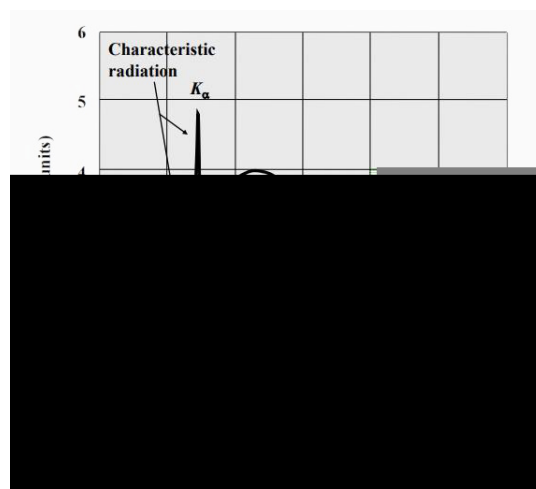


近代物理实验 II

X 射线的产生与 X 射线谱

XICHEN LI



Email: xichen.li@bnu.edu.cn

目录

X 射线的产生与 X 射线谱

李熙宸 202111140061 2024/03/29

摘要

本实验简要介绍了 X 射线的产生原理,探讨了 X 射线谱的规律、X 射线与物质的相互作用以及 X 射线光谱分析方法。研究了单晶的布拉格衍射现象,发现钼靶材料对应的 X 射线标识谱中有两条特征峰值波长,分别为 $\lambda_1 = 0.061 \text{ nm}$ 和 $\lambda_2 = 0.069 \text{ nm}$ 。还研究了 X 射线管的电压及其对 X 射线谱的影响,验证了 Duane-Hunt 关系,并计算出普朗克常量为 $h = 6.7119 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$, 相对误差为 1.29

1 引言

1895 年德国物理学家伦琴在研究阴极射线时发现了 X 射线,其在医疗上和金属探伤上有重大的应用价值,为多种科学领域提供了一种有效的研究手段。

在科学家探索 X 射线本质的过程中,1912 年劳厄等人发现了 X 射线在晶体上的衍射现象,证实 X 射线是波长在 0.1 nm 左右的电磁波;在研究 X 射线性质时,巴克拉发现 X 射线具有标识谱,即从各种元素发出的标识 X 射线带有原子内部结构的信息,这对建立原子结构理论极为重要,随后莫塞莱在巴克拉的基础上发现元素发出的标识 X 射线能量与原子序数之间的关系,即莫塞莱定律。

为了了解 X 射线谱的规律,X 射线和物质的相互作用及 X 射线光谱分析方法,我们在本实验中用能谱色散的方法分析 X 射线标识谱,验证莫塞莱定律,并测定 X 射线通过物质的指数衰减规律以及吸收常数在某些能量处所发生的突变。[?]

2 原理

2.1 X 射线的产生及 X 射线谱

实验室中产生 X 射线最常用的方法是利用 X 射线管,现在常用的 X 射线管多属于高真空热阴极。X 射线管要产生 X 射线必须具备下列条件:第一,能产生足够数量电子的阴极和能经受高速电子撞击而产生 X 射线的阳极靶面;第二,高真空管,以使得电子不受阻碍而降低能量,同时保护灯丝不致氧化而烧毁;第三,管两端以阳极为正极,阴极为负极的高电压。X 射线管中高速电子撞击阳极靶面时,仅不到 1% 的能量转变为 X 射线,绝大部分能量转换为热能,故 X 射线管工作时,阳极靶面要水冷或风冷,避免温度急剧升高。

X 射线谱指的是 X 射线的强度随波长变化的关系曲线。X 射线管发出的典型的 X 射线谱可分为两个部分:一部分是连续谱,谱线连续平滑分布,用不同动能的电子轰击靶材时,产生的连续谱形状相似,而且都有最短波长 λ_{\min} , λ_{\min} 与管电压 V 有关;另一部份是线状谱,谱线是几个尖锐的、分立的峰,其峰值波长与 X 射线管工作条件无关,只取决于靶材的化学元素,也被称为标识谱。

连续谱由轫致辐射产生。高速电子打到阳极靶上,在与靶原子碰撞过程中损失的能量的一部分或全部转化为辐射能,产生的辐射被称为轫致辐射。绝大多数电子要和靶物质进行多次碰撞,逐次丧失能量,直至完全耗尽为止。故轫致辐射产生的 X 射线谱是连续谱。此连续谱的短波极限 λ_{\min} 对应着入射电子一次碰撞就失去全部动能的情况,而 X 射线管中电子动能通过 X 射线管管电压 V 加速获得,可知有

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV} = \frac{1.24 \times 10^3}{V} \text{ nm} \quad (1)$$

其中 U 的单位为 Volt(V),此式被称为 Duane-Hunt 关系,若实验中测出 U 和 λ_{\min} ,也可由该式算出 Planck 常量 h 。

轫致辐射的强度与阳极靶的原子序数 Z 有关, 频率分布由入射的高速电子能量决定。实验发现, 轫致辐射产生的连续谱的性质与 X 射线管的管电压 U 、管电流 I 和靶材料这三个因素有关:

- 管电压 U 升高时, 所有波长的 X 射线强度均增加, 同时短波限 λ_{\min} 向短波方向移动, 强度最高的 X 射线波长 λ_{\max} 也随之向短波方向移动;
- 管电压 U 不变, 增大管电流 I , 各种波长 X 射线相对强度增加, 但 λ_{\min} 和 λ_{\max} 不变
- 若保持管电压和电流一定, 改变阳极靶材, 随着阳极物质原子序数 Z 的增加, 各种波长的 X 射线的相对强度增大, 整个曲线向上方移动, 但 λ_{\min} 和 λ_{\max} 均不变;
- 对连续谱进行积分可得到连续谱的强度 $I_{\text{连}}$, 其满足 $I_{\text{连}} = k_{\text{连}} I Z V^2$

标识 X 射线是在连续 X 射线的基础上产生的, 当管电压 V 提高到某一临界值后, 便会在连续谱上一定波长处出现离散的、强度很高的线状谱, 线状谱的强度受管电压影响, 峰位与管电压无关, 只由阳极靶的材料决定。

标识谱的产生机理与阳极物质的原子结构相关。当靶面被高速粒子轰击时, 可能出现处于高能级的激发态, 激发态不稳定, 以光量子的形式释放出能量, 其频率满足: $h\nu = E_{n_2} - E_{n_1}$ 。激发态原子的不同外层电子向 K 层跃迁时产生的辐射统称为 K 系辐射, 其中, 电子由 L 层跃迁到 K 层所产生的 X 射线称 K_{α} 射线, 考虑到由于同一能级层的精细结构, 跃迁产生的谱线也有相应的精细结构, 按波长减小依次用数字 1、2 等标记。

系列实验证明, X 射线标识谱的分布有如下实验规律:

- X 射线标识谱峰位由其原子的能级结构决定, 对于一定的阳极靶材料, 其特征波长有确定值, 与管电压和管电流等实验条件无关, 也与元素的化合状态无关;
- 只有当管电压高于临界值 V_{th} 时, 连续谱才会伴有标识谱, 称 V_{th} 为 X 射线标识谱的激发电压。对不同的阳极靶材料, 激发电压不同, 其大小由阳极靶的原子序数 Z 决定。对于钨靶 X 光管, 只有电压高于 20 kV 时, 才会产生标识谱
- 当管电压 U 超过激发电压 V_{th} 且升高时, X 射线标识谱的强度随管电压 U 、管电流 I 和激发电压 V_{th} 的变化规律满足

$$I_{\text{标识}} = k_{\text{标识}} I (V - V_{\text{th}})^m \quad (2)$$

对于 K 线系 $m = 1.5$, L 系 $m = 2$ 。

2.2 X 射线与物质的相互作用

X 射线与物质的相互作用有

- 光电效应

在光子-电子的相互作用中, 如果光子的能量 $h\nu$ 大于电子的束缚能, 电子就可能吸收光子的全部能量而被电离成为自由电子。

- 康普顿散射

当 X 射线与原子中的价电子或自由电子相互作用时, 由于能动量守恒, 散射过后出射光子波长改变量满足

$$\Delta\lambda = \frac{h}{m_e c} (1 - \cos 2\theta) \quad (3)$$

- 相干散射

入射 X 射线与原子中束缚较强的电子相互作用时, 在入射 X 射线交变电场的作用下, 电子将被迫围

绕其平衡位置发生振动，振动频率与入射 X 射线的频率相同，并向四周发射与其振动频率相同的电磁波，这种散射 X 射线的波长、频率均与入射线相同，在相同的传播方向上可以发生干涉现象，故称为相干散射。

当 X 射线在晶体中各原子的电子上发生散射时，由于晶体中原子排列是有规律、周期性的，且原子间距与 X 射线波长数量级相近，散射波中与原射线波长相同的相干散射波将互相干涉，在特定方向上产生衍射线。晶体衍射方向决定于晶体微观结构的类型及其基本尺寸（晶面间距，晶胞参数等）；衍射线的强度决定于晶胞中各组成原子的元素种类及其分布排列的坐标。

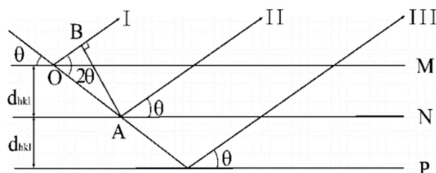


图 1: X 射线在晶面族上的衍射

如 Figure 1，晶体相邻晶面上反射的 X 射线光程差为 $\delta = 2d \sin \theta$ ，当 δ 为入射 X 射线波长 λ 的整数 n 倍时

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad n \in \mathbb{Z} \quad (4)$$

将产生第 n 级干涉极大，式 (4) 称为布拉格方程。

2.3 X 射线衍射仪

X 射线衍射仪通常由 X 射线发生器、测角仪及控制系统、X 射线探测器及相应的数据采集和处理分析软件构成，结构示意图如 Figure 2 所示。X 射线管发出的 X 射线经光阑准直后照射到待测样品上，衍射线经探测器采集。样品台和探测器支架分别装在测角仪的两个同轴转盘上，以 $\theta : 2\theta$ 的方式连动，以记录不同方向上的衍射线强度。测角仪是衍射仪中最精密的机械部分，是衍射仪的核心部分。

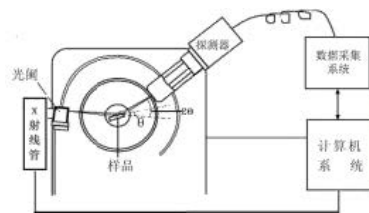


图 2: X 射线衍射仪结构示意图

3 实验步骤

1. 单晶的布拉格衍射研究

检查仪器无误后，安装氯化钠单晶样品：带手套操作，仅接触样品短边；固定时轻轻卡住。

设置 X 射线管工作条件：高压 $U = 35 \text{ kV}$ ，电流 $I = 1.00 \text{ mA}$ ，按 (COUPLED) 按钮，选择样品臂与探测臂耦合扫描方式，设置 $\beta_{\min} = 2^\circ, \beta_{\max} = 25^\circ$ ，步幅 $\Delta\beta = 0.1^\circ$ ，各角度测量时长 $\Delta t = 10\text{s}$ ，然后在按仪器控制区下方“SCAN”按钮等待扫描

2. 研究 X 射线管的电压对于 X 射线谱的影响

设置 $U = 15 \text{ kV}$ ， $I = 1 \text{ mA}$ ， $\beta_{\min} = 2^\circ, \beta_{\max} = 10^\circ$ ，其余设置不变然后扫描。

隔 5 kV 改变一次电压，直至 35 kV ，其余设置不变并扫描，保存数据和曲线并分析。

3. 研究 X 射线管的电流对于 X 射线谱的影响
- 设置 $U = 35\text{ kV}$, $I = 0.4\text{ mA}$, $\beta_{\min} = 6^\circ$, $\beta_{\max} = 7.5^\circ$ 。隔 0.1 mA 改变一次电流，直至 1 mA ，其余设置不变并扫描，保存数据和曲线并分析。

4 结果与分析讨论

4.1 单晶布拉格衍射

根据 Figure 3 可以看到 $\beta : 2^\circ \sim 25^\circ$ 范围内一共有六个衍射峰，对应三个衍射级次，选取 $U = 35\text{kV}$ 的谱线并结合式 (??) 计算得衍射波长如下表 ($d = 0.282\text{nm}$)

表 1: X 射线谱特征波长计算, $U = 35\text{kV}$

n	1		2		3	
$^\circ \theta / ^\circ$	6	6.9	12.6	14.2	19.3	21.9
λ_1/nm	0.059		0.062		0.062	
λ_2/nm		0.068		0.069		0.070
$\bar{\lambda}_1/\text{nm}$	0.061					
$\bar{\lambda}_2/\text{nm}$	0.069					

该阳极材料对应的 X 射线标识谱只有两条峰值波长，分别为

$$\lambda_1 = 0.061\text{ nm}$$

(5)

$$\lambda_2 = 0.069\text{ nm}$$

(6)

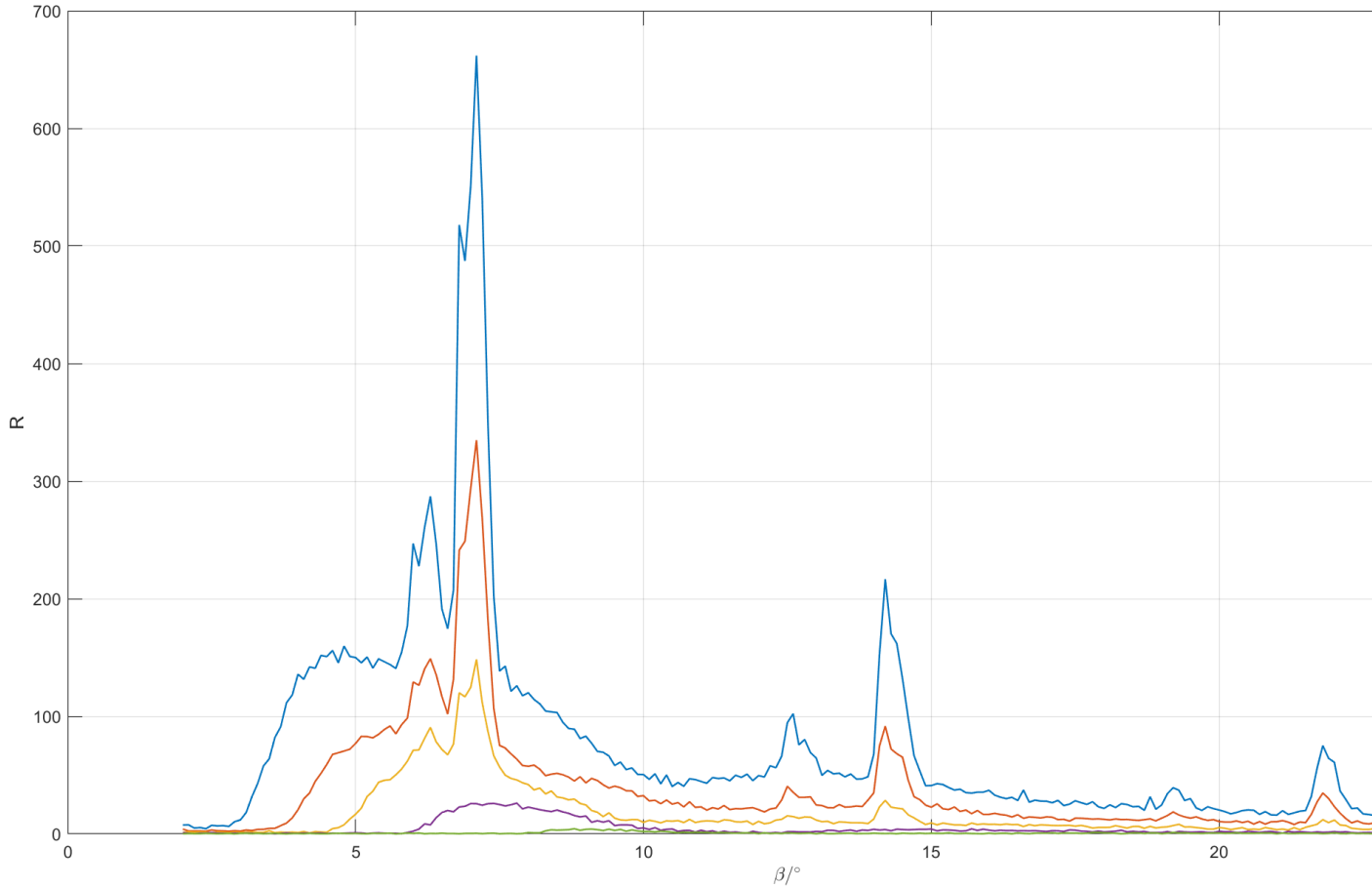


图 3: 从上到下电压为 35, 30, 25, 20, 15 kV 对应相对强度随样平台相对初始平行线转过角度 β 的变化情况

接着改变电压大小, 并保持电流 $I = 1 \text{ mA}$ 不变, 本次实验测量了电压 15 ~ 35 kV 范围五条衍射谱线, 通过分析我们得到以下结论

- 针对连续谱, 从 Figure 3 可以看到, 随着管电压 U 升高时, 所有波长的 X 射线强度均增加, 同时短波限 λ_{\min} 向短波方向移动;
- 针对标识谱, 我们可以看到改变电压, 峰值波长对应的样平台转过角度不变, 即峰值波长不变, 即 X 射线标识谱峰位与管电压无关;
- Figure 3 中只有最上面的三条谱线同时有连续谱和标识谱, 而 $U = 15 \text{ kV}, 20 \text{ kV}$ 对应的 X 射线只有连续谱, 这说明只有当管电压高于临界值 V_{th} 时, 连续谱才会伴有标识谱, 且连续谱对应的电压应该处于 20 ~ 25 kV 范围内, 具体研究见后。

实验第一次尝试测量时, 峰值波长强度极小, 而在调整了样平台与探测器之间的距离, 以及重新放样品等操作后, 峰值波长强度增大了 10 倍, 但与 Figure 3 的最大值仍然有 10 倍的差距, 这主要来源于测试角度问题, 探测器与样平台相对初始平行线之间的角度不严格呈 2:1 的关系, 大部分对应角度的 X 射线并未被探测器检测到, 而在软件校准之后, 角度校准, 相应角度的 X 射线基本被检测到, 所测强度也接近真实该角度的 X 射线强度。

总结误差分析如下:

- 角度测量精度不够, 步幅 $\Delta\beta = 0.1^\circ$, 测量出的角度并非严格峰值, 是主要的误差来源。
- 出射光为非平行光, 出射口和探测口存在一定的宽度, 带来测量上一定的误差, 但不是主要因素。

4.2 探究钼靶临界值 V_{th}

根据 Figure 4, 我们可以看到当 $U > 20$ kV 时, 扫描出来的图像始终存在峰值, 当 $U = 20$ kV 时 (对应倒数第二根曲线) 曲线无峰值, 得出 $V_{th} = 20$ kV, 与理论值相符。

仔细观察各条曲线, 我们看到从 (上往下) 第五条曲线开始, 曲线存在峰值, 但峰值不在 $\theta = 7.2^\circ$, 这说明实验存在较大的误差, 由于存在噪声, 再加上电压较小故扫描曲线的相对强度较小, 因此噪声的存在影响判断曲线是否存在峰值。同时, 误差也来源于样品移位, 不断重复实验, 改变样品角度的过程造成样品移位, 故峰值不再准确。实验选取时间常数为 $T = 10$ s, 可以考虑增大时间常数来降低噪声影响。

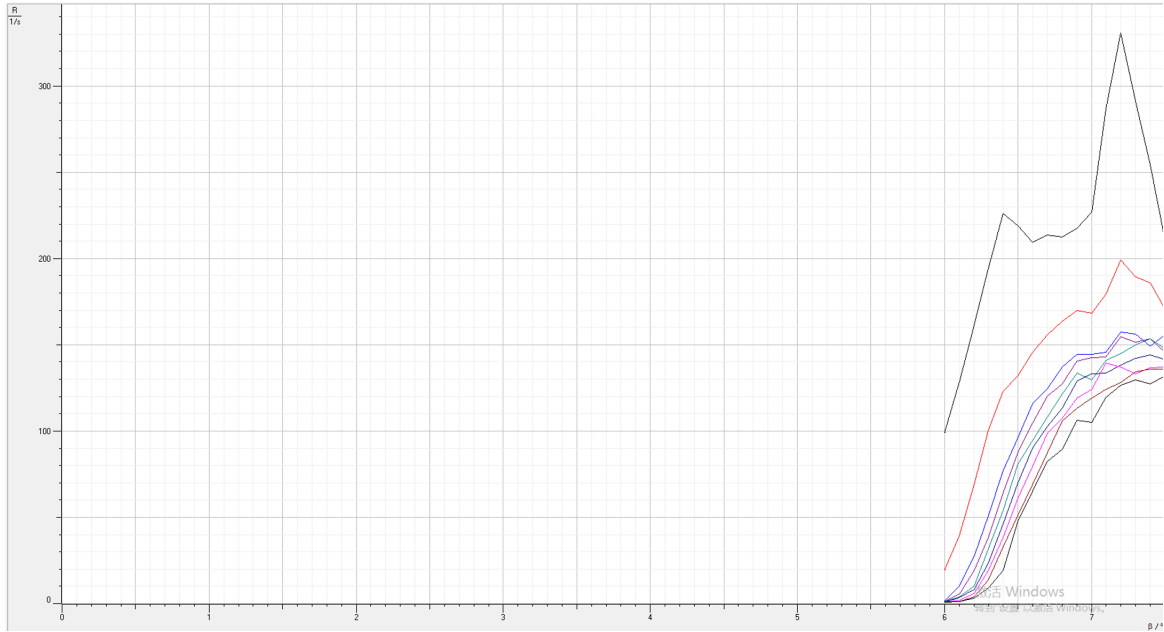


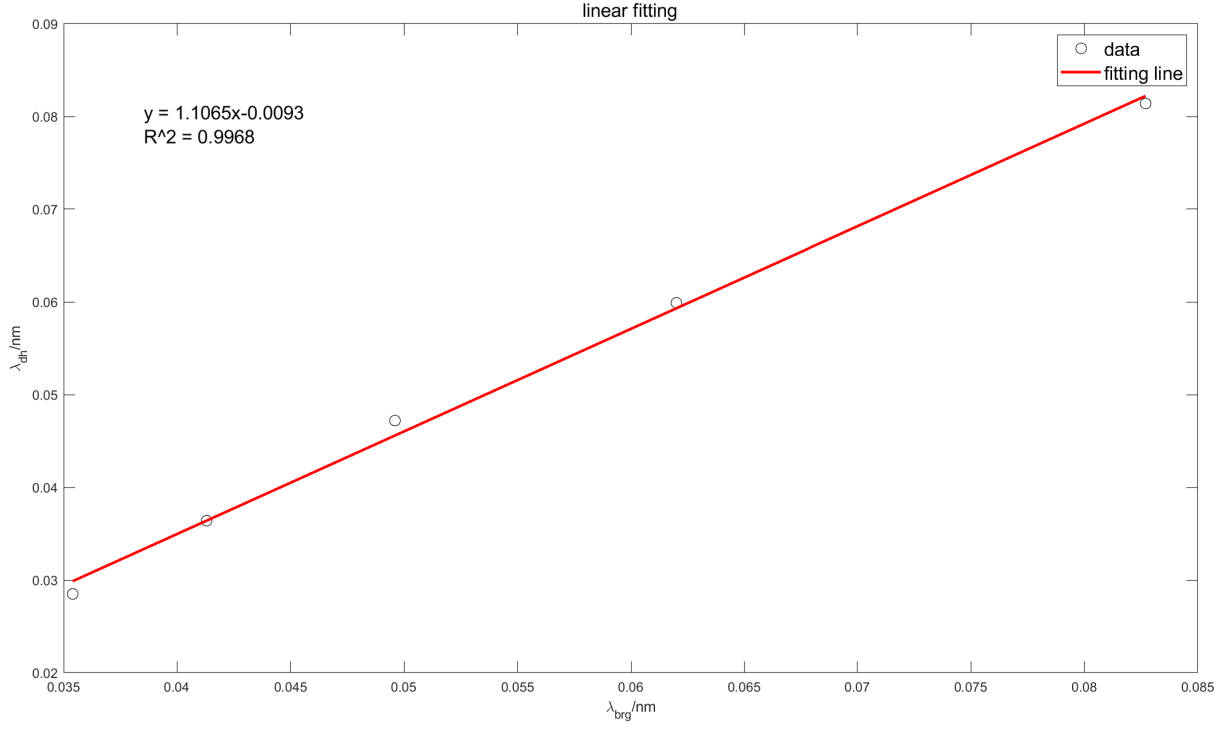
图 4: 从上到下电压为 22, 21, 20.5, 20.4, 20.3, 20.2, 20.1, 20, 19.9 kV 对应相对强度随样平台转过角度 β 的变化情况

4.3 Duane-Hunt 关系验证与普朗克常量计算

利用 Duane-Hunt 关系 (??) 和布拉格衍射方程 (??) 分别计算短波限 λ_{min} (电压 U : 15 ~ 35 kV), 记作 λ_{dh} , λ_{brg} , 所得结果如下表 其中 $U = 15$ kV 的峰值相对强度很低, 误差可能较大。

表 2: 利用 Duane-Hunt 关系和布拉格方程计算短波极限 λ_{min}

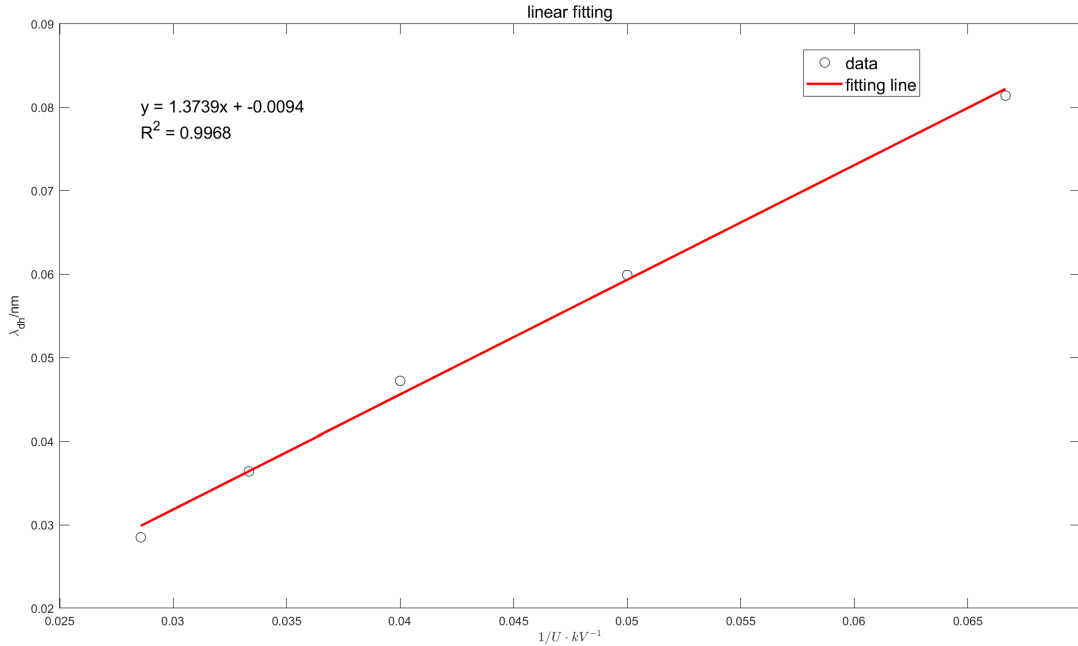
U/kV	15	20	25	30	35
$\theta/^\circ$	8.4	6.1	4.7	3.7	2.8
λ_{brg}/nm	0.082	0.060	0.046	0.036	0.028
λ_{dh}/nm	0.083	0.062	0.050	0.041	0.035

图 5: 比较 Duane-Hunt 关系和布拉格方程计算的 λ_{\min}

如 Figure 5 所示, 采用 Python scipy.stats 模块的 linregress 工具作线性拟合得

$$\lambda_{dh} = 0.892\lambda_{brg} + 0.009(\text{nm}), \quad R^2 = 0.9993901058 \quad (7)$$

这说明在实验误差允许范围内 $\lambda_{brg} = \lambda_{dh}$, 即理论值与实验值相等, 也就验证了理论:Duane-Hunt 关系的正确性。

图 6: 短波极限 λ_{\min} 与 X 射线管管电压 U 倒数的关系

接下来, 我们研究通过拟合方程 (??) 计算的短波限 λ_{\min} 与 X 射线管管电压 U 的倒数的关系, 并作线性拟合, 得到

$$\lambda_{\min} = \frac{1.2559 \text{ kV}}{U} - 0.0007(\text{nm}), \quad R^2 = 0.9991820854 \quad (8)$$

在误差允许范围内, λ_{\min} 与 $1/U$ 成正比, 比例系数 $k = 1.2559 \text{ kV} \cdot \text{nm}$, 带入光速 c 和电子电荷量 e 后, 计算得出普朗克常量

$$h = \frac{ek}{c} = 6.7119 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s} \quad (9)$$

与实际值 $h_{\text{re}} = 6.62607015 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$ 的相对误差为 $\delta = 1.29\%$ 。

- 角度测量精度不够, 步幅 $\Delta\beta = 0.1^\circ$, 测量出的角度并非严格峰值, 是主要的误差来源。
- 短波极限附近的相对强度极小, 噪声的影响较大导致人工选择短波极限所对应的角度存在一定误差, 是主要的误差来源。

4.4 研究 X 射线管的电流对于 X 射线谱的影响

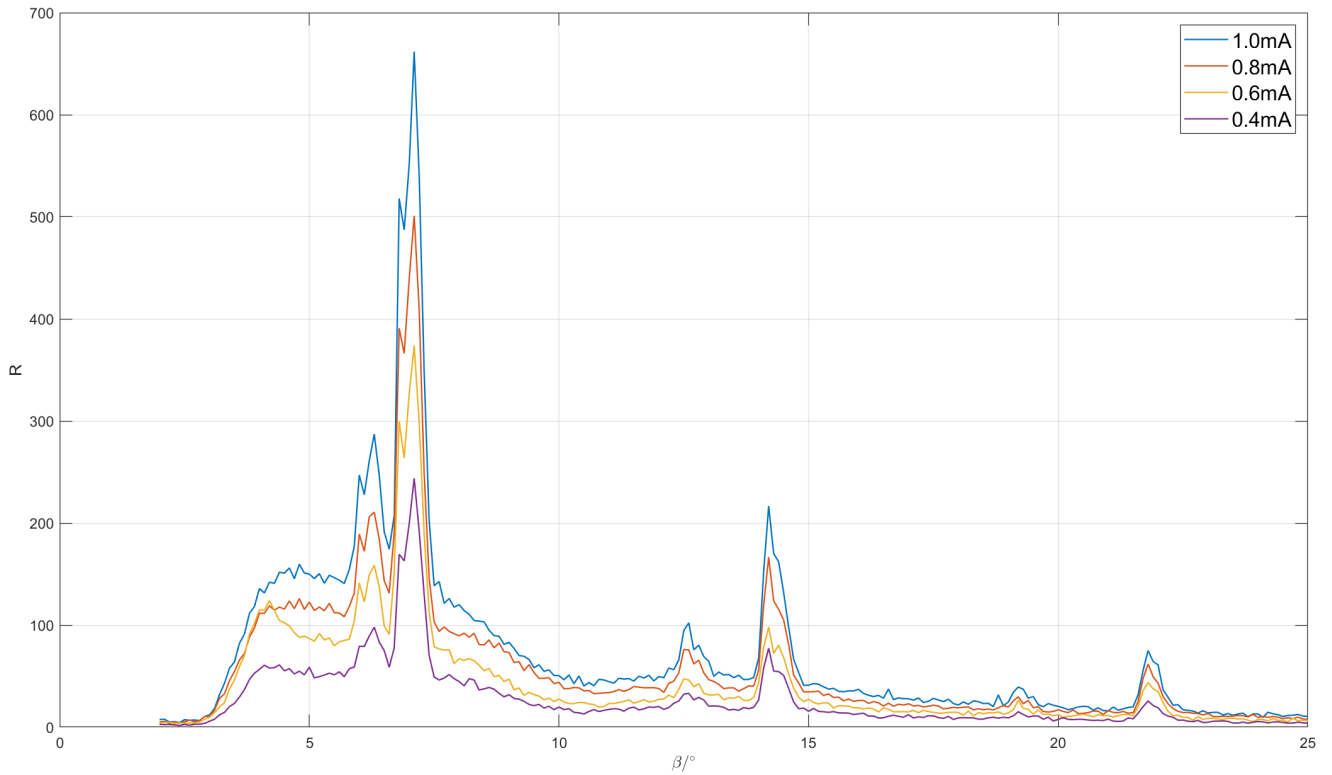


图 7: 从上到下电流为 1, 0.8, 0.6, 0.4 mA 对应相对强度随样平台转过角度 β 的变化情况

从 Figure 7 我们可以观察到

- 管电压 $U = 35\text{kV}$ 不变, 增大管电流 I , 各种波长 X 射线相对强度增加
- 针对标识谱, 可以看到改变电流时, 峰值波长对应的样平台转过角度 β 不变, 即峰值波长 λ 不变, 故 X 射线标识谱峰位与管电流无关。

5 总结

本实验使用 X 射线衍射仪研究了单晶的布拉格衍射, 研究发现钼靶材料对应的 X 射线标识谱只有两条峰值波长, 分别为: $\lambda_1 = 0.061 \text{ nm}$, $\lambda_2 = 0.069 \text{ nm}$; 接下来, 我们研究了 X 射线管的电压对于它发出的 X 射线谱的影响, 发现针对连续谱, 随着管电压 V 升高, 所有波长的 X 射线强度均增加, 同时短波限 λ_{\min} 向短波方向移动, 针对标识谱, X 射线标识谱峰位与管电压无关; 随后, 我们通过研究发现钼靶临界值 V_{th} , 并根据不同电压对应的短波极限波长不同, 验证了 Duane-Hunt 关系, 并根据所得数据计算出普

朗克常量 $h = 6.7119 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$ ，相对误差为 1.29%；最后，我们研究了 X 射线管的电流对于它发出的 X 射线谱的影响，发现增大管电流 I ，各种波长 X 射线相对强度增加，针对标识谱，X 射线标识谱峰位与管电流无关。