

微波的布拉格衍射与 X 射线衍射 实验报告

隋源 2000011379

Nov 12 2021

一 实验目的和内容

1. 实验目的：利用微波在模拟晶体上的衍射验证布拉格公式，并通过测量 X 射线对晶体的布拉格衍射计算晶面间距。
2. 实验器材：微波分光仪，X 射线衍射仪，模拟晶体，NaCl 晶体，LiF 晶体等。

二 操作过程和步骤

1. 测量微波在模拟晶体上的衍射，验证布拉格公式

对于晶格常量为 a 的简单立方点阵晶体，晶面指数为 $[n_1 n_2 n_3]$ 的晶面族的晶面间距为

$$d = \frac{a}{\sqrt{n_1^2 + n_2^2 + n_3^2}}$$

根据 Bragg 条件，观察到衍射极大时必有干涉极强，即

$$2d \sin \theta = 2d \cos \beta = k\lambda, \quad k = 1, 2, 3 \dots$$

故可通过测量微波在模拟晶体上的衍射强度验证此式，其中 β 和 θ 分别为入射角及其余角。

2. 利用迈克尔逊微波干涉仪测定微波波长

与一般的迈克尔逊干涉仪完全类似，转动鼓轮并观察电流表示数大小，在干涉极小处进行读数，顺次标号后对这组数线性拟合，则直线的斜率应为半值波长，即

$$x_n = kn + b, \quad k = \frac{\lambda}{2}$$

3. 利用 X 射线衍射仪测量晶体的布拉格衍射曲线

(1) 首先放入 NaCl 晶体，按照要求对 X 射线仪的样品角度和探测器角度进行调节，使衍射峰的位置和强度均符合要求，此时装置的零点已校正好。

(2) 利用 X 射线衍射仪自动测量 NaCl 晶体 2.5° 到 25° 衍射角范围的衍射强度并作出曲线，与理论值进行比对。

(3) 将 NaCl 晶体取下换为 LiF 晶体，测量 3° 到 30° 的 Bragg 衍射曲线，并根据曲线峰值位置计算 LiF 晶体的晶面间距。

三 数据记录与处理

1. 微波衍射数据

(1)[100] 面

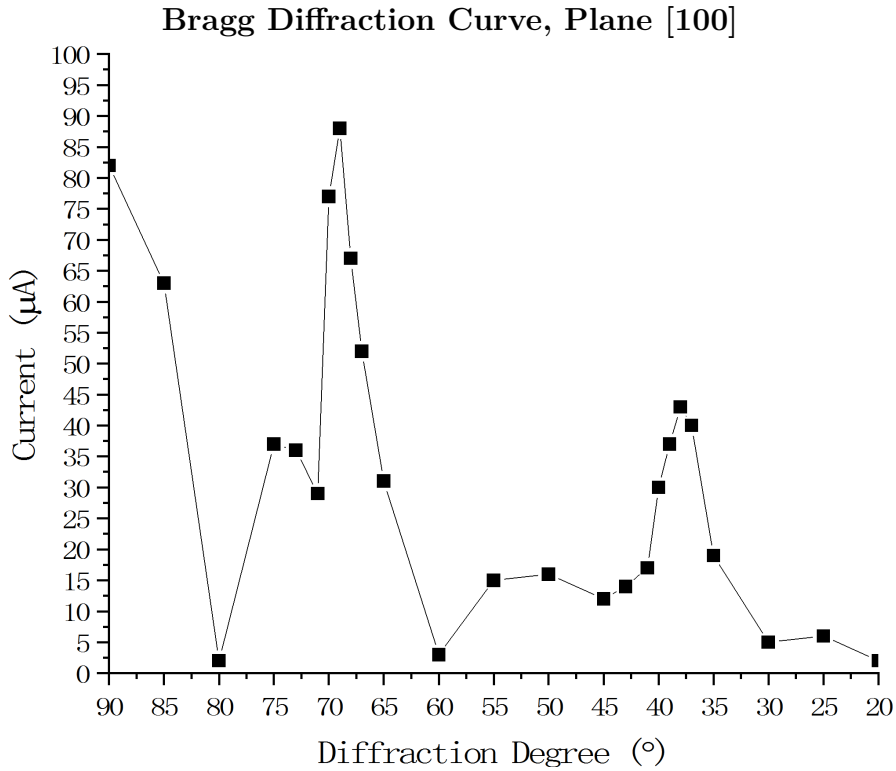
调节谐振腔使微波输出频率达到 $f = 9.370\text{GHz}$ ，模拟晶体的晶格常量 $a = 4\text{cm}$ ，由此可以得到微波波长和 [100] 的晶面间距

$$\lambda = \frac{c}{f} = 3.199\text{cm}, \quad d_{[100]} = a = 4\text{cm}$$

由 Bragg 条件，得到两个衍射峰的角度位置

$$\beta_1 = \arccos \frac{\lambda}{2d_{[100]}} = 37.0^\circ, \quad \beta_2 = \arccos \frac{2\lambda}{2d_{[100]}} = 66.4^\circ$$

之后用微波分光仪进行测量，得到的数据绘制成下图



从图中可以看出测量结果中的两个峰值位于

$$\beta_1 = 38^\circ, \quad \beta_2 = 69^\circ$$

考虑到微波分光仪的精度较低，这样的结果在误差范围内是合理的。对误差更进一步的分析见第四部分。

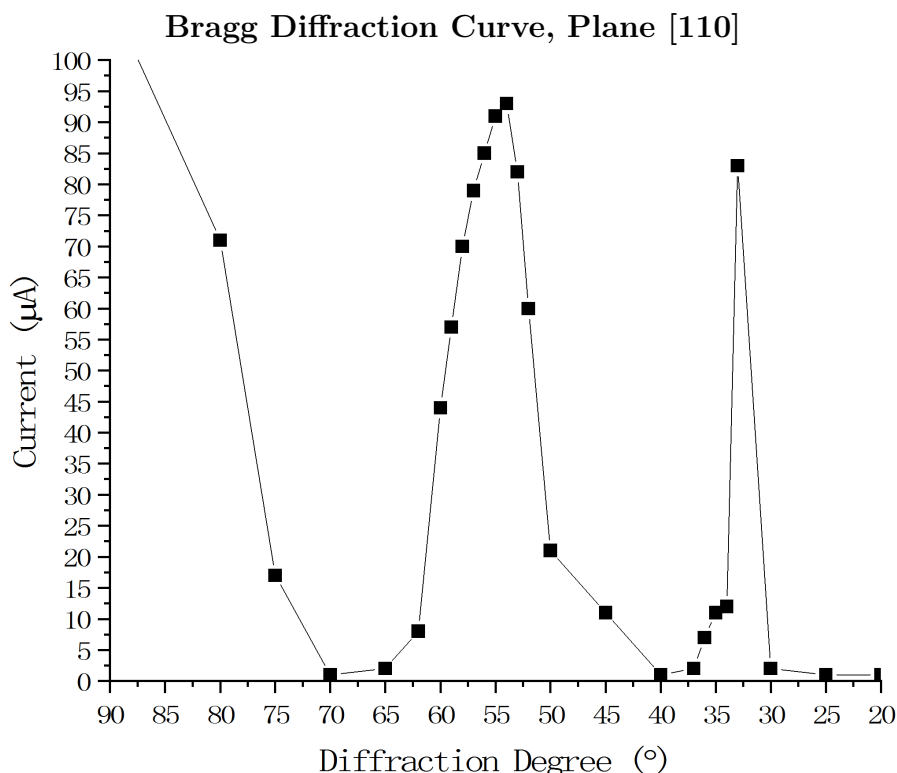
(2)[110] 面

与 [100] 面同理，可以算出晶面间距和衍射峰位置

$$d_{[110]} = \frac{a}{\sqrt{2}} = 2.8\text{cm}$$

$$\beta_1 = \arccos \frac{\lambda}{2d_{[110]}} = 55.6^\circ$$

将用微波分光仪测量的数据绘制成下图



测量结果图中的峰值位于

$$\beta_1 = 54^\circ$$

综合两次测量结果可以看出微波分光仪测量衍射峰位置不仅有一定的误差，而且在图中也有许多与理论预测有出入的地方 (如在 33 度左右出现了本不应该有的峰值)，这些误差和结果分析将在第四部分集中讨论。

2. 迈克尔逊干涉数据

鼓轮按一个方向旋转一程，测得微安表示数极小时的位置数据如下表

位置 x(mm)	13.079	27.731	43.822	60.721
序号 n	1	2	3	4

按 $x_n = kn + b$ 拟合表中数据，得到

$$k = 15.9017\text{mm}, \quad r = 0.9995$$

进一步计算得到波长的测量值

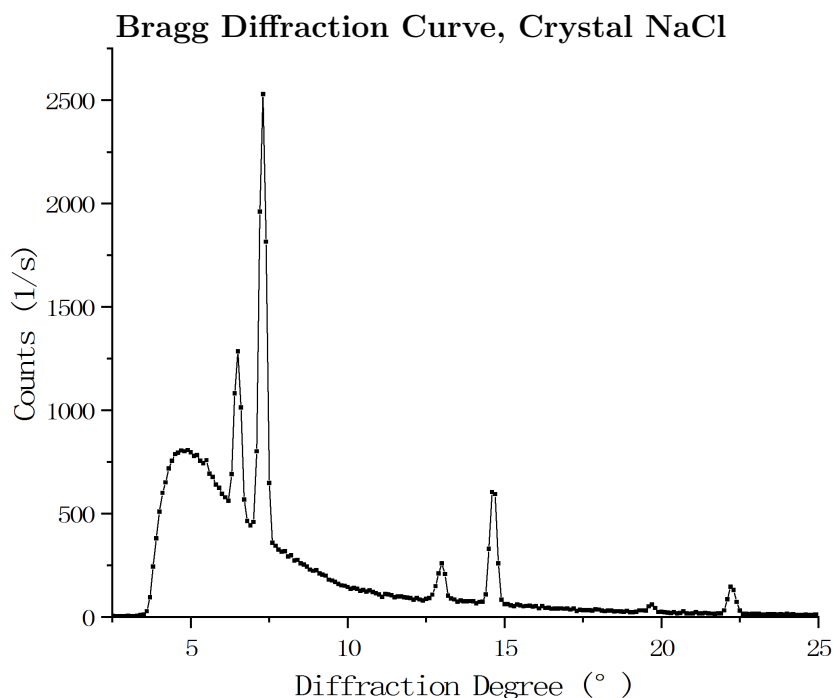
$$\lambda = 2k = 3.18cm, \quad \sigma_\lambda = \lambda \sqrt{\frac{1/r^2 - 1}{2}} = 0.07cm$$

$$\lambda \pm \sigma_\lambda = (3.18 \pm 0.07)cm$$

这与真实值符合得较好。

3.X 射线衍射数据

校正好零点后，使用 Coupled 模式首先对 NaCl 晶体进行自动扫描，得到的衍射强度数据绘制成下图



图中的衍射峰对应的频率分别是 X 光管 Mo 阳极的 $K_\alpha(71.1pm)$ 和 $K_\beta(63.1pm)$ ，根据 NaCl 晶体的晶面间距 $d_{NaCl} = 282pm$ 可以算出这两线的前两级衍射峰位置

$$\theta_{\alpha 1} = \arcsin \frac{\lambda_\alpha}{2d_{NaCl}} = 7.24^\circ, \quad \theta_{\alpha 2} = \arcsin \frac{2\lambda_\alpha}{2d_{NaCl}} = 14.60^\circ$$

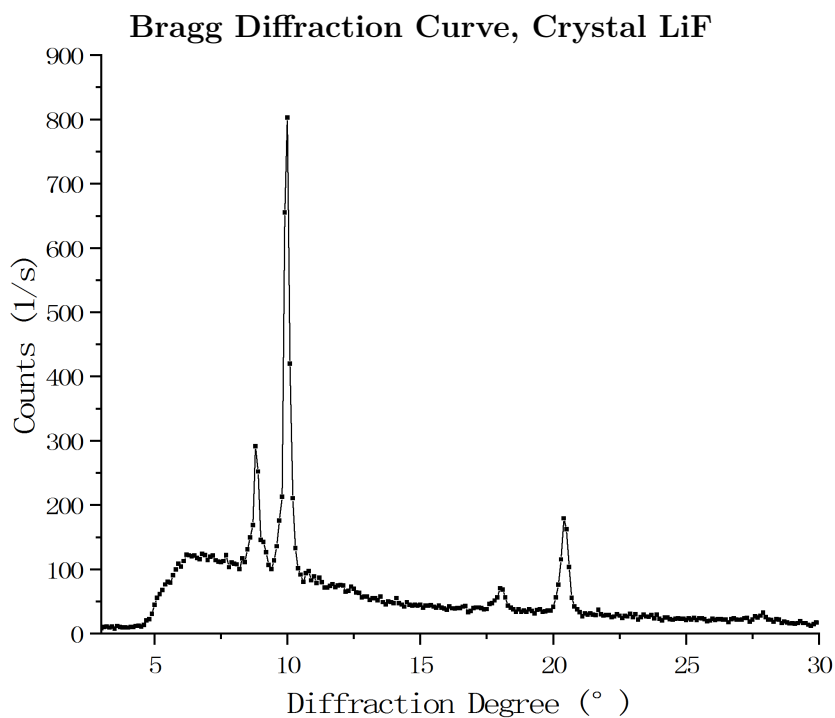
$$\theta_{\beta 1} = \arcsin \frac{\lambda_\beta}{2d_{NaCl}} = 6.42^\circ, \quad \theta_{\beta 2} = \arcsin \frac{2\lambda_\beta}{2d_{NaCl}} = 12.93^\circ$$

而图中数据的衍射峰位置位于

$$\theta_{\alpha 1} = 7.3^\circ, \quad \theta_{\alpha 2} = 14.6^\circ, \quad \theta_{\beta 1} = 6.5^\circ, \quad \theta_{\beta 2} = 13.0^\circ$$

故可认为数据是准确的，极限误差可取 0.1 度。

接下来通过测量 LiF 晶体的衍射图像计算其晶面间距。LiF 晶体的 Bragg 衍射曲线如下



根据图中数据，清晰可辨的四个衍射峰位置分别为

$$\theta_{\alpha 1} = 10.0^{\circ}, \quad \theta_{\alpha 2} = 20.4^{\circ}, \quad \theta_{\beta 1} = 8.8^{\circ}, \quad \theta_{\beta 2} = 18.0^{\circ}$$

为了计算晶面间距，将 Bragg 条件改写为

$$\frac{\lambda}{2 \sin \theta} = d \frac{1}{k}, \quad k = 1, 2, 3 \dots$$

故将 $\frac{1}{k}$ 作横坐标（无误差）， $\frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ 作纵坐标进行线性拟合，得到的斜率就位晶面间距。拟合的数据整理如下表

$\lambda(pm)$	$\theta(^{\circ})$	$\frac{1}{k}$	$\frac{\lambda}{2 \sin \theta}(pm)$
71.1	10.0	1	204.7
71.1	20.4	0.5	102.0
63.1	8.8	1	206.2
63.1	18.0	0.5	102.1

拟合得到

$$d = 206.8pm, \quad r = 0.99995$$

计算不确定度

$$\sigma_a = d \sqrt{\frac{1/r^2 - 1}{2}} = 1.4pm$$

$$\sigma_b = \frac{\sigma_y}{\sqrt{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}} = 2.2pm$$

$$\sigma_d = \sqrt{\sigma_a^2 + \sigma_b^2} = 3pm$$

最终得到 LiF 晶体的晶面间距为

$$d \pm \sigma_d = (207 \pm 3)pm$$

按照 NaCl 数据以相同方式反算得到的晶面间距 $d_{NaCl} = 277pm$ 和标准值 $282pm$ 的差距, 这个测量结果应是合理的。

四 结果分析与讨论

从实验结果可以基本验证 Bragg 衍射的条件和强度数据, 但仍然存在一定的误差:

1. 微波衍射的误差分析。从测量结果中可以看出测定的衍射峰角度和曲线形状都与理论有一定的误差, 分析认为主要来自于以下几个方面:

(1) 微波分光仪仪器本身的仪器允差较大。例如读数盘以度为分度值, 整个仪器的精密程度较低, 测量时会引入较大误差; 信号发生器和接收器由于信号不稳定带来的误差等等。

(2) 模拟晶体本身结构的误差。包括铝球的尺寸和位置都无法与真实的原子排布精度相匹配, 其结构也不能完全模拟发生布拉格衍射的情形 (如体积有限, 边框有遮挡影响); 中心轴无法严格和分光仪读数盘转轴垂直等等。

(3) 实验环境带来的误差。微波的波长在 3cm 左右, 与实验室大多数物体都容易发生波动效应, 产生杂散波影响实验结果等等。

2.X 射线衍射的误差分析。从计算结果中发现测定的 LiF 晶体晶面间距和参考值有出入, 分析认为主要来自于以下几个方面:

(1) 数据处理的方式不同。本报告采用四组数据线性拟合的方式进行数据处理, 得到的测量值及误差偏大, 若采用取平均的处理方式则结果将有所不同, 但基本的误差量级一致。

(2) 实验装置的精度待提高。调节样品和探测器角度的分度值在 0.1 度, 导致测量的衍射峰位置的极限误差也大致在 0.1 度, 由此对试验结果的误差较大。

(3) 有效数据不足。本次试验可用的有效数据只有四组, 仍会带来一定的随机误差等等。

五 实验收获与感想

本次试验分别通过微波和 X 射线测量了布拉格衍射现象, 对此现象有了进一步的认识, 也对通过 X 射线观察晶体结构有了更直观的理解; 本次试验由另一位同学共同完成, 在实验过程中的讨论受益匪浅, 对多人合作实验也产生了自己的心得; 通过对微波和 X 射线这两种极端频率的现象测量, 对设计实验中在选取适宜频率这一方面也有了感悟; 最后, 十分感谢老师对整场实验的指导和仪器操作的引导, 让我对衍射实验的认识和实验仪器的操作受益良多。