

# HoNiSn的 X射线粉末衍射数据\*

## X-Ray Diffraction Data for HoNiSn

曾令民 张丽萍 李均钦 庄应烘

Zeng Lingmin Zhang Liping Li Junqin Zhuang Yinghong

(广西大学材料科学研究所 南宁市西乡塘路 10号 530004)

(Institute of Mat. Sci., Guangxi Univ., 10 Xixiangtang Road, Nanning, 530004)

郝建民

Hao Jianmin

(天津电子材料研究所 天津 300192)

(Tianjin Electronic Material Research Institute, Tianjin, 300192)

**摘要** 给出指标化的 HoNiSn相的 X射线粉末衍射数据。该化合物属正交晶系,  $a=7.0658(6)\text{\AA}$ ,  $b=7.6455(2)\text{\AA}$ ,  $c=4.4396(1)\text{\AA}$ 。每个晶胞有 4个化合式量, 空间群为  $Pna2_1$ 。

**关键词** HoNiSn相 X射线衍射 粉末衍射数据

**Abstract** Indexed powder diffraction patterns and related crystallographic data for Holmium Nickel Tin are reported. The HoNiSn compound crystallizes in orthorhombic symmetry, which belongs to the space group  $Pna2_1$ ,  $z=4$ . The lattice constants are  $a=7.0658(6)\text{\AA}$ ,  $b=7.6455(2)\text{\AA}$ ,  $c=4.4396(1)\text{\AA}$ .

**Key words** HoNiSn phase, X-ray diffraction, powder diffraction data

Takabatake等人<sup>[1]</sup>曾报道  $RNiSn$  ( $R=$  稀土) 具有磁和传输性质的各向异性, 因而有可能在高科技领域得到应用。但迄今为止, HoNiSn尚未出现在作为鉴别物相用的 PDF (Powder Diffraction File) 中, 因此, 非常有必要进行 HoNiSn相的 X射线粉末衍射数据的研究。

### 1 材料与实验方法

本实验中所用的合金试样由纯金属按化合式配比称量熔炼而成, 试样重 10 g。原材料的纯度为 99.999% 的镍, 99.9% 的锡和 99.9% 的钽。由于稀土钽在高温时极易氧化, 合金在高真空 (约  $10^{-3}$  Pa) 电弧炉中并在高纯氦气氛下熔炼, 使用水冷铜坩埚, 反复翻熔 5次, 以保证成分均匀。将熔好的合金块用钽片包裹, 置于密封的已抽成高真空的石英管中在  $1050^\circ\text{C}$  进行为期 10天的均匀化退火, 以得到微观上成分均匀且结晶状态良好的合金试样。出炉后经电子

探针分析证实试样为 HoNiSn。把试样放入玛瑙研钵中, 在丙酮保护下仔细进行研磨成约  $10\mu\text{m}$  的粉末, 再将粉末装入玻璃管中抽真空封好, 于  $400^\circ\text{C}$  保温 2天后以  $10^\circ\text{C}/\text{h}$  的速率降至室温即可用于 X射线衍射。实验所用仪器为日本 Rigaku D/max-RC型带石墨单色器转靶衍射仪, 仪器条件设置为  $\text{CuK}\alpha$  辐射, 管压 50 kV, 管流 180 mA, 发散狭缝为  $1^\circ$ , 接收狭缝为 0.15 mm。收集衍射数据前, 仪器灵敏度经过由美国国家标准局提供的 NIST SRM 1976标样进行校准。确定试样衍射的  $2\theta$  值时, 用 Rigaku 公司提供的高纯 Si 粉作外标, 作  $\Delta 2\theta - 2\theta$  校正曲线, 校正函数为  $\Delta 2\theta = a_1 + a_2 \cos\theta + a_3 \sin 2\theta$ 。对于  $K\alpha_1$ 、 $K\alpha_2$  未分离的低角度线则采用 D/max 标准软件中的  $K\alpha_1$ 、 $K\alpha_2$  分离程序进行处理。数据中的 X射线波长  $\lambda=1.54060\text{\AA}$ 。测量强度时, 采用国际衍射数据中心建议的 Rear loading sample 装样技术, 以减少制样过程中可能引起的择优取向。 $2\theta$  值在  $10^\circ\sim 145^\circ$  范围内对样品进行阶梯扫描, 步阶为  $0.02^\circ$ , 每步停留时间为 2 s。测量时的温度为  $25\pm 1^\circ\text{C}$ , 衍射强度由峰形的积分面积确定, 数据处理用 D/max 软件完成。

1995-10-04收稿。

\* 国际衍射数据中心 (ICDD) 和广西区科委资助项目。

表1 HoNiSn的 X射线衍射数据

Table 1 X-ray powder diffraction data for HoNiSn

| $d$ (Å) | $I/I_0$ | $hkl$    | $\vartheta$ (°) | $d$ Å  | $I/I_0$ | $hkl$ | $\vartheta$ (°) |
|---------|---------|----------|-----------------|--------|---------|-------|-----------------|
| 5.18    | 2       | 110      | 17.092          | 1.5035 | 1       | 421   | 61.412          |
| 3.835   | 1       | 011      | 23.173          | 1.4946 | 4       | 150   | 62.048          |
| 3.817   | < 1     | 020      | 23.288          | 1.4077 | 10      | 341   | 66.353          |
| 3.368   | 8       | 111      | 26.444          | 1.3899 | 3       | 510   | 67.312          |
| 3.363   | 9       | 120      | 26.484          | 1.3825 | 5       | 402   | 67.723          |
| 2.764   | 5       | 201      | 32.362          | 1.3803 | 3       | 431   | 67.843          |
| 2.680   | 33      | 121      | 33.412          | 1.3644 | 1       | 332   | 68.743          |
| 2.598   | 100     | 211. 220 | 34.488          | 1.3543 | 2       | 123   | 69.329          |
| 2.398   | 4       | 130      | 37.480          | 1.3435 | 11      | 213   | 69.971          |
| 2.251   | 30      | 310      | 40.019          | 1.3400 | 3       | 242   | 70.180          |
| 2.219   | 27      | 002      | 40.626          | 1.2702 | 9       | 521   | 74.666          |
| 2.209   | 29      | 031      | 40.811          | 1.2396 | 9       | 152   | 76.840          |
| 2.066   | 3       | 230      | 43.778          | 1.1779 | 5       | 600   | 81.682          |
| 1.912   | < 1     | 040      | 47.521          | 1.1382 | 2       | 601   | 85.179          |
| 1.874   | 6       | 231      | 48.530          | 1.1259 | < 1     | 611   | 86.344          |
| 1.852   | 1       | 122      | 49.142          | 1.0479 | 4       | 343   | 94.635          |
| 1.828   | 3       | 321      | 49.855          | 1.0393 | 4       | 631   | 95.669          |
| 1.767   | 5       | 400      | 51.698          | 1.0379 | 7       | 550   | 95.838          |
| 1.730   | 4       | 330      | 52.892          | 0.9908 | 4       | 370   | 102.050         |
| 1.721   | 2       | 410      | 53.169          | 0.9872 | 9       | 523   | 102.577         |
| 1.704   | < 1     | 141      | 53.767          | 0.9401 | 8       | 552   | 110.038         |
| 1.687   | 9       | 222      | 54.341          | 0.9123 | 2       | 712   | 115.196         |
| 1.683   | 5       | 240      | 54.478          | 0.9048 | 3       | 372   | 116.719         |
| 1.6283  | 3       | 132      | 56.466          | 0.8751 | 2       | 741   | 123.340         |
| 1.6045  | 5       | 411      | 57.383          | 0.8607 | 10      | 811   | 127.013         |
| 1.6013  | 2       | 420      | 57.507          | 0.8560 | 2       | 215   | 128.293         |
| 1.5806  | 7       | 312      | 58.333          | 0.8474 | 3       | 463   | 130.752         |
| 1.5130  | 3       | 232      | 61.212          | 0.8384 | 2       | 035   | 133.487         |

## 2 X射线粉末衍射数据

表1是稀土化合物 HoNiSn的 X射线粉末衍射数据,所有的衍射线均能按正交晶系指标化,经最小二乘法精化后得到  $a=7.0658(6)\text{Å}$ ,  $b=7.6455(2)\text{Å}$ ,  $c=4.4396(1)\text{Å}$ 。由指标化可靠性因子公式<sup>[2]</sup>  $R_N = \left( \frac{1}{\sum \Delta \vartheta} \right) \left( \frac{N}{N_{\text{pass}}} \right)$ , 式中  $N$  为观察到的衍射线的总数目,  $N_{\text{pass}}$  是直数到第  $N$  根观察线所可能有的独立衍射线的数目, 但由点阵类型和对称元素所引起的系统消光应排除在外,  $|\Delta \vartheta| = \sum_N |\vartheta_{\text{obs}} - \vartheta_{\text{cal}}| / N$  可算得  $R_{30} = 37.3(0.0179, 45)$ , 说明指标化的可靠程度高。HoNiSn属正交晶系这一结果与 Higashi<sup>[3]</sup>等人用单晶法研究 CeNiSn得到的结果相同。参考 CeNiSn所属的空间群  $Pna2_1$ , 不难发现, 表1给出的 HoNiSn X射线衍射消光规律完全与  $Pna2_1$ 的相符。进一步的

理论衍射强度计算的结果也表明, 强度的计算值和强度的观察值也符合得较好。最后得到的 HoNiSn的晶体为正交晶系; 空间群为  $Pna2_1$ ; 晶胞参数,  $a=7.0658(6)\text{Å}$ ,  $b=7.6455(2)\text{Å}$ ,  $c=4.4396(1)\text{Å}$ ; 单胞中的化合式量  $Z=4$ , 计算密度  $D_c=9.480\text{gcm}^{-3}$ 。

### 参考文献

- 1 Takabatake T, Teshima F, Fujii H et al., Formation of an anisotropic energy gap in the valence-fluctuating system CeNiSn, Phys Rev, 1990, B41: 9607.
- 2 Smith G S, Snyder, R L. In a criterion for rating powder diffraction patterns and evaluating the reliability of power pattern indexing. J Appl Cryst, 1979, 12: 60.
- 3 Higashi I, Kobayashi K, Takabatake T. The crystal structure of CeTSn ( $T \equiv \text{Ni, Pd and Pt}$ ), J of Alloys and Compounds, 1993, 193: 300-302.

(责任编辑 蒋汉明)