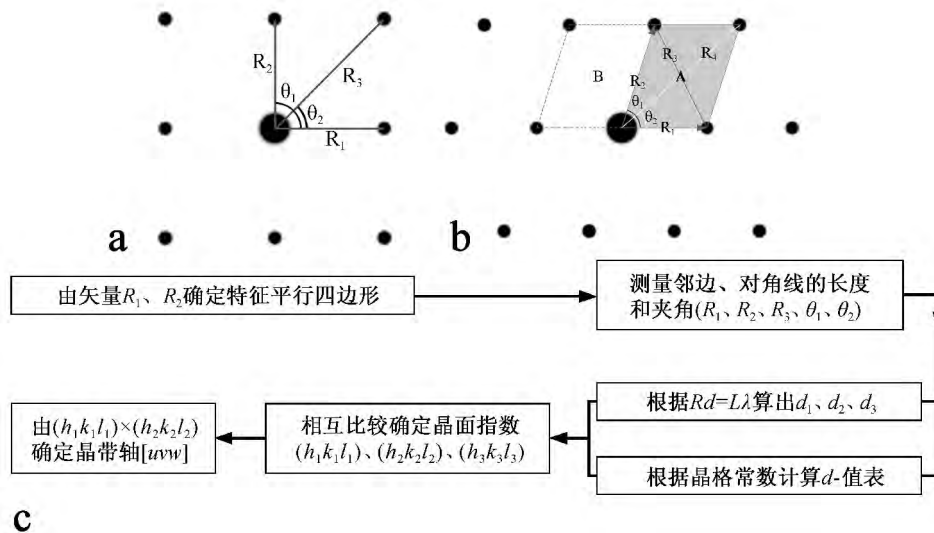


图 1 a: 电子衍射花样标定的基本参数; b: 特征平行四边形的选择; c: 电子衍射指标化的基本流程
Fig. 1 a: Indexing variables of electron diffraction pattern; b: Choice of the characteristic parallelogram;
c: The basic flow of the ED pattern indexing

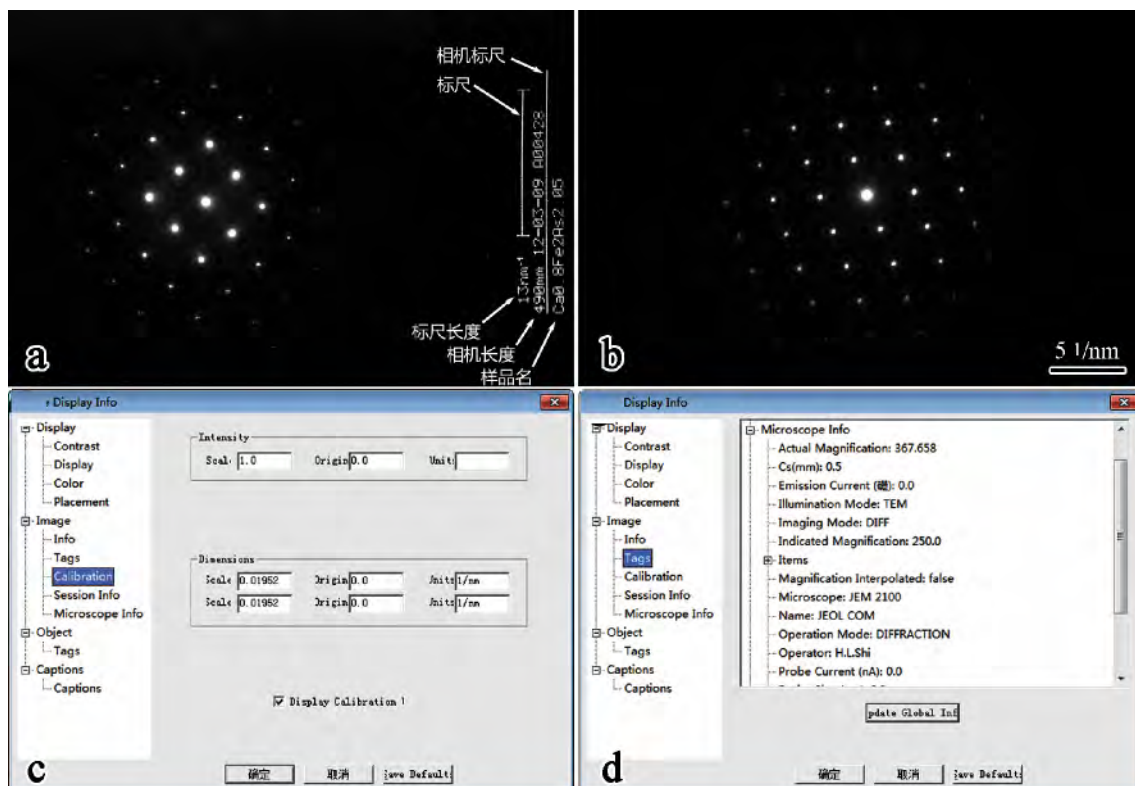


图 2 a: CM200 TEM 底片记录电子衍射花样; b ~ d: CCD 记录电子衍射花样及其它信息
Fig. 2 a: ED pattern recorded by films of CM200 electron microscope; b ~ d: ED
pattern recorded by CCD and the other useful information

择“Display/ Image display ...”就能得到“Image display info”的窗口。在“Image/ Tags”目录下(图 2c)包含收集参数(Acquisition)、仪器参数(Microscope info)等信息,从中可以得到相机长度

(实际或名义相机长度)。在“Image/ Calibration”(图 2d)中显示图像在 X 和 Y 方向上的标尺大小($\text{nm}^{-1}/\text{pix}$),用于图像标定。由于该文件比较大,还需借助 DM 软件才能查看数据,很多操作者直接

通过“File/ Save Display As...”保存为*.jpg 图片, 或通过“File/ Batch Convert...”批量保存为图片后, 删除*.dm3 文件。这样文件中所含的其它信息将全部丢失, 为下一步的分析工作带来不必要的麻烦。

1.2 相机长度问题

选区电子衍射是每位电镜初学者都必须掌握的基本技术, 也很容易上手。然而, 即使一台电镜经过严格的相机常数标定后, 同一个微区不同两次选区电子衍射实验都有可能会出现略微的偏差, 衍射点相对于透射点沿径向出现系统地内偏或外偏。即, 同一衍射点对应的晶面间距是与实验参数相关。对于高级晶族的低指数带轴, 衍射点的略微偏移一般不会增大指标化的难度。但对于低级晶族、高指数带轴, 由于各衍射点的晶面间距非常接近, 使得晶面指数的指认变得非常困难。一般情况下, 衍射点的略微偏移在很大程度上是由相机长度 L 的微小变化引起。相机长度是样品最佳位置(样品位于物镜物平面上)到荧光屏的距离, 该长度是由经中间镜、投影镜放大后的物镜焦距决定的, 大小为 $L = f_{\text{物镜}} \times M_{\text{中间镜}} \times M_{\text{投影镜}}$ 。其中 $f_{\text{物镜}}$ 为物镜焦距、 M 为放大倍数。

通常, 投影镜的放大倍数是不变的, 影响相机长度的因素就是物镜励磁电流和中间镜的励磁电流。由于电磁透镜的聚焦能力是由励磁电流决定, 换言之, 样品即使不在物镜的物平面上, 仍然可以通过改变物镜的励磁电流进行补偿, 这会给操作和分析带来很大不便。为此, 在电镜中通常会引入: 物镜标准电流和样品最佳高度的概念。如果物镜处于标准励磁电流时, 样品只有在物镜物平面上才能得到清晰的聚焦像; 类似地, 如果样品位于最佳高度时, 物镜只有处于标准励磁电流下才能得到聚焦像。如,

JEM2100 电镜设有物镜标准电流的按钮 (STD FOCUS), F20 电镜也设有类似的聚焦按钮 (Eucentric focus)。对于 JEM2100 电镜, 按下“STD FOCUS”按钮, 调节样品高度“Z”直到清晰的聚焦像, 说明样品正好位于物平面上。对于 F20, 通常有两种方法: 一是在电镜合轴好的前提下, 按下“Eucentric focus”按钮, 按下“Wobbler”按钮图像开始晃动, 调节样品高度“Z”, 直到图像最小晃动为止。之后关闭“Wobbler”; 另一方法, 打开“ α -wobbler”, 设置合适的倾角, 调节“Z”高度直至图像最小晃动为止, 退出“ α -Wobbler”。

当物镜处于标准励磁(具有标准焦距)、样品位于最佳高度时, 用选区光阑套住感兴趣的区域。进入衍射模式, 调节中间镜的励磁强度得到聚焦的衍射花样, 此时所定义的相机长度才是唯一的。

1.3 分析前的准备工作

尽管可以直接用尺子测量底片上衍射点的间距, 但测量误差较大, 同时也会在底片上留下指纹或刮痕, 会直接影响到以后的数据分析。所以在衍射数据分析前通常都需要对底片进行扫描, 分辨率一般在 300 像素以上, 并保存为*.jpg 格式的图片。该图片可以直接在 Photoshop 中测量距离和角度, 具体方法请看第二部分内容。如果用 DM 软件进行分析, 还需要对底片进行标定, 确定透射斑中心。

1.3.1 底片的标定

为了在 DM 软件中直接测量出特征点之间的实际大小(nm、 μm 等)而非像素值, 需要对底片进行准确标定。具体方法是(图 3a): 将*.jpg 格式的图片(如图 2a 中的底片)直接拖入 DM 软件中, 选择 LineROI 工具, 沿底片上的标尺画出标尺的大小(为准确起见, 可以对图像进行放大)。由于该标尺

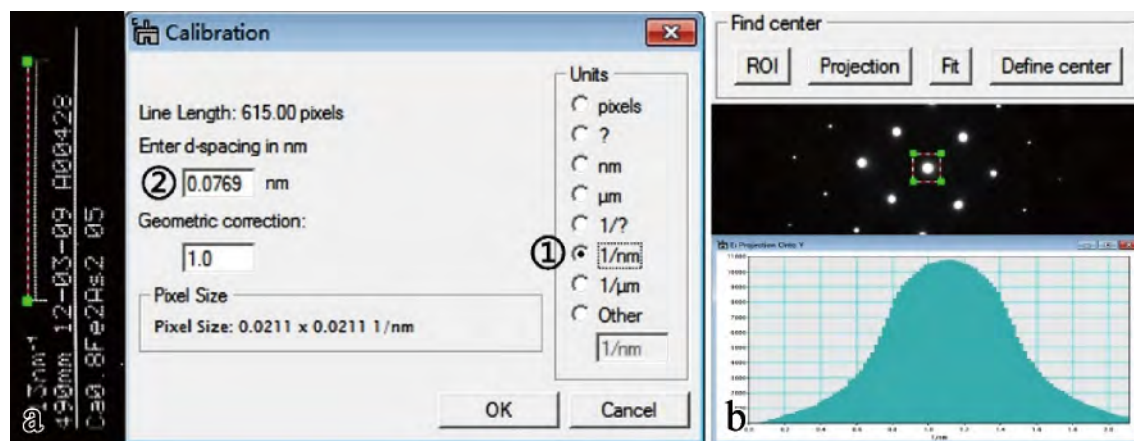


图3 a: 底片的标定; b: 透射斑中心的确定

Fig. 3 a: Scale determination of the films; b: Center determination of the transmitted spot

长为 13 nm^{-1} , 所以单位像素的长度为 $1/13 = 0.07692 \text{ nm}^{-1}/\text{pix}$ 。选中已画好的 LineROI, 点击“Analysis/ Calibrate...”, 在弹出窗口的①处选择单位“ $1/\text{nm}$ ”, 在②处输入 0.07692 即可。如果是*.dm3 格式的数据, 该过程可省略。

1.3.2 透射斑中心的确定

透射斑中心的确定是进行以透射斑为中心的一维投影或二维图像旋转分析的前提。确定透射斑中心常见的方法有两种。一种是以 DiffTools 和 RDTTools^[5,6] 为代表的透射斑中心确定方法, 基本操作是: 首先选择“DiffTools/ Locate SADP Centre...”, 在弹出的窗口中点击“Get Image”, 通过点击窗口中的 $\uparrow \downarrow \leftarrow \rightarrow$ 键把 ROI 矩形框移动到透射斑的中心上, 然后点击“Manual”按钮设置透射斑中心。为方便起见, 可以勾选“Mask”, 在图中会出现一系列参考圆环。第二种是 DM 插件“ElectronDiffraction Tools”, 通过透射斑的一维投影、高斯拟合来确定。具体方法是(图 3b): 在“Find Center”模块中点击“ROI”, 软件将自动在图像中心处添加矩形 ROI, 用鼠标移动 ROI 使其套住透射斑。点击“Projection”, 软件将对 ROI 区域内的数据进行横向和纵向投影; 再点击“Fit”对这两个方向上的投影图进行高斯拟合, 就能得到 X 和 Y 方向上的峰值。最后点击“Define center”设置透射斑中心。

以上工作做完后, 可点击“File/ Save As...”保存为*.dm3 文件, 这样以后进一步分析就不用再重复上述过程。

1.4 特征平行四边形的选择



电子衍射花样是晶体的三维倒易点阵在底片上的二维投影放大像。这些衍射点具有一定的周期平移对称性, 可以选用合适的平移矢量 R_1 和 R_2 进行描述, 如图 1b 所示。为方便起见, 本文对特征平行四边形的选择进行约定: ① 以透射斑为中心, 按右手定则(带轴方向向上)以非共线的短边 R_1 和 R_2 为邻边构造平行四边形, 且 $R_1 \leq R_2$; ② 两邻边、短对角线和长对角线满足关系 $R_1 \leq R_2 \leq R_3 \leq R_4$; ③ R_1 和 R_2 的夹角 $\theta_1 \leq 90^\circ$ 。由以上约定所构造的平行四边形具有面积最小和一个格子内只有一个格点的特点, 能较好地描述二维衍射点的周期平移性。所以, 图 1b 中即使“A”和“B”两个平行四边形在几何上是等价的, 但本文选择“A”为特征平行四边形。

2 实例介绍传统指标化方法

本文以 CaFe_2As_2 晶体的某一带轴电子衍射花

样为例(图 4), 用传统指标化方法对选区电子衍射进行指标化, 具体过程如下:

① 根据特征平行四边形的选择要求, 选择四边形 OACB 为特征平行四边形;

② 把该衍射花样(底片)的图片拖入到 Photoshop CS4 中, 先设置标尺单位: 选择“编辑/首选项/单位与标尺”, 在弹出的对话框中设置“单位/标尺: 毫米”; 之后, 长按工具箱中吸管图标的下拉箭头  或右击下拉箭头, 选择标尺工具 。在标尺工具选中的状态下从 O 点向 A 点拉一条线段, 在窗口上方会显示 $L_1 = 4.3 \text{ mm}$ 。此时, 还可以双击 O 点上的“+”沿 B 点再拉出一条线段, 在窗口上方会显示 $A = 90.5^\circ$, $L_1 = 4.3 \text{ mm}$, $L_2 = 4.4 \text{ mm}$ 。这表明 $R_1 = 4.3 \text{ mm}$, $R_2 = 4.4 \text{ mm}$, $\angle AOB = 90.5^\circ$ 。选中 B 点上的“+”拖到 C 点, 得出 $R_3 = 6.2 \text{ mm}$, $\angle AOC = 45.2^\circ$ 。

③ 从底片上的信息可看出相机长度 $L = 490 \text{ mm}$, 200 kV 时电子束的波长为 $\lambda \approx 0.250793 \text{ nm}$ (相对论校正)。根据公式 $Rd = L\lambda$ 计算出相应的晶面间距为: $d_1 \approx 0.2858 \text{ nm}$ 、 $d_2 \approx 0.2793 \text{ nm}$ 、 $d_3 \approx 0.1982 \text{ nm}$ 。

④ 已知 CaFe_2As_2 晶体属于体心四方相, 晶格常数为 $a = b \approx 0.3887 \text{ nm}$, $c = 1.1706 \text{ nm}$ ^[7], 根据公式 1 和 2 可以计算出各晶面对应的晶面间距以及晶面夹角。但在实际操作中通常可以在 Origin 软件中自制常用 (hkl) d -Angle 列表, 右击 d 列或 Angle 列选择“Set Column Values”输入晶面间距和晶面夹角公式, 软件将自动计算出给定 (hkl) 的 d 值和晶面夹角。也可以在 Powder X (Powder X-ray Analysis System) 软件^[8] 中选择“Indexing/ Dhkl”, 在弹出的对话框中选择四方晶系 (Tetragonal) 和点阵类型 (1), 依次输入晶格常数, 选择合适的衍射角范围, 点击“Calculate”就能得到晶面间距列表。常见晶面间距和晶面夹角列表如图 4b。

⑤ 比较实验值和计算值, 考虑到测量误差、晶格常数和相机长度误差, A、B 衍射点对应的晶面为 $\{110\}$, C 点对应的晶面为 $\{200\}$ 。综合考虑三个衍射点之间的夹角关系, 最终确定 A (110)、B (110)、C (200)。

⑥ 由 A 和 B 两个晶面确定晶带轴:

$$[uvw] = \begin{vmatrix} u & v & w \\ 1 & 1 & 0 \\ 1 & -1 & 0 \end{vmatrix} = [00\bar{1}]$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{1}{V^2} \{ h^2 b^2 c^2 \sin^2 \alpha + k^2 a^2 c^2 \sin^2 \beta + l^2 a^2 b^2 \sin^2 \gamma + 2 h k a b c^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) + 2 k l b c a^2 (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) + 2 l h c a b^2 (\cos \alpha \cos \gamma - \cos \beta) \} , \quad (1)$$

$$\cos \theta = \{ h_1 h_2 b^2 c^2 \sin^2 \alpha + k_1 k_2 c^2 a^2 \sin^2 \beta + l_1 l_2 a^2 b^2 \sin^2 \gamma + a b c^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) (h_1 k_2 + k_1 h_2) + b c a^2 (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) (k_1 l_2 + l_1 k_2) \} + c a b^2 (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) (l_1 h_2 + h_1 l_2) \} / \sqrt{A_{h_1 k_1 l_1} \cdot A_{h_2 k_2 l_2}} \quad (2)$$

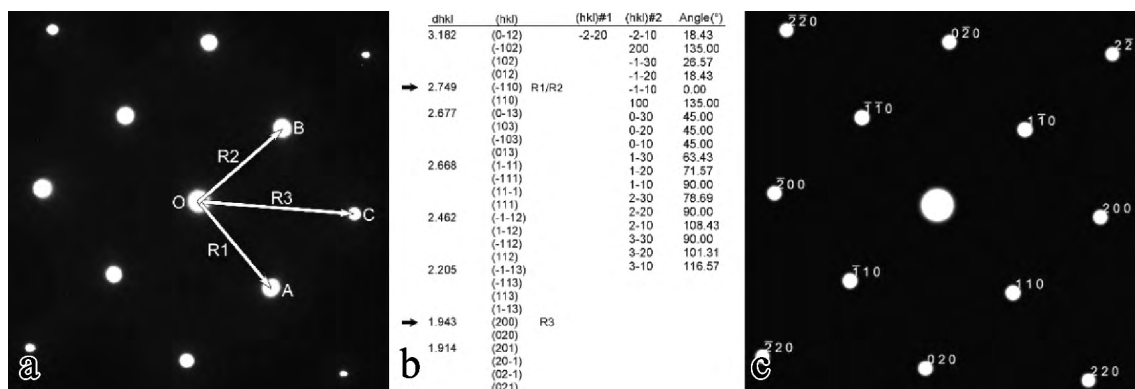


图4 传统方法对 CaFe_2As_2 的选区电子衍射花样指标化。

a: 选择特征平行四边形; b: d -值表和晶面夹角; c: 模拟的衍射花样

Fig. 4 Example of the ED pattern indexing of CaFe_2As_2 specimen following the traditional route.

a: The choice of the characteristic parallelogram; b: The calculated d -spacing table and the angles; c: The simulated diffraction pattern

以上是选区电子衍射指标化的基本步骤。如果进行纯手工指标化,这是非常耗时、繁杂的过程。为了实现更快捷的指标化,需要对衍射点间距的测量和晶面间距的计算、晶面的指数指认、带轴计算等过程进行自动化改进。

3 指标化的改进

3.1 衍射点间距的测量和指数指认

衍射点间距的测量和晶面指数指认是指标化的主要难点。在此,本文将给出一些可能的操作方法(假定底片已经标定,或者是*.dm3格式的数据)。

方法1: 选择 LineROI 工具,在两特征点之间拉一条线段,如图 5a 所示。为准确起见,可将图像放大进行操作。选中画好的线段,选择“Analysis/

Calibrate...”。在弹出的对话框中(图中①处)将显示该线段所对应的距离(nm)。

方法2: 选择 Profile 工具,沿特征点方向拉一线段,将弹出强度分布的一维投影图。在投影图中用鼠标从一个衍射峰的极大值拖到另一峰的极大值处,软件将实时显示矩形框的长度(1/nm)。比如图 5b 中两峰的间距为 3.632 nm^{-1} ,对应的晶面间距为 $1/3.632 = 0.2753 \text{ nm}$ 。如果投影图的信噪比差,可以双击所拉出的线段,在弹出的窗口中(图中②处)设置合适的积分宽度(Integration Width)。

方法3: 利用 DigitalMicrograph 中的一些插件,比如,DiffTools、ElectionDiffraction Tools 等测量晶面间距。方法分别是:

(1) 利用 DiffTools 测量晶面间距(图 6a): 假设

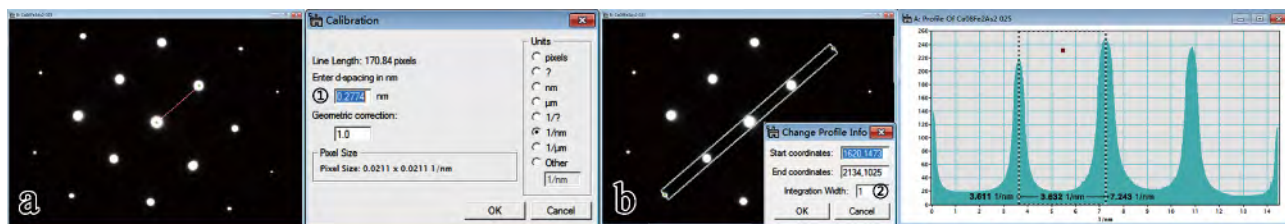


图5 衍射点间距的测量。a: LineROI 工具; b: Profile 工具

Fig. 5 Measuring of the diffraction spots with. a: LineROI tools; b: Profile tools in the DM software

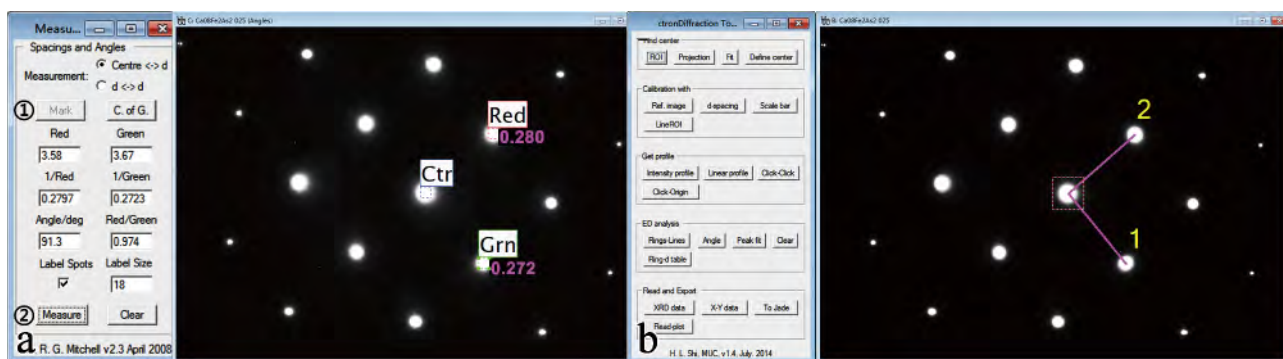


图 6 利用 DM 插件测量晶面间距和夹角。a: DiffTools; b: ElectionDiffraction Tools

Fig. 6 Measuring diffraction spots and angles using DM plugins. a: DiffTools; b: ElectronDiffraction Tools

已经按文中 2 传统指标化方法②确定好透射斑中心,选择“DiffTools/ Measure Spacings and Angles...”在弹出窗口中的①处点击“Mark”按钮,在衍射图中会出现红绿蓝三个矩形框。其中,蓝矩形框为透射斑,拖动红、绿矩形框的文字标签到特征平行四边形的两近邻点上,点击②处的“Measure”按钮就能在 Result Window 中显示相应的晶面间距和夹角。

(2) 利用 ElectionDiffraction Tools 测量晶面间距(图 6b):假设已经按文中 2 传统指标化方法②确定好透射斑中心,点击“ElectionDiffraction Tools”面板中的按钮“Angle”,把鼠标依次准确移到特征平行四边形的近邻点 A 和 B 上,并按空格键确认。在

Result Window 中就会显示 R_1 和 R_2 的长度、晶面间距以及相应的夹角。

方法 4: 结合电子衍射的一维投影图和 XRD 分析软件直接确定晶面指数。假设透射斑中心已经确定,在“ElectronDiffraction Tools”面板中点击“Intensity Profile”按钮得到以透射斑为中心的一维强度投影图(图 7a)。选中该图,点击面板中的“X-Y data”保存为 MDI Jade 软件能直接读取的*.txt 文件。第二步,把保存的*.txt 文件直接拖入 MDI Jade 软件中就能根据 PDF 卡片峰位直接指认每个衍射峰所对应的(hkl)指数,如图 7b 所示。(注:需要对 MDI Jade 软件进行合适的设置(图 7c, 7d):点

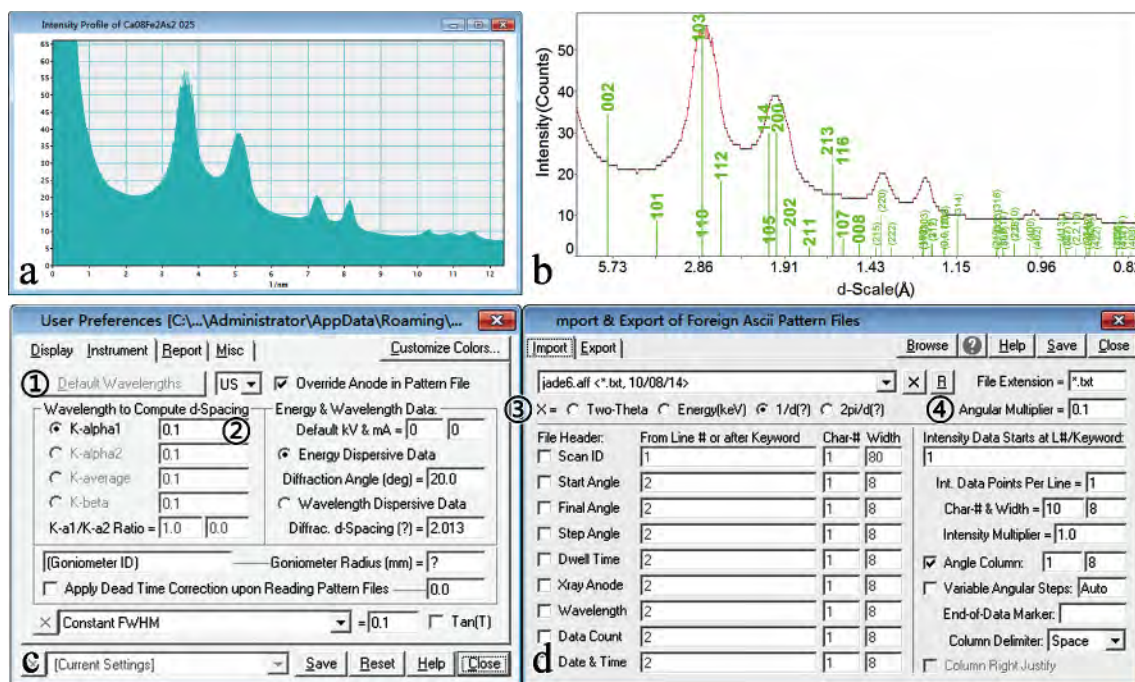


图 7 利用衍射花样的一维投影图和 XRD 分析软件直接指认晶面指数。

a: 一维投影图; b: 在 MDI Jade 软件中直接指认晶面指数; c, d: MDI Jade 软件参数设定

Fig. 7 Set (hkl) Miller indices to the given diffraction spots using 1D projection pattern and XRD software.

a: The 1D projection pattern; b: Miller indices identification using MDI Jade software; c, d: Main parameters in the MDI Jade

击 Edit/ Preference ..., 在弹出的对话框中选择 Instrument 在①处选择自定义波长 US, 在②处设置波长 $k\text{-}\alpha = 0.1$; 选择 “File/ Save/ Setup Ascii Export...” 在弹出的对话框中选择 “Import” 设置导入文件参数: 由于导入的是 nm^{-1} 的数据, 需要在③处勾选 $X = 1/d$, ④处设置 Angular Multiply = 0.1)。

3.2 利用 Carine Crystallography 软件进行指标化

(1) 晶体结构建模: 由于指标化过程主要关注衍射峰或衍射点的位置, 这两者主要是由晶格常数而决定。所以, 在 Carine Crystallography 3.1 软件^[9]中将直接进行快速建模, 如图 8a。选择 “Cell/ Tetragonal/ Body-centered (I)”, 在弹出的窗口中输入晶格常数 a 和 c , 在 Symbol 中任选一原子即可。

(2) 指标化: 指标化之前需要先量出 R_1 和 R_2 , 或者 d_1 和 d_2 。选择 “Calcul. / Identification of planes” 在弹出的窗口中设置相应参数, 如图 8b。如果已知 d_1 d_2 和夹角, 只需在④处输入这些参数, 点击 “Compute” 就能得到候选带轴列表; 如果已知 R_1 和 R_2 , 需要在①处输入加速电压, 点击 \rightarrow 后得到电子束波长, 在②处设置相机长度而后点击 \rightarrow 得到相机常数 K , 在③处输入 R_1 和 R_2 , 点击 \rightarrow 后在④处就能得到 d_1 和 d_2 。

(3) 模拟比对: 根据所计算的候选带轴列表, 依次点击 \rightarrow 和 \rightarrow 计算相应的带轴衍射花样, 并与实验花样比对, 确定指标结果。

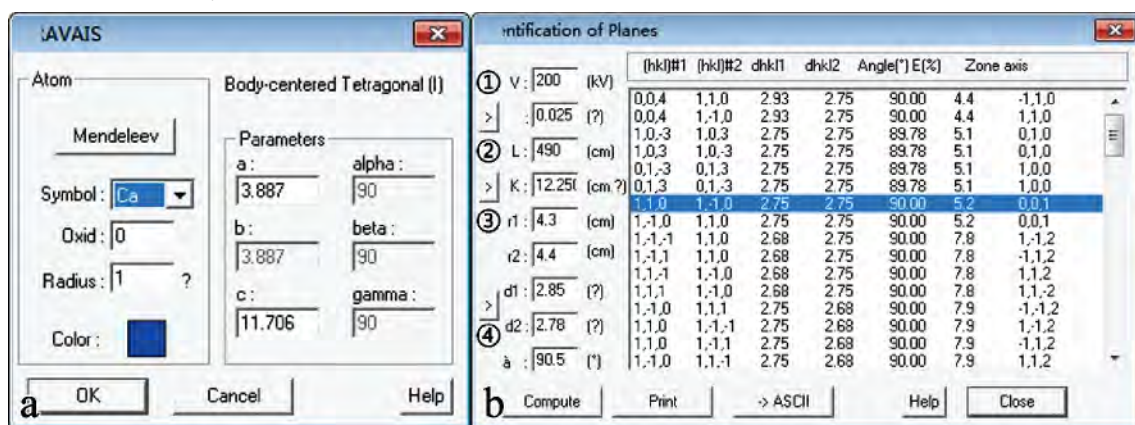


图8 利用 Carine Crystallography 软件进行指标化。a: 晶体结构建模; b: 指标化

Fig. 8 ED indexing in the Carine Crystallography. a: Build the crystal structure; b: indexing

3.3 利用 SingleCrystal 软件进行指标化

(1) 在 CrystalMaker 软件^[10]中建立晶体结构模型: 如果有该晶体的*.cif 文件, 把该文件直接拖入 CrystalMaker 中即可。否则, 选择 “File/ New Crystal”, 在弹出窗口中设置空间群、晶格常数和原

子坐标, 如图 9a 所示。

(2) 关联 CrystalMaker 软件和 SingleCrystal 软件^[10]: 在 SingleCrystal 软件打开的前提下, 在 CrystalMaker 软件中点击 “Transform/ Single-Crystal Diffraction/ New Pattern”。

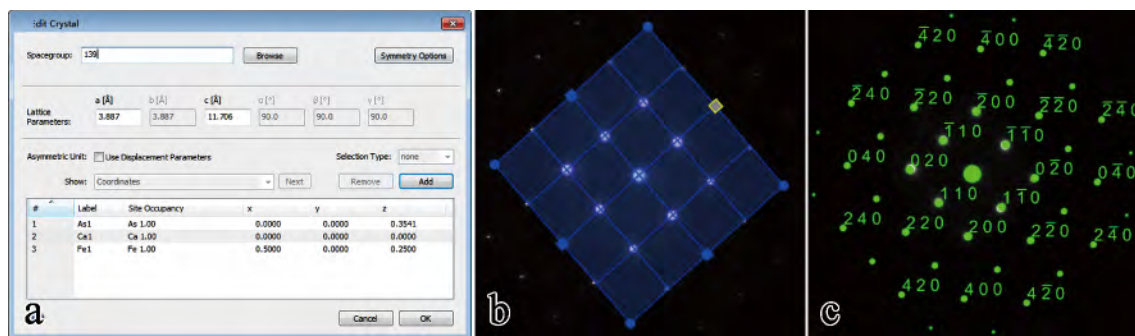






图9 利用 CrystalMaker 和 SingleCrystal 软件进行指标化的基本过程。a: 在 CrystalMaker 建立晶体结构;

b: 在 SingleCrystal 软件用 Grid 工具设置特征平行四边形; c: 指标化结果

Fig. 9 ED pattern indexing using CrystalMaker and SingleCrystal. a: Build crystal structure in the CrystalMaker;

b: Set the characteristic parallelogram using grid tools in the SingleCrystal; c: The simulated pattern

(3) 在 SingleCrystal 中标化: 先点击“Picture/ Choose Picture”选择需要指标化的衍射图(*.jpg 或*.bmp 等)。为方便起见,先设置花样中心。点击图标显示倒易空间的原点,在模式下点击把衍射图的透射斑移动到原点上)。点击添加网格,拖动和旋转网格使其按特征平行四边形覆盖在每个衍射点上,如图 9b 所示。之后选择“View/ Set View Direction with Grid/ Calculate Orientation”就能根据所选特征平行四边形模拟出可能的带轴花样,如图 9c 所示。

4 结论

利用传统方法对电子衍射花样进行指标化非常耗时、繁杂,为此本文结合已有的 DM 插件或常用软件针对衍射点间距的测量、晶面间距的计算、晶面指数的指认等过程提出了一些改进的方法。综合运用这些方法以期实现对带轴衍射花样的快捷分析。

致谢: 感谢北京理工大学材料科学与工程学院曹茂盛老师的有益讨论,感谢石静咏琪、向恒宇等在软件编程过程中的有益探讨。

参考文献:

- [1] Champness P E. Electron Diffraction in the Transmission Electron Microscope [M]. UK: BIOS Scientific Publishers Limited, 2001: 48.
- [2] Williams D B, Carter C B. Transmission Electron Microscopy, a Textbook for Materials Science [M]. II. USA: Springer, 2009: 287 – 290.
- [3] Brent F, James M H. Electron Microscopy and Diffractometry of Materials [M]. III. USA: Springer, 2008: 273 – 282.
- [4] 施洪龙, 张谷令. X-射线粉末衍射和电子衍射——常用实验技术与数据分析 [M]. 北京: 中央民族大学出版社, 2014: 149 – 150.
- [5] Mitchell D R G. DiffTools: Electron diffraction software tools for DigitalMicrograph TM [J]. Microsc Res Tech, 2008, 71: 588 – 593.
- [6] Mitchell D R G, Petersen T C. RDTTools: A software tool for quantifying short-range ordering in amorphous materials [J]. Microsc Res Tech, 2011, 75: 153 – 163.
- [7] Shi H L, Yang H X, Tian H F, et al. Structural and physical properties of $\text{Ca}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Fe}_2\text{As}_2$ ($0 \leq x \leq 1.0$) and $\text{Ca}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Fe}_{2-y}\text{Co}_y\text{As}_2$ ($0 \leq y \leq 0.6$) [J]. J Supercond Nov Magn, 2010, 23(5): 749.
- [8] Dong C. PowderX: Windows-95-based program for powder X-ray diffraction data processing [J]. J Appl Cryst, 1999, 32: 838.
- [9] Boudias C, Monceau D. Commercial Software CaRine Crystallography 3.1, Divergent SA Company, Compiègne, France.
- [10] Crystal Maker, Single Crystal [EB/OL]. <http://www.crystallmaker.com/singlecrystal/index.html>.

Indexing methods on the electron diffraction pattern of the known crystal

SHI Hong-long^{1*}, LUO Min-ting², WANG Wen-zhong¹

(1. School of Science, Minzu University of China, 2. Institute of Process Engineering, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100081, China)

Abstract: Electron diffraction is one of the basic structure analysis techniques, and indexing of the zone axis pattern recorded by films or CCD is a fundamental ability for the electron microscope operators. However, the pattern indexing using the traditional method should be followed by the measuring the distance between diffraction spots and the transmitted spot, calculation the d-spacing of these planes, setting $\{hkl\}$ indices to them, and calculating the zone axis direction, which is obviously rather tedious and time-consuming. In this paper, we discussed all of the possible methods to improve the indexing procedure by the common used software and DM plugins.

Keywords: electron diffraction; indexing; diffraction analysis

* Corresponding author