

X 光应用实验研究

葛剑超 0519034

复旦大学 物理系

摘要 x 光的波长在 10^{-8} 至 10^{-11} m 范围内, 数量级接近固体中的原子间距, 可以用来探测晶体微观结构。德拜法使用多晶样品对 x 光衍射成像, 通过对衍射斑几何分析可以获得晶体的晶格结构信息。本文阐述了成功拍摄德拜相所需的若干条件。同时, x 光还可用来研究康普顿散射实验, 本文主要讨论了对实验结果的误差来源分析和实验的优化方案。

关键字 吸收截面, 康普顿散射, 德拜相

一 背景介绍

(1) 德拜照相法介绍

单一晶面间距的原子晶面对入射 x 光的衍射行为服从布拉格条件, 形成间断的衍射斑。当反射晶面以入射光轴为轴旋转一圈时, 可在底片上形成一条连续的衍射环。若晶体样品被磨成线度为 10^{-3} 至 10^{-5} 毫米的粉末, 晶体内部结构被杂乱化, 存在各种取向的小晶面, 故衍射斑应为若干符合衍射条件的同心衍射环, 同时衍射光线形成一个同轴圆锥, 其半圆锥角等于 2θ (θ 为入射光与晶面夹角)。测量底片上各环的直径 $2h$, 并由下式

$$2h = R \cdot 4\theta \quad (1)$$

求得 θ 值。式中 R 为出射小孔到衍射环的距离。由 (1) 及 Bragg 公式得

$$\frac{d}{n} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (2)$$

其中 d 对应晶面间距, n 为级次, λ 为入射光波长则可求得一系列 d/n 值[文献 3]。

[文献 2]中指出, 对于立方晶系, 由面间距 d 和它的面指数 $(h_1 k_1 l_1)$ 之间关系可得

$$\sin^2 \theta_1 : \sin^2 \theta_2 : \dots = (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) : (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2) : \dots \quad [\text{文献 2}] \quad (3)$$

每一立方结构都具有一组 $\sin^2 \theta_i / \sin^2 \theta_1$ ($\sin^2 \theta_1$ 对应 (111) 面) 的特征数列, 因此可计算衍射谱样的 $\sin^2 \theta_i / \sin^2 \theta_1$ 值并根据表 [1] (见后) 定出样品的点阵类型。

(2) 康普顿散射实验

康普顿散射中, 光子与静止电子发生非弹性碰撞, 将一部分能量转移给电子使它具有一定速度脱离原子, 而光子则被散射同时波长发生改变。通过测量散射前后光的波长变化以及相对偏转角度来验证康普顿散射过程。理论推导碰撞前后光波长改变为

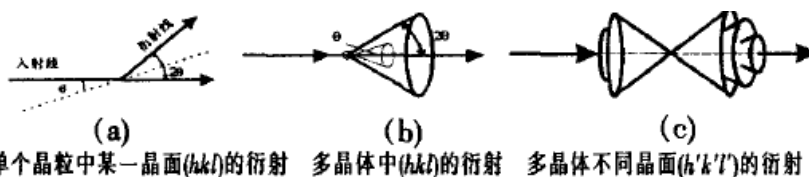


图 1-1 衍射圆锥的形成[文献 2]

$$\Delta\lambda = \frac{h}{m_0c}(1 - \cos\theta) \tag{4}$$

其中 m_0 为静止电子质量， θ 为散射光偏转角

二 康普顿散射实验

实验原理和设计思路

根据文献[4]给出的 x 光在铜中的透射率与波长关系的经验公式[5]，可分别测定入射光和散

$$T = \exp\left(-a\frac{\lambda}{100\text{pm}}\right)^n \quad a = 7.6, \quad n = 2.75 \tag{5}$$

射光对铜样品的透射率得到两者波长。如图 2-2，实验仪器为德国莱宝公司制造的 x 光实验仪，散射样品为铝片，理论上它对 40-80pm 范围内 x 光吸收截面很小。另外，为得到单一

波长的入射光成分，可在入射小孔前加 Zr 滤波片，其对于入射光谱中 K_β 成分

($\lambda \sim 64.5\text{pm}$) 强烈吸收，而 K_α 成分

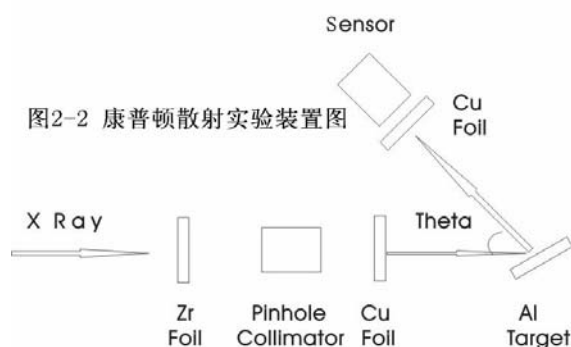
($\lambda \sim 71.1\text{pm}$) 则吸收很少。因此加入 Zr

r 片后，入射 x 光波长基本集中在 K_α 附

近，近似为单色波。实验中需测量不加铜片

时的计数率 R_1 ，然后测量只在出射小孔处加铜吸收片的计数率 R_2 ，接着测量只在接收器处加铜片的计数率 R_3 ，最后测量不加铜吸收片，并且没有 x 光入射时的计数率 R_4 ，对

应背景辐射的强度。因此入射光 λ 和出射光 λ' 在材料中的透射率分别为



$$T_1 = \frac{R_2 - R_4}{R_1 - R_4} \tag{6}$$

$$T_2 = \frac{R_3 - R_4}{R_1 - R_4} \tag{7}$$

将其带入经验公式(5)可以算得 λ 和 λ' ，而散射光偏转角 θ 由接收器的偏转角确定。

实验分析

x 光管管压 $U_x = 35.0\text{Kv}$ ，管流 $I = 1.00\text{mA}$ ， R_1 测量时间间隔 $\Delta t = 60\text{ s}$ ， R_2 、 R_3 、 R_4 $\Delta t = 600\text{s}$ ，出射小孔至靶台距离为 5 c m，靶台至接收器距离 4 c m。5 组测量结果参见表 2:

表 2 康普顿散射实验计数率

	接收器角度 θ_1 / degree	靶台角度 θ_2 / degree	R 1 1/s	R 2 1/s	R 3 1/s	R 4 1/s	注释
1	145	20	22.38	3.496	1.860	0.398	不加 Zr
2	145	20	19.13	3.475	2.287	0.337	加 Zr
3	120	20	19.03	3.190	1.917	0.353	加 Zr
4	145	30	15.88	3.007	2.105	0.337	加 Zr

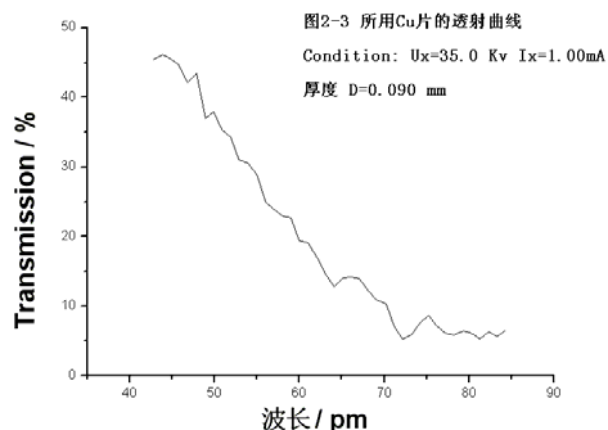
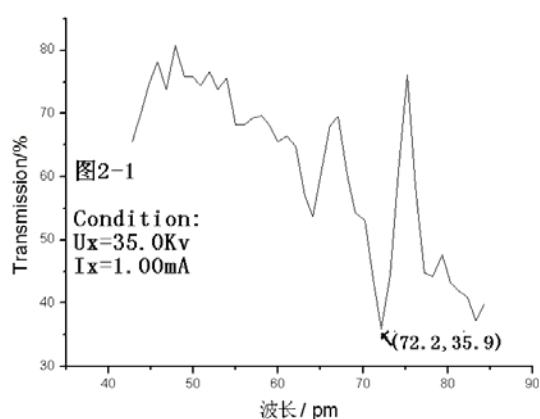
直接使用文献[4]为公式[5]提供的参数来拟和的实验结果与理论值偏差较大, 初步认为 a 和 n 两个参数与所用铜片的特性存在依赖关系, 是可能的误差来源。因此在相同环境下在 $\lambda=42.2\text{-}80.0\text{pm}$ 波长范围内重测所用铜吸收片的透射曲线, 如图 2-3。并根据曲线拟和两个参数为 $a=9.13, n=4.10$, 计算实验结果如表 3

表 3 修正经验公式的拟和结果

	T_1	T_2	λ / pm	λ' / pm	$\Delta\lambda / \text{pm}$	$\frac{h}{m_0c}(1-\cos\theta)$	相对误差/%
1	0.141	0.067	68.8	74.4	5.6	4.42	26.7
2	0.167	0.104	67.3	71.3	4.0	4.42	9.5
3	0.152	0.084	68.1	72.8	4.7	3.65	28.8
4	0.172	0.114	67.0	70.6	3.6	4.42	18.6

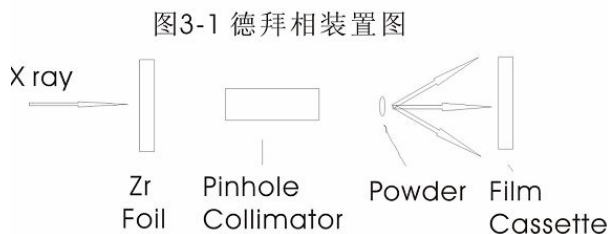
对比 1, 2 组可见, 由 Zr 片滤去 K_{β} 成分后, 入射光单色性良好, 结果更接近理论值。而减小接受器偏转角和增大靶台则同时增大实验误差。这说明粒子弹性散射产生的散射光对实验误差有所贡献。考虑康普顿散射光来自光子与电子的非弹性碰撞, 而实际碰撞过程中参杂着大量光子与原子实或电子间的弹性碰撞, 此时散射光波长不变而只是方向扭转, 它们使总散射波长有所展宽。继而考虑 Bragg 衍射条件, 它属于弹性碰撞范畴。考虑铝样品中平行于靶台的晶面 (20 度转角) 对 x 光的反射, 其衍射极大应出现在 40 度处。故随着接收器向此角度靠近, 弹性碰撞散射波贡献增大, 使散射波波长展宽明显, 故 3 组误差增大。而增加靶台转动角等效于减小接收器转动角, 故 4 号组较 2 号组误差也有所增大。另外, 我们测量相同条件下 Al 的透射曲线如图 2-1。发现在 $\lambda=72.2\text{pm}$ 附近有一个强烈的吸收峰, 其非常靠近入射光波长。它的存在增大了 x 光在铝中的衰减截面, 减小了散射波的计数率, 从而造成计算波长与理论值的偏离。

综上, 设定接收器在大偏转角度以及靶台在小偏转角度对实验比较有利, 这样可以有效减少散射波中弹性碰撞成分。另外, 我们比较了 Zr、Fe、Cu、Al、Mo、In、Ag 的透射曲线发现, 其中部分样品在 K_{α} 已接近或超过吸收边。实际上, 经实验发现, 随着原子序数增大, 其 K 吸收边对应波长减小, 在 K_{α} 处的吸收截面波动就越发明显, 原则上 Al 仍为散射靶的最佳选择。但若考虑入射光只对应一段波长范围 (如 $68.0\text{-}73.0\text{pm}$), 则在此范围内可能



出现较 Al 吸收截面更小的金属。另外，略微减小 Al 靶厚度，也可以减小对 X 光的吸收作用。

三 德拜成像实验

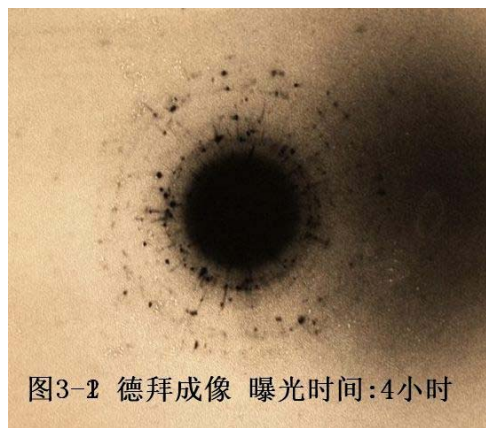


实验装置如图 3-1，由于德拜像要求入射光波长单一，故在光通路上加 Zr 片使波长集中在 K_{α} 附近。由于要求散射样品为多晶相，故对其线度有较高要求（一般为 $10^{-3} \sim 10^{-5}$ mm），远大于光束直径。

若研磨度不够，使粉末线度较大，则其内部晶相减少，无法使入射光被旋转一周的各角度镜面散射，环状衍射斑则无法形成。同时，还要求样品密度均匀，内部各向同性，才可使入射光均匀散射。

在初次尝试中，样品粉末被置于两张透明胶带中，厚度 0.8mm，竖直贴在出射小孔处，成像效果较差，且外圈衍射斑未出现。只有中心一个直径约 0.8 cm 的黑斑，其四周有部分光强不一且的非连续点。这是由于样品未到达上述要求所致，且竖直放置的样品在重力作用下存在分布梯度，无法保证其内部均匀性。考虑到上述原因，在改进操作中，增加了样品研磨度，并用透明胶带制成一根长 5mm，直径为 0.5mm 的空心圆筒，将粉末均匀致密的充入圆筒中，将其横向贴于初射小孔前。这种方法可最大程度使粉末均匀分布，不至存在沿竖直方向的梯度，而且其在光路方向上也基本保证均匀性。

图 3-2 为 x 光管管压 $U_x = 35.0\text{Kv}$ ，管流 $I = 1.00\text{mA}$ ，曝光时间 4 小时的 NaCl 样品成



像结果，小孔到底片的垂直距离为 $D = 1.5\text{cm}$ 。从图中看，除中心黑斑外，其外侧可看到 4 条同心圆环。随着圆环半径增大，衍射斑对比度减小，若提高曝光时间至 8 小时，或升高 U_x 以增大光强，可增大各衍射斑对比度。黑斑是由部分直接穿过晶体的入射光以及受偏转角较小的镜面反射的散射光共同造成，若在底片中心处加一垂直于底片的细长吸收金属针，将大部分直射光滤去，则可看到被黑斑遮盖的衍射环。另外，图像中存在较多对比度较大的黑点，是由粉末均匀度不够及研磨程度不够所致，类似于单晶的不连续斑纹。同时，还可看到在中心黑斑与临近圆环间存在过渡状态的阴影，这是由于入射光波长有所展宽造成的。连续波长的入射光使各衍射环展宽成阴影。

用坐标纸测量 4 条圆环及黑斑的直径 $2h$ ，则根据背景介绍中的方法， $R = \sqrt{h^2 + D^2}$ ，计算结果如表 4:

用坐标纸测量 4 条圆环及黑斑的直径 $2h$ ，则根据背景介绍中的方法， $R = \sqrt{h^2 + D^2}$ ，计算结果如表 4:

表 4 成像结果计算值

2h / cm	R/cm	θ /弧度	$\sin \theta$	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta_i}{\sin^2 \theta_1}$	理论值 (FCC)	h k l
0.8	1.6	0.13	0.130	0.017	1.00	1.00	1 1 1
1.0	1.6	0.16	0.155	0.024	1.41	1.33	2 0 0
1.4	1.7	0.21	0.210	0.044	2.60	2.67	2 2 0
1.8	1.8	0.25	0.248	0.061	3.61	3.67	3 1 1
2.2	1.9	0.30	0.296	0.087	5.14	5.33	4 0 0

将 $\sin^2 \theta_i / \sin^2 \theta_1$ 的计算值与理论值比较可知, 样品晶体 (NaCl) 为面心立方结构, 与理论符合的较好。而 $\sin^2 \theta_i / \sin^2 \theta_1$ 与理论值还稍有误差, 由于衍射斑的边界不明显, 较难判断, 故直径测量值可能有误差。同时, 从结果看出, 我们未观察到 (222) 晶面的衍射斑, 这与衍射斑的强度有关。对于 FCC 结构 (111) 晶面的晶面间距最大, θ 最小, 故衍射光线在样品中通过路径最长, 被样品强烈吸收, 衍射光线最弱, 而 (222) 晶面的衍射斑为其二级衍射斑, 强度更弱, 则难以被观察到。另外, 从表 2 中可以看出, 相对于简立方结构, 体心立方和面心立方部分晶面未出现散射斑, 这是考虑其各自的形状结构因子的影响。对于面心立方结构, 当 h,k,l 为奇偶混杂时, 其形状因子为 0, 衍射极大被消除。

结论

我们对康普顿散射各种条件下的结果进行分析, 认为其主要误差是由粒子弹性碰撞对散射光贡献的杂光成分以及 Al 的吸收作用所造成的, 并提出了修改意见。另外, 我们经多次尝试改进, 找到了制备德拜照相法所需的衍射样品的合适方法。根据成像结果对样品晶体的晶格结构进行预测, 符合理论值。

致谢

谨对搭档罗熠和所有近代物理实验的任课老师对我提供的帮助和指导表示由衷感谢。

参考文献

- [1] 近代物理实验补充讲义 复旦大学物理教学实验中心编写 2008
- [2] 德拜照相法讲义 <http://www.bb.ustc.edu.cn/jpkc/guojia/dxwlsy/kj/download/debye.pdf>
- [3] 近代物理实验讲义 下册 复旦大学物理系编写 1987
- [4] Leybold Didactic. Technical Documentation for X-ray Apparatus.

附表:

表 1[文献2] 立方结构的 hkl 和 $\sin^2\theta_i/\sin^2\theta_1$ 值

hkl	H	简单立方		体心立方		面心立方	
		hkl	$\frac{\sin^2\theta_i}{\sin^2\theta_1}$	hkl	$\frac{\sin^2\theta_i}{\sin^2\theta_1}$	hkl	$\frac{\sin^2\theta_i}{\sin^2\theta_1}$
100	1	100	1	—	—	—	—
110	2	110	2	110	1	—	—
111	3	111	3	—	—	111	1
200	4	200	4	200	2	200	1.33
210	5	210	5	—	—	—	—
211	6	211	6	211	3	—	—
220	8	220	8	220	4	220	2.67
300	9	300	9	—	—	—	—
310	10	310	10	310	5	—	—
311	11	311	11	—	—	311	3.67
222	12	222	12	222	6	222	4
320	13	320	13	—	—	—	—
321	14	321	14	321	7	—	—
400	16	400	16	400	8	400	5.33
410	17	410	17	—	—	—	—
411	18	411	18	411	9	—	—
331	19	331	19	—	—	331	6.33
420	20	420	20	420	10	420	6.67
421	21	421	21	—	—	—	—
332	22	332	22	332	11	—	—
422	24	422	24	422	12	422	8
500	25	500	25	—	—	—	—
511	27	511	27	—	—	511.333	9
520	29	520	39	—	—	—	—
440	32	440	32	440	16	440	10.67

* $H = h^2 + k^2 + l^2$

—表示面族不衍射 X 射线

对体心立方,当 $(h+k+l)$ 为奇数时,无衍射.对面心立方,当 h,k,l 有奇有偶时,无衍射.