

文章编号:1005-4642(2020)03-0018-05

NaCl 单晶非切割晶面 X 射线衍射的实验研究

向 臻,王春梅,沈国土

(华东师范大学物理与电子科学学院,上海 200241)

摘 要:现有的德国莱宝教具公司生产的 X 射线实验仪采用多道脉冲幅度分析器测量衍射能谱,默认的 COUPLED 模式仅能得到 NaCl 单晶的(100)切割晶面的衍射能谱. 通过旋转靶台,重新设置测角零点,再利用 COUPLED 模式测量,即可得到其他非切割晶面的衍射能谱. 由于此 X 射线实验仪无角度自动校正功能,故通过二维扫描的方式对靶台和探测器转角进行修正,可以减少误差.

关键词:X 射线;布拉格衍射;NaCl 单晶;非切割晶面;测角零点;晶面序数;衍射级数

中图分类号:O657.34

文献标识码:A

DOI:10.19655/j.cnki.1005-4642.2020.03.003

德国莱宝教具公司生产的 X 射线实验仪^[1]可以完成多个实验^[2]. 该 X 射线实验仪有 2 种工作模式:1)单道计数方式,可以获得固定波长、角度变化的衍射能谱,验证布拉格衍射公式;2)多道脉冲幅度分析器方式^[3-1],可以获得固定角度、波长变化的衍射能谱,验证布拉格衍射公式^[5]. 对于 NaCl 晶体,利用单道计数方式的 X 射线实验仪获得其(130)/(140)非切割晶面[非(100)晶面]的衍射能谱^[6],本文利用多道脉冲幅度分析器方式的 X 射线实验仪获得其(130)/(140)非切割晶面的衍射能谱.

由于实验仪器默认的测角零点所在平面与 NaCl 晶体的非切割晶面不重合,故实验将靶台旋转一定角度,重新设置测角零点,再用 COUPLED 模式进行测量. 利用上述方法,可以得到非切割晶面的衍射能谱,但是误差较大,因为该工作模式下实验仪器没有角度自动校正功能,故修正靶台和探测器的角度,得到修正的衍射能谱,误差有所减小.

1 实验原理及仪器

1.1 NaCl 晶体(1x0)晶面间夹角

实验采用薄片状的 NaCl 单晶,将 NaCl 晶体的(1x0)晶面简化为图 1. 可得,(1x0)晶面与(100)晶面的夹角^[6] α 为

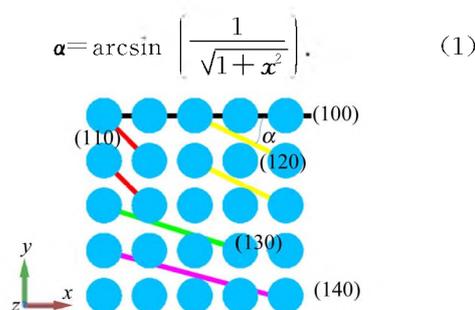


图 1 (1x0)晶面模型

NaCl 晶体近似为简单立方晶体. 对于简单立方晶体,晶面间距为

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad (2)$$

式中,NaCl 晶体的晶格常量 $a = 282.01 \text{ pm}$, h , k 和 l 分别为晶面 (hkl) 中的常量. 考虑(1x0)晶面,得表 1.

表 1 (1x0)晶面的参量

晶面	$\alpha/(\text{°})$	d/pm
(100)	0	282.01
(110)	45.0	199.44
(120)	26.7	126.12
(130)	18.4	89.18
(140)	14.0	68.40
(150)	11.3	55.31

收稿日期:2019-10-14;修改日期:2019-11-18

作者简介:向 臻(1997—),女,重庆人,华东师范大学物理与电子科学学院 2016 级本科生.

通讯作者:沈国土(1970—),男,浙江宁波人,华东师范大学物理与电子科学学院副教授,博士,主要从事物理实验教学与研究.



1.2 仪器介绍

实验采用德国莱宝教具公司生产的 X 射线实验仪,其结构如图 2 所示. 实验过程中主要使用 B4 区的 4 个按钮,其中 COUPLED 键为耦合扫描方式,按下后可以利用 B2 手动同时旋转靶台和探测器的角位置,探测器的转角自动保持为靶台转角的 2 倍(图 3)^[6].

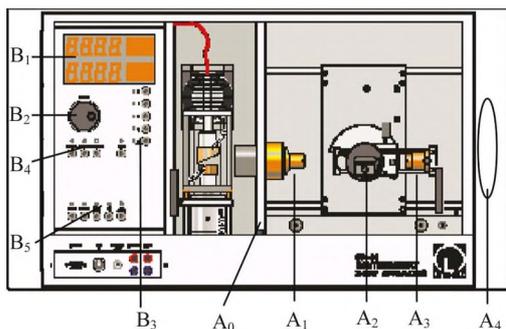


图 2 X 射线实验仪的结构图

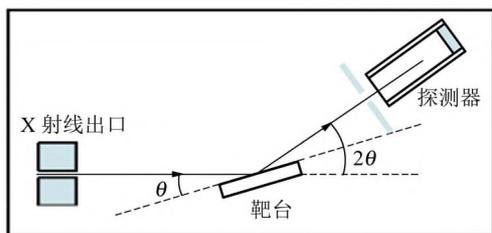


图 3 COUPLED 模式下靶台和探测器的角位置

2 实验方法

2.1 测角零点的设置

本实验与单道计数方式^[6]不同的是不需要使用 COUPLED 键进行扫描,而是在 COUPLED 状态下旋转到某一固定角度,获得 NaCl 晶体各个晶面的衍射能谱. 定义 β' 为 $(1x0)$ 晶面的衍射角.

实验仪器默认的测角零点所在平面与 (100) 晶面平行,但是由于已知 $(1x0)$ 晶面与 (100) 晶面夹角为 α ,故可按 TARGET 键将靶台旋转 α ,修改测角零点,使入射方向与 $(1x0)$ 晶面重合(图 4),便可再按 COUPLED 键设置角度进行 X 射线衍射实验(图 5).

但以上方法存在 3 个限制条件:

- 1) 要保证探测器的探测方向在靶台上方,则 $2\beta' > \alpha + \beta'$,即 $\beta' > \alpha$,衍射角要大于晶面间的夹角;
- 2) 靶台的旋转角度不能超过 90° ,否则样品

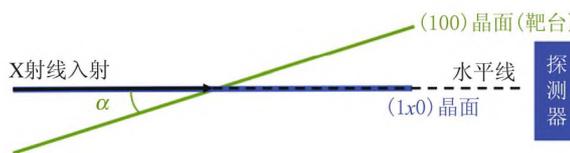


图 4 测角零点的设置

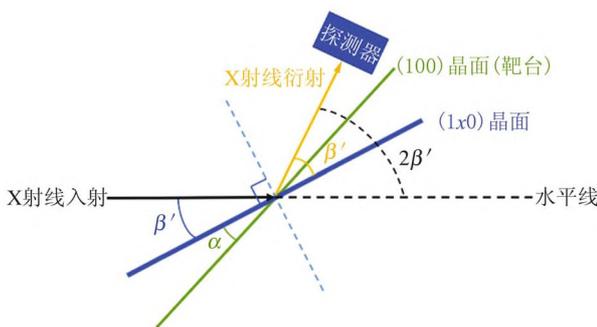


图 5 重设测角零点后 COUPLED 模式下的角度

会滑落,即 $\alpha + \beta' < 90^\circ$;

3) 与单道计数方式的 X 射线实验仪不同的是本实验仪器存在最短波长的限制,由于设置的电压为 35 kV,由

$$\lambda_{\min} = \frac{1.2396}{V} \text{ nm} \quad (3)$$

求得最短波长 $\lambda_{\min} = 35.42 \text{ pm}$ ^[7],其中 V 的单位为 kV.

由表 1 及限制条件,实验测量 (100) , (130) 和 (140) 晶面的衍射,测量 (100) 晶面主要是为了测试仪器的状态是否正常. 取衍射角 β' 为 25° ,由布拉格衍射公式

$$2d \sin \beta' = n\lambda, \quad (4)$$

得各衍射级数 n 对应的衍射极大波长如表 2 所示.

表 2 衍射极大波长的理论值

晶面	λ/pm				
	1	2	3	4	5
(100)	238.37	119.18	79.46	59.59	47.67
(130)	75.38	37.69	—	—	—
(140)	57.81	—	—	—	—

由表 2 可知,对 (100) 晶面可能观察到 1~5 级衍射,对 (130) 晶面可能观察到 1~2 级衍射,对 (140) 晶面可能观察到 1 级衍射.

2.2 能量定标

用多道分析器测量铁的特征 X 射线能谱,对

于 K_{α} 线 6.4 keV 特征 X 射线的峰位在 33 道. 测量钨的特征 X 射线能谱, 对于 K_{α} 线 17.4 keV 特征 X 射线的峰位在 87 道, 则任意道 N 的波长为

$$\lambda = \frac{hc}{6.4 + \frac{11}{54}(N-33)},$$

其中 $hc=1\,239.6 \text{ pm} \cdot \text{keV}^{[7]}$.

钨靶和 Fe-Zn 合金的能谱图如图 6 所示.

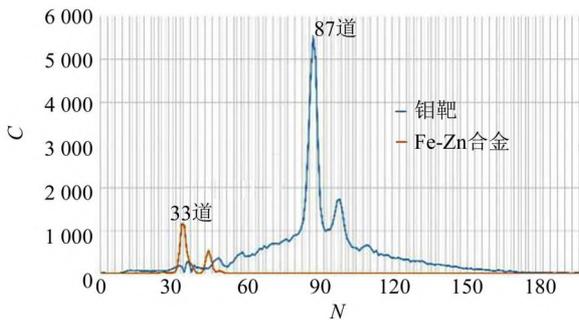
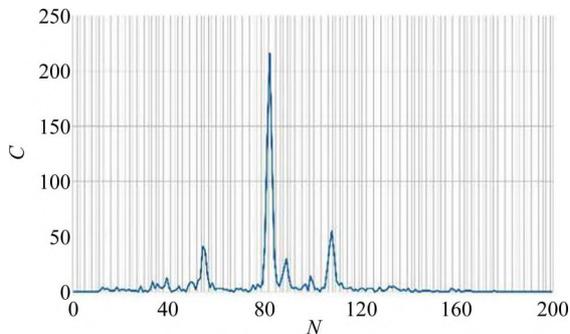


图 6 钨靶和 Fe-Zn 合金的能谱图

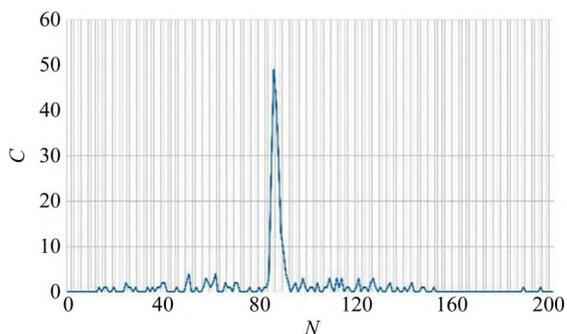
3 实验结果与分析

3.1 衍射角为 25° 时的衍射能谱

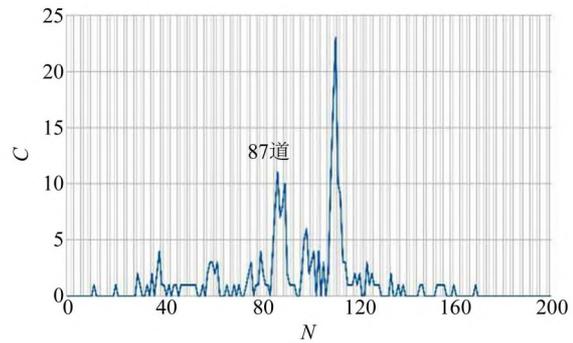
在衍射角为 25° 时测得的 (100) 晶面 ($x=0$, 3, 4) 的衍射能谱如图 7 所示.



(a) (100) 晶面



(b) (130) 晶面



(c) (140) 晶面

图 7 衍射角为 25° 时 (100), (130) 和 (140) 晶面衍射能谱

由图 7 可知, (100) 晶面可以观测到 3 个衍射峰, (130) 晶面可以观测到 1 个衍射峰, (140) 晶面可以观测到 2 个衍射峰.

3.2 结果分析

由以上数据可知, (100) 晶面测量到 2, 3 和 4 级衍射, (130) 和 (140) 晶面测量到 1 级衍射. 其中由表 2 中的数据可知, (140) 晶面在衍射角为 25° 时, 理论上只能得到 1 级衍射, 然而能谱图中存在道址为 87 的明显的衍射峰 [图 7(c)], 但是根据布拉格衍射公式计算出的衍射级数与理论值不符, 与钨靶的能谱图 (图 6) 比较可得, 这级衍射峰可能为钨靶的 K_{α} 线, 故不考虑道址为 87 的衍射峰为 (140) 晶面的衍射峰.

由表 3 可知, 改变测角零点测得的衍射级数与理论值相符, 所以本实验方法具有可行性. 但是由于靶台和探测器转角不能自动校正, 可能转角的示数与实际值有一定的误差, 所以考虑对靶台和探测器的转角进行误差修正.

表 3 晶面衍射极大值

晶面	N	E/keV	λ/pm	n	Δn
(100)	55	10.88	113.90	2.092	0.092
	82	16.38	75.67	3.150	0.150
	108	21.68	57.18	4.168	0.168
(130)	85	16.99	72.95	1.033	0.033
(140)	87	17.40	71.24	0.812	0.188
	111	22.29	55.62	1.040	0.040

4 误差修正

4.1 扫描获得 (100) 晶面最大计数位置

为了解测试仪器是否处于合理的状态, 可以

扫描获得(100)晶面最大计数位置并与理论值进行对比. 该 X 射线实验仪可以通过按 SCAN 键进行自动扫描. 先固定探测器的角度为 15°,再对靶台从 7°~8.2°每间隔 0.1°进行扫描,扫描完成后,再将探测器角度增加 0.1°,重复靶台扫描,直到探测器角度增加到 16.3°,将每组角度中计数器每道的光子数求和得到总光子数,得到二维的(100)晶面的衍射曲面图,如图 8 所示. 其中,探测器角度 $\gamma=2\beta'$,靶台角度 $\delta=\alpha+\beta'$.

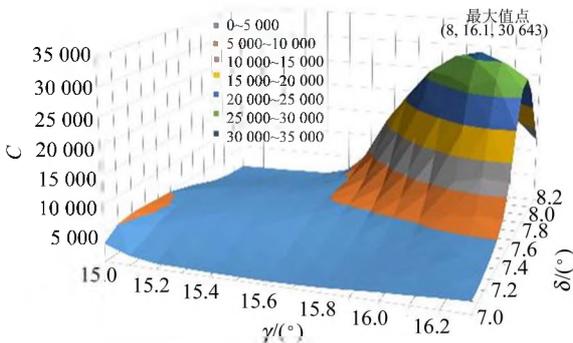


图 8 (100)晶面二维衍射曲面图

具体操作步骤为:

1)将 NaCl 晶体固定在靶台上,设置 X 光管的高压 $U=35.0\text{ kV}$,电流 $I=1.00\text{ mA}$,测量时间 $\Delta t=15\text{ s}$,角步幅 $\Delta\beta=0.1^\circ$;

2)按 SENSOR 键,设置角度为 15° ,按 TARGET 键和 β -LIMIT 键,设置下限角为 7° ,上限角为 8.2° ,按 SCAN 键进行自动扫描;

3)点击“CASSYLAB2”软件中的钟状图表开始测量(软件采集数据时间设置为 10 s),每转动 0.1° 测量 1 次,得到每个角度的能谱数据;

4)改变探测器角度 $15^\circ\sim 16.3^\circ$,重复上述步骤进行测量.

由图 8 可知,当靶台角度为 8° ,探测器角度为 16.1° 时,得到 NaCl 晶体(100)晶面的 K_α 线的 1 级衍射值. 由布拉格衍射公式,得到 K_α 线的 1 级衍射的理论值为 7.2° ,即靶台角度为 7.2° ,探测器角度为 14.4° 时,得到衍射极大. 故靶台的转角存在 $+0.8^\circ$ 的误差,探测器的转角存在 $+1.7^\circ$ 的误差.

4.2 实验仪器角度校正方法

由于靶台的转角存在 0.8° 的误差,探测器的转角存在 1.7° 的误差,在进行 NaCl 单晶非切割

晶面的 X 射线衍射实验时,要进行人工校准,按 SENSOR 键和 TARGET 键,将探测器转角增加 1.7° ,将靶台转角增加 0.8° . 具体校正数据如表 4 所示.

表 4 探测器与靶台转角修正值

晶面	$\beta'/(^\circ)$	$\delta/(^\circ)$	$\gamma/(^\circ)$
(100)	25	25.8	51.7
	30	30.8	61.7
	35	30.8	61.7
(130)	24	43.2	49.7
	25	44.2	51.7
	26	45.2	53.7
	30	49.2	61.7
	35	54.2	71.7
	24	38.8	49.7
(140)	25	39.8	51.7
	26	40.8	53.7
	30	44.8	61.7
	35	49.8	71.7

4.3 修正结果与分析

未修正和修正的衍射级数的绝对误差如表 5~7 所示.

表 5 (100)晶面不同衍射角度衍射级数误差修正

$\beta'/(^\circ)$	n		Δn	
	修正前	修正后	修正前	修正后
25	2.092	2.014	0.092	0.014
	3.150	3.033	0.150	0.033
	4.168	4.051	0.168	0.051
30	3.124	3.032	0.124	0.032
	4.144	4.051	0.144	0.051
	5.117	—	0.117	—
35	3.106	2.999	0.106	0.001
	4.169	4.116	0.169	0.116
	5.126	5.073	0.126	0.073

表 6 (130)晶面不同衍射角度衍射级数误差修正

$\beta'/(^\circ)$	n		Δn	
	修正前	修正后	修正前	修正后
24	1.042	1.006	0.042	0.006
25	1.033	1.009	0.033	0.009
26	1.046	1.008	0.046	0.008
30	1.047	1.017	0.047	0.017
35	1.016	0.999	0.016	0.001

表 7 (140)晶面不同衍射角度衍射级数误差修正

$\beta'/(^\circ)$	n		Δn	
	修正前	修正后	修正前	修正后
24	1.028	1.010	0.028	0.010
25	1.040	1.002	0.040	0.002
26	1.029	1.009	0.029	0.009
30	1.039	0.983	0.039	0.017
35	1.024	1.011	0.024	0.011

由表 5~7 可知,对于靶台转角增加 0.8° ,探测器角度增加 1.7° 的修正具有可行性.

5 结 论

基于德国莱宝教具公司生产的 X 射线实验仪的特性及 X 射线对 NaCl 晶体(简单立方晶格)不同晶面的布拉格衍射的基本原理,提出了使用重设测角零点后 COUPLED 模式观测不同晶面 X 射线衍射的方法. 实验表明,在衍射角度为 25° 时,对于(100)晶面可以观察到 3 个衍射峰,对于(130)及(140)晶面可以观察到 1 个衍射峰,并由布拉格衍射公式证实,对于(100)晶面为 2,3,4 级衍射,对于(130)及(140)晶面为 1 级衍射. 采用按 SCAN 键对(100)进行二维扫描得到 K_α 线衍射极大的位置,即为靶台 8° ,探测器 16.1° 时得到

衍射极大,与理论值靶台 7.2° ,探测器 14.4° 分别相差 0.8° 和 1.7° ,故每次测量将靶台角度修正 0.8° ,将探测器角度修正 1.7° ,降低衍射级次的绝对误差.

参 考 文 献:

- [1] Leybold Germany. Instruction sheet 554800 X-ray apparatus [DB/OL]. [2019-05-25]. https://www.liddidactic.de/documents/enUS/GA/GA/5/554/554800e.pdf?_ga=2.72998810.869681791.154753870873.9779585.1547538708.
- [2] 徐鹰,干正卿,马秀芳,等. 谈实验设计如何提高学生的兴趣——从 X 射线系列实验得到的启发[J]. 物理实验,2002,22(7):25-29.
- [3] 吴思诚,王祖铨. 近代物理实验[M]. 3 版. 北京:高等教育出版社,2005:60-61.
- [4] 轩植华. 大学物理实验(第三册)[M]. 2 版. 北京:高等教育出版社,2006:97-98.
- [5] 倪郁涵,王春梅,沈国土. X 射线布拉格衍射的另一种实验方法[C]//第 10 届全国高等学校物理实验教学研讨会论文集(上册). 青岛,2018:301-306.
- [6] 赖宣颖,王春梅,沈国土. NaCl 单晶非切割面晶面的 X 射线衍射[J]. 物理实验,2019,39(7):16-21.
- [7] 曹尔第. 近代物理实验[M]. 上海:华东师范大学出版社,1992:218.

X-ray diffraction for non-slicing lattice planes of NaCl single crystal

XIANG Zhen, WANG Chun-mei, SHEN Guo-tu

(School of Physics and Electronic Science, East China Normal University, Shanghai 200241, China)

Abstract: Using the default COUPLED mode of the available X-ray apparatus of Leybold Germany (measuring diffraction energy curve by multi-channel pulse amplitude analyzer), only the diffraction energy curve of the (100) slicing lattice plane of the NaCl single crystal could be obtained. By rotating the target stage, resetting the null point of the angle measurement, and then, using the COUPLED mode, the diffraction energy curves of the other non-slicing lattice planes were obtained. In the meantime, because the X-ray apparatus of the energy multi-channel mode has no automatic angle correction function, the angle of the target stage and the detector were corrected by means of two-dimensional scanning, and the measuring errors were reduced.

Key words: X-ray; Bragg diffraction; NaCl single crystal; non-slicing lattice plane; null point; lattice plane ordinal number; diffraction order

[责任编辑:任德香]