

X 射线系列实验

杨树 周晓颖

摘要: X 射线具有波动性, 在晶体上的衍射可以给出晶体在空间上的点阵结构。本实验通过对类 NaCl 晶体的 X 射线衍射, 给出了单晶的劳厄相, 以及单晶粉末的德拜相, 通过理论计算得到相应的晶面米勒指数 h, k, l , 以及晶格常数。此外, 根据 Lambert 定律, 计算得到了 X 射线的衰减系数与材料的原子序数的关系。

关键词: X 射线 劳厄相 德拜相 Lambert 定律 原子序数 衰减系数

一、引言:

电子在高压电场的作用下加速, 轰击钨靶区的钨原子, 使其原子的内层电子激发, 外层电子跃迁至内层填充其空位时, 发出与钨原子能级结构相关的特征谱线, 即 X 射线。电子撞击原子使自身突然减速而产生韧致辐射, 所以 X 射线管发出的辐射是在很宽的波长范围的连续谱上叠加了很强的特征谱。

本文通过系列实验, 给出了 X 光与物质相互作用以及 X 光在晶体结构解析方面应用等测量结果。

二、实验结果与分析:

1. 结构分析——劳厄斑

劳厄条件

准直的 X 光射向晶体, 感光底片可以在晶体后面测到分立的斑状衍射花样, 这反映了 X 射线的波动性质以及晶体在空间上的点阵结构。如图 1 所示, X 射线经过晶体点阵相邻格点散射, 入射 X 光射线与散射 X 光射线之间的光程差为 $\Delta = \Delta_1 - \Delta_2 = a_0 \cos \alpha_1 - a_0 \cos \alpha_2$, 其中, a_0 为晶格中相邻格点之间的距离。如果 Δ 为波长的整数倍, 则会产生 X 射线的强干涉。

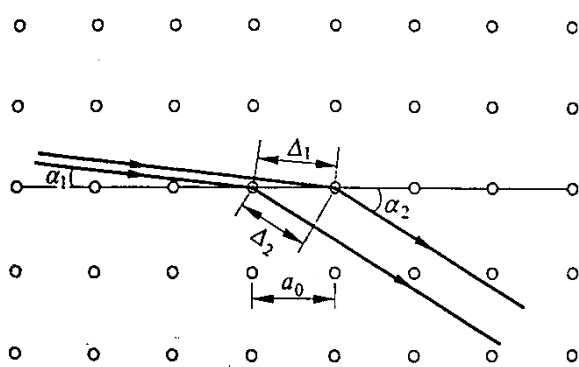


图 1 晶体点阵对 X 射线的散射

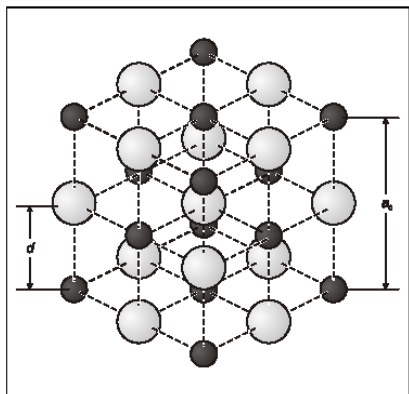


图 1 简单立方晶包

如图 2, NaCl 晶体属于简单立方晶胞, 晶面与晶体表面平行时, 晶面间距 d 为晶格常数 a_0 的一半, 故在空间 x, y, z 三个方向上有劳厄条件

$$\begin{cases} a_0 \cos \alpha_1 - a_0 \cos \alpha_2 = h\lambda \\ a_0 \cos \beta_1 - a_0 \cos \beta_2 = k\lambda \\ a_0 \cos \gamma_1 - a_0 \cos \gamma_2 = l\lambda \end{cases}$$

其中, $\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$ 与 $\alpha_2, \beta_2, \gamma_2$ 分别是入射以及出射 (衍射) X 射线与相

互正交的三个格点线列方向之间的夹角； h, k, l 称为劳厄数或米勒指数，当它们是较小整数时，满足劳厄条件的仅是某些特定的波长。

引入单位矢量 $\vec{s}_1 = (\cos \alpha_1, \cos \beta_1, \cos \gamma_1)$ ， $\vec{s}_2 = (\cos \alpha_2, \cos \beta_2, \cos \gamma_2)$ ，则劳厄条件可以表示为：

$$\vec{s}_1 - \vec{s}_2 = \lambda \vec{G}, \quad \text{其中 } \vec{G} = (h, k, l) \cdot \frac{1}{a_0}, \quad |\vec{G}| = \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{a_0}。 \vec{G} \text{ 称为倒格矢，当 } h, k, l \text{ 为整数，总使劳厄}$$

条件成立。

散射波振幅的计算

由布拉格公式，晶轴坐标系中晶面的方程可以表示为 $xh + yk + zl = ma_0$ ，随 m 变化构成一族晶面， h^{-1}, k^{-1}, l^{-1} 分别是（以晶格常数 a_0 为单位）第一个晶面在坐标轴上的截距，这族晶面可以用 (h, k, l) 标记。

在类 NaCl 晶体中，碱金属离子（如 Na^+ ）与卤素离子（如 Cl^- ）相互交替排列。空间点阵由边长 a_0 的立方单胞排列而成，X 射线经碱金属离子 A 的散射波与经卤素离子 H 的散射波相干叠加构成 X 射线经单胞的散射波，光程差为 $\Delta_i = (\vec{s}_1 - \vec{s}_2) \cdot \vec{r}_i$ ，其幅度有

$$A_A = f_A [\cos(\frac{2\pi}{\lambda} \Delta_1) + \cos(\frac{2\pi}{\lambda} \Delta_2) + \cos(\frac{2\pi}{\lambda} \Delta_3) + \cos(\frac{2\pi}{\lambda} \Delta_4)]$$

$$A_H = f_H [\cos(\frac{2\pi}{\lambda} \Delta_5) + \cos(\frac{2\pi}{\lambda} \Delta_6) + \cos(\frac{2\pi}{\lambda} \Delta_7) + \cos(\frac{2\pi}{\lambda} \Delta_8)]$$

$$A = A_A + A_H$$

若劳厄条件得到满足，则每个单胞的衍射波再次相干叠加才能得到劳厄斑，即有：

$$A_A = f_A \{1 + \cos[(h+k)\pi] + \cos[(h+l)\pi] + \cos[(k+l)\pi]\}$$

$$A_H = f_H \{\cos(h\pi) + \cos(k\pi) + \cos(l\pi) + \cos[(k+h+l)\pi]\}$$

经计算可得

$$A = \begin{cases} 4f_A + 4f_H & (h, k, l \text{ 为偶数}) \\ 4f_A - 4f_H & (h, k, l \text{ 为奇数}) \\ 0 & (h, k, l \text{ 奇偶混合}) \end{cases}$$

劳厄斑的计算

如图 3，将 X 射线直射底片的交点选为原点 O（直射部分经过该点），X 射线衍射部分离开晶体后以 2θ 角方向射出，在

x-y 平面上形成的劳厄斑的点 P 满足关系 $\tan 2\theta = \frac{\sqrt{x_P^2 + y_P^2}}{L}$ ，

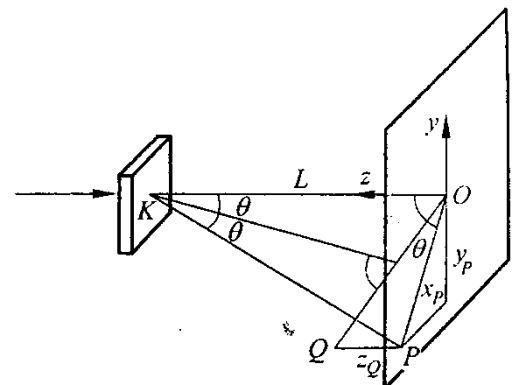


图 3 劳厄斑反射晶面系的确定

引起此衍射斑的晶面族的方向由 2θ 角的平分线给出。过 O 作关于该角平分线的垂线 OQ，即为反射 X 射线成劳厄斑 P 的晶面族的法线矢量 (x_Q, y_Q, z_Q) ，它平行于倒格矢 \vec{G} ，所以 $z_Q = \sqrt{x_Q^2 + y_Q^2 + L^2} - L$ ①，

$$h:k:l = x_Q:y_Q:z_Q。$$

实验中得到的 NaCl 单晶和 LiF 单晶的劳厄像如图 4。对劳厄斑读数后，分析其各点对应的晶面得表 1。

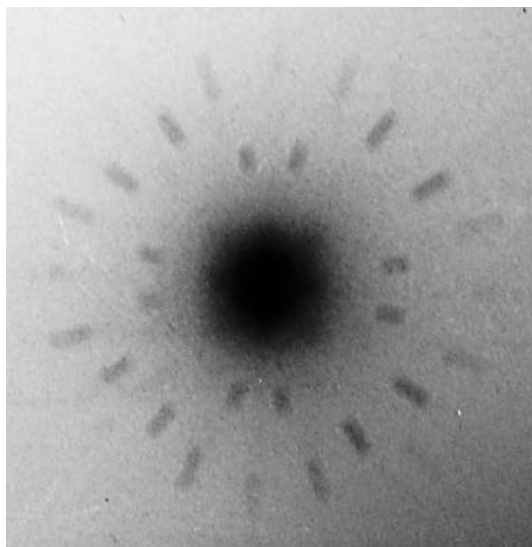


图 4.1 NaCl 单晶劳厄相

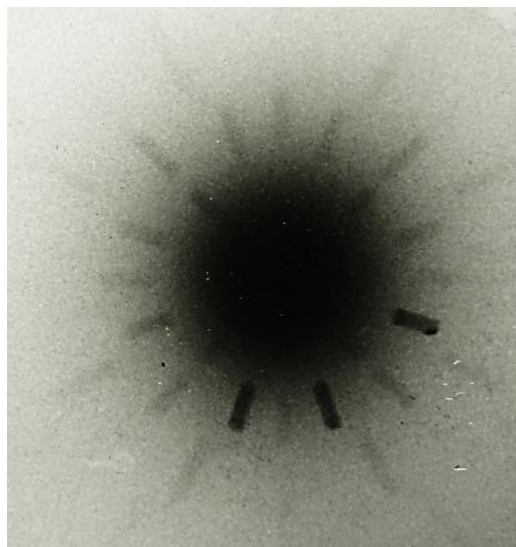


图 4.2 LiF 单晶劳厄相

表 1.1

NaCl($a_0=564\text{pm}$) 晶体劳厄像 L=15mm X 光波长 71pm									
	x_Q/mm	y_Q/mm	z_Q/mm	x/mm	y/mm	h	k	l	d/pm
1	0.0	14.0	5.5	11.2	0.0	0	6	2	89.2
2	4.5	13.0	5.3	3.3	10.0	2	6	2	85.0
3	11.0	11.0	6.6	8.6	8.6	4	4	2	94.0
4	6.0	8.5	3.2	5.0	7.5	4	6	2	75.4
5	1.5	8.0	2.0	1.2	6.0	1	5	1	108.5

表 1.2

LiF($a_0=403\text{pm}$) 晶体劳厄像 L=11mm X 光波长 71pm									
	x_Q/mm	y_Q/mm	z_Q/mm	x/mm	Y/mm	h	k	l	d/pm
1	0.0	9.0	3.2	0.0	8.3	0	6	2	63.7
2	3.0	8.0	3.0	2.4	7.3	2	6	2	60.8
3	7.8	7.8	4.6	6.3	6.3	4	4	2	67.2
4	14.0	0.0	6.8	14.7	0.0	4	0	2	90.1
5	13.0	6.0	7.0	11.0	5.5	4	2	2	82.3
6	4.2	4.2	1.5	3.9	3.9	3	3	1	92.5

表中 z_Q 由式①得到，由对散射波振幅的计算可知，从单胞从单胞散射的 X 射线的幅度只有在全为偶数

或全为奇数时才不为 0，晶面间隔 $d = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$ 。

由表中可以看出，(0 6 2)、(2 6 2)、(4 4 2)晶面在 NaCl 和 LiF 衍射图像中均有出现（蓝色），而(4 6 2)、

(1 5 1) 晶面仅出现在 NaCl 衍射图像中, (4 0 2)、(4 2 2)、(3 3 1) 晶面仅出现在 LiF 衍射图像中。LiF 位置距离样品较近, 因而外圈 (θ 较大者) 衍射图样较清晰。

2. 结构分析——德拜相

与劳厄像类似, 将 NaCl 单晶换为单晶粉末, 由于单晶粉末的镜面取向是随机的, 对于入射光线来说, 满足布拉格条件的取向有旋转对称性, 衍射图案是同心圆, 半径满足关系 $R = L \tan 2\theta$, 布拉格条件可以写作 $\sin^2 \theta = \left(\frac{\lambda}{2a_0}\right)^2 [(nh)^2 + (nk)^2 + (nl)^2]$, 令 $F = \left(\frac{\lambda}{2a_0}\right)^2$, $Z = (nh)^2 + (nk)^2 + (nl)^2$, 有 $\sin^2 \theta = FZ$ 。

本实验中, 选择 NaCl 粉末作为研究的样品, 由于晶体透明, 样品粉的厚度可以达到 0.5mm, 在投射层充分厚的情况下, 更有利于衍射环的出现。衍射图案如图 5, 各衍射圆环对应的晶面如表 2。

根据表 2 中数据, 将 $\sin^2 \theta$ 分解为常数 F 和整数 Z 之积, 由 Z 求出晶面指数 h,k,l 以及衍射级次 n。F 的平均值为 0.00404, 实验中加入 Zr 吸收片(Zr 在 69pm 处有一吸收边, 去除 63pm 处 K β 线), $\lambda = 71.1 \text{ pm}$,

由此可以计算得到 NaCl 的晶格常数 $a_0 = \frac{\lambda}{2} \frac{1}{\sqrt{F}} = 559 \text{ pm}$ (理论值

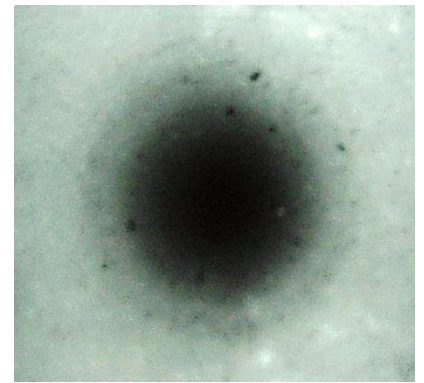


图 5 NaCl 粉末德拜相

$a_0 = 564.02 \text{ pm}$), 晶面间距类似劳厄相, 由①式计算得到。

表 2

NaCl($a_0=564\text{pm}$) 晶体德拜像 L=13mm X 光波长 71pm									
D/mm	$\theta/^\circ$	$\sin^2\theta$	Z	n	h	k	l	F	d/mm
7.0	7.53	0.0172	4	1	2	0	0	0.0043	279.5
10.0	10.52	0.0333	8	1	2	2	0	0.0042	197.6
14.5	14.58	0.0633	16	1	4	0	0	0.0039	139.8
17.0	16.59	0.0815	20	1	4	2	0	0.0040	125.0
19.2	18.22	0.0978	24	1	4	2	2	0.0040	114.1
23.0	20.75	0.1255	32	1	4	4	0	0.0039	98.8
25.0	21.94	0.1396	36	1	6	0	0	0.0038	93.2
				1	4	4	2		93.17
28.0	23.56	0.1598	40	1	6	2	0	0.0040	88.4

3. X 光吸收系数与原子系数的关系

X 光在材料中的衰减满足 Lambert 定律 $I = I_0 \cdot e^{-\mu d}$, 其中 I_0 为入射光强, I 为出射光强, μ 为该材料的衰减系数, d 为吸收片厚度。吸收系数与 X 光波长的关系 $\tau_\alpha \propto \lambda^\alpha$, 在本文的实验参数下近似为衰减系数。

由于衰减系数与 X 光波长密切相关, 研究与原子序数关系时首先要排除波长的影响。因为晶体对 X 光

的衍射强度分布是形如 $\sin^2 N\theta / \sin^2 \theta$ 的函数，除在布拉格衍射角 $2d \sin \beta = k\lambda, k = 1, 2, 3, \dots$ 处有很强的分布外，稍微偏离一点强度则迅速趋向于零。这种类 δ 函数行为的角分布保证了在某一角度下探测到的 X 光基本上是以该角度作为布拉格衍射角的特定波长的单色光。

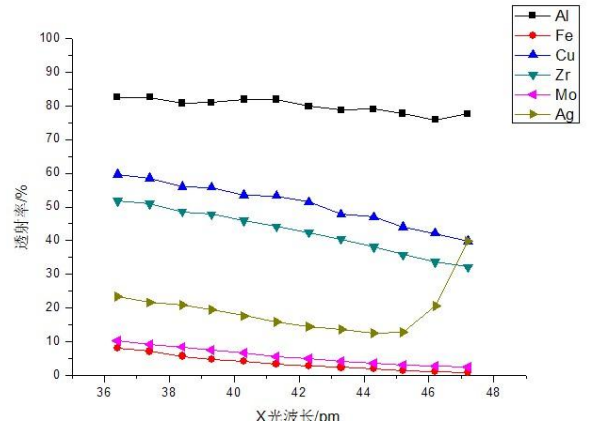


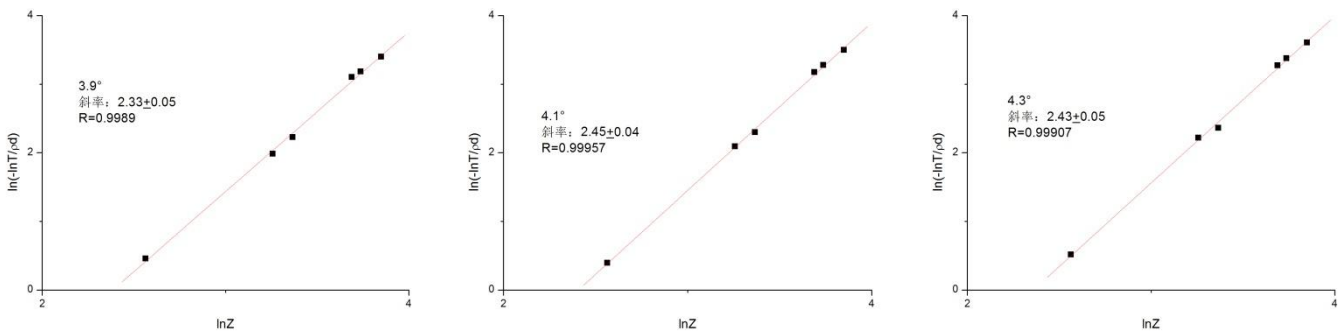
图 6 X 光波长与透射率关系

X 光管高压设定为 35kV，电流 1.0mA，测量无吸收片和 Al、Fe、Cu、Zr、Mo、Ag 六种材料吸收片在 3.7°~4.8° 之间的吸收率，结果如图 6。

表 3 吸收片相关参数

吸收片材料	原子序数 Z	质量衰减系数 $\mu_m = \mu / \rho$ (cm ² /g)	ln (Z)	吸收片厚度 (cm)
无吸收片	----	0	1	----
Al	13	4.5692	2.56495	0.050
Fe	26	19.8463	3.2581	0.050
Cu	29	22.2403	3.3673	0.007
Zr	40	31.0208	3.68888	0.005
Mo	42	31.8306	3.73767	0.010
Ag	47	33.9816	3.85015	0.005

选出 3 个衍射角度进行拟合计算，得到 $\ln(-\ln T / (\rho d)) \sim \ln Z$ 图：



3.9°， $\alpha = 2.33 \pm 0.05$

4.1°， $\alpha = 2.45 \pm 0.04$

4.3°， $\alpha = 2.43 \pm 0.05$

图 7 不同衍射角度下透射率与原子序数的关系

线性相关系数较好，可见 $(\mu / \rho) \propto Z^\alpha$ ，平均值 $\bar{\alpha} = 2.4$ 。

所以 $\mu = C \cdot Z^{2.4} \cdot \rho \cdot \frac{\text{cm}^2}{\text{g}}$ ，其中 C 为常数， ρ 为质量密度。

¹由之前测普朗克常数的实验可以看出，对于 35kV，1.0mA 的高压管参数，短波限波长在 32pm 左右，而所加的 6 种吸收片的吸收边最短的是 Ag 在 48.6pm，对应图 6 中在 45pm 处出现剧变的 Ag 的透射曲线。研究衰减系数与原子序数的关系须远离吸收边，同时也须高于短波限波长，因而选出了上述的波长范围，再利用布拉格公式和 NaCl 的晶格参数就可以得到对应的角度范围。

【参考文献】

- [1] 杨福家. 原子物理学 (第三版). 高等教育出版社. 2000
- [2] 沈元华, 陆申龙. 基础物理实验. 高等教育出版社. 2003
- [3] 倪光炯等. 改变世界的物理学 (第二版). 复旦大学出版社. 1999
- [4] 吴思诚, 王祖铨. 近代物理实验. 高等教育出版社. 2005
- [5] Leybold Didactic. Technical Documentation for X-ray Apparatus.