

基础物理实验

X 射线透视与 NaCl 晶体结构分析



物理国家级实验教学示范中心（复旦大学）



欢迎大家修读本课程，请注意以下事项：

1. 课程有班级群，请注意加群，以便跟老师联系；
2. 本课程为必修课，若没通过，没有补考，只有重修；
3. 课程评分由平时成绩和期末成绩组成，请出席每一次实验课并提交报告，如特殊原因无法出席，请务必请假并联系老师申请补做；
4. 实验前认真预习并完成预习报告，没有预习报告，不允许做实验；
5. 诚实守信，不允许篡改、伪造或抄袭别人的数据，不允许带着别人的实验报告来实验室做实验，一经发现，该实验为 0 分。

X 射线透视与 NaCl 晶体结构分析

1895 年德国科学家伦琴 (W. K. Rontgen) 发现 X 光, 是人类揭开研究微观世界序幕的“三大发现”之一(另两大发现分别是 1896 年法国贝克勒尔发现放射性和 1897 年英国汤姆逊发现电子), X 光管的制成, 则被誉为人造光源史上的第二次大革命(第一次是电灯的制成, 第三次是激光的出现)。X 光也叫 X 射线, 它在医学(如 X 光诊断)、工业(如 X 光探伤)、材料科学(如 X 光分析)、天文学(如 X 光望远镜)、生物学(如 X 光显微镜)等方面的应用十分广泛。本实验要求初步了解 X 光产生的原理、观察物体 X 光透射像、仪器零点的调校和测量 NaCl 晶体衍射曲线。

实验原理

波长在 10^{-8}m 到 10^{-11}m 范围的电磁波称为 X 光。当高速运动的电子和原子相碰撞时, 与原子中的内层电子相互作用, 使其跃迁到外层(称为激发)甚至脱离原子的束缚(称为电离), 从而在原子的内层形成空位。这时, 外层电子就会向内层跃迁, 以填补空位, 并发出波长较短的光子, 通常为 X 光。例如, 钨原子的第一层 (K, 内层) 电子被激发后, 其第二层、第三层

(L、M, 都是外层) 电子就会向第一层跃迁, 如图 1a 所示。此时发出波长 $K_{\alpha}=7.11 \times 10^{-2}\text{nm}$ 附近和 $K_{\beta}=6.32 \times 10^{-2}\text{nm}$ 附近的两种 X 光。这两种 X 光在光谱图上表现为两条线(如图 1b 中两尖峰所示), 故称为“线光谱”, 这种线光谱反映了该物质(钨)的特性, 称为“X 射线特征光谱”。此外, 高速电子

接近原子核时, 原子核会使它偏转并产生电磁辐射, 这种辐射也在 X 光的范围, 称为“韧致辐射”, 它的能量分布是连续的, 在光谱图上表现为很宽的光谱带, 称为“连续谱”(如图 1b 中的宽带曲线所示)。总之, 只要让高速电子撞击金属, 就可以产生 X 光。

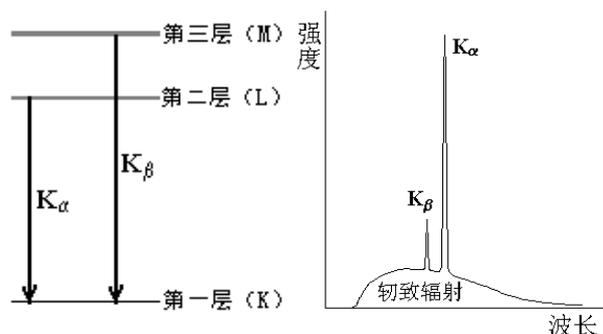


图 1a. 钨的能级图 图 1b. 钨的 X 光发射光谱图

由于 X 光有很强的穿透能力, 因而可以用来透视密封在容器内的物体(如机场安检处的行李检查设备); 也可以用来透视人体的骨骼或病变(如医院里的 X 光诊断仪)。本实验用 X 光透视学生自带样品(如观察计算器的内部结构或笔袋内藏物等)。

由于 X 光的波长与固体中原子的间距同数量级, 因此 X 光成为研究晶体微观结构的有力工具。在晶体中, 各原子按一定规律整齐的排列着, 形成一个个“晶面”, 如图 2 所示。各晶面间的距离, 称为“晶面间距”, 它是反映晶体结构特性的重要指标。1913 年, 英国科学家布拉格父子 (W. H. Bragg 和 W. L. Bragg) 证明: 当 X 光以 β 角射入晶体时, 仅当它的波长 λ 与晶面间距 d 满足如下关系时

$$2d\sin\beta=k\lambda, \quad k=1,2,3\dots \quad (1)$$

才能在反射角等于入射角的方向上获得很大的反射率。(1) 式就称为布拉格公式。

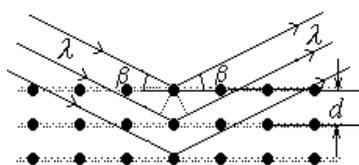


图 2 X 光在晶体上的反射

他们父子因此同获 1915 年的诺贝尔物理学奖。(布拉格公式可以从光的干涉原理来理解:如图 2 所示,一束波长为 λ 的 X 光以掠射角 β 入射,在反射角等于入射角的方向上,各晶面反射光的光程差均为 $2d\sin\beta$,当满足布拉格公式时,各反射光都同相位,因而它们相干的结果,合成光强达到极大。)

根据布拉格公式,既可以利用已知的晶体(d 已知)通过测量 β 角来研究未知 X 光的波长,也可以利用已知 X 光(λ 已知)来测量未知晶体的晶面间距。

实验仪器

本实验使用的 X 射线实验仪如图 3 所示。它的正面装有两扇铅玻璃门,既可看清楚 X 光管和实验装置的工作状况,又保证人身不受到 X 射线的危害。若打开铅玻璃门, X 光管上的高压会立即断开,保证了人身安全。

该装置分为三个工作区:中间是 X 光管,右边是实验区,左边是监控区。

X 光管的结构如图 4 所示。它是一个抽成高真空的石英管,其下面(1)是接地的电子发射极,通电加热后可发射电子;上面(2)是钨靶,工作时阴极和阳极之间加以几万伏的高压(管电压)。电子在该电场作用下高速奔向阳极,形成的电流称为管电流。钨靶呈斜面,以利于 X 光向水平方向射出。(3)是铜块,用以散热。(4)是管脚。

右边的实验区可安排各种实验。

A1 是 X 光的出口,为了使射出的 X 光成为一个近似平行的细光束,可在它上面加一个光阑(光缝)。

A2 是安放晶体样品的靶台,安装样品的方法如图 5 所示:1、把样品(晶体片)轻轻放在靶台上,向前推到底;2、将靶台轻轻向上抬起,使样品被支架上的凸楞压住;3、顺时针方向轻轻转动锁定杆,使靶台被锁定。

A3 是用来探测 X 光强度的传感器,它所测得的计数 R 与 X 光的强度成正比。根据统计规律, X 光的强度为 $R \pm \sqrt{R}$, 其相对不确定度为 $\sqrt{R}/R = 1/\sqrt{R}$, 故计数 R 越大相对不确定度越小。因此,延长每次测量的持续时间,从而增大总强度计数 R , 有利于减少计数的相对不确定度。

A2 和 A3 都可以转动,并可通过测角器分别测出它们的转角。

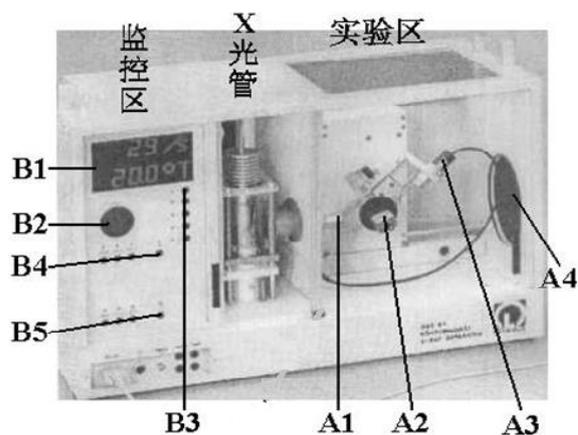


图 3 X 射线实验仪

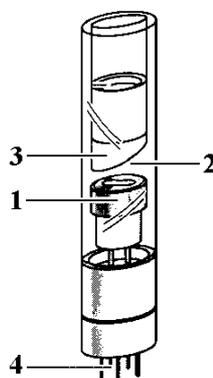


图 4 X 光管



图 5 测角器的靶台

A4 是荧光屏，它是一块表面涂有荧光物质的圆形铅玻璃平板，平时外面有一块盖板遮住，以免环境光太亮而损坏荧光物质；让 X 光打在荧光屏上，打开盖板，即可在屏的右侧外面直接看到 X 光的荧光，但因荧光较弱，此观察应在暗室中进行。

左边的监控区包括电源和各种控制装置，如图 6 所示。

B1 是液晶显示区，它分上下两行，通常情况下，上行显示传感器的计数 R （正比于 X 光光强），下行显示工作参数。

B2 是个大转盘，各参数都由它来调节和设置。

B3 有五个设置按键，由它确定 B2 所调节和设置的对象。这五个按键是：U…设置 X 光管上所加的高压值（最大为 35KV）；I…设置 X 光管内的电流值（最大为 1mA）； Δt …设置每次测量的持续时间（通常取 3s~10s）； $\Delta\beta$ …设置自动测量时测角器每次转动的角度，即角步幅（通常取 0.1° ）； β -LIMIT…在选定扫描模式后，设置自动测量时测角器的扫描范围，即上限角与下限角：第一次按此键时，显示器上出现“ \downarrow ”符号，此时可利用 B2 选择下限角（例如取 3° ）；第二次按此键时，显示器上出现“ \uparrow ”符号，此时可利用 B2 选择上限角（例如取 40° ）。（此即设定自动扫描范围为 $3^\circ \sim 40^\circ$ ）。

B4 有三个扫描模式选择按键和一个归零按键。三个扫描模式按键是：SENSOR…传感器扫描模式，按下此键时，可利用 B2 手动旋转传感器的位置，也可用 β -LIMIT 设置自动扫描时传感器的上限角与下限角，显示器的下行此时显示传感器的角位置；TARGET…靶台扫描模式，按下此键时，可利用 B2 手动旋转靶台的位置，也可用 β -LIMIT 设置自动扫描时靶台的上限角与下限角，显示器的下行此时显示靶台的角位置；COUPLED…耦合扫描模式，按下此键时，可利用 B2 手动同时旋转靶台和传感器的位置——传感器的转角自动保持为靶台转角的 2 倍，而显示器的下行此时显示靶台的角位置，也可利用 β -LIMIT 设置自动扫描时靶台的上限角与下限角。归零按键是 ZERO…按下此键后，靶台和传感器都回到 0 位。

B5 有五个操作键，它们是：RESET…按下此键，靶台和传感器都回到测量系统的 0 位置，所有参数都回到缺省值，X 光管的高压断开；REPLAY…按下此键，仪器会把最后的测量数据再次输出至计算机，本实验中不必用它；SCAN (ON/OFF)…此键是整个测量系统的开关键，按下此键，在 X 光管上就加了高压，测角器开始自动扫描，所得数据会自动输出至计算机； \blacktriangleleft …此键是声脉冲开关，本实验中不必用它；HV (ON/OFF)…此键开关 X 光管上的高压，它上面的指示灯闪烁时，表示已加了高压。

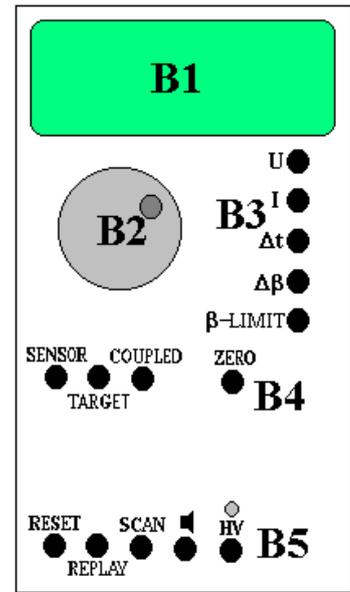


图 6 监控区面板

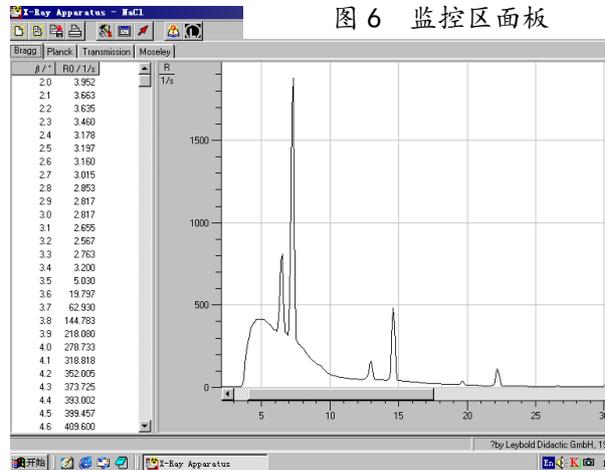


图 7 一个典型的测量结果画面

本实验仪器专用的软件“X-ray Apparatus”已安装在计算机内，只要双击该快捷图标，即可出现一个测量画面，如图 7 所示。它主要由上面的菜单栏、左边的数据栏和右边的图形栏三部分组成。在菜单栏上选择“Bragg”，即可进行按布拉格公式分析材料的实验。当在 X 射线实验仪中按下“SCAN”开关（ON）时，软件就开始自动采集和显示测量结果：屏幕的左边显示靶台的角位置 β 和传感器中接收到的 X 光光强 R 的数据；而右边则将此数据作图，其纵坐标为 X 光光强（单位是 $1/s$ ），横坐标为靶台的转角（单位是 $^{\circ}$ ）。点击“Save Measurement”，可以存储实验数据；点击“Print Diagram”，可以打印该曲线。为详细了解该软件的功能，可点击菜单中的“Help”，以获得有关信息。

实验前应回答的问题

1. 请以金属钨靶为例，说明 X 光的特征光谱和连续光谱是怎样产生的？画出钨的 X 光发射光谱图。管电压和管电流在 X 光的产生中分别起了什么作用？如果分别改变管电压和管电流，钨的 X 光发射光谱图会有怎样的变化？
2. 为什么能利用 X 光看到密封容器内的物体？是否任何容器中的任何物体都可看到？
3. 请写出布拉格公式，并画出示意图。
4. 什么是 COUPLED（耦合）扫描模式？为什么在测量晶体衍射曲线时要采用 COUPLED 扫描模式？

实验内容

（一）必做部分 1：观察 X 光透射象。

1. 打开在仪器左侧下方的电源开关。
2. 按下 SENSOR 键，旋转 B2 旋钮，把传感器调到 50° 左右，以不遮挡 X 光射向荧光屏。
3. 打开铅玻璃门，将待观察的样品放在荧光屏前（样品可以是一般的计算器，或装有钥匙、钢笔等金属物件的笔袋等，同学可以自备样品，也可以用实验室提供的样品）。
4. 关好铅玻璃门，取下荧光屏后的防护罩。
5. 按下 U ，旋转 B2，把高压设置为 35KV；按下 I ，把电流设置在 1mA。
6. 按下 HV 键，以打开高压（管电压）（此时应看到它上面的指示灯闪烁），在荧光屏后观察样品的 X 光透射象（如图 8 所示）。
7. 分别改变高压（管电压）和管电流的大小，半定量地记录 X 光透射象与高压和管流的关系（例如高压或管流分别降低到原来的 0.9、0.8、0.7、0.6……时透射象的强度和清晰程度如何改变？），并分析讨论这种关系。
8. 再次按下 HV 键，以关闭高压（此时应看到它上面的指示灯熄灭）。

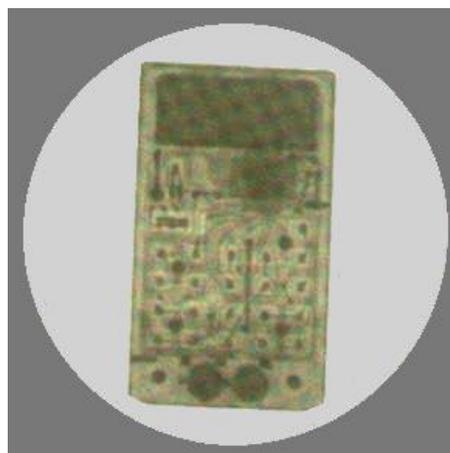


图 8 一个计算器的 X 光透射象

（二）必做部分 2：调校测角器的零点。

由于各种原因，测角器的零点可能会不准，即靶台位置显示值为零时，实际位置并不与入射 X 光平行；而传感器位置显示值为零时，实际位置也并不正对 X 光

入射缝。此时，应用已知晶面间距的晶体来调校测角器的零点。我们通常用 NaCl 晶体（已知其晶面间距为 0.283nm）来调校测角器的零点，其方法如下：

1. 打开铅玻璃门，取出观察透视象的样品，在 A1 处装上光缝。
2. 在靶台上装 NaCl 晶体。（注意：戴手套，不可用手直接接触其表面。）
3. 关好铅玻璃门，设置高压为 35kV，管电流为 1mA。
4. 按 ZERO 键，使测角器归零。
5. 在 B3 中按下 Δt 键，旋转 B2，把每次测量的持续时间设置为 1 秒；按下 $\Delta\beta$ 键，把角步幅设置为 0.1° 。
6. 在 B3 中按下 β -LIMIT 键，当显示器显示 \downarrow 符号时，用 B2 把下限角设置为 $\beta=3^\circ$ ；再次按下 β -LIMIT 键，当显示器显示 \uparrow 符号时，用 B2 把上限角设置为 $\beta=10^\circ$ 。
7. 打开计算机，双击“X-ray Apparatus”图标，在菜单栏上选择“Bragg”，即可出现测量画面。
8. 在 B4 中选择 COUPLED 扫描模式，在 B5 中按下 SCAN 键，仪器会自动打开高压，计算机就开始自动采集和记录角度 β 和强度 R ，并同时显示 NaCl 晶体的 X 光衍射曲线。
9. 采集程序结束，仪器会自动关闭高压。注意观察衍射曲线上出现的最高峰的峰位和相应的计数率。若出现最高峰的位置不在 7.2° 或者其计数率小于 1500，则仪器需要进行调零。
10. 可在本次测量的基础上，打开高压，在 COUPLED 模式下，手动调节将靶台旋转到衍射曲线出现最高峰时对应的角度。然后，分别用 SENSOR 和 TARGET 模式，手动调节靶台和传感器的位置，注意 B1 的上行，仔细寻找计数率最大时传感器和靶台位置。
11. 找到此位置后，用 COUPLED 模式令靶台反向（顺时针）旋转 7.2° （为什么？）。此时应为真正的零点位置（实际显示值可能是正或负）。
12. 同时按下 TARGET、COUPLED 和 β -LIMIT 三个键，从而确认该位置为新的零点位置。【注意：“三键同时按”，会把原来设置的 0 位取消，并以当前位置为新的 0 位。这个操作如有错误，将导致仪器严重失调。因此，**必须十分谨慎！应先请老师检查确认无误后，再进行此操作。**】

（三）必做部分 3：测定 NaCl 晶体的衍射曲线

1. 仪器调零结束后，按下 Δt 键，设置为 3 秒~5 秒；按下 $\Delta\beta$ 键，把角步幅设置为 0.1° 。
2. 按下 COUPLED 键，然后按下 β -LIMIT 键，设置扫描上、下限。（扫描范围： $3-25^\circ$ ）。
3. 按下 SCAN 键，计算机自动采集绘制 NaCl 晶体的 X 光衍射曲线，如图 7 所示。其中 β 最小的一对尖峰对应于两条特征光谱的 $k=1$ 的布拉格反射；随着角度增加，依次出现 $k=2$ 、 $k=3$的各对衍射峰。（为何衍射峰成对出现？）
4. 记下各峰值附近 4—5 个数据，作图求出对应于 R 最大的各 β ；或者用软件中自带的寻峰功能找出衍射曲线的三对峰所对应的 β 值。（为什么不能直接从各数据中选择 R 最大的各 β 值？）

5. 从各 R 最大的 β 值得出 NaCl 的晶面间距 d ，比较各 d 值是否相同？并由此验证布拉格公式。
6. 若保持高压不变，改变管流，衍射曲线会有何变化？保持管流不变，改变管压呢？预测一下曲线的变化。（提示：为方便比较，可分别将高压/管流保持在其最大值，将管流/高压减小到最大值的 80%，然后把 Δt 设为 1 秒，快速测量一下衍射曲线。）比较你得到的衍射曲线与预期的是否相同（为方便比较，记得将不同条件下获取的衍射曲线放在同一坐标系中观察）？解释一下衍射曲线为何随高压和管流的改变而改变。
7. 打开铅玻璃门，取下 NaCl 晶体，放回干燥缸（十分小心！）。
8. 关闭 X 光实验仪和计算机的电源。

（四）选做部分：测量 X 光的吸收与材料厚度的关系。

本 X 射线实验仪有如图 9 所示的“吸收板附件”。它由同样材料（铝），厚度分别为 0.5mm、1.0mm、1.5mm、2.0mm、2.5mm 和 3.0mm 的 6 块吸板组成。把该附件按图 10 所示的方法，将底板端部插入原来装靶台的支架。置传感器于 0 位，转动靶台支架，分别让不同的吸收板位于 X 光的光路中，即可进行测量。（思考一下：应采用哪种扫描模式？如何设置扫描参数？注意：做该实验时，应将管流减小，最高计数率数值不要超过 3000。）

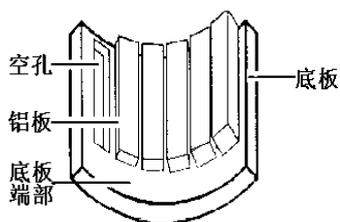


图 9 吸收板附件

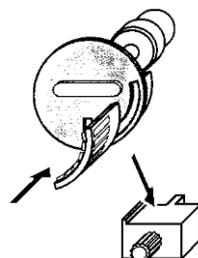


图 10 安装吸收板

参考文献

1. 倪光炯、王炎森等. 改变世界的物理学（第二版）. 上海：复旦大学出版社. 1999. 142—144, 164—169
2. 章志鸣、沈元华、陈惠芬. 光学（第二版）. 北京：高等教育出版社. 2000. 156—159
3. 杨于兴、漆王睿. X 射线衍射分析. 上海：上海交通大学出版社. 1994. 1—17
莱宝教具公司的《X 光实验仪说明书》

附件 1:

X 光实验记录和报告要点

一、观察 X 射光透射像

可以选择笔袋、计算器等样品,在管压和管流最大时($U=35.0\text{kV}$, $I=1.00\text{mA}$),能够看到样品清晰的透射像。用控制变量的方法研究管压、管流对透射像的影响。

固定管流 1.00mA , 管压从 35.0kV 降至零, 观察并记录荧光影像的变化。

固定管压 35.0kV , 管流从 1.00mA 降至零, 观察并记录荧光影像的变化。

管压和管流, 谁对荧光影像的影响更大? 为什么?

二、调校测角器零点 (零点正确, 也要做以下调校)

1. 粗扫曲线观察有无衍射峰、峰位、峰计数率? 判断仪器是否要调零?
2. 根据讲义上的调零步骤, 找到第一级 $K\alpha$ 衍射峰, 记录靶台和传感读数 (β_1 、 β_2)、最大计数率 R 。
3. 将靶台/传感器转到水平, 按三键将测角器读数重置为零。

建议画出光路图, 以便于理解调零的原理

三、测量 NaCl 晶体的衍射曲线

1. 用软件中自带的寻峰功能找出衍射曲线的三对峰所对应的 β , 或者记下各峰值附近 4—5 个数据, 作图求出对应于 R 最大的各 β , 填入下表。(为什么不能直接从各数据中选择 R 最大的各 β 值?)

实验条件: $U=$; $I=$; $\Delta\beta=$; $\beta_{\text{下限}}=$; $\beta_{\text{上限}}=$; $\Delta t=$

布拉格公式:

$\beta/^\circ$						
k						
晶面间距 d/nm						

从各 R 最大的 β 值得出 NaCl 的晶面间距 d , 比较各 d 值是否相同? 并由此验证布拉格公式。

2. 若保持高压为 35.0kV , 将管流减到最大值的 80% (即 0.80mA); 保持管流为 1.00mA , 改变管压到其最大值的 80% (即 28.0kV), 预测一下衍射曲线将如何变化? 将 Δt 设为 1 秒, 快速测量一下衍射曲线。比较你得到的衍射曲线与预期的是否相同? 解释一下衍射曲线为何随高压和管流的改变而改变。

附件 2:

拆卸靶台与取放晶体

1、拆卸靶台

左手托住靶台，逆时针转动锁定杆，将靶台与支架间的连接松开，向下滑动，取下靶台。

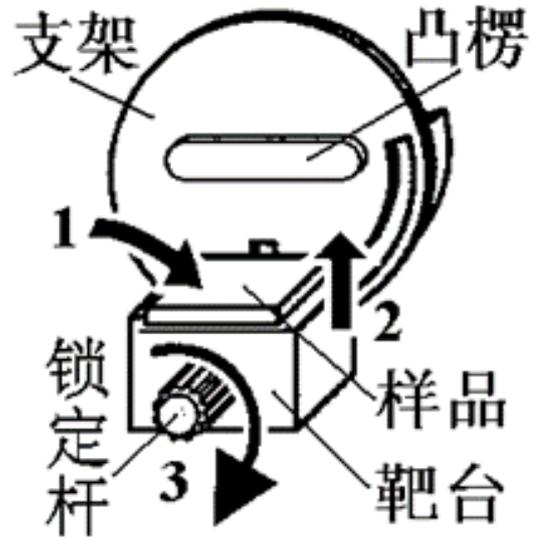
2、安装晶体

- 1) 从干燥缸中拿出晶体，戴手套将晶体从样品袋中取出。
- 2) 将靶台装在支架上，左手托住靶台，右手将晶体放在靶台上，将晶体向前推到底，与支架竖直平面接触，晶体左侧贴住靶台的侧楞。
- 3) 右手扶着晶体，左手将靶台向上移动，直到晶体的上表面紧靠支架的凸楞下缘，将晶体夹在靶台与凸楞间。
- 4) 顺时针旋转锁定杆，锁定靶台位置。确定晶体固定在靶台与凸楞之间后，方可松手。

3、取下晶体

晶体使用完毕，请戴上手套，左手托住靶台，右手轻轻转动锁定杆，放松靶台，然后将晶体从靶台上取下，放入样品袋，放回到干燥缸中。

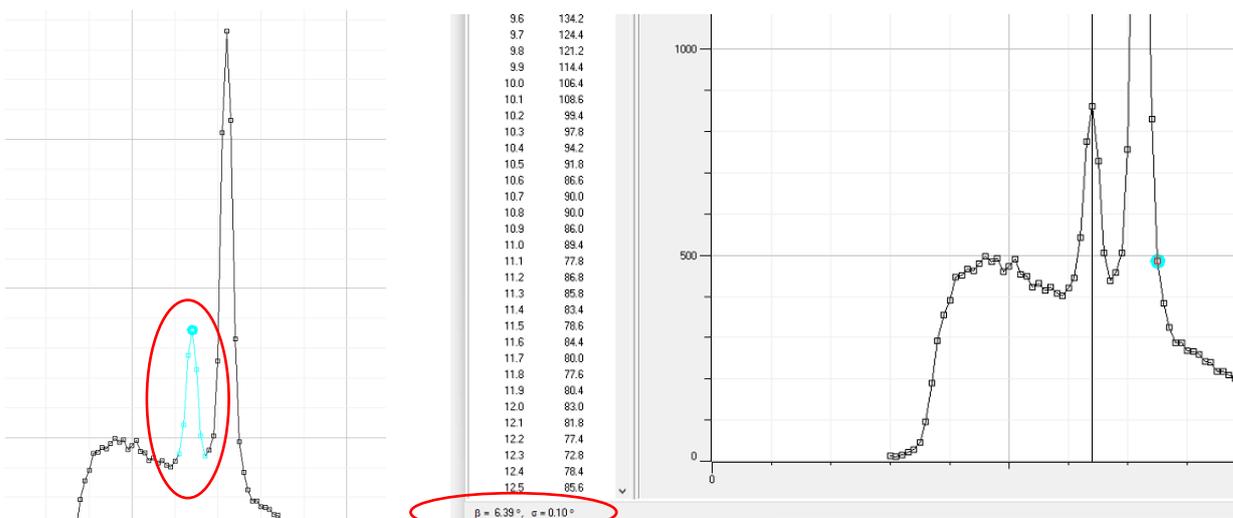
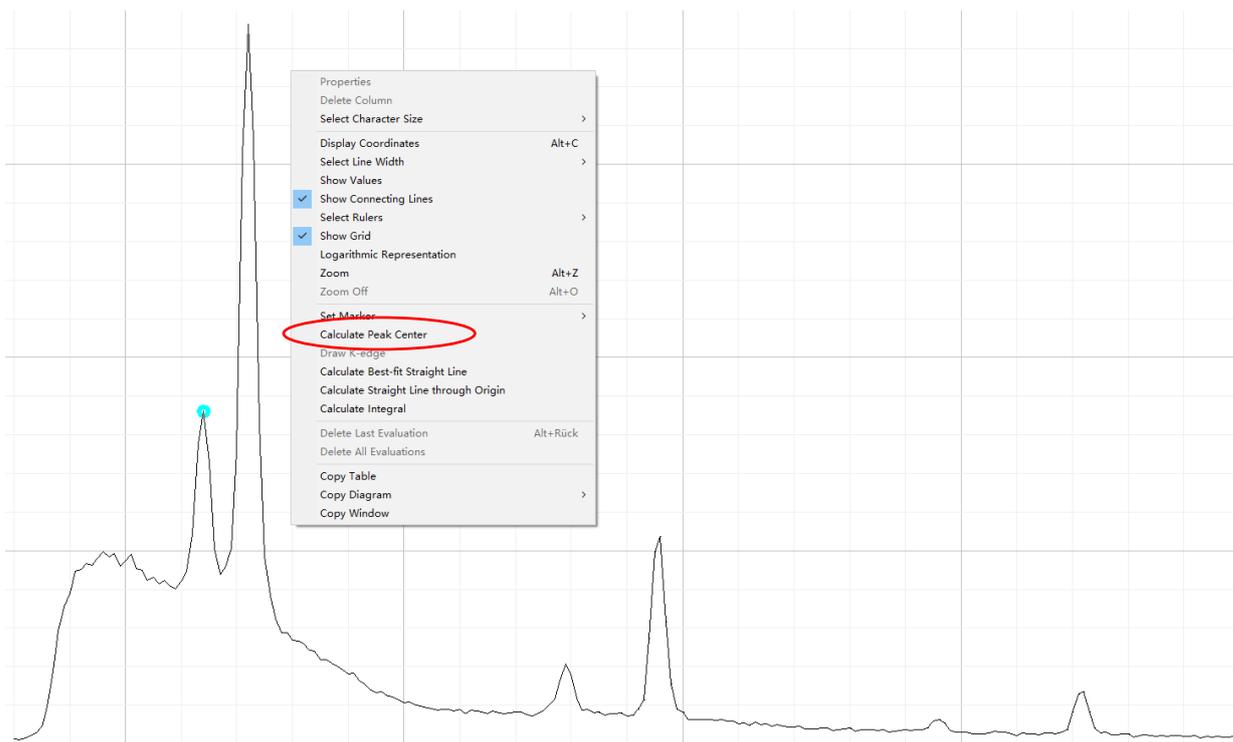
注意：NaCl 晶体是定制样品，比较贵重。操作过程中，不要用手直接接触晶体，取、放晶体时，小心操作，以防晶体滑落。



附件 3:

使用仪器自带软件寻峰

如下图，获取衍射曲线之后，点击鼠标右键，出现对话框，点击“**Calculate peak center**”，接着用鼠标选中一个衍射峰，**选择时注意取点要基本对称**，然后你会看到在选择的拟合区域中出现一条竖直线，这条线所在位置即为该衍射峰的位置，在窗口左下角可以看到该衍射峰对应的 β 值。如此，对衍射曲线上的其余 5 个峰作相同操作，把拟合结果填入“实验内容三”的表格中。



注：选择拟合范围时，一次只能选一个峰，且注意取点要基本对称。

注：在此读出拟合出的峰所对应的 β 值。

