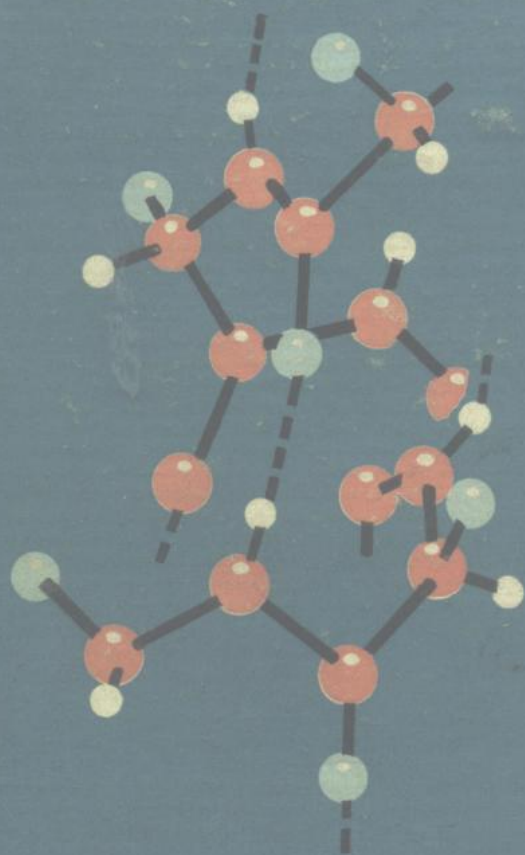


晶体结构测定

周公度 著



科学出版社

54.92
359
C.2

晶体结构测定

周公度 著



内 容 简 介

晶体结构的测定不仅在化学、物理学、矿物学、冶金学等领域的研究中有其重要作用,而且已和生物活动微观过程的研究相联系。近廿年来,电子学和计算数学方面的新技术和新成就使晶体结构测定的精度、速度和广度得到了进一步的发展,由它提供的结构数据已成为某些基础理论发展的实验基础和鉴定标准之一。本书主要介绍单晶的X射线衍射法的基本原理和规律、具体方法和步骤,以及测定晶体结构的各种实例,同时以专章介绍多晶衍射、电子衍射与中子衍射,每章均附有习题。本书既是掌握晶体结构测定方法的入门书,也可供研究晶体结构及其性能的科学工作者参考。

晶 体 结 构 测 定

周公度 著

*

科 学 出 版 社 出 版

北京朝阳门内大街137号

中 国 科 学 院 印 刷 厂 印 刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1981年1月第一版 开本:850×1168 1/32

1981年1月第一次印刷 印张:11

印数: 精1—2,750 插页: 精3 平1

平1—2,820 字数: 287,000

统一书号: 13031·1380

本社书号: 1911·13—4

定 价: 精装本 2.65 元
平装本 2.10 元

序

晶体结构的测定工作开始于1912年,几十年来,成果丰富,联系广泛,是人们认识物质微观结构的重要途径。早在二十年代,通过晶体结构的测定,阐明了许多结构问题,积累了相当数量的结构资料,例如金属圆球的密堆积原理和金属键的特征,离子化合物的结构型式和离子键的本质,矿物和无机物的结构规律等等。到四、五十年代,各类有代表性的无机物和有机物的晶体结构,大多数已得到测定,总结出键长、键角及其变异规律,分子的构型、构象规律,阐明固体物理的许多效应,成为化学、物理学、矿物学以及冶金学等科学和技术方面的基础。到五十年代,成功地测定了蛋白质的晶体结构,使晶体结构测定工作和生物活动过程在微观的基础上联系起来。近二十年来,采用电子学和计算数学的新技术和新成就,使晶体结构测定的精度、速度和广度进一步得到发展,由它提供的结构数据已成为某些基础理论发展的实验基础和鉴定的一种标准,成为某些工程技术设计的一种基本参数。

测定晶体结构的方法主要是X射线衍射法,以后又发展了电子衍射和中子衍射。衍射法是根据收集所得的衍射方向和衍射强度的数据,将隐藏在这些数据中的结构信息,通过处理、计算,使结构图象重现出来。在衍射法中,用得最普遍的是X射线衍射法,而用单晶作为研究对象,又能比多晶更方便、更可靠地获得更多的实验数据,所以本书的重点是介绍单晶的X射线衍射法,即介绍这一方法的基本原理和规律、具体方法和步骤。一方面为测定晶体结构的概况作简明而较全面的介绍,为读者掌握这个方法作入门引导;另一方面也为读者利用晶体结构数据、联系解决结构和性能问题,提供一定的渠道。本书除重点介绍单晶的X射线衍射法以外,尚以专章介绍多晶衍射以及电子衍射和中子衍射。

通过衍射方法测定晶体的结构,能够详细地了解晶体的对称性、晶体内部三维空间中原子的排列情况,晶体中分子的结构式、

立体构型、构象、键长、键角、电荷分布、平均的振动幅度等等的数
据,了解分子之间的接触距离和氢键,了解各种单核和多核的络合
物和螯合物等的生成情况,了解离子晶体的配位、构型、离子的大
小等情况,了解金属和合金中原子的堆积方式、原子的大小、晶体
的缺陷等等数据。总之,在分子、原子水平上,为人们提供了关于
客观物质世界的结构知识,并在物质内部的微观结构基础上,阐明
各种物质性能的根源,加深对客观世界规律性的认识,帮助人们按
照客观规律去改造客观世界。因此,衍射法涉及化学、物理、地质、
生物等学科,也涉及工业和技术上各种测试、鉴定和分析等方面的
应用。当然,从衍射法获得的对微观结构的认识,也是近似的、相
对的,客观物质世界的微观结构及其运动转化的规律,需要进一步
深入地研究。而研究结构的方法也需要继续往精密、快速、自动化
的方向发展。

本书可供有关专业的大学高年级学生、研究生、教师和科研人员
参考。晶体结构测定过程涉及物理学、化学、数学等许多学科,
其方法和技术日新月异,故在每章后列出一些参考书目,供进一
步深入了解时查阅。此外,每章还附有习题,大部分选自国内在这
方面的研究进展,既介绍我国的一些成果,也便于查阅、学习。

本书是在1973年写的《晶体结构的测定》讲义的基础上,经过
修改、补充、整理而成。唐有祺教授对讲义提了宝贵的意见,而且
在我从事晶体结构测定的研究工作中,一直得到他热情的指导和
关怀,在此致以深切的感谢。卢嘉锡教授、彭志忠同志、范海福同
志、林政炯同志等审阅了书稿,提了宝贵的意见。在修改过程中,
还得到中国科学院化学研究所傅亨、竺乃珏、侯永庚等同志,生物
物理研究所李家瑶、伍伯牧、梁丽、董贻诚、郑启泰等同志,物理研
究所李方华同志,北京大学化学系物理化学专业和无机专业的许
多同志的支持和帮助,借此机会,对他们表示衷心的感谢。

周公度

1977年12月于北京大学

目 录

第一章 X 射线和晶体结构测定的一般步骤	1
§ 1-1 X 射线的发生及其性质	1
§ 1-2 晶体结构测定的一般步骤	6
习题	10
参考书目	11
第二章 晶体	12
§ 2-1 晶体的点阵结构	12
2-1-1 晶体结构和点阵	12
2-1-2 空间点阵中点阵点、直线点阵和平面点阵的指标	17
§ 2-2 晶体结构的对称性	19
2-2-1 晶体结构的对称元素	19
2-2-2 晶胞、晶系和空间点阵型式	21
2-2-3 点群	23
2-2-4 空间群	26
2-2-5 晶体结构投影的对称性	27
2-2-6 衍射群(衍射记号)	29
§ 2-3 晶体的外形	29
习题	33
参考书目	34
第三章 倒易点阵和晶体的衍射方向	35
§ 3-1 晶体的 X 射线衍射	35
§ 3-2 倒易点阵	38
3-2-1 倒易点阵的定义	38
3-2-2 倒易点阵的性质	40
3-2-3 点阵和倒易点阵换算关系式	42

§ 3-3 倒易点阵和晶体的衍射方向	46
习题	49
参考书目	50
第四章 单晶衍射数据收集法	51
§ 4-1 四圆衍射仪的原理和应用	52
§ 4-2 旋进照相机	56
§ 4-3 回摆法	58
4-3-1 回摆法原理及回摆图的摄取	58
4-3-2 回摆图的性质和指标化	61
4-3-3 回摆图的作用	65
§ 4-4 等倾斜魏森堡法	66
4-4-1 原理	66
4-4-2 魏森堡图中衍射点的分布和指标化	68
§ 4-5 晶体的选择和安置	75
§ 4-6 晶胞参数的测定和晶胞中分子数的求算	78
习题	80
参考书目	82
第五章 衍射强度	83
§ 5-1 一个电子和一个原子对 X 射线的散射	84
5-1-1 一个电子的散射	84
5-1-2 一个原子的散射	86
§ 5-2 一个晶胞对 X 射线的散射	88
§ 5-3 晶体的衍射强度	91
5-3-1 一个小晶体对 X 射线的衍射	91
5-3-2 镶嵌晶体的衍射强度	93
§ 5-4 影响衍射强度的各种因子	96
5-4-1 偏极化因子和角速度因子	96
5-4-2 温度因子	98
5-4-3 吸收因子	98
5-4-4 消光	99
5-4-5 多重因子	101
§ 5-5 衍射强度的测定	103

§ 5-6 衍射强度的修正、统一和还原	105
习题	109
参考书目	109
第六章 空间群的测定和应用	110
§ 6-1 系统消光	110
§ 6-2 空间群的测定	115
§ 6-3 空间群的表示法及其应用	119
§ 6-4 晶体结构的无序-有序问题	123
6-4-1 晶体结构中的无序现象	123
6-4-2 无序-有序的转变和晶体的对称性	126
习题	132
参考书目	136
第七章 电子密度函数	137
§ 7-1 傅里叶级数和电子密度函数	137
§ 7-2 电子密度函数的性质和形式	140
7-2-1 坐标原点放在对称中心时, $\rho(XYZ)$ 的表达式	142
7-2-2 F_{000} 对 $\rho(XYZ)$ 的作用	142
7-2-3 级数的项数问题	142
7-2-4 电子密度函数的截面	143
7-2-5 电子密度函数的投影	144
7-2-6 晶胞中某一部分的电子密度的投影	145
§ 7-3 用对称性简化计算公式	146
习题	153
参考书目	155
第八章 测定晶体结构的方法	156
§ 8-1 相角问题	156
§ 8-2 模型法	158
8-2-1 晶体的性质和晶体结构的关系	158
8-2-2 空间考虑	160
8-2-3 晶体结构遵循的一般规律	162
8-2-4 用模型法测定结构的实例	164

§ 8-3 向量空间法	168
8-3-1 帕特逊函数和向量空间	168
8-3-2 帕特逊函数的性质	172
8-3-3 从帕特逊函数推引晶体结构的一般方法	177
8-3-4 最小函数法	180
§ 8-4 电子密度函数法	182
8-4-1 完成部分已知的结构(F_0 合成法)	183
8-4-2 完成已知部分衍射相角的结构	185
8-4-3 差值电子密度函数法	185
§ 8-5 同晶置换法	187
8-5-1 同晶置换法测定相角的原理	188
8-5-2 蛋白质晶体的结构特点和测定法	191
8-5-3 胰岛素晶体结构的测定	194
§ 8-6 反常散射法	200
8-6-1 衍射强度的中心对称定律和反常散射效应	201
8-6-2 “反常”差值帕特逊函数的性质及应用	203
8-6-3 分子绝对构型的测定	206
§ 8-7 直接法	208
8-7-1 单位结构因子和归一结构因子	210
8-7-2 用不等式法和几率法测定结构因子的符号	212
8-7-3 E 图的应用	215
习题	221
参考书目	229
第九章 多晶衍射法	231
§ 9-1 多晶衍射数据的收集	231
9-1-1 照相法	231
9-1-2 衍射仪法	233
§ 9-2 物相分析	237
§ 9-3 用多晶衍射法测定晶体结构	243
习题	249
参考书目	252
第十章 电子衍射和中子衍射	253

§ 10-1	电子衍射	253
10-1-1	电子波的性质	253
10-1-2	晶体的电子衍射	254
10-1-3	电子衍射图的拍摄和应用	257
§ 10-2	中子衍射	260
10-2-1	中子波的性质	261
10-2-2	原子对中子波的散射	262
10-2-3	中子衍射的应用	264
§ 10-3	X 射线衍射、电子衍射和中子衍射的比较	267
	习题	269
	参考书目	269
第十一章	提高测定结构的准确度	270
§ 11-1	绪论	270
§ 11-2	影响准确度的因素及提高准确度的一般步骤	271
11-2-1	衍射强度数据	271
11-2-2	电子密度函数的收敛性	272
11-2-3	原子的热运动	275
11-2-4	提高测定结构准确度的一般步骤	276
§ 11-3	电子密度函数法提高结构的准确度	277
11-3-1	F_0 合成法	277
11-3-2	ΔF 合成法	279
§ 11-4	最小二乘法提高结构的精确度	281
	习题	285
	参考书目	286
第十二章	晶体结构的表达	287
§ 12-1	键长和键角的计算	287
12-1-1	键长的计算	287
12-1-2	键角的计算	288
§ 12-2	晶体结构的描述	289
§ 12-3	晶体结构和晶体性能	293
	习题	298
	参考书目	299

附录 I	备查的数据和方法	301
I-1	32 个点群及其性质	301
I-2	衍射群和系统消光判据	303
I-3	230 个空间群记号	309
I-4	X 射线的原子散射因子	313
I-5	中子的原子散射因子及质量吸收系数	316
I-6	元素的质量吸收系数(μ_m)	318
I-7	复数的一些性质	320
I-8	坐标轴系的变换和晶面指标的变换	323
附录 II	数据处理和结构测定实例	327
II-1	判别晶体有无对称中心的 $N(Z)$ 试验计算实例	327
II-2	从帕特逊函数推引原子坐标参数实例	329
II-3	绝对构型测定的实例	333
II-4	用符号加和法定相角实例	336
II-5	用直接法测定非中心对称晶体结构的实例	338
附录 III	主要符号表	341

第一章

X 射线和晶体结构测定的一般步骤

§ 1-1 X 射线的发生及其性质

X 射线是在 1895 年由伦琴(W. O. Röntgen)首先发现的, 它是一种波长范围在 $0.01-100\text{\AA}$ 的电磁波。用于测定晶体结构的 X 射线, 波长一般为 $0.5-2.5\text{\AA}$, 因为这个波长范围与晶体点阵面的间距大致相当; 波长太长 ($>2.5\text{\AA}$), 样品和空气对 X 射线的吸收太大, 波长太短 ($<0.5\text{\AA}$), 衍射线过分地集中在低角度区, 不易分辨。

晶体结构测定中所用的 X 射线, 通常是用高速电子轰击阳极靶所产生。在真空度约为 10^{-6} mm Hg 的 X 射线管内, 由高电压加速的一束高速运动的电子投射到阳极金属靶面上时, 电子运动突然受阻, 产生很大的负加速度, 电子周围的电磁场发生急剧变化, 就发出电磁波。

发生 X 射线的机器设备叫 X 射线机(或 X 光机), 它主要由 X 射线管、高压变压器和控制线路组成。X 射线管的构造示意于图 1-1 中。阴极为灯丝, 通电加热, 放出热电子; 阳极为导热良好的金属, 如铜、铁、钨、钼等。阴极的热电子经聚焦, 在高电压加速下, 以高速度冲击在阳极上。电子的能量大约只有 1% 左右转变为 X 射线, 其余绝大部分转变为热能, 因此要求阳极靶材料导热良好, 同时通冷却水至阳极靶使热量及时传走。X 射线机的阳极一般接地, 工作时由高压变压器把负高电压(约 $30-60\text{ kV}$) 加到阴极上, 形成高压电场以加速电子。高速电子撞击阳极靶面所产生的 X 射线, 其强度的分布以和靶面约成 6° 角度处为最强, 所以通常按此角度在 X 射线管上开一窗口让 X 射线透过。

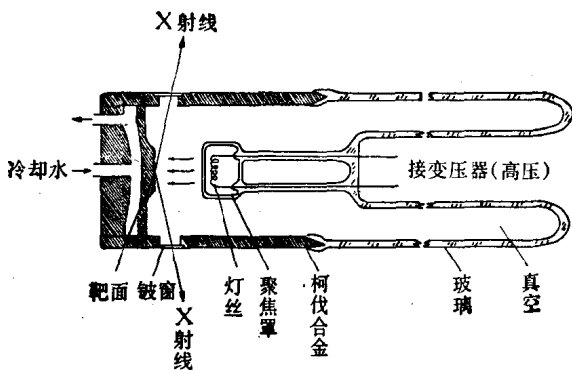


图 1-1 X 射线管示意图

由 X 射线管射出的 X 射线包含两部分：一部分是波长连续的“白色”X 射线，这是由于电子与阳极物质撞击时，穿过一层物质，就要失去一部分速度而降低它们的动能，穿透的深浅不同，动能降低多少不一，因此有波长不等的 X 射线产生，波长最短的是那些保持原有动能的电子转化发生的 X 射线。“白色”X 射线的最短波长， $\lambda_{\text{最短}}$ 和加速电压 $V(V)$ 的关系为：

$$\lambda_{\text{最短}} = \frac{12398}{V} (\text{\AA}) \quad (1)$$

另一部分 X 射线是由阳极材料决定的、具有特定波长的特征 X 射线，特征 X 射线的产生是由于高速电子把原子内层（例如 K 层）的电子赶走，再由外层电子跃迁进去补充，由于位能下降而发生 X 射线。

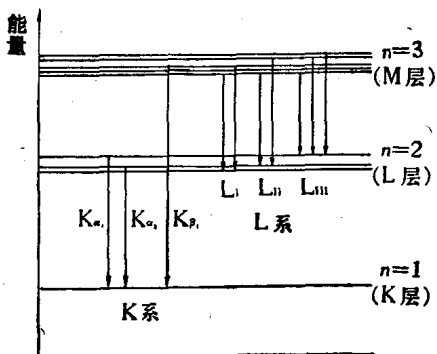


图 1-2 原子能级及电子跃迁时产生 X 射线情况

图 1-2 示出原子能级及电子跃迁时产生 X 射线的情况。主量子数 $n=1$ 称为 K 层， $n=2$ 为 L 层， $n=3$ 为 M 层。电子由 L 层跃迁至 K 层发生的 X 射线称为 K_{α} 射线，

电子由 M 层跃迁至 K 层发生的 X 射线称 K_{β} 射线，如图所示，由

于 L 和 M 等层内各能级间又有少许差别, K_{α} 和 K_{β} 等都不是单一波长, 象 K_{α} 由 K_{α_1} 和 K_{α_2} 组成. K_{β} 也是由几条射线组成. 各线的强度有一定比例, 如 Cu 靶的 X 射线强度比例如下:

$$I(\text{Cu}K_{\alpha_1}) : I(\text{Cu}K_{\alpha_2}) = 0.497$$

$$I(\text{Cu}K_{\beta_1}) : I(\text{Cu}K_{\alpha_1}) = 0.200$$

当分辨率较低时, K_{α_1} 和 K_{α_2} 分不开, 就用 K_{α} 表示. K_{α} 的平均波长按习惯用下式表示:

$$\lambda_{K_{\alpha}} = \frac{2}{3} \lambda_{(K_{\alpha_1})} + \frac{1}{3} \lambda_{(K_{\alpha_2})}$$

而 K_{β} 等因强度太弱通常就不予考虑了. 兹将常用的八种靶材元素的 X 射线的性质列于表 1-1 中, 而将铜靶的 X 射线谱示于图 1-3.

X 射线同可见光一样有直进性, 但它折射率小, 穿透力强, 在它通过的路程中能被物质吸收, 单色波长的 X 射线的吸收性质符合下一公式:

$$I = I_0 \exp[-\mu t] \quad (2)$$

式中 I_0 和 I 分别为入射 X 射线和透过的 X 射线的强度, t 是通过物质的厚度, μ 为线性吸收系数, 单位是 $(\text{cm})^{-1}$. μ 的数值随物质的状态而变, 它可由物质的化学组成、密度 (D)、质量吸收系数 (μ_m 或 μ/ρ) 算得*. 各种元素在不同波长的 X 射线的质量吸收系数 (μ_m) 数值列于附录 I-6 中.

X 射线波长越长, 吸收越多, 穿透能力越小. 吸收物质的原子序数 (Z) 越大, 对 X 射线吸收得越多, 一般有如下关系:

* 设某一物质由 A、B、C 三种元素组成, A、B、C 的含量 (重量 %) 分别为 P_A , P_B , P_C ; A、B、C 三种元素的质量吸收系数分别为 $(\mu_m)_A$, $(\mu_m)_B$, $(\mu_m)_C$; 物质的密度为 D , 则该物质的线性吸收系数 μ 可按下式计算得到:

$$\mu = D \{ P_A (\mu_m)_A + P_B (\mu_m)_B + P_C (\mu_m)_C \} \quad (3)$$

例如化合物 CaSiO_3 中含 Ca 34.5%, Si 24.1%, O 41.4%, 密度为 $2.72 \text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$. 由附录 I-6 查得在 $\text{Cu}K_{\alpha}$ 时各元素的质量吸收系数分别为 $(\mu_m)_{\text{Ca}} = 162 \text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, $(\mu_m)_{\text{Si}} = 60.6 \text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, $(\mu_m)_{\text{O}} = 11.5 \text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$, 所以 CaSiO_3 的线性吸收系数 μ 为:

$$\mu = 2.72 \{ 162 \times 34.5\% + 60.6 \times 24.1\% + 11.5 \times 41.4\% \} = 202 \text{cm}^{-1}$$

表 1-1 常用 X 射线特征波长数据及滤波条件¹⁾

靶 材		靶 面 发 射 的 X 射 线				滤 波			操作 电压 (kV)
原子 序数	元 素	K _α 平均 值(Å)	K _{α₂} (Å)	K _{α₁} (Å)	K _{β₁} (Å)	原子 序数	元 素	K 吸收限 (Å)	
24	Cr	2.2907	2.29361	2.28970	2.08487	23	V	2.2691	30—40
26	Fe	1.9373	1.93998	1.93604	1.75661	25	Mn	1.8964	35—45
27	Co	1.7903	1.79285	1.78897	1.62079	26	Fe	1.7435	35—45
28	Ni	1.6592	1.66175	1.65791	1.50014	27	Co	1.6081	35—45
29	Cu	1.5418	1.54439	1.54056	1.39222	28	Ni	1.4881	35—45
40	Zr	0.7874	0.79015	0.78593	0.70173	38	Sr	0.7697	50—55
42	Mo	0.7107	0.71359	0.70930	0.63229	40	Zr	0.6888	50—55
47	Ag	0.5607	0.56380	0.55941	0.49707	45	Rh	0.5339	50—55

1) 本表数据引自: Ibers, J.A., Hamilton, W.C(ed.), «International Tables for X-Ray Crystallography», Vol. IV, Kynoch (1974).

以后凡本书中所提到的«X 射线结晶学国际表»即指这套数据表。这套表共分四卷,其内容和出版年代如下: Vol. I, Symmetry Groups (1952); Vol. II, Mathematical Tables (1959); Vol. III, Physical and Chemical Tables (1962); Vol. IV, Revised and Supplementary Tables for Volumes II and III (1974). 其中第 I 至 III 卷由 Lonsdale, K. 主编。

$$\mu_m \propto \lambda^3 Z^3 \quad (3)$$

所以对于某一种物质, μ_m 近似地随波长的三次方(λ^3)而增加。但是物质的这种吸收性质在某一定波长时是不连续的, 会有突跃式改变。这是因为物质吸收 X 射线是使原子中的某些电子改变其量子状态, 当 X 射线波长加长, X 射线的光量子能量下降, 当下降到某一数值, 不能将物质中原子的 K 层电子激发到高能级, 这时吸收系数就会突然下降。这个由于不能激发 K 层电子而使吸收系数突然下降的波长, 称为 K 吸收限(λ_K)。对于重元素的原子(如 $Z > 53$), 还有 L 吸收限出现。利用吸收限的性质, 选择吸收限的波长处在 K_{α} 和 K_{β} 之间(一般比靶材元素原子序数小 1), 就可以通过吸收大量波长较短的 K_{β} 射线, 而保留 K_{α} 射线, 起滤波作用, 获得单色 X 射线, 如图 1-3(下)所示。欲获得单色 X 射线, 还有利用晶体单色器的方法, 即按照晶体中某一组固定的点阵面, 选择一定的角度, 让所需的波长满足衍射条件, 其他波长的 X 射线不满足衍射条件而被除去。

利用 X 射线衍射法测定晶体结构时, 应注意根据样品的化学成分, 正确地选择 X 射线的波长。一般选择的原则是使靶材元素的特征 X 射线的波长大于

或远小于样品中各元素的 K 吸收限, 使产生荧光的几率较小*。因此靶元素的原子序数应比样品中元素的原子序数大 4 或 5 以上。如含有 Fe 原子的晶体, 若用 CuK_α 射线, 这时由于 Fe 原子的 K 吸收限 (1.8964\AA) 接近于 CuK_α (1.5418\AA), 样品对 X 射线出现特殊的吸收, 不但使衍射强度的准确性下降, 同时发生大量荧光, 加深衍射背景。一般原子序数比 Ca ($Z=20$) 小的元素, 其荧光波长较长, 大部分被空气吸收, 影响不大。原子

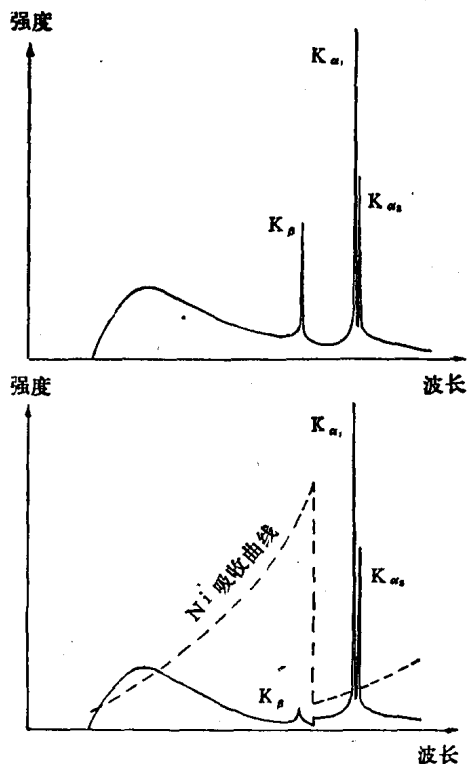


图 1-3 铜靶的 X 射线光谱示意图

(上) 由 X 射线管射出的光谱

(下) 经 Ni 滤波后的光谱

序数小于 20 (Ca) 大于 27 (Co) 的元素常用 CuK_α 。由于铜的导热性能很好, 可以制造大功率的 X 射线管, 产生较强的 X 射线, 使曝光时间缩短, 同时 CuK_α 射线波长也比较合适, 在测定晶体结构中使用最为普遍。一般只在 CuK_α 不能用时才改用 Fe、Co、Cr、Mo 靶。Mo K_α 在一般情况下对各种样品都可适用, 其不能用的 Y, Sr, Rb, Kr 等几种元素不很常见, 它波长较短, 穿透力强, 吸收较少,

* 利用能量足够高的 X 射线照射试样所激发的出来的 X 射线通称荧光辐射或荧光 X 射线。

样品可封在薄壁硬质玻璃毛细管中。

有时为了获得较强的反常散射数据，可选择 X 射线的波长比样品中某一重原子的吸收限稍短些。当需要“白色”X 射线拍摄劳埃(von Laue)图时，通常都是用 W 靶。

使用 X 射线必须注意防护，注意安全操作。X 射线被人体组织吸收以后，对人体健康是有害的。衍射用的 X 射线波长较长，穿透能力较低，比医学上用作人体透视用的 X 射线对人体伤害更大。人体受过量 X 射线照射，轻的造成局部组织灼伤，重的可使白血球数目下降、毛发脱落，甚至发生射线病。但是采取适当防护措施，上述损害是可以防止的。防护时最基本的措施是防止身体各部分受 X 射线照射，尤其不要受 X 射线直接照射。因此应注意在 X 射线管窗口附近用铅板(厚度在 1mm 以上)挡好，使 X 射线尽量限制在一局部小范围内，不让它散射到整个房间。在进行收集衍射数据等操作时，应戴上防护用具，人体所站的位置应避免直接照射。暂时不操作时，应关好窗口，并离开 X 射线实验室。室内应保持良好通风，减少由于高电压和 X 射线电离作用产生有害气体对人体的影响。X 射线机有高电压设备，应经常检查接地线路及其他安全防护设备，并注意正确的安全操作。

§ 1-2 晶体结构测定的一般步骤

晶体中原子在三维空间周期地排列，每个方向上重复的周期约几个到几十个 Å。对 X 射线来说，晶体好象三维光栅，能产生衍射。利用晶体的 X 射线衍射数据，以研究晶体的内部结构，是测定晶体结构的主要方法，而电子衍射和中子衍射有效地弥补 X 射线衍射方法之不足，起了补充和辅助的作用。晶体的结构包含两方面的内容：一方面是晶体内部三维空间中原子排列的重复周期，用晶胞的形状和大小表示；另一方面是晶胞中原子的种类、数目和相对位置，用原子在晶胞中的坐标参数表示。在晶体的衍射效应中，衍射的方向取决于晶胞的形状和大小；而各个衍射点的强