

Gd₄Sn₁₁的晶体结构参数及粉末衍射数据*

X-ray Powder Diffraction Data and Structural Parameters for Gd₄Sn₁₁

吴世伟 曾令民 覃文 郝建民**

Wu Shiwei Zeng Lingmin Qin Wen Hao Jianmin

(广西大学材料研究所 南宁市西乡塘路 10号 530004)

(Institute of Materials Sci., Guangxi Univ., 10 Xixiangtanglu, Nanning, Guangxi, 530004)

摘要 给出指标化的 Gd₄Sn₁₁相的 X射线粉末衍射数据。Gd₄Sn₁₁为正交晶系, $a = 0.4354(2)$ nm, $b = 0.44111(9)$ nm, $c = 2.2046(4)$ nm, $z = 1$ 其空间群为 $Amm2(38)$ 。

关键词 Gd₄Sn₁₁相 X射线粉末衍射 晶体结构

Abstract Indexed powder diffraction patterns and related crystallographic data for Gd₄Sn₁₁ are reported. The Gd₄Sn₁₁ compound crystallizes in orthorhombic symmetry, which belongs to the space group $Amm2(38)$, $z = 1$, and the lattice constants are $a = 0.4354(2)$ nm, $b = 0.44111(9)$ nm, $c = 2.2046(4)$ nm

Key words Gd₄Sn₁₁ phase, X-ray powder diffraction, crystal structure

中图法分类号 TG 115.222.3

稀土—Sn具有相当丰富的中间化合物,这非常有利于研究稀土 4f 电子的偶合作用^[1,2]。对 Gd—Sn 二元系,已确定的中间相就有 10个: Gd₃Sn, Gd₅Sn₃, Gd₅Sn₄, Gd₈Sn₇, Gd₁₁Sn₁₀, Gd₃Sn₄, Gd₅Sn₂, Gd₃Sn₇, Gd₄Sn₁₁, Gd₅Sn₈^[2,3]。因此,准确鉴别 Gd—Sn 中间相是非常必要的。但迄今尚未有 Gd₄Sn₁₁的 X射线粉末衍射数据的报道,本文重点进行这一方面的工作,并对 Gd₄Sn₁₁的各种晶体结构数据进行进一步的精确确定。

1 实验方法

实验中所用的合金试样用电弧熔炼法制备而成,试样是以化学式严格配比称量,其中 Sn 纯度为 99.9%, Gd 纯度为 99.9%,试样总重 10g。由于稀土 Gd 在高温下极易氧化,而 Sn 的液态流动性差,因此,合金在高纯氩气保护下,以尽可能小的电弧反复熔炼 5 次而成,确保了试样成分的均匀和准确(熔炼后重量损失小于 0.5%)。为了得到微观成分均匀且

结晶状态良好的合金试样,将熔好的合金块用 Ta 片包裹,密封于抽成高真空的石英管中,在 800°C 下进行为期 10 d 的均匀退火。出炉后经电子探针分析证实试样为 Gd₄Sn₁₁。把试样放入玛瑙研钵中,在丙酮的保护下仔细进行研磨成颗粒度小于 10 μm 的粉末。再将粉末装入玻璃管中抽真空封好,在 450°C 保温 3 d 后以 10°C/h 的速率降至室温,消除由于研磨造成的晶格畸变,即可用 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 CuKα1 辐射 ($\lambda = 0.154060$ nm),管压 50 kV,管流 180 mA,发散狭缝为 1°,接受狭缝为 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 2θ 值时,用 Rigaku 公司提供的高纯 Si 粉作内标。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。 2θ 值在 10°~120° 范围内对样品进行阶梯扫描,步阶为 0.02°,每步停留时间为 2 s。测量时温度为 25 ± 1°C,衍射强度由峰高确定,数据处理用 D/max 软件完成。

2 X射线粉末衍射数据及晶体结构参数

Gd₄Sn₁₁的 X射线粉末衍射数据见表 1 所有的

1997-06-02 收稿, 1997-06-23 修回。

* 国际衍射数据中心(ICDD)及广西区科委联合资助项目。

** 天津电子材料研究所,天津,300192(Tianjin Institute of Electronic Materials, Tianjin, 300192)

衍射线均能按正交晶系指标化,经最小二乘法精化后得到 $a = 0.4354(2)$ nm, $b = 0.44111(9)$ nm, $c = 2.2046(4)$ nm。根据 Smith 和 Synder 的可靠性因子^[4] $F_N = (1/|\Delta\vartheta|)(N/N_{\text{pass}})$,其中 N 为观察到的衍射线的总数目, N_{pass} 是直线到第 N 根观察线所可能的独立衍射线数目,但由点阵类型和对称元素所引起的系统消光应排除在外, $|\Delta\vartheta| = \sum |\Delta\vartheta|/N$ 。由此可得 $F_{18} = 10.8(0.0118, 141)$,

表 1 Gd₄Sn₁₁ 的 X 射线衍射数据

Table 1 X-ray powder diffraction data for Gd₄Sn₁₁

d (nm)	I/I_0	ϑ	hkl	$\Delta\vartheta$
0.4502	3	21.917	102	-0.014
0.3779	3	23.522	013	0.018
0.3675	4	24.198	006	-0.005
0.3068	8	29.086	111	0.009
0.2855	31	31.309	113	0.006
0.2756	100	32.455	008	-0.009
0.2535	27	35.382	115	0.006
0.1968	6	46.092	1010	-0.022
0.18243	6	49.953	0111	0.011
0.17090	7	53.581	208	-0.025
0.16829	4	54.481	1111	-0.001
0.16588	9	55.339	217	0.017
0.15828	6	58.244	0113	-0.004
0.15749	5	58.566	0014	-0.006
0.15484	5	59.669	2010	0.029
0.14418	9	64.588	033	-0.000
0.13278	6	70.917	1115	0.006
0.10400	4	95.580	1218	-0.025

说明指标化可靠程度高。相应的 Gd₄Sn₁₁ 晶体结构参数如表 2 所示。

表 2 Gd₄Sn₁₁ 的晶体结构参数

Table 2 Crystal structure data for Gd₄Sn₁₁

晶体群系 Crystal system	正交晶系 Orthorhombic
空间群 Space group	Amm2 (38)
晶胞参数 Parameters of structure cell (nm)	
a	0.4354 (2)
b	0.44111 (9)
c	2.2046 (4)
单胞化学式量 Z Formula weight of unit cell	1
单胞体积 Unit cell size (nm ⁻³)	0.42341
分子量 Molecular weight	1934.59
密度 Density (g/cm ³)	7.587

参考文献

- 1 Colinet C, Pasturel A, Percheron-Guegan A et al. Experimental and calculated enthalpies of formation of rare-tin alloys. *J Less-common Met*, 1984, 102: 167-177.
- 2 Skolozdra RV, Akselrud LG, Pecharskii VK et al. New compounds in the Gd-Sn system and their crystal structure. *Dop Akad Nauk Ukr RSR B Ged Khim Biol*, 1986, 12: 51-54.
- 3 Palenzona A, Girafical. J The Gd-Sn system. *Phase Equilibra*, 1991, 12 (6): 690-695.
- 4 Smith GS, Synder RL. A criterion for rating powder diffraction patterns and evaluating the reliability of powder pattern indexing. *J Appl Cryst*, 1979, 12: 60.

(责任编辑: 邓大玉 黎贞崇)