

近代物理实验讲义

物理基础实验教学中心

二〇一四年三月

目 录

第一章 原子物理实验

实验 1 夫兰克—赫兹实验	1
实验 2 用 CCD 电视显微油滴仪测电子电荷	5
实验 3 塞曼效应	8
实验 4 用原子力显微镜观测固体表面形貌	17

第二章 原子核物理实验

实验 1 RES 相对论效应	28
(1) NaI(Tl)单晶 γ 闪烁谱仪	28
(2) 核衰变的统计规律	33
(3) γ 射线的吸收与物质吸收系数 μ 的测定	39
(4) 单能电子物质阻止本领 $\frac{1}{\rho} \left(\frac{dE}{dx} \right)$ 和半吸收厚度的测定	42
(5) 验证快速电子的动量与动能的相对论关系	48
实验 2 卢瑟福散射	55

第三章 光学与光谱技术

实验 1 激光全息照像	63
实验 2 黑体辐射	69
实验 3 组合式多功能光栅光谱仪及其应用	78
实验 4 用双光束紫外—可见分光光度计测量溶液的吸收率	83
实验 5 激光喇曼散射	91
实验 6 椭圆偏振测厚	98

第四章 真空技术与 X 光衍射

实验 1 真空获得与真空镀膜的应用	105
(1) 真空获得与真空镀膜	105
(2) 低压放电现象观察及伏安曲线的测量	113
实验 2 蒸汽冷凝法制备纳米微粒	115
实验 3 X 射线衍射	121

第五章 磁共振技术

实验 1 核磁共振	128
-----------	-----

实验2 光磁共振	133
第六章 微波技术	
实验1 微波段电子自旋共振	141
实验2 微波实验技术	147
第七章 微弱信号检测技术	
实验1 微弱信号测量	159
(1) 相关器的研究及其主要参数测量	159
(2) 锁定放大器原理	165
第八章 波谱学技术	
实验 1 液相色谱技术	169
实验 2 气相色谱技术	177
实验 3 质谱技术	182

序 言

一、近代物理实验课的目的

物理学是一门建立在实验基础上的科学，物理概念的建立、物理规律的发现、物理理论的形成，都必须以严格的科学实验为基础，并且为科学实验所验证。因此，物理实验教学是物理学专业教学中必不可少的重要组成部分。

近代物理实验是继普通物理实验和无线电电子学实验之后一门重要的基础实验课程，是为物理类专业高年级学生开设的一门综合性较强的实验课。本课程所涉及的物理知识面广，包括：原子物理、原子核物理、光学与光谱技术、X 射线及电子衍射技术、真空技术、磁共振技术、微波技术、微弱信号检测等 20 个实验。

其主要目的是：

1、学习如何用适当的实验方法和实验技术研究物理现象与规律，了解物理实验在物理学发展过程中的作用，培养学生在实验过程中发现问题、分析问题和解决问题的能力；培养他们的创新能力。

2、学习近代物理某些主要领域中的一些基本实验方法和技术，掌握有关仪器的性能和使用。通过实验着重培养学生阅读参考资料、选择测量方法和仪器、观察现象、独立操作、正确测量、处理实验数据以及分析与总结实验结果等方面的能力。

3、通过实验加深对近代物理的基本现象和规律的理解。

4、巩固和加强有关实验数据处理及误差分析等方面的训练。

5、培养学生的综合素质，使他们具备良好的实验素养、严肃认真的科学态度和克服困难、坚忍不拔的工作作风。

二、近代物理实验课的要求

1、实验是理工科教学的重要组成部分，**要充分重视实验**，在实验课的学习中发挥主动性和积极性。

2、做好实验的预习环节

预习是为正式操作做准备，为此需要做到：

(1)认真阅读实验讲义或者仪器的说明书、操作规程及其他参考资料，事先对实验内容作全面了解。搞清楚实验的基础知识和背景知识，弄清该实验的目的、仪器、原理、要求、方法、注意事项和预习问题等。

(2)写出简明扼要的预习报告。

3、抓好实验的操作环节

在实验过程中要认真细致观察，注意基本知识、基本方法和基本技能的掌握，要充分发挥学习的主观能动性，多动脑、勤思考，善于发现问题，提出问题，并积极寻求解决问题的办法和途径。

另外，在实验过程中严格要求，养成良好的习惯，为了实验的顺利进行，避免人身事故和损坏仪器，要遵守必要的规章制度。

4、写好实验报告

实验报告是实验的全面总结。应通过实验报告恰如其分地评定自己的实验工作，因此写报告应该实事求是，严肃认真，不能敷衍了事。

(1)应该用实验报告纸书写。文体要端正，字句要简练，用语要确切，图表要按规定格式绘制，使得一目了然。

(2)实验报告包括题目名称、目的、原理或计算公式、仪器设备、简图、实验步骤、观测和数据记录、数据处理、结论、问题回答及分析讨论等。

(3)不要单纯追求数据，学会分析讨论实验现象，这是培养分析能力的重要方面。

三、实验内容

1. 原子物理实验

夫兰克—赫兹实验；用 CCD 电视显微油滴仪测电子电荷；塞曼效应；用原子力显微镜观测固体表面形貌

2. 原子核物理实验

RES 相对论效应；卢瑟福散射

3. 光学与光谱技术

激光全息照像；黑体辐射；组合式多功能光栅光谱仪及其应用；用双光束紫外—可见分光光度计测量溶液的吸收率；激光喇曼散射；椭圆偏振测厚

4. 真空技术与 X 光衍射

真空获得与真空镀膜的应用；蒸汽冷凝法制备纳米微粒；X 射线衍射

5. 磁共振技术

核磁共振；光磁共振

6. 微波技术

微波段电子自旋共振；微波实验技术

7. 微弱信号检测技术

微弱信号测量

第一章 原子物理实验

实验 1 夫兰克—赫兹实验

【实验目的】

- 一、认识原子内部存在能级。
- 二、测定氩原子（或氖原子）的第一激发电位。

【实验原理】

1914 年，夫兰克（J. Frank）和赫兹（G. Hertz）用低能电子碰撞气态汞原子的方法，测出了汞原子的激发电位和电离电位，证明了原子能级的存在。为前一年玻尔提出的原子结构理论提供了有力的实验证据，为此获得了 1925 年诺贝尔物理学奖。

为实现原子从基态（ E_1 ）向激发态（ E_n ）跃迁，可以通过吸收一定频率（ ν ）的光子来实现，为此应有

$$h\nu = E_n - E_1 \quad (1-1)$$

也可以通过与具有一定能量的电子碰撞来实现。若与之碰撞的电子通过加速电压 U 获得了能量 eU ，只要满足下式

$$eU = E_n - E_1 \quad (1-2)$$

原子就从基态（ E_1 ）跃迁到激发态（ E_n ）。若原子吸收由电子传递的能量 eU 后从基跃迁到第一激发态时，相应的 U 就称为原子的第一激发电位（或中肯电位）。

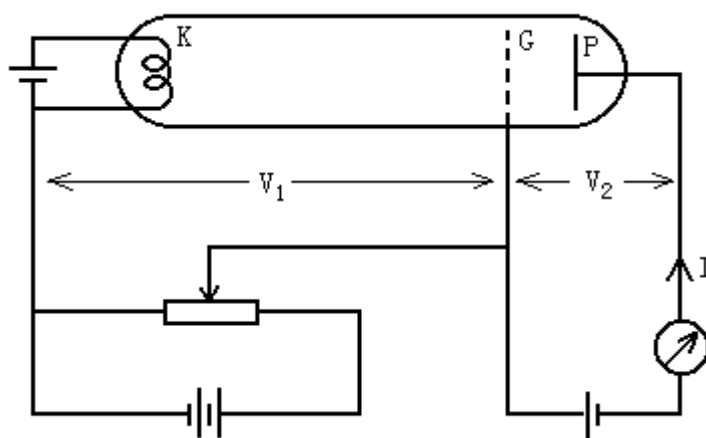


图 1-1 夫兰克—赫兹实验原理图

图 1-1 是夫兰克—赫兹实验的原理图，在玻璃容器中充以一定气压的某种待测气体（氩气或氖气），给栅极 G 相对于阴极 K 加一正向电压 V_1 ，而给接收极 P 相对于栅极 G 加一比较小（1~2V）的反向电压 V_2 ，当阴极 K 发出的电子加速地运动到栅极 G 的过程中没有和原子发生碰撞或只有弹性碰撞而损失一小部分

能量，则电子就有足够的能量克服反向电场而到达接收极 P，成为通过电流计的电流 I。若电子在 KG 区域与原子发生了非弹性碰撞，把较多的能量传递给了气体原子，使气体原子从基态跃迁到激发态，那么电子剩下的能量就可能很小，以致于通过栅极后不能克服反向电压而抵达接收极 P。因而使电流计的读数减小。

夫兰克和赫兹最初研究的是汞蒸气。实验时，把 KG 间的电压 V_1 逐渐增加，同时观测电流计的电流 I。其结果如图 1-2 所示。当电压 V_1 开始由零逐渐增加时，P 极电流 I_P 也同步上升，当电压达到 4.9 伏时，电流开始下降，接着又上升，到 9.8 伏时，电流又一次下降，然后再上升，到 14.7 伏时，电流第三次下降。从图中看出，这三次电流开始下降的电压间隔都是 4.9 伏。即 KG 间的电压为 4.9 伏的整数倍时，电流下降。这是因为汞原子的第一激发态比基态高 4.9eV。即汞原子的第一激发电位为 4.9V。

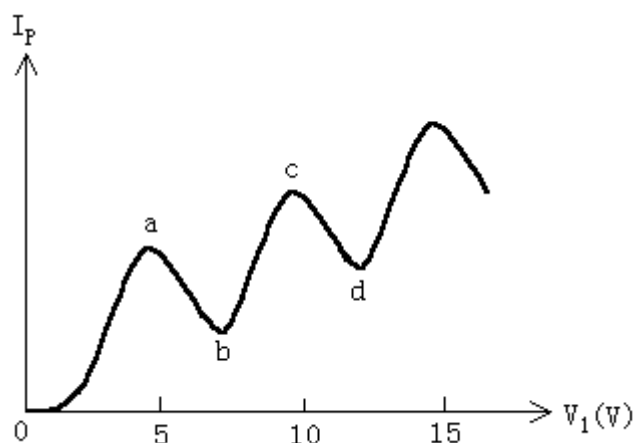


图 1-2 夫兰克—赫兹实验曲线

当 $V_1 < 4.9V$ 时，从阴极 K 发出的电子加速运动到栅极 G 时获得的能量（动能）小于 4.9eV。按照量子理论，能量低于 4.9eV 的电子与汞原子碰撞时，不能使汞原子从基态激发到第一激发态，电子只能与汞原子发生弹性碰撞。简单计算可知，在每次弹性碰撞中，电子损失的能量约为其自身能量的十万分之一，即电子几乎没有能量损失，电子能够克服反向电压 V_2 到达 P 极。加速电压 V_1 越高，电子到达栅极 G 时的动能（速度）越大，克服反向电压做功损失一部分能量（ eV_2 ）后，电子剩下的能量（速度）也越大，单位时间内到达 P 极的电子数越多，P 极电流越大。所以 I_P 随 V_1 的增加而增加。即图 1-2 中的 oa 段。

当 $V_1 = 4.9V$ 时，电子从阴极 K 加速运动到栅极 G 时获得的能量（动能）等于 4.9eV。满足 (1-2) 式，电子与汞原子发生非弹性碰撞，电子把能量全部传递给汞原子，自身动能（速度）几乎降为零。而汞原子吸收了 4.9eV 的能量后从基态激发到第一激发态。由于反向电压的作用，失去了能量的电子将不能到达 P 极，使 I_P 下降（图 1-2 中的 ab 段）。

当 $4.9V < V_1 < 2 \times 4.9V$ 时，电子从阴极 K 加速向栅极 G 运动的过程中能量一旦达到 4.9eV，将与汞原子发生一次非弹性碰撞而损失其能量，而后继续在电场中加速，只不过到达栅极 G 时重新获得的能量小于 4.9eV，故非弹性碰撞不会再发生，电子能够克服反向电压到达 P 极，使 I_P 再一次上升（图 1-2 中的 bc 段）。

当 $V_1 = 2 \times 4.9V$ 时，电子在 KG 空间与汞原子发生两次非弹性碰撞而失去全部能量，造成 I_P 的第二次下降（图 1-2 中的 cd 段）。

综上所述，凡是 $V_1 = n \times 4.9V$ ($n=1, 2, 3, \dots$) 时， I_P 都会下降。图 1-2 中相邻两个 I_P 最小值（或最大值）对应的 V_1 之差即为汞原子的第一激发电位。

由实验曲线不难看出， I_P 到达峰值后并不是突然下降的，而是缓慢地下降（ab 段），其原因是从阴极 K 发射的热电子速度具有一定的统计分布。至于第一个峰值并不出现于 $V_1=4.9V$ 的原因则是由于仪器等的接触电位的存在。另外，随着 V_1 的增加 I_P 曲线表现上升趋势的主要原因是由于电子与原子的碰撞存在一定的几率，总有一些电子未和汞原子碰撞（或碰撞次数较少）而到达 P 极， V_1 越大，这些电子到达 P 极时的速度越大，单位时间内到达 P 极的电子数越多，因而 I_P 的总趋势随 V_1 的增加而增加。

夫兰克—赫兹实验为量子理论提供了直接证据，并是了解原子结构的重要手段之一。但由于水银（汞）在常温下为液体，需要加热变为蒸气。水银蒸气压受温度的影响很大，所以随着温度的变化实验结果也发生很大变化。因此，要得到稳定的实验结果就必须保持管内恒温。为了克服这个缺点，本实验采用充氩气（或氖气）管来进行夫兰克—赫兹实验。因为氩气（或氖气）在室温下为气体，不需对夫兰克—赫兹管加热，且温度的变化对实验结果几乎没有影响，接通电源预热后即可工作。

【实验方法】

夫兰克—赫兹管分三极管和四极管两种形式，前面的图 1-1 为三极管，四极管的实验原理如图 1-3 所示。

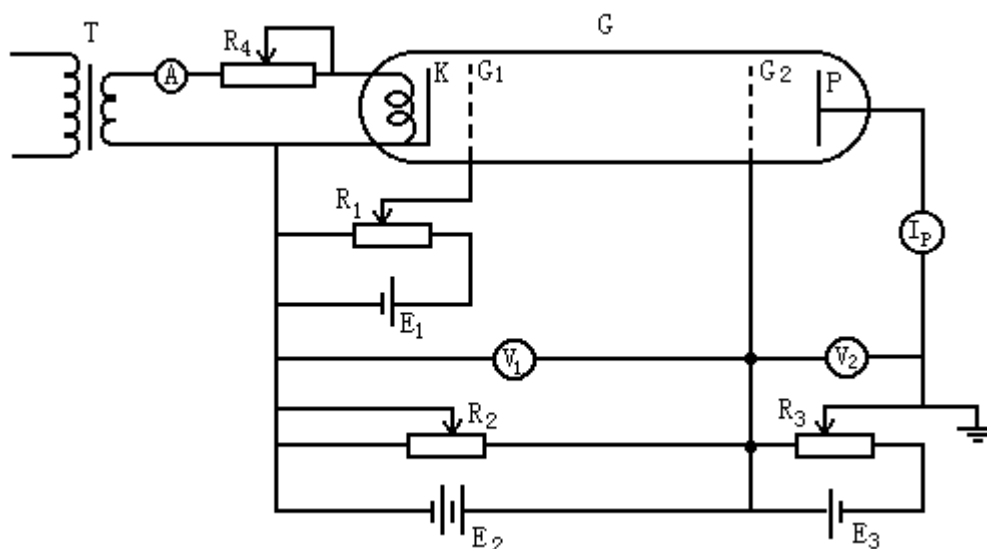


图 1-3 四极管夫兰克—赫兹实验原理图

图中 G 为夫兰克—赫兹管；T 为灯丝变压器； E_1 、 E_2 、 E_3 为直流电源； R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 为电位器；A 为安培表； V_1 和 V_2 为电压表； I_P 为灵敏电流计（实验中我们为了测量方便，用了一个运算放大器把微电流转换成了电压）；实验时，用电位器 R_4 来调节灯丝电流，使阴极能根据我们所需 I_P 的大小而发射电子。为了提高阴极发射电子的能力，采有了旁热式阴极。一般在阴极 K 与第一栅极 G_1 之间加上比阴极高约 1.5V 左右的正向电压，它的作用是消除空间电荷对阴极发射电子的影响，这个电压的大小由电位器 R_1 调节。阴极 K 与第二栅极 G_2 之间加上 0~80V 连续可调的加速电压 V_1 。这个电压由电位器 R_2 调节。在第二栅极

G_2 与板极P之间加上对 G_2 而言为负的0~10V左右的反向电压 V_2 ，它的作用是使那些与原子发生非弹性碰撞而失掉动能的电子不能达到板极P。这个电压的大小由电位器 R_3 来调节，它对板流 I_P 的影响较大。当这个电压增大时则板流减小，选择适当板流后固定之。

不论是三极管还是四极管，管内均充有微量气体（氩气或氖气）。在常温下，当氧化阴极受灯丝加热时就发射电子，这些电子运动到 G_2 栅极时的动能随着阴极K和 G_2 栅极之间的加速电压 V_1 增加而增加。开始时，电子与气体原子作弹性碰撞，不损失能量。但是当加速电压逐渐增大，大到使电子到达 G_2 栅极时所获得的动能刚好等于气体原子的第一激发电势时，电子与气体原子发生非弹性碰撞使气体原子从基态激发到第一基发态，而失去动能的电子不能克服反向电压到达板极，这时灵敏电流计的指示电流变小。当加速电压继续不继增大，使电子被加速而且与气体原子发生一次非弹性碰撞后剩余的能量能够克服反向电压到达板极。这时通过灵敏电流计的电流随着加速电压的增加而继续增加，直到电子获得的动能能够使电子与气体原子发生第二次非弹性碰撞时，电子再一次失去它们的能量而不能克服反向电压达到板极，这时灵敏电流的指示电流又变小。若以加速电压 V_1 为横坐标，以板极电流 I_P 为纵坐标作图，则会得到类似于图1-2所示的板极电流 I_P 随加速电压 V_1 的增加而振荡上升的曲线，由相邻两个 I_P 最小值（或最大值）对应的 V_1 之差可以确定气体原子的第一激发电位。

【实验内容及步骤】

- 1、在打开仪器面板上的电源开关之前，将第一栅压、第二栅压（加速电压）、板极偏压和灯丝电流微调调节电位器 R_1 、 R_2 、 R_3 和 R_4 旋钮都置于最小置（即反时针旋到底）。
- 2、把双踪示波器的X和Y接线分别接在仪器面板的相应位置，检查电路无误后接通电源，调节灯丝电流达额定值，预热10~15分钟。灯丝电流粗调置于1.5A时供氖管，0.75A时供氩管。
- 3、第一栅压调节在1.5V左右，板极负压调在8V左右。调节好放大器零点。压下自动扫描按钮，这时仪器就会自动快速地把加速电压 V_1 从零增加到80V，在示波器上观察板极输出电压 V_P （已由运算放大器把板极电流值 I_P 转换为输出电压）随加速电压 V_1 的变化曲线。适当调节灯丝电流及板极负压，直至得到理想的振荡上升的曲线为止。
- 4、调节手动加速电压调节电位器 R_2 ，使加速电压 V_1 从零增加到80V。并记录加速电压 V_1 和板极输出电压 V_P ，以加速电压 V_1 为横坐标，以板极输出电压 V_P 为纵坐标，作出曲线。
- 5、确定相邻两个 V_P 最小值（或最大值）对应的 V_1 之差，按实验室给出的方法计算出第一激发电位，并进行误差分析。

【思考问题】

- 1、如果想测出其它更高能级电位及电离电位，应如何改进实验装置。
- 2、不加板极反向电压，实验曲线将是什么样子。

【参考文献】

- 1、褚圣麟编，原子物理学，人民教育出版社，1979年，44-48页。
- 2、杨铭珍，物理实验，1（1982）5-8页。
- 3、冯郁芬等编，近代物理实验，陕西师范大学出版社，1988年，216~222页。

实验 2 用 CCD 电视显微油滴仪测电子电荷

美国物理学家密立根(R.A.Millikan)从 1909 到 1917 年,经历了七年的时间,用油滴法直接证实了电荷的不连续性,并用实验方法直接测量了电子的电荷量,这就是著名的密立根油滴实验。它是近代物理学发展中具有重要意义的实验。密立根因此而获得了 1923 年度诺贝尔物理学奖。

【实验目的】

1. 利用电视显微密立根油滴仪测量电子电荷。
2. 了解 CCD(Charge Coupled Device 电荷耦合器件)图像传感器的原理与应用,学习电视显微测量方法。

【实验原理】

一个质量为 m 带电量为 q 的油滴,处在两块平行极板之间,在平行极板未加电压时,油滴受重力作用而加速下降。由于空气阻力的作用,下降一段距离后,油滴将作匀速运动,速度为 V_g 。这时重力与阻力平衡(空气浮力忽略不计),如图 2-1 所示。根据斯托克斯定律,粘滞阻力为

$$f_r = 6 \pi r \eta V_g$$

式中, η 是空气的粘滞系数, r 是油滴的半径。这时

$$6 \pi r \eta V_g = mg \quad (2-1)$$

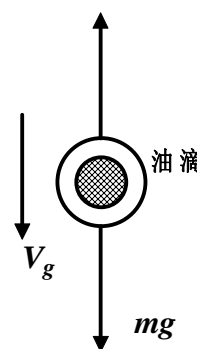


图 2-1 油滴受力分析

当在间距为 d 的平行极板上加电压 U 时,油滴处在场强为 E 的静电场中,设电场

力 qE 与重力相反,如图 2-2。使油滴受电场力加速上升,由于空气阻力作用,上升一段距离后,油滴所受的空气阻力、重力与电场力达到平衡(空气浮力忽略不计),油滴将以匀速上升,此时速度为 V_e 。则有:

$$6 \pi r \eta V_e = qE - mg \quad (2-2)$$

又因为

$$E = U/d \quad (2-3)$$

由上述(2-1), (2-2), (2-3)式可解出

$$q = mg \frac{d}{U} \left(\frac{V_g + V_e}{V_g} \right) \quad (2-4)$$

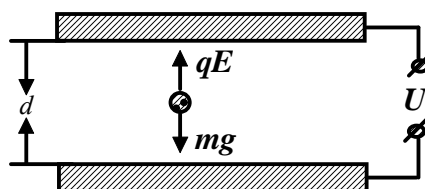


图 2-2 油滴在电场中

为测定油滴所带的电荷 q , 除应测出 U , d 和速度 V_g , V_e 外, 还需知油滴质量 m 。由于空气的悬浮和表面张力作用, 可将油滴看作圆球, 其质量为

$$m = 4 \pi r^3 \rho / 3 \quad (2-5)$$

式中, ρ 是油滴的密度。

由(2-1)和(2-5)式得油滴的半径

$$r = \left(\frac{9 \eta V_g}{2 \rho g} \right)^{1/2} \quad (2-6)$$

考虑到油滴非常小, 空气已不能看成连续介质, 空气的粘滞系数 η 应修正为

$$\eta = \frac{\eta}{1 + b/pr} \quad (2-7)$$

式中, b 为修正常数, p 为空气压强, r 为未经修正过的油滴半径。由于 r 在修正项中, 不必计算得很精确, 由(2-6)式计算就够了。

实验时若取油滴匀速下降和匀速上升的距离相等, 设此距离为 l , 测出油滴匀速下降的时间 t_g , 匀速上升的时间 t_e , 则

$$V_g = l/t_g, \quad V_e = l/t_e \quad (2-8)$$

将(2-5), (2-6), (2-7), (2-8)式代入(2-4)式, 可得

$$q = \frac{18\pi}{\sqrt{2\rho g}} \left[\frac{\eta l}{1 + b/pr} \right]^{3/2} \cdot \frac{d}{U} \left(\frac{1}{t_e} + \frac{1}{t_g} \right) \left(\frac{1}{t_g} \right)^{1/2}$$

令
$$K = \frac{18\pi}{\sqrt{2\rho g}} \left(\frac{\eta l}{1 + b/pr} \right)^{3/2} \cdot d,$$

则
$$q = K \left(\frac{1}{t_e} + \frac{1}{t_g} \right) \left(\frac{1}{t_g} \right)^{1/2} \cdot \frac{1}{U} \quad (2-9)$$

此式便是动态(非平衡)法测油滴所带电荷的测量公式。

下面导出静态(平衡)法测油滴电荷的公式。

调节平行极板间的电压, 使油滴不动, $v_e=0$, 即 $t_e \rightarrow \infty$, 由(2-9)式可求得:

$$q = K \left(\frac{1}{t_g} \right)^{3/2} \cdot \frac{d}{U}$$

或者

$$q = \frac{18\pi}{\sqrt{2\rho g}} \left[\frac{\eta l}{t(1 + b/pr)} \right]^{3/2} \cdot \frac{d}{U} \quad (2-10)$$

上式即为静态法测油滴所带电荷的测量公式。

【实验仪器】

电视显微油滴仪 (参阅仪器使用说明书)。主要由油雾室、油滴盒、CCD 电视显微镜、电路箱、监视器等组成。

【实验内容】

1. 仪器调节。调节仪器底部螺丝, 使水平泡指示水平, 即油滴盒处于水平状态。

(1) 用喷雾器向油雾室喷油, 转动显微镜的调焦手轮, 使屏幕上出现清晰的油滴图像。

(2) 将仪器面板右侧的拨动开关置于“平衡”档, 调节极板间的平衡电压, 使屏幕上保留一个清晰的油滴。

(3) 通过调节平衡电压或将拨动开关置于“升降”档, 调节“升降电压调节”电位器, 使油滴到达合适的位置。

2. 测量油滴运动的时间。

将计时器清零，记录平衡电压，将拨动开关置于“测量”档（极板之间短路，电压为零），此时计时器开始计时，当油滴到达所需位置时，再将拨动开关置于“平衡”档，此时计时器计停，记录油滴运动的时间。

3. 测量多组数据，处理数据求出电子电荷。

利用记录油滴运动时间，测量多组数据，用求最大公约数法或作图法得到单位电荷。若求最大公约数有困难，可用作图法求 e 值。设实验得到 m 个油滴的带电量分别为 $q_1, q_2, q_3, \dots, q_m$ ，由于电荷的量子化特性，应用 $q_i = n_i e$ ，此为一直线方程， n 为自变量（可由 q 除以公认电子电荷值得到）， q 为因变量， e 为斜率。因此 m 个油滴对应的数据在 $q \sim n$ 坐标系中将在同一条过原点的直线上，若找到满足这一关系的直线就可用斜率求得 e 值。

将 e 的实验值与公认值比较，求相对误差。（公认值 $e = 1.60 \times 10^{-19} \text{C}$ ）

主要参数：油的密度 $\rho = 981 \text{kg/m}^3$ ；重力加速度 $g = 9.79 \text{m/S}^2$ ；空气粘滞系数 $\eta = 1.83 \times 10^{-5} \text{kg/m} \cdot \text{S}$ ；修正系数 $b = 6.17 \times 10^{-6} \text{m} \cdot \text{cmHg}$ 。标准大气压强 $p = 76.0 \text{cmHg}$ 。平行电极板间距 d 和油滴匀速下降距离 l 由实验室给出。实际大气压可由气压表读出。

【思考题】

1. 对实验结果造成影响的主要因素有哪些？
2. 如何判断油滴盒内两平行极板是否水平？不水平对实验有何影响？
3. 用 CCD 成像系统观测油滴比直接从显微镜中观测有何优点？

实验3 塞曼效应

【实验目的】

- 一、学习法布里—珀罗标准具的原理和使用方法。
- 二、观察汞灯光谱线 5461\AA 在磁场中的分裂，测量出分裂后的波长差和波数差并与理论值比较。

【实验原理】

1896年，塞曼 (P. Zeeman) 发现，当光源放在足够强的磁场中时，磁场使每条光谱线发生分裂为波长非常接近的几条偏振化子谱线，这种现象称为塞曼效应。这个效应的原理实质是由于原子中电子的轨道磁矩和自旋磁矩共同受外磁场的作用而产生的。即证实原子具有磁矩和空间量子化。

塞曼效应分为正常塞曼效应和反常塞曼效应。在垂直于外磁场方向观察，一条谱线分裂成三条子谱线，即为正常塞曼效应；而一条谱线分裂成三条以上子谱线，即为反常塞曼效应。正常塞曼效应的产生是由于原子轨道磁矩和磁场相互作用的结果，反常塞曼效应则是原子磁矩（轨道磁矩和自磁矩）和磁场相互作用的结果。

塞曼效应中分裂的子谱线垂直磁场观察是线偏振光，又分为两种情况：一种是子谱线的电向量平行于外磁场，称为 π 成分；一种是子谱线的电向量垂直于外磁场，称为 σ 成分。

原子中的电子作轨道运动和自旋运动，以 μ_L 、 μ_S 分别表示与角动量 P_L 、 P_S 对应的磁矩，它们之间的关系为

$$|P_L| = \sqrt{L(L+1)} \frac{h}{2\pi} \quad (3-1)$$

$$|P_S| = \sqrt{S(S+1)} \frac{h}{2\pi} \quad (3-2)$$

$$\mu_L = -\frac{e}{2m} P_L \quad (3-3)$$

$$\mu_S = -\frac{e}{m} P_S \quad (3-4)$$

设原子的总角动量为 P_J 和总磁矩为 μ_J ，则

$$\mu_J = \mu_L + \mu_S = -\frac{e}{2m} P_L - \frac{e}{m} P_S \quad (3-5)$$

由于 μ_L 与 P_L 比值不同于 μ_S 与 P_S 的比值，所以 μ_L 和 μ_S 的合矢量 μ_J 不在 P_L 和 P_S 的合矢量 P_J 的延线上，如图 3-1 所示。

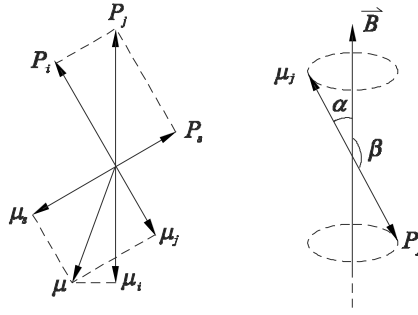


图 3-1 μ_J 和 P_J 的关系

按照图 3-1 进行向量迭加可以得到 μ_J 和 P_J 的关系式

$$\mu_J = g \frac{e}{2m} P_J \quad (3-6)$$

其中 g 为朗德 (Lande) 因子, 对于 LS 耦合

$$g = 1 + \frac{J(J+1) - L(L-1) + S(S+1)}{2J(J+1)} \quad (3-7)$$

式中 $J = S + L$ 为角动量量子数。

比较 (3-3) 与 (3-6) 式知, 两者不同之处在于 μ_J 与 P_J 的关系中多了一个朗德因子 g 。可见朗德因子 g 表征原子总磁矩 μ_J 与总角动量 P_J 的关系, 而且决定了能级在磁场中分裂的大小。

原子的总磁矩在外磁场将受到力矩的作用。设外磁场为 H , 力矩为 L , 则

$$L_r = \mu_J \times H \quad (3-8)$$

力矩 L_r 使总角动量 P_J (也就是总磁矩 μ_J) 发生旋进, 旋进引起附加能量为

$$\Delta E = -\mu_J H \cos \alpha = g \frac{e}{2m} P_J H \cdot \cos \alpha \quad (3-9)$$

由于 μ_J 或 P_J 在磁场中的取向是量子化的, 也就是 P_J 在磁场方向的分量是量子化的, 它只能取如下数值

$$P_J \cos \alpha = M \frac{h}{2\pi} \quad (3-10)$$

式中 M 为磁量子数, $M=J, (J-1), \dots, -J$, 共有 $2J+1$ 个值。将 (3-10) 式代入 (3-9) 式得

$$\Delta E = Mg \frac{eh}{4\pi m} H = Mg\mu_B H \quad (3-11)$$

其中 $\mu_B = \frac{eh}{4\pi m}$ 为玻尔磁子。 $\mu_B = 9.2741 \times 10^{-24} J \cdot T^{-1}$, 式 (3-11) 说明在稳定的外磁场作用下, 附加能量有 $2J+1$ 个可能数值, 也就是由于磁场作用, 使原来的一个能级分裂成 $2J+1$ 个能级, 而能级间隔为 $g\mu_B H$ 。每个子能级附加的能量与外磁场 H 、朗德因子 g 成正比。由于 g 因子对不同能级而不同, 则不同原能级分裂出的子能级间隔也不同。

设频率为 ν 的光谱线是由原子的上能级 E_2 跃迁到下能级 E_1 所产生，则此谱线的频率同能级有如下关系：

$$h\nu = E_2 - E_1 \quad (3-12)$$

在外磁场作用下，上下能级各获得附加能量 ΔE_2 、 ΔE_1 ，因此，每个能级各分裂为 $2J_2 + 1$ 和 $2J_1 + 1$ 个子能级。这样，上下两个子能级之间的跃迁，将发出频率为 ν' 的谱线，并有

$$\begin{aligned} h\nu' &= (E_2 + \Delta E_2) - (E_1 + \Delta E_1) \\ &= (E_2 - E_1) + (\Delta E_2 - \Delta E_1) \\ &= h\nu + (M_2 g_2 - M_1 g_1) \mu_B H \end{aligned}$$

分裂后谱线与原谱线的频率差为

$$\Delta\nu = \nu' - \nu = (M_2 g_2 - M_1 g_1) \frac{eH}{4\pi mc} \quad (3-13)$$

换以波数 ($\tilde{\nu} = \frac{\nu}{c}$) 形式表示：

$$\Delta\nu = \tilde{\nu}' - \tilde{\nu} = (M_2 g_2 - M_1 g_1) \frac{eH}{4\pi mc} \quad (3-14)$$

对于 M 的选择定则如下

$$\Delta M = 0, \pm 1$$

当 $\Delta M = 0$ 时，跃迁产生 π 成分；当 $\Delta M = \pm 1$ 时，跃迁产生 σ 成分。

在实验中我们观测汞 5461Å 谱线的塞曼分裂，它是从 $6s7s^3S_1$ 到 $6s6p^3P_2$ 跃迁而产生的，现将其对应于各能级的量子数和 g 、 M 、 Mg 值列在表 3-1 中。

表 3-1 各能级的量子数

	3S_1			3P_2				
L	0			1				
S	1			1				
J	1			2				
g	2			3/2				
M	1	0	-1	2	1	0	-1	-2
Mg	2	0	-2	3	3/2	0	-3/2	-3

由选择定则可得表 3-2。 \downarrow 的跃迁为 $\Delta M = 0$ ，是 π 成分，其裂距为 $0, \pm 1/2$ ；而 \swarrow 和 \searrow 的跃迁为 $\Delta M = \pm 1$ ，是 σ 成分，其裂距为 $\pm 1, \pm \frac{3}{2}, \pm 2$ 。

表 3-2 分裂情况

3S_1 M_2g_2	2 0 -2
3P_2 M_1g_1	3 3/2 0 -3/2 -3
裂距 $\Delta\tilde{\nu}(M_2g_2-M_1g_1)$	2 3/2 1 1/2 0 -1/2 -1 -3/2 -2
偏振状态	σ σ σ π π π σ σ σ

在外磁场作用下，分裂的能级如图 3-2 所示。

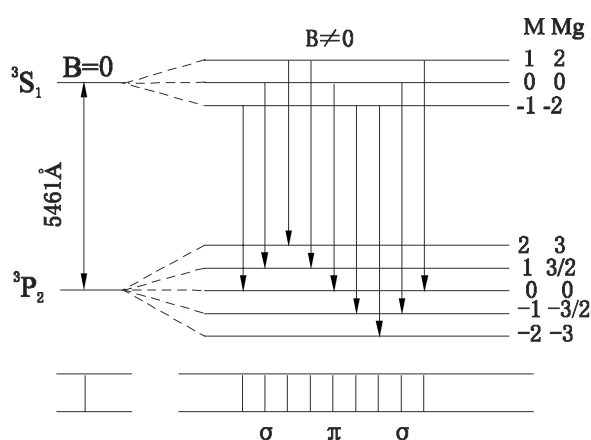


图 3-2 汞 5461Å 谱线在磁场中的分裂

由图 3-2 可见，汞 5461Å 谱线在外磁场中分裂为 9 条子谱线，属于反常塞曼效应，垂直磁场观察，中间 3 条偏振状态属 π 成分，两边 6 条偏振状态属 σ 成分。

塞曼分裂的波长差是很小的，如在正常塞曼效应中，

$$\Delta\tilde{\nu} = \frac{eH}{4\pi mc} = 4.67 \times 10^{-5} H \text{ (cm}^{-1}\text{)}$$

由 $\Delta\lambda = \frac{\lambda^2 eH}{4\pi mc}$ 可估算一下塞曼分裂数量级。设 $\lambda = 5000 \text{ \AA}$ ， $H = 5000$ 高斯，则 $\Delta\lambda \approx 0.06 \text{ \AA}$ 。欲分辨如此小的波长差，要求分光仪器的分辨率为

$\frac{\lambda}{\Delta\lambda} = \frac{5000 \text{ \AA}}{0.06 \text{ \AA}} = 8.3 \times 10^4 \approx 10^5$ 。一般棱镜摄谱仪的理论分辨率为

$10^3 \sim 10^4$ ，且实际的分辨率比理论分辨率还要低，故不适用。多光束干涉的分光仪器，如法布里—珀罗标准具，分辨率较高，理论分辨率达 $10^5 \sim 10^7$ ，采用它观测塞曼分裂比较适宜。

【实验内容及方法】

一、法布里—珀罗标准具 (Fabry-Perot etalon)

法布里—珀罗标准具是由两块平行的光学玻璃板是中间夹有一个间隔圈组成，二平面光学玻璃板内表

面研磨加工接近理想平面，精度要求高于 $1/20$ 波长，并且要求高精度的平行。此二玻璃相对的内表面镀有 ZnS-MgF 多层介质高反射膜，膜的反射率高于。

法布里—珀罗标准具是一多光束干涉装置。在使用法布里—珀罗标准具观察干涉条纹时，如图 3-3 所示，光线必须由扩展的面光源 S 发出，利用透镜 L_1 ，得到许多平行光束射到标准具两玻璃内，在两板内表面间经过多次反射而分裂成一组平行光束，由透镜 L_2 会聚在它的焦平面上以产生干涉，得到的干涉花样是一套等倾干涉圆环。图 3-3 为自光源上一点 S 发出的光经过 L_1 后以角 φ 入射，然后又以同样角度射出，经 L_2 会聚于幕上一点 S' 。

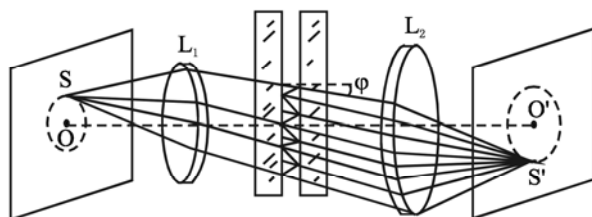


图 3-3 法布里—珀罗标准具光路图

设两玻璃板内平面间的距离为 d ，板间的媒质为空气，故折射率 $n=1$ ，则相邻两光束间的光程差 $\Delta = 2d \cos \varphi$ ，形成亮条纹的条件为

$$2d \cos \varphi = K\lambda \quad (3-15)$$

式中 K 为整数，表示干涉级次。由 (3-15) 式可以看出，在屏上显示的干涉条纹为一圆环。由于级次 K 不同，则形成以 O 为中心的一系列向外的同心圆环，设中心亮环的级次为 K ，由向外依次为 $K-1$ 、 $K-2$ 、……。

二、法布里—珀罗标准具的特性参数

1、自由光谱范围

设包含两种波长的入射光，其波长 λ_1 和 λ_2 很相似，由 (3-15) 式知，同一级次对应不同波长的干涉极大值有不同的入射角 φ_1 和 φ_2 ，故这二种波长的光产生的两套亮环。如果 $\lambda_1 > \lambda_2$ ，则 λ_2 的各级圆环套在波长 λ_1 的相应各级圆环外，如图 3-4 所示。波长差 $\Delta\lambda = \lambda_1 - \lambda_2$ 的值愈大时，两组圆环离开得愈远。

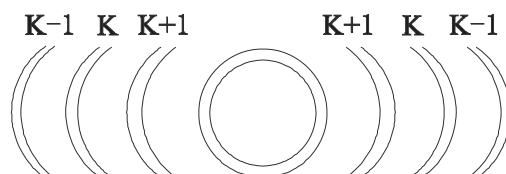


图 3-4 λ_1 和 λ_2 的亮圆环

当波长差 $\Delta\lambda$ 逐渐加大，且当 $\lambda_1 > \lambda_2$ 使得 λ_1 的 $(K-1)$ 级亮圆环与 λ_2 的 K 级级亮圆环重迭，即有

$$K\lambda_2 = (k-1)\lambda_1$$

一般干涉仪用在 $\varphi = 0$ 的情况，此时有

$$\delta\lambda = \lambda_1 - \lambda_2 \approx \frac{\lambda^2}{2d} \quad (3-16)$$

用波数表示

$$\delta\bar{\nu} = \frac{1}{2d}$$

此 $\delta\lambda$ 值是某一波长光的干涉圆环和另一波长光的干涉圆环重合时的波长差，亦即在给定 d 的标准具中，若入射光的波长在 λ_1 到 $\lambda_2 + \delta\lambda$ 的波长范围内，所产生的干涉圆环不重迭。故称此 $\delta\lambda$ 或 $\delta\bar{\nu}$ 为法布里—珀罗标准具的自由光谱范围，或者叫不重迭区域。所以使用标准具时，必须将光源发出的复合光，通过单色仪或干涉滤光片使光谱从复合光中分离出来。

2、分辨本领（分辨率）

法布里—珀罗标准具的镀银面的反射率系数越大，由透射光所得的干涉亮环亦越细，因而刚能被分辨或刚能鉴别的两相邻亮环的几何间隔越小，即刚能被分辨的相应的两相邻波长的波长差 $\Delta\lambda$ 越小。通常定义 $\lambda/\Delta\lambda$ 为光谱分辨本领（或叫分辨率）。光谱的分辨本领与镀银面的反射系数密切相关，反射系数越大，分辨本领也越大。多光束的分辨率

$$\lambda/\Delta\lambda = KF$$

$$F = \frac{\pi\sqrt{R}}{1-R}$$

式中 K 是干涉级，因 $2d \cos\varphi = K\lambda$ ， d 越大，则干涉级越高，分辨本领越大。 F 为标准具的精细常数，它随反射系数 R 而增大，为获得高分辨本领， R 须为 90% 以上，如 $\lambda = 5461\text{\AA}$ ， $d = 5\text{mm}$ ， $R = 0.9$ 时， $\lambda/\Delta\lambda \approx 5.5 \times 10^5$ ，这就对 5461\AA 的谱线分辨的波长差为 0.01\AA 。可见法布里—珀罗标准具是一种分辨本领很高的光学仪器。

三、用标准具测量微小的波长差

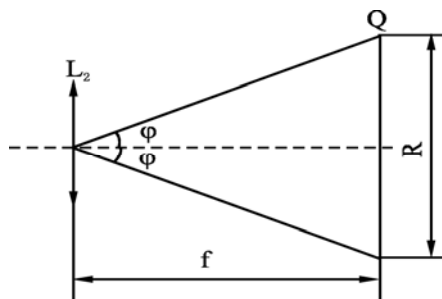


图 3-5 标准具成像图

从法布里—珀罗标准具透射出的平行光束，经焦距为 f 的透镜 L_2 ，成像在焦平面上，如图 3-5 所示。
由图可见

$$\frac{R}{2} = f \cdot \operatorname{tg} \varphi$$

R 为圆环直径， f 为透镜焦距。对于中心附近圆环

$$\operatorname{tg} \varphi \approx \sin \varphi \approx \varphi \quad \therefore \varphi = \frac{R}{2f}$$

$$\cos \varphi \approx 1 - \frac{\varphi^2}{2!} + \frac{\varphi^4}{4!} - \dots \approx 1 - \frac{\varphi^2}{2!} = 1 - \frac{R^2}{8f^2}$$

将上式代入 $\Delta = 2d \cos \varphi = K\lambda$ 得

$$2d \cos \varphi = 2d \left(1 - \frac{R^2}{8f^2}\right) = K\lambda \quad (3-17)$$

由上式可知，干涉级 K 与圆环直径 R 的平方成线性关系，即随着亮环直径的增大，圆环越来越密集。(3-17) 式中左边第二项的负号表明直径愈大的干涉环其干涉级次 K 愈低。同理，对于同一级次的干涉环直径大的波长小。

对于同一波长相邻两级次 K 和 $K-1$ 圆环直径分别为 R_K 和 R_{K-1} ，直径平方差用 ΔR^2 表示，由 (3-17) 式可得

$$\Delta R^2 = R_{K-1}^2 - R_K^2 = \frac{4\lambda f^2}{d} \quad (3-18)$$

由上式可知 ΔR^2 是与干涉级次无关的常数。

对于同一级次不同波长 λ_a ， λ_b ， λ_c 而言，相邻两环的波长差 $\Delta\lambda_{ab}$ ， $\Delta\lambda_{bc}$ 的关系由 (3-17) 式得

$$\Delta\lambda_{ab} = \lambda_a - \lambda_b = \frac{d}{4f^2 K} (R_b^2 - R_a^2)$$

$$\Delta\lambda_{bc} = \lambda_b - \lambda_c = \frac{d}{4f^2 K} (R_c^2 - R_b^2)$$

将 (3-18) 式和近中心圆环的 $K \approx \frac{2d}{\lambda}$ 代入上式得

$$\Delta\lambda_{ab} = \frac{\lambda^2}{2d} \frac{R_b^2 - R_a^2}{R_{K-1}^2 - R_K^2} \quad (3-19)$$

$$\Delta\lambda_{bc} = \frac{\lambda^2}{2d} \frac{R_c^2 - R_b^2}{R_{K-1}^2 - R_K^2} \quad (3-20)$$

用波数表示：

$$\Delta\tilde{\nu}_{ab} = \frac{1}{2d} \frac{R_b^2 - R_a^2}{R_{K-1}^2 - R_K^2} \quad (3-21)$$

$$\Delta \tilde{\nu}_{bc} = \frac{1}{2d} \frac{R_c^2 - R_b^2}{R_{K-1}^2 - R_K^2} \quad (3-22)$$

由上式可见对已知 d 和 λ ，通过测量各圆环直径 R 便可算出二谱线的波长差。

四、计算电子的荷质比

已知 $\Delta \lambda = \frac{\lambda^2 e}{4\pi mc} H$ ，将它代入 (3-18) 和 (3-19) 式，得

$$\frac{e}{m} = \frac{2\pi c}{dH} \left(\frac{R_b^2 - R_a^2}{R_{K-1}^2 - R_K^2} \right) \quad (3-23)$$

$$\frac{e}{m} = \frac{2\pi c}{dH} \left(\frac{R_c^2 - R_b^2}{R_{K-1}^2 - R_K^2} \right) \quad (3-24)$$

已知 d 和 H ，从塞曼分裂的干涉圆环中，测出各直径，就可计算荷质比。

五、法布里—珀罗标准具的调整

将光源、透镜和标准具按规定放置后，水平移动标准具找到干涉环，使其中心位于反射镜中心，左右移动眼睛观察，如果在移动眼睛过程中有冒出新环或吸入环的现象，说明水平方向不平行，可调整下部两个旋钮，向哪个方向冒环就拧紧那个方向的旋钮，或拧松另一侧的旋钮，可根据原来的松紧程度来决定拧哪一个，直到眼睛时无冒环和吸环时为止。然后再竖直移动眼睛，如眼睛上移冒环就拧紧上部旋钮或同时拧松下部两个旋钮。这样水平和竖直两个方向多次反复调整后，用读数显微镜观察时即可看到细而锐的干涉圆环。

【实验步骤】

实验光路布局如图 3-6 所示，具体操作如下。

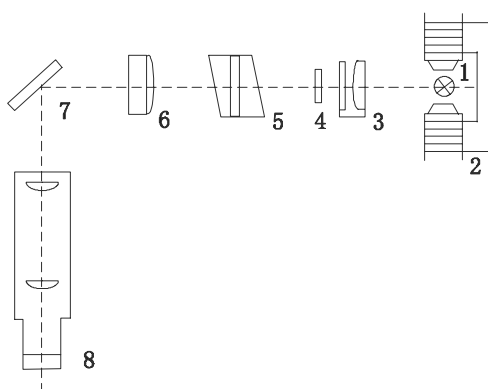


图 3-6 实验光路布局图

1. 水银灯 2. 电磁铁 3. 聚光镜及偏振片 4. 干涉滤光片
5. F-P 标准具 6. 会聚透镜 7. 反射镜 8. 读数显微镜

- 1、调节自耦变压器的电压到 50~70 伏之间使水银灯发亮。
- 2、调节光路。

- 3、光路调整后，用读数显微镜观察，看视场是否最亮，干涉环是否锐细，否则应调 L_1 、 L_2 或检查 F-P 标准具是否已调平行。当视场中得到亮而锐的干涉一派事，再加磁场观察塞曼效应现象。转动偏振片，详细观察 5461\AA 谱线分裂后的 π 成份和 σ 成份。
- 4、用读数显微镜观察出如图 3-7 所示的光谱线，测量 5461\AA 谱线分裂后的 π 成份连续相邻三个圆环的 R_a 、 R_b 、 R_c 值，用 (3-19)、(3-20)、(3-21)、(3-22) 式分别算出波长差和波数差。

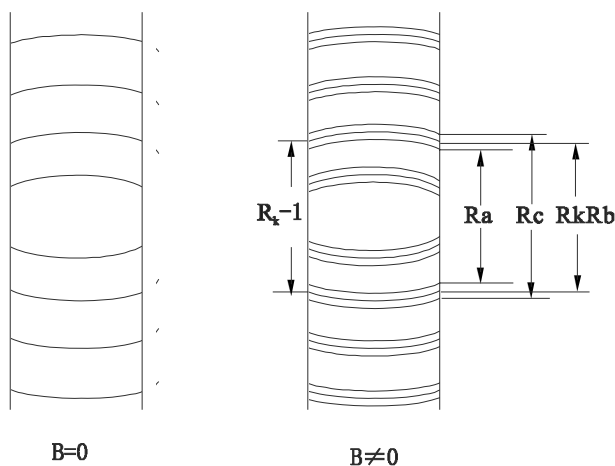


图 3-7 不加磁场和加磁场后 π 分量光谱

- 5、实验值与理论值比较。由 (3-14) 式算出 $\frac{e}{4\pi mc}$ 的实验值，H 为实验时的磁场值，用毫特斯拉计测量，

$\Delta\tilde{\nu}$ 为实验中测量的 $\Delta\tilde{\nu}_{ab}$ 和 $\Delta\tilde{\nu}_{bc}$ 的平均值。 $M_2g_2 - M_1g_1 = \frac{1}{2}$ ，理论值

$$\frac{e}{4\pi mc} = 4.67 \times 10^{-5} (\text{cm}^{-1} \cdot \text{高斯}^{-1})$$

【思考问题】

- 1、如果要求沿磁场方向去观察塞曼效应，怎样实现？
- 2、F-P 标准具为什么能测量光源中微小的波长差？

【参考文献】

- 1、褚圣麟，原子物理学，人民教育出版社，1979 年。
- 2、华中师范大学物理系，近代物理实验，华中师范大学出版社，1988 年。
- 3、吴思诚，王祖铨主编，近代物理实验，北京大学出版社，1986 年。
- 4、冯郁芬等编，近代物理实验，陕西师范大学出版社，1988 年。

实验 4 用原子力显微镜观测固体表面形貌

【实验目的】

- 一、了解原子力显微镜的工作原理和使用方法。
- 二、观测固体表面形貌。
- 三、测量纳米级微观粗糙度。
- 四、测量原子力曲线。

【实验原理】

1982 年，IBM 公司苏黎世实验室的 G.Binnig 和 H.Rohrer 发明了世界上第一台扫描隧道显微镜（Scanning Tunneling Microscope，简称 STM）。利用 STM，人类有史以来第一次在实空间观察到了原子的晶格结构图像。为此，其研制者在 1986 年获得诺贝尔物理学奖。在 STM 的基础上，后来又发展出原子力显微镜（Atomic Force Microscope，简称 AFM），光子扫描隧道显微镜（PSTM），扫描近场光学显微镜（SNOM），静电力显微镜（EFM），磁力显微镜（MFM），扫描离子电导显微镜（SICM）等，形成一个扫描探针显微镜（Scanning Probe Microscope，简称 SPM）家族。STM 和 AFM 等仪器的问世，为人类认识超微观世界的奥秘提供了有力的观察和研究工具，已经在物理学、高分子化学、材料科学、光电子学、生命科学和微电子技术等领域中得到广泛应用。

AFM 是 SPM 家族中应用领域最为广泛的表面观察与研究工具之一。其工作原理基于原子之间的相互作用力。当一根十分尖锐的微探针在纵向充分逼近样品表面至数纳米甚至更小间距时，微探针尖端的原子和样品表面的原子之间将产生相互作用的原子力，原子力的大小与间距之间存在一定的曲线关系。在间距较大的起始阶段，原子力表现为吸引力。随着间距的进一步减小，由于价电子云的相互重叠和两个原子核的电荷间的静电相互作用，原子力又转而表现为排斥力。这种排斥力随着间距的缩短而急剧增大。AFM 正是利用原子力与间距之间的这些关系，通过检测原子间的作用力而获得样品表面的微现形貌的。

【实验方法】

AFM 采用对微弱力极其敏感的微悬臂作为力传感器—微探针。微悬臂一端固定，另一端置有一与微悬臂平面垂直的金字塔状微针尖。当针尖与样品之间的距离逼近到一定程度时，两者间将产生相互作用的原子力，其中切向力（摩擦力） F_t 使微悬臂扭曲，法向（纵向）力 F_n 将推动微悬臂偏转。我们所关心的主要是纵向力 F_n ，它与针尖—样品间距成一定的对应关系，即与样品表面的起伏具有对应关系。

微悬臂的偏转量十分微小，无法进行直接检测，需要间接的方法测量，国际上商品化的 AFM 多采用光学方法将偏转量放大。如图 1 所示，一束激光投射到微悬臂的外端后被反射，反射光束被位置敏感元件（PSD）接收。显然，反射到 PSD 光敏面上光斑的偏转位移量与微悬臂的偏转量成正比，但前者比后者放大了一千至数千倍，放大后的位移量可以直接通过检测 PSD 输出光电流的大小而精确测定。当样品扫描时，作用于针尖上的原子力随样品表面的起伏而变化，检测 PSD 输出光电流的大小，即可推知微悬臂偏转量（即

原子力)的大小,最终获得样品表面的微观形貌。

AFM 的工作原理与 STM 相似。所不同的是,AFM 利用的是原子之间的相互作用力而不是 STM 的隧道电流,因而可以克服 STM 只能测量导电体的缺点。广泛用于导体、半导体和绝缘体样品的表面形貌的检测。

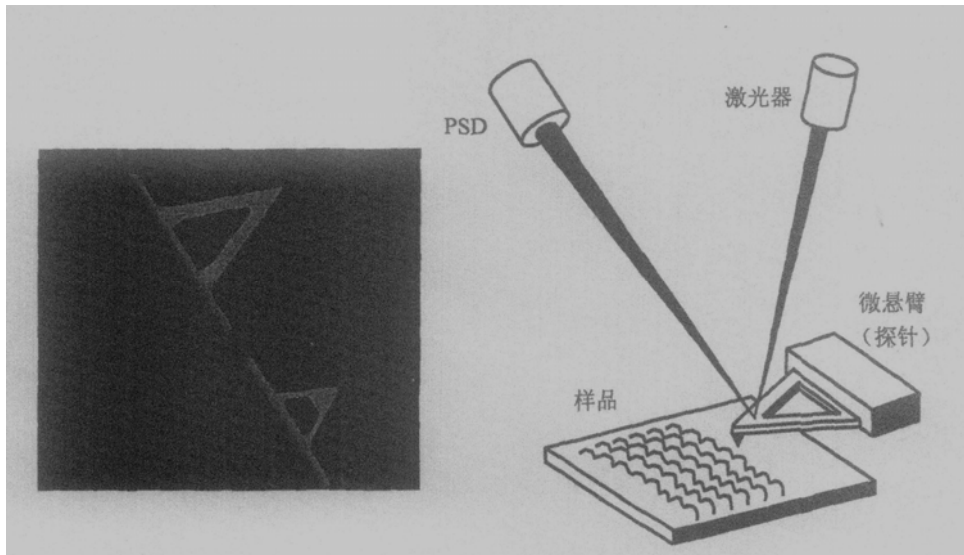


图1 AFM 的微探针及工作原理示意图

【实验仪器】

本实验所用的仪器是浙江大学光电信息及检测技术研究所杭州亚纳科技有限公司研制的 AFM—IIa 型原子力显微镜,它是在 AFM—I 型和 AFM—II 型基础上发展完善的高性能仪器。

AFM—IIa 型原子力显微镜由 AFM 探头系统(主体)、低压与高压控制机箱、高压电源、A/D 或 D/A 接口和计算机系统等部分组成。AFM 探头系统(主体)包括机、光、电三部分,由基座、微悬臂(微探针)、激光器、光路系统、位置敏感元件(PSD)接收器、XY 扫描控制器、Z 向(纵向)反馈控制器、样品台、粗调和微调机构等构成。控制机箱包括前置放大器、PID 反馈控制电路、XY 扫描控制电路、多路高压放大电路、数字显示电路、低压电源等。高压电源输出正 350V 的直流电压,提供给高压放大电路,驱动压电陶瓷的扫描与反馈运动。仪器还附有光学显微镜与 CCD 摄像系统,可对探针与样品表面进行较大范围的预观察与成像(光学分辨率 $1\mu\text{m}$ 、成像范围 $1500\mu\text{m}$)。计算机控制系统包括高速多通道 A/D 板,高速多通道 D/A 板,图像采集卡,电压跟随与保护电路,数据采集软件和图象处理软件,图像撷取软件等。仪器的系统框图如图 2 所示。

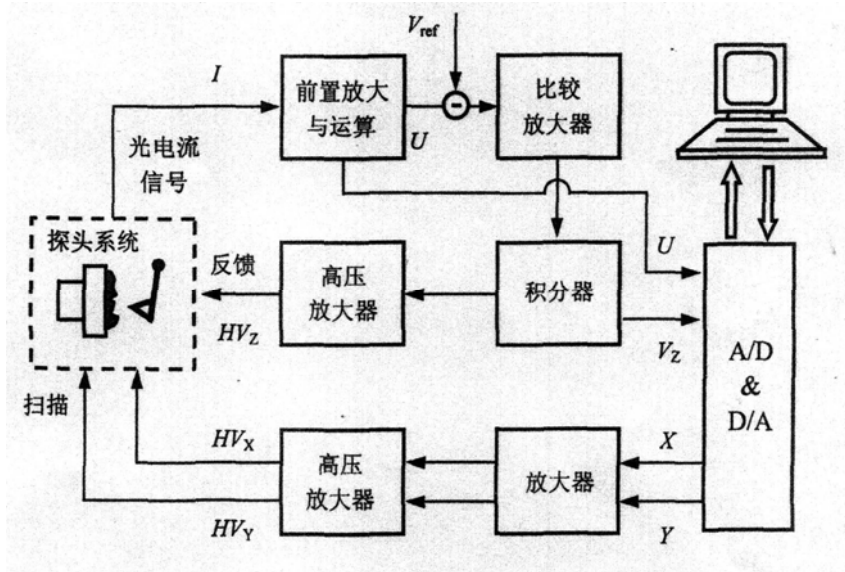


图 2 AFM—IIa 型原子力显微镜系统框图

(一) 仪器技术指标:

- 1、AFM 的扫描范围: $3.2\mu\text{m}\times 3.2\mu\text{m}$ (可在此范围内调节)。
- 2、AFM 的分辨率: 横向优于 1nm , 纵向优于 0.1nm 。
- 3、图像采样像素点: 180×180 点 / 幅, 400×400 点 / 幅。
- 4、扫描速度可任意调节, 最大图像扫描速率: 1 幅图像 / 5 秒。
- 5、图像格式: 通用的 BMP 格式, 可直接存储、剪贴、打印等。
- 6、进口微探针, 微悬臂有效长度 $100\mu\text{m}$ 和 $200\mu\text{m}$ 。
- 7、金相光学显微镜与 CCD 摄像监控系统(光学分辨率 $1\mu\text{m}$ 、成像范围 $1500\mu\text{m}$)。

(二) 仪器主要性能:

- 1、同时适用于纳米科技研究和产品检测, 简明直观的仪器操作和维护。
- 2、Windows98 / Me 系统的图像扫描与处理软件, 简洁优化的中文操作界面。
- 3、可用鼠标任意选择局部扫描区域; 实现图像的平移、定位和缩放。
- 4、可设定扫描次数并自动控制扫描停止。
- 5、具有实现 X 和 Y 方向的面扫描和线扫描的功能。
- 6、高质量的平面图像显示与三维立体图像显示。
- 7、完善的图像处理功能(包括裁剪、粘贴、旋转、对比亮调节、亮度调节、颜色调整、背景色调整、图像平滑、滤波等)。
- 8、图像的尺寸标注功能(二维和三维标尺)。
- 9、纳米级微观粗糙度统计及计算功能。

(三) 软件功能:

配套软件基于 Windows98 界面, 如图 3 所示。能够完成对样品的图像扫描, 图像显示和图像处理等功能。

- 1、图像扫描功能：软件的扫描功能包括图像扫描参数的设定、图像扫描以及图像实时显示和捕获，可以根据具体情况选择所需图像进行捕获和存储。
- 2、图像显示和处理功能：软件能对图像进行平面显示和立体显示。可以根据实际需要实现图像的裁剪、平滑、旋转、添加色彩、加注标尺等功能，并可调整图像的色调，对比度和亮度等。

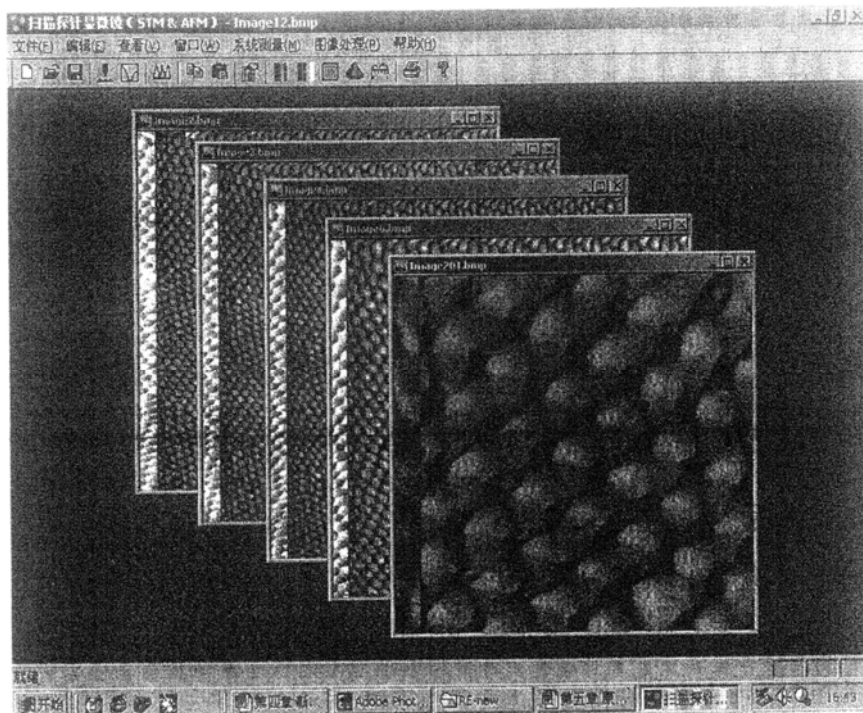


图 3 图像扫描与图像处理软件界面

【实验步骤】

(一)控制机箱及面板联接

控制机箱前面板如图 4 所示。

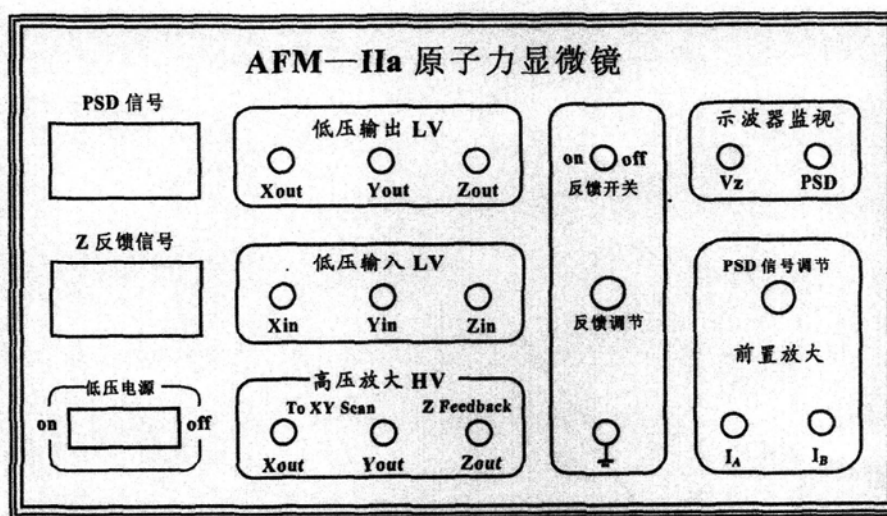


图 4 AFM—IIa 控制机箱前面板示意图

面板图中各部分的名称、功能及相互间联接如下（从左到右）：

- 1、低压电源开关。ON 开启，OFF 关闭。
- 2、PSD 信号显示器。可根据此信号强弱估计样品表面的起伏程度。
- 3、Z 向反馈信号显示器。显示 Z 轴压电陶瓷上的反馈电压的大小。
- 4、低压输出单元。 X_{out} 、 Y_{out} 、 Z_{out} ，低压放大后的扫描信号和反馈控制信号，分别与低压输入单元的 X_{in} 、 Y_{in} 、 Z_{in} 相连接。
- 5、低压输入单元。 X_{in} 、 Y_{in} 、 Z_{in} ，将低压放大后的扫描信号和反馈控制信号输入给高压放大电路，连接见上。
- 6、高压放大输出单元。 X_{out} 、 Y_{out} 、 Z_{out} ，将高压放大后的扫描信号和反馈控制信号输出至 XY 扫描压电陶瓷和 Z 反馈压电陶瓷。
- 7、反馈开关与调节单元。反馈开关 ON 开启反馈，OFF 关闭反馈。反馈调节旋钮调节反馈灵敏度，顺时针方向为灵敏度增大。
- 8、示波器监视单元。可接示波器观察 PSD 信号（即样品形貌）和反馈控制信号的变化曲线。（也可不监视）
- 9、前置放大单元。 I_A 和 I_B ，连接 PSD 的两个输出端，检测 PSD 输出的光电流。PSD 信号调节旋钮。适当调节信号强弱，获得最佳的图像亮度和对比度。

（二）样品和探针的安装

1、品的安装：

用双面胶带纸将样品背面粘贴到样品台上，然后将样品台安装到扫描器上。

2、针（微悬臂）的安装及光路调整：

按图 6-图 9 所示的步骤安装探针（微悬臂）并调整光路（见 9-12 页）。

（三）操作步骤

1、AFM 仪器开机：

确认电源与控制机箱连接无误后，依次打开计算机电源、机箱低压电源、高压电源、激光器电源。

2、样品进给：

先用粗调机构进样至离探针约 1mm 左右，再用细调机构进样，直至进入反馈状态（反馈显示约 -200~-300，PSD 信号显示约 1.666，此时光斑位置须跨在 PSD 左侧，为防止蠕动，避免光斑跳到 PSD 右侧，微调旋钮可稍加“倒车”）。进入反馈状态后，控制系统会自动调整和保持样品与探针之间的间距。

3、样品扫描：

运行扫描程序，根据需要设置扫描参数，进入扫描工作状态。

4、图像显示与存贮：

扫描过程自动进行。图像以逐行（或逐列）扫描、逐行（或逐列）显示的方式显示。在不改变扫描参数的情况下，扫描在同一区域循环重复进行。也可根据需要改变扫描区域和扫描范围。对于满意的图像，可随时将图像捕获存贮。存贮时，计算机自动保存图像信息和扫描参数信息。

5、退出扫描和关机。

如已获得理想的图像，不再作另外扫描，可按“退出”键退出扫描程序。然后依次关闭高压电源、激

光源电源、低压电源。

粗糙度的概念及主要评定参数

表面粗糙度（原称表面光洁度）是反映零件表面微观几何形状误差的一个重要指标。它主要由加工过程中刀具和零件表面之间的摩擦，切屑分离时的塑性变形和金属撕裂，以及工艺系统中存在的高频振动等原因所形成的。表面粗糙度的评定参数很多，其中轮廓算术平均偏差 R_a 、微观不平度十点高度 R_z 、轮廓最大高度 R_y 这三个与微观不平度高度特性有关的表面粗糙度参数，由于各自不同的优点，成为被世界各国广泛用作工业标准中的 3 个轮廓高度评定参数。因此，选用 R_a 、 R_z 、 R_y 作为系统纳米粗糙度测量的三个轮廓高度评定参数。

轮廓算术平均偏差（Arithmetical mean deviation of the profile） R_a 为取样长度内轮廓偏距绝对值的算术平均值（如图 5 所示）

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i| \quad (1)$$

其中 y_i 为基于中线的表面轮廓高度， n 为所取的轮廓偏距数。

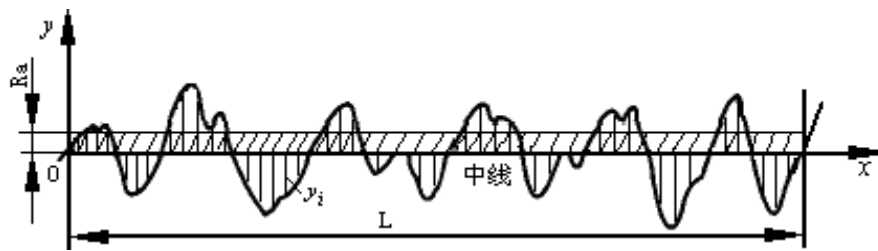


图 5 表面粗糙度 R_a 示意图

微观不平度十点高度（Ten point height of irregularities） R_z 是指在取样长度内 5 个最大的轮廓峰高的平均值和 5 个最大的轮廓谷深的平均值之和，即

$$R_z = \left(\sum_{i=1}^5 y_{pi} + \sum_{i=1}^5 y_{vi} \right) / 5 \quad (2)$$

轮廓最大高度（Maximum height of the profile） R_y 为取样长度内轮廓峰顶线与轮廓谷底线之间的距离，即

$$\begin{cases} R_y = \max R_i (0 \leq i \leq k) \\ R_i = y_{pi} + y_{vi} \end{cases} \quad (3)$$

其中 y_{pi} 、 y_{vi} 分别为第 i 个轮廓峰高和第 i 个轮廓谷深， k 为取样长度内的峰谷个数。

由于实际需要，为了更好地表征样品表面的几何形状，经常还需测量面粗糙度。面粗糙度中与微观不平度高度特性有关的三个表面粗糙度评定参数 R_a 、 R_z 、 R_y 公式与线粗糙度的公式类似，所不同的是面粗糙度公式包含 X、Y 两个方向。由于篇幅有限，这里就不再重复给出。

原子力曲线测量步骤

- 1、在关机状态下，小心将控制机箱上高压放大单元的 X_{out} 插线头拔下，将 Z Feedback 插线拔下并插到 X_{out} 插空上。
- 2、开启控制机箱电源、高压电源、激光器电源，进给样品至光斑向 PSD 稍稍移动。
- 3、运行软件的原子力曲线测量功能，得到曲线；适当进或退样品，可得到最具特征的原子力曲线。

【实验内容】

- 1、观测固体表面形貌图一张。
- 2、测量纳米级微观粗糙度。
- 3、测量原子力曲线。

【注意事项】

- 1、AFM 系统开机顺序：计算机→控制机箱（低压）→高压电源→激光器电源。
- 2、样品进给过程：粗调→微调（慢速）至光斑向 PSD 跳动→PSD 信号显示约 1.666，反馈显示约 -200~-300，或大或小。（光斑位置须跨在 PSD 左侧，为防止蠕动，避免光斑跳到 PSD 右侧，微调旋钮可稍加“倒车”）。
- 3、扫描时，控制机箱上的“反馈调节”旋钮一般为顺时针 1~2 圈；“PSD 信号调节”旋钮一般为顺时针 2~4 圈。
- 4、扫描过程中，不能进退样品，不能用纸片挡看光斑。
- 5、AFM 系统关机顺序：停止扫描→微调向左退出样品→粗调向左退样品→关闭激光器电源→关闭高压电源→关闭控制机箱。（注：不扫描时，高压电源及激光器电源请及时关闭）。
- 6、更换样品或探针时，粗调尽量退远一点，使样品与探针间距大一些，以便操作。螺丝刀不要用力顶，只可转动，稍稍拧紧螺丝即可。
- 7、不要翻倒 AFM 探头，不要松动 PSD 的固定螺钉，即不要松动 PSD 元件。
- 8、激光器的四个调节螺钉如太紧，可先适当调松。但不要旋转和拔出激光器，以免改变焦距。
- 9、激光器电源低于 2.5V 时，或感觉激光太弱时，请更换电池。
- 10、不要用手碰高压电源的输出端子。冬天或气候干燥时，探头或机箱上可能有静电，可不必介意。

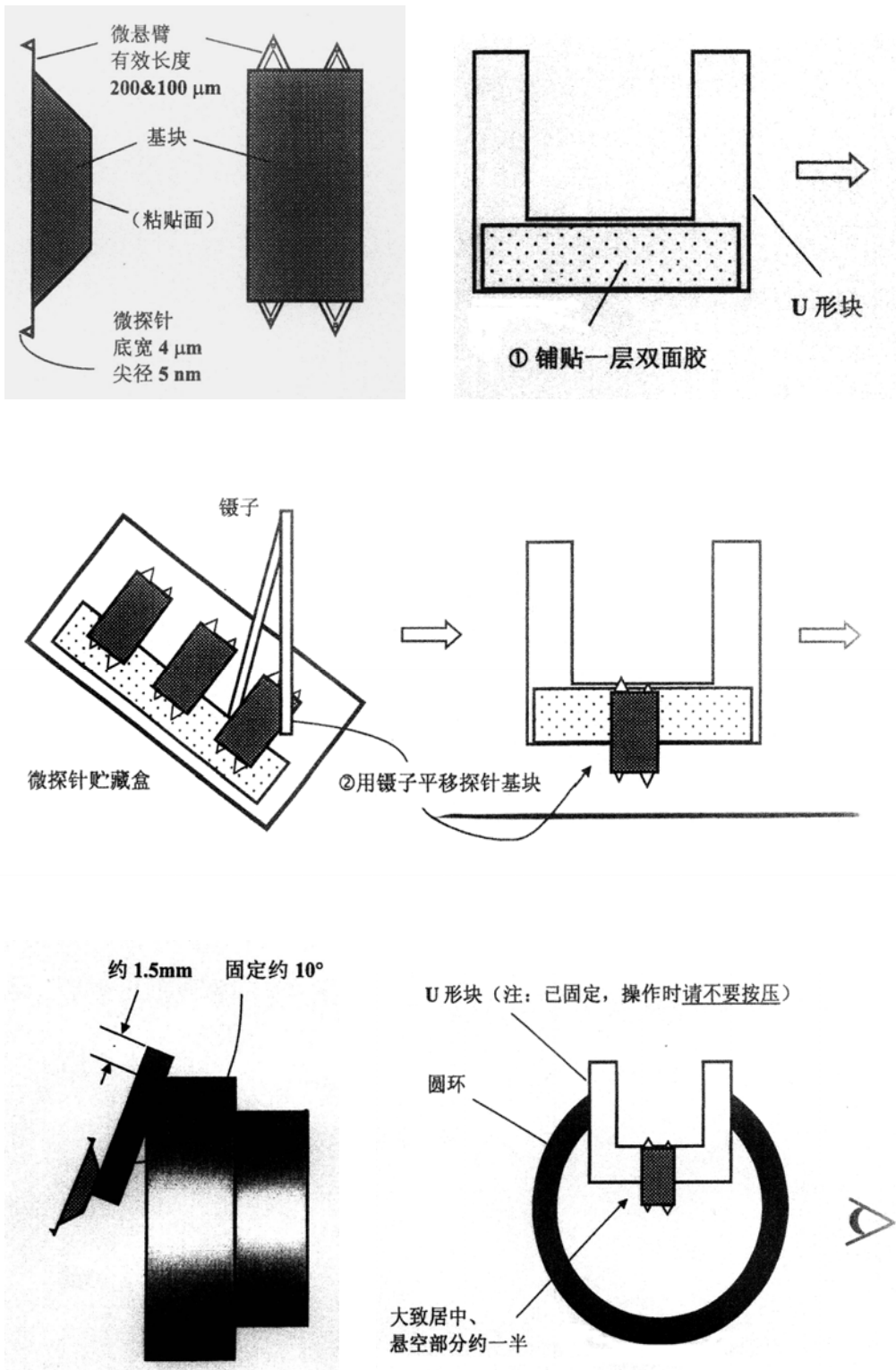
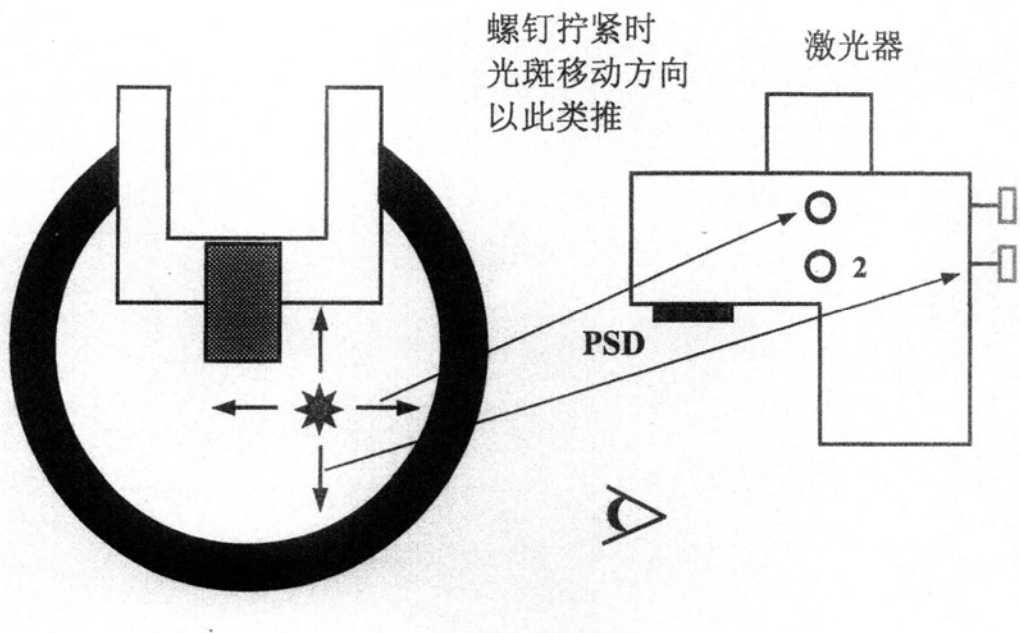


图 6 微探针 (基块) 及安装过程图



调节旋钮，使光斑移到右图中所示位置

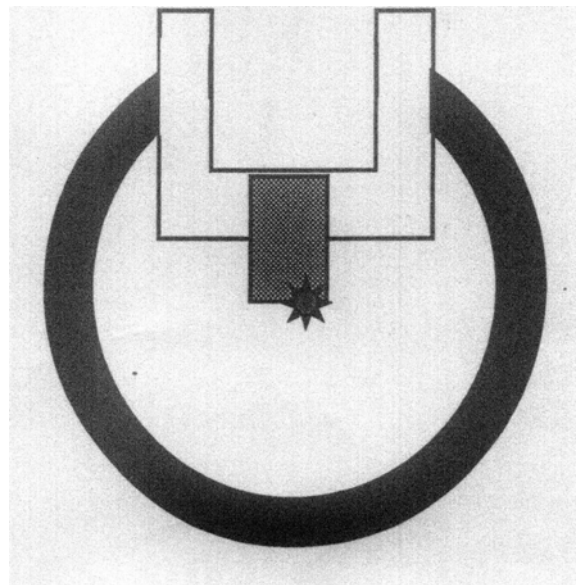


图 7 旋钮调节及光斑移动方向

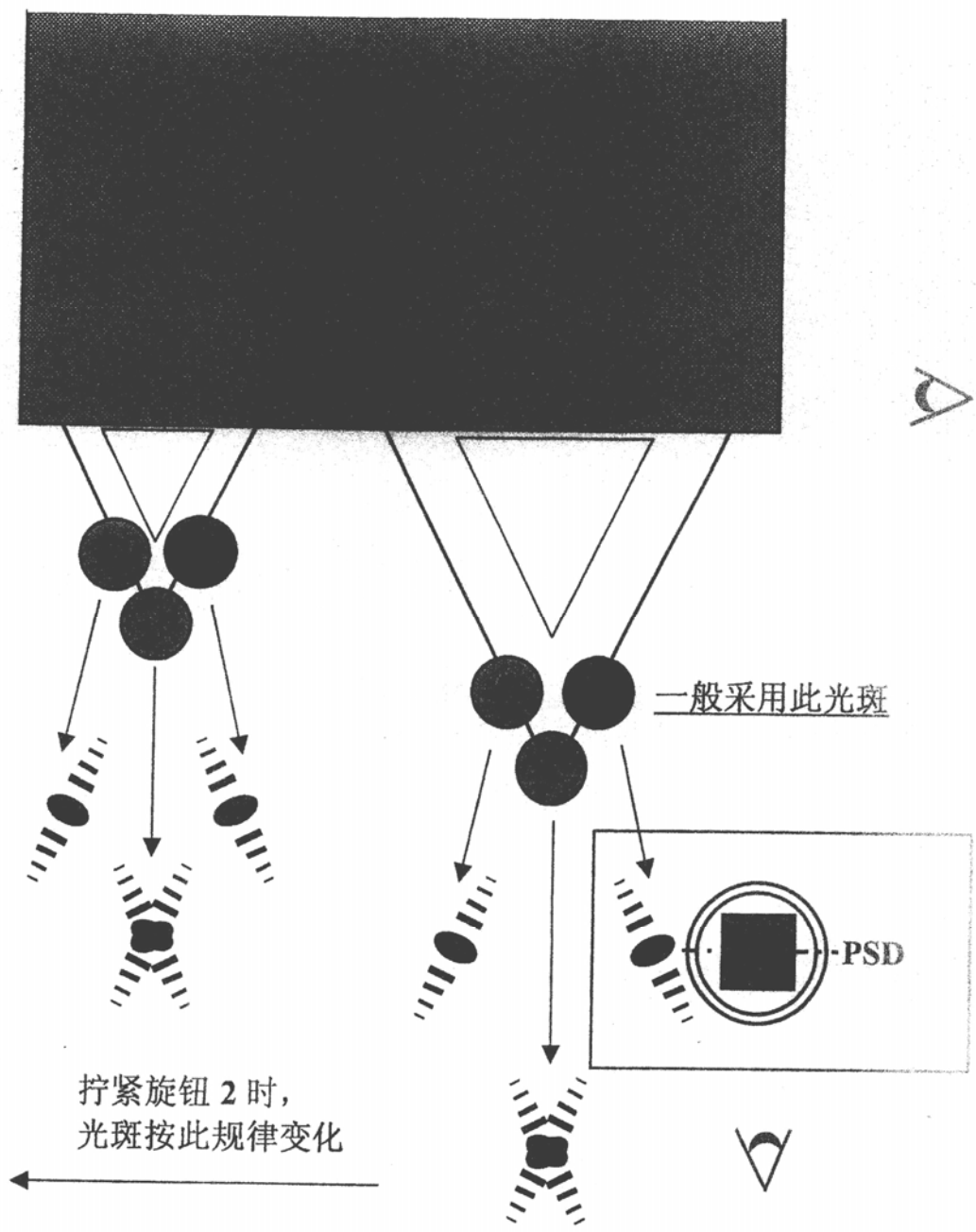
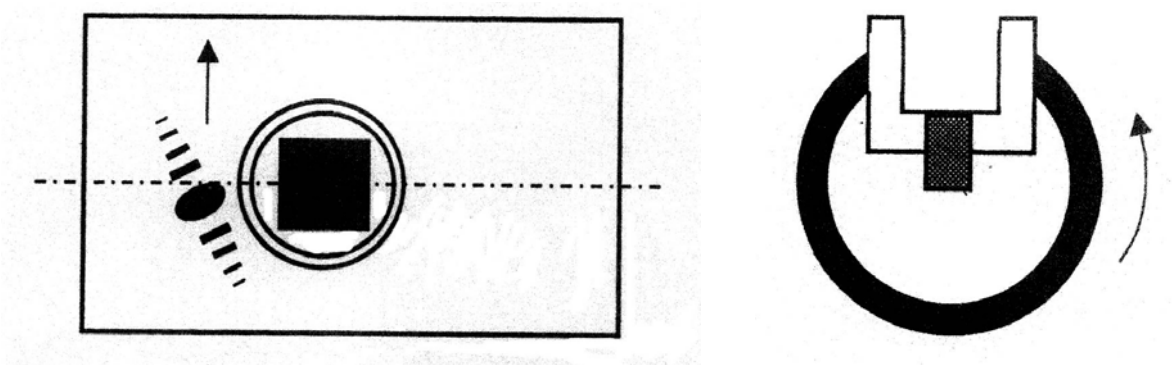


图 8 微悬臂上光点位置与 PSD 处光斑形态



如光斑不在 PSD 中心线上，
可适当转动圆环使之在中心线上，
转动后再调节旋钮至出现图 6 所示光斑。

光斑应位于 PSD 左侧附近，
光斑中心线与 PSD 中心线重合。

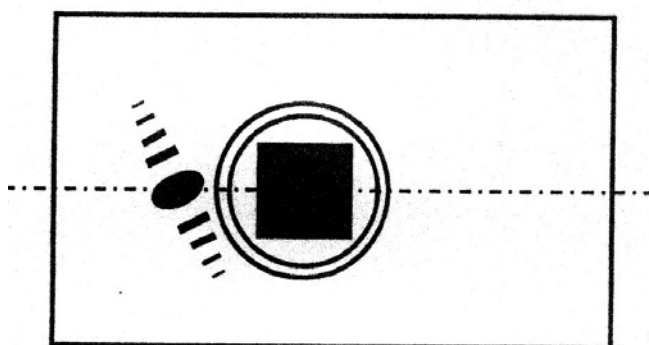


图 9 光斑的最佳形状和位置

第二章 原子核物理实验

实验 1 RES 相对论效应

(1) NaI(Tl)单晶 γ 闪烁谱仪

【实验目的】

- 1、了解闪烁探测器的结构、原理；
- 2、掌握 NaI(Tl)单晶 γ 闪烁谱仪的几个性能指标和测试方法；
- 3、了解核电子学仪器的数据采集、记录方法和数据处理原理。

【实验仪器】

γ 放射源 ^{137}Cs 和 ^{60}Co , 200 μm Al 窗 NaI(Tl)闪烁探头, 高压电源和线性脉冲放大器, 多道脉冲幅度分析器。

【实验原理】

1. γ 射线与物质相互作用

γ 射线与物质相互作用时可能产生三种效应：光电效应、康普顿效应和电子对效应，这三种效应产生的次级电子在 NaI(Tl)晶体中产生闪烁发光，如下图所示。

表 1 列出了这些相互作用的基本过程。

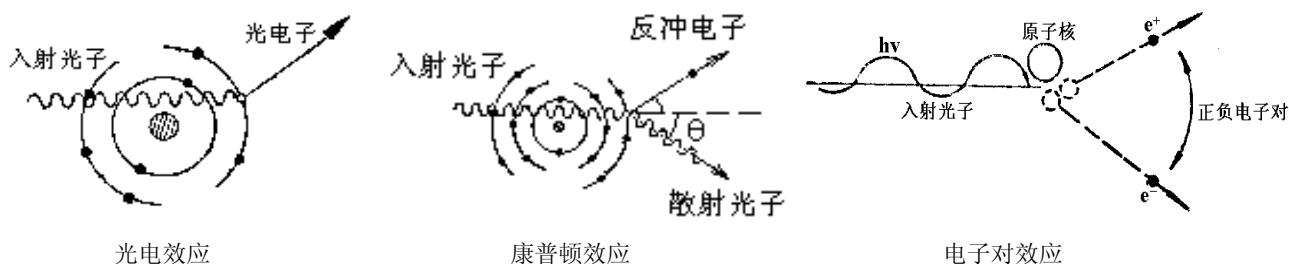


表 1 γ 射线在 NaI(Tl)闪烁体中相互作用的基本过程

基本过程	次级电子获得的能量 T
1) 光电效应 $\gamma + \text{原子} \rightarrow \text{原子激发或} \rightarrow \text{离子激发} + \text{电子}$	$T = E_\gamma - E_B$ (该层电子结合能)
2) 康普顿效应 $\gamma + \text{电子} \rightarrow \gamma' (\text{散射}) + \text{反冲电子}$	按 $T = \frac{E_\gamma r(1 - \cos\theta)}{1 + r(1 - \cos\theta)}$, $r = \frac{E_\gamma}{m_0 c^2}$; θ 为散射角, 从 0 至最大能量 $\frac{2E_\gamma}{1 + 2r}$ 连续分布, 峰值在最大能量处。
3) 电子对产生 $\gamma + \text{原子} \rightarrow \text{原子} + e^+ + e^-$	电子对均分能量 $E_\gamma - 2m_0 c^2$

由于单能 γ 射线所产生的这三种次级电子能量各不相同，甚至对康普顿效应是连续的，因此相应一种单能 γ 射线，闪烁探头输出的脉冲幅度谱也是连续的。

γ 射线与闪烁体发生光电效应时， γ 射线产生的光电子动能为：

$$E_e = E_\gamma - B_i \quad (1-1)$$

其中 B_i 为 K、L、M 等壳层中电子的结合能。在 γ 射线能区，光电效应主要发生在 K 壳层，此时 K 壳层留下的空穴将为外层电子所填补，跃迁时将放出 X 光子，其能量为 E_x 。这种 X 光子在闪烁晶体内很容易再产生一次新的光电效应，将能量又转移给光电子。上述两个过程几乎是同时发生的，因此闪烁体得到的能量将是两次光电效应产生的光电子能量和：

$$E = (E_\gamma - B_i) + E_x = E_\gamma \quad (1-2)$$

所以，由光电效应形成的脉冲幅度就直接代表了 γ 射线的能量。

在康普顿效应中， γ 光子把部分能量传递给次级电子，自身则被散射。反冲电子(次级电子)动能为：

$$E_e \approx \frac{E_\gamma}{1 + \frac{1}{2E_\gamma(1 - \cos \theta)}} \quad (1-3)$$

散射光子能量可近似写成：

$$E'_\gamma \approx \frac{E_\gamma}{1 + 2E_\gamma(1 - \cos \theta)} \quad (1-4)$$

式 (1-3)、(1-4) 中 θ 为散射 γ 与入射 γ 射线的夹角 (散射角)。

当 $\theta=180^\circ$ 时，即光子向后散射，称为反散射光子；此时

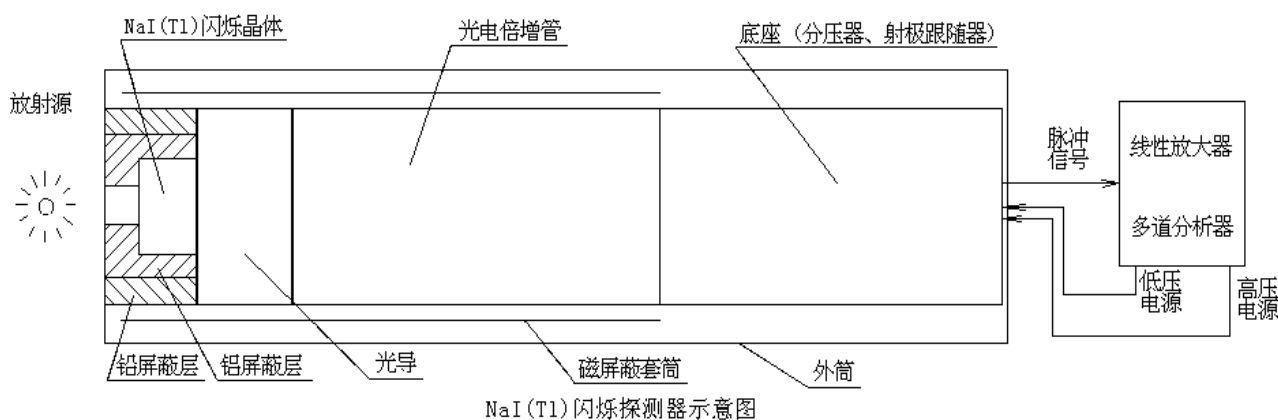
$$E_{e \max} \approx \frac{E_\gamma}{1 + \frac{1}{4E_\gamma}} \quad (1-5); \quad E'_\gamma(\theta = 180^\circ) \approx \frac{E_\gamma}{1 + 4E_\gamma} \quad (1-6)$$

2. 闪烁谱仪结构与组件性能介绍

NaI(Tl) 单晶 γ 谱仪既能对辐射强度进行测量，又可作辐射能量分析，同时具有对 γ 射线探测效率高和分辨时间短的优点，是目前广泛使用的一种辐射探测装置。在工业、医学的应用领域及核物理实验中，NaI(Tl) 单晶 γ 能谱仪有相当广泛的用途。

NaI(Tl) 单晶 γ 能谱仪由以下单元组成：闪烁探头(包括 NaI(Tl) 晶体和光电倍增管)，高压电源，线性放大器，脉冲幅度分析器(分为单道分析器和多道分析器)。核辐射与某些物质相互作用会使其电离、激发而发射荧光，闪烁探测器就是利用这一特性来工作的。

下图是闪烁探测器组成的示意图。



首先简要介绍一下闪烁探测器的基本组成部分和工作过程。

闪烁探测器有闪烁体、光电倍增管和相应的电子仪器三个主要部分组成。上图中探测器最前端是一个

对射线灵敏并能产生闪烁光的闪烁体，当射线(如 γ 、 β)进入闪烁体时，在某一地点产生次级电子，它使闪烁体分子电离和激发，退激时发出大量光子(一般光谱范围从可见光到紫外光，并且光子向四面八方发射出去)。在闪烁体周围包以反射物质，使光子集中向光电倍增管方向射出去。光电倍增管是一个电真空器件，由光阴极、若干个打拿极和阳极组成；通过高压电源和分压电阻使阳极、各打拿极和阴极间建立从高到低的电位分布。当闪烁光子入射到光阴极上，由于光电效应就会产生光电子，这些光电子受极间电场加速和聚焦，在各级打拿极上发生倍增(一个光电子最终可产生 $10^4 \sim 10^9$ 个电子)，最后被阳极收集。大量电子会在阳极负载上建立起电信号，通常为电流脉冲或电压脉冲，然后通过起阻抗匹配作用的射极跟随器，由电缆将信号传输到电子学仪器中去。

实用时常将闪烁体、光电倍增管、分压器及射极跟随器安装在一个暗盒中，统称探头；探头中有时在光电倍增管周围包以起磁屏蔽作用的屏蔽筒(如本实验装置)，以减弱环境中磁场的影响；电子仪器的组成单元则根据闪烁探测器的用途而异，常用的有高压电源，线性放大器，单道或多道脉冲分析器等。

单道脉冲幅度分析器(简称“单道”)是分析射线能谱的一种仪器。

所谓射线的能谱，是指各种不同能量粒子的相对强度分布；把它画到以能量 E 为横坐标，单位时间内测到的射线粒子数为纵坐标的图上是一条曲线。根据这条曲线，我们可以清楚地看到此种射线中各种能量的粒子所占的百分比。这一任务可以用单道或多道脉冲幅度分析器来完成。

那么，单道是如何测出能谱的？

我们知道闪烁探测器可将入射粒子的能量转换为电压脉冲信号，而信号幅度大小与入射粒子能量成正比。因此只要测到不同幅度的脉冲数目，也就得到了不同能量的粒子数目。由于 γ 射线与物质相互作用机制的差异，从探测器出来的脉冲幅度有大有小，单道就起到从中“数出”某一幅度脉冲数目的作用。

单道里有一个甄别电压 V_0 (此电压可以连续调节)，称为阈值，它就象一道屏障一样，将所有低于 V_0 的信号都挡住了，只有大于 V_0 的信号才能通过。但这样只解决了一半问题，因为在通过的信号中实验者只知道它们都比 V_0 高，具体的幅度还是不能确定。因此在单道中还有一个窗宽 ΔV ，使幅度大于 $V_0 + \Delta V$ 的脉冲亦被挡住，只让幅度为 $V_0 \sim V_0 + \Delta V$ 的信号通过(有的单道是 $V_0 - \Delta V/2 \sim V_0 + \Delta V/2$)；当我们把 ΔV 取得很小时，所通过的脉冲数目就可以看成是幅度为 V_0 的脉冲数目。

简单地讲，单道脉冲分析器的功能是把线性脉冲放大器的输出脉冲按高度分类：若线性脉冲放大器的输出是 $0 \sim 10V$ ，如果把它按脉冲高度分成 500 级，或称为 500 道，则每道宽度为 $0.02V$ ，也就是输出脉冲的高度按 $0.02V$ 的级差来分类。在实际测量能谱时，我们保持道宽 ΔV 不变(道宽的选择必须恰当，过大会使谱畸变，分辨率变坏，能谱曲线上实验点过少；道宽过小则使每道的计数减小，统计涨落增大，或者使测量时间相应增加)，逐点增加 V_0 ，这样就可以测出整个谱形。

上面所描述的情况可以称之为单道工作在微分状态下；当单道工作在积分状态下时，只要脉冲高度大于阈值电压单道就输出一个脉冲，即记录大于某一高度的所有脉冲数目。

单道是逐点改变甄别电压进行计数，测量不太方便而且费时，因而在本实验装置中采用了多道脉冲分析器。多道脉冲分析器的作用相当于数百个单道分析器与定标器，它主要由 $0 \sim 10V$ 的 A/D 转换器和存储器组成，脉冲经过 A/D 转换器后即按高度大小转换成与脉高成正比的数字输出，因此可以同时针对不同幅度的脉冲进行计数，一次测量可得到整个能谱曲线，既可靠方便又省时。

归结起来，闪烁探测器的工作可分为五个相互联系的过程：

- 1) 射线进入闪烁体，与之发生相互作用，闪烁体吸收带电粒子能量而使原子、分子电离和激发；
- 2) 受激原子、分子退激时发射荧光光子；
- 3) 利用反射物和光导将闪烁光子尽可能多地收集到光电倍增管的光阴极上，由于光电效应，光子在光阴

极上击出光电子；

- 4) 光电子在光电倍增管中倍增，数量由一个增加到 $10^4 \sim 10^9$ 个，电子流在阳极负载上产生电信号；
- 5) 此信号由电子仪器记录和分析。

3. NaI(Tl)单晶 γ 闪烁谱仪的主要指标

1) 能量分辨率：

由于单能带电粒子在闪烁体内损失能量引起的闪烁发光所放出的荧光光子数有统计涨落；一定数量的荧光光子打在光电倍增管光阴极上产生的光电子数目有统计涨落。这就使同一能量的粒子产生的脉冲幅度不是同一大小而近似为高斯分布。能量分辨率的定义是：

$$\eta = \frac{\Delta E}{E} \times 100\% \quad (1-7)$$

由于脉冲幅度与能量有线性关系,并且脉冲幅度与多道道数成正比,故又可以写为

$$\eta = \frac{\Delta CH}{CH} \times 100\% \quad (1-8)$$

ΔCH 为记数率极大值一半处的宽度 (或称半宽度), 记作 FWHM (Full Width at half maximum)。CH 为记数率极大处的脉冲幅度。

显然谱仪能量分辨率的数值越小, 仪器分辨不同的能量的本领就越高。而且可以证明能量分辨率和入射粒子能量有关。

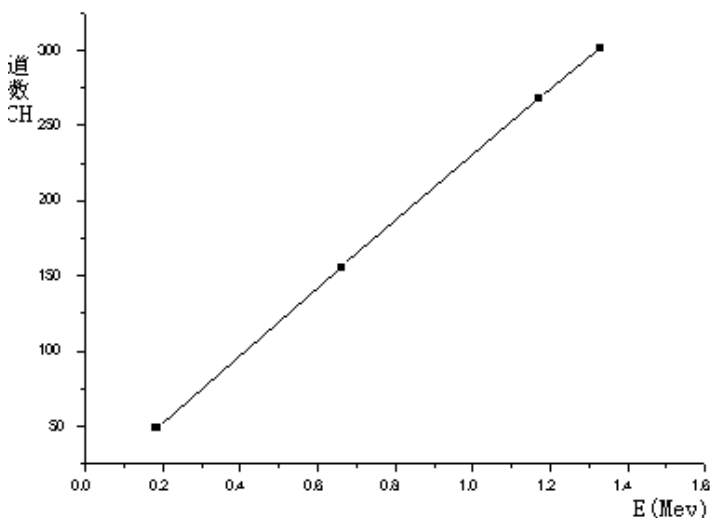
$$\eta = \frac{1}{\sqrt{E}} \times 100\% \quad (1-9)$$

通常 NaI(Tl)单晶 γ 闪烁谱仪的能量分辨率以 ^{137}Cs 的 0.661MeV 单能 γ 射线为标准, 它的值一般是 10% 左右, 最好可达 6~7%。

2) 线性

能量的线性就是指输出的脉冲幅度与带电粒子的能量是否有线性关系, 以及线性范围的大小。

NaI(Tl)单晶的荧光输出在 $150\text{KeV} < E_{\gamma} < 6\text{MeV}$ 的范围内和射线能量是成正比的。但是 NaI(Tl)单晶 γ 闪烁谱仪的线性好坏还取决于闪烁谱仪的工作状况。例如当射线能量较高时, 由于光电倍增管后几个联极的空间电荷影响, 会使线性变坏。又如脉冲放大器线性不好等等。为了检查谱仪的线性, 必须用一组已知能量的 γ 射线, 在相同的实验条件下, 分别测出它们的光电峰位, 作出能量—幅度曲线, 称为能量刻度曲线 (或能量校正曲线), 如右图所示。用最小二乘法进行线性回归, 线性度一般在 0.99 以上。对于未知能量的放射源, 由谱仪测出脉冲幅度后, 利用这种曲线就可以求出射线的能量。



3) 谱仪的稳定性：

谱仪的能量分辨率, 线性的正常与否与谱仪的稳定性有关。因此在测量过程中, 要求谱仪始终能正常

的工作，如高压电源，放大器的放大倍数，和单道脉冲分析器的甄别阈和道宽。如果谱仪不稳定则会使光电峰的位置变化或峰形畸变。在测量过程中经常要对 ^{137}Cs 的峰位，以验证测量数据的可靠性。为避免电子仪器随温度变化的影响，在测量前仪器必须预热半小时。

4. γ 全能谱图分析

当核辐射的能量全部耗尽在闪烁体内时，探测器输出脉冲幅度与入射粒子能量成正比，因此可以根据对脉冲幅度谱的分析来测定核粒子的能谱。

由于 ^{137}Cs 只放出单一能量的 γ 射线 ($E_\gamma = 0.662\text{MeV}$)，而此时 γ 射线能量小于正、负电子对的产生阈 1.02MeV ，故 ^{137}Cs 的 γ 射线与 NaI(Tl) 晶体的相互作用只有光电效应和康普顿散射两个过程。

NaI(Tl) 谱仪测得的 ^{137}Cs 的 γ 能谱如下页图所示，测得的 γ 能谱有三个峰和一个平台。最右边的峰 A 称为全能峰，这一脉冲幅度直接反映 γ 射线的能量即 0.662MeV ；上面已经分析过，这个峰中包含光电效应及多次效应的贡献，本实验装置的闪烁探测器对 0.662MeV 的 γ 射线能量分辨率为 7.5% 。

平台状曲线 B 是康普顿效应的贡献，其特征是散射光子逃逸后留下一个能量从 0 到 $E_\gamma/(1+1/4E_\gamma)$ 的连续的电子谱。

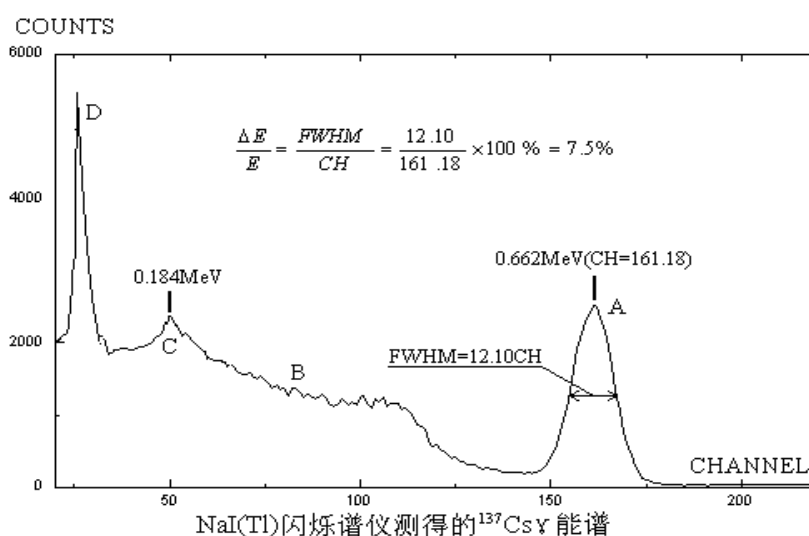
峰 C 是反散射峰。由 γ 射线透过闪烁体射在光电倍增管的光阴极上发生康普顿反散射或 γ 射线在源衬底及周围物质上发生康普顿反散射，而反散射光子进入闪烁体通过光电效应而被记录所致。这就构成反散射峰。

可以根据式(1—6)算出反散射峰能量为 $E'_\gamma(\theta = 180^\circ) \approx E_\gamma/(1+4E_\gamma) = 0.662/(1+4 \times 0.662) = 0.184\text{MeV}$ 。

峰 D 是 X 射线峰，它是由 ^{137}Cs 的 β 衰变体 ^{137}Ba 的 K 层特征 X 射线贡献的。 ^{137}Ba 的 0.662MeV 激发态在退激时，可能不发出 γ 射线，而是通过内转过程，打出 Ba 的 K 电子后造成 K 空位，外层电子跃迁后产生此 X 光子。

【实验步骤及内容】

1. 连接好实验仪器线路，经教师检查同意后接通电源。
2. 开机预热后，选择合适的工作电压使探头的分辨率和线性都较好。
3. 把 γ 放射源 ^{137}Cs 或 ^{60}Co 放在探测器前，调节高压和放大倍数，使 ^{60}Co 能谱的最大脉冲幅度尽量大而不超过多道脉冲分析器的分析范围。
4. 分别测 ^{137}Cs 和 ^{60}Co 的全能谱并分析谱形，指明光电峰、康普顿平台和反散射峰。
5. 利用多道数据处理软件对所测得的谱形进行数据处理，分别进行光滑化、寻峰、半宽度记录、峰面积计算、能量刻度、感兴趣区处理等工作并求出各光电峰的能量分辨率。
6. 根据实验测的相对于 0.662MeV 、 1.17MeV 、 1.33MeV 的光电峰位置，作 E—CH 能量定标曲线 (0.184MeV 的 ^{137}Cs 反散射峰也可记录在内)。
7. 对上一步骤所得结果进行最小二乘拟合，求出回归系数，并判断闪烁探测器的线性。



NaI(Tl)闪烁谱仪测得的 ^{137}Cs γ 能谱

- 定标曲线的应用：测量 ^{137}Cs 谱形，积累一定计数（0.662MeV 峰顶计数达到 3000 以上）后寻找反散射峰和康普顿峰，分别记下道数，并找出康普顿峰计数一半处的道位（对应 $\theta=180^\circ$ 的 Compton 反散射能量），利用上一步得到的能量定标曲线求出反散射光子的能量和反冲电子能量并与理论值相比较，计算百分误差，可以用公式（1—3）、（1—6）计算理论值。
- 选取 ^{137}Cs 的 0.662MeV 光电峰的一段谱形，试根据光滑化和寻峰的基本原理编制程序进行数据处理，对该段谱形光滑若干次后计算峰位。（选做）

【数据处理】

求定标曲线方程 $E = a + b \times CH$

根据最小二乘原理用线性拟合的方法可以得出：

$$a = \frac{1}{\Delta} \left[\sum_i CH_i^2 \cdot \sum_i E_i - \sum_i CH_i \cdot \sum_i (CH_i \cdot E_i) \right]$$

$$b = \frac{1}{\Delta} \left[n \sum_i (CH_i \cdot E_i) - \sum_i CH_i \cdot \sum_i E_i \right]$$

$$\Delta = n \sum_i CH_i^2 - \left(\sum_i CH_i \right)^2$$

可以采用二次五点法的光滑公式对谱形进行光滑处理，采用逐道比较法求峰位。

【思考题】

- 简单描述 NaI(Tl) 闪烁探测器的工作原理。
- 反散射峰是如何形成的？
- 若只有 ^{137}Cs 源，能否对闪烁探测器进行大致的能量刻度？
- NaI(Tl) 单晶 γ 闪烁谱仪的能量分辨率定义是什么？如何测量？能量分辨率与哪些量有关？能量分辨率的好坏有何意义？
- 为什么要测量 NaI(Tl) 单晶 γ 闪烁谱仪的线性？谱仪线性主要与哪些量有关？线性指标有何意义？

（2）核衰变的统计规律

【实验目的】

- 了解并验证原子核及放射性计数的统计性；
- 了解统计误差的意义，掌握计算统计误差的方法；
- 学习检验测量数据的分布类型的方法。

【实验仪器】

NaI(Tl) 闪烁探测器， γ 放射源 ^{137}Cs 或 ^{60}Co ，高压电源，放大器，多道脉冲幅度分析器。

【实验原理】

1. 放射性测量的随机性和统计性

在做重复的放射性测量中，即使保持完全相同的实验条件（例如放射性的半衰期足够长，因此在实

验时间内可以认为其强度基本上没有变化；源与计数器的相对位置始终保持不变；每次测量时间不变；测量仪器足够精确，不会产生其它的附加误差等等），每次的测量结果并不完全相同，而是围绕其平均值上下涨落，有时甚至有很大的差别，也就是说物理实验的测量结果具有偶然性，或者说随机性。物理测量的随机性产生原因不仅在于测量时的偶然误差，而且更是物理现象(当然包括放射性核衰变)本身的随机性质，即——物理量的实际数值时刻围绕着平均值发生微小起伏。在微观现象领域，特别是在高能物理实验中，物理现象本身的统计性更为突出。按照量子力学的原理，对处于同一个态的微观粒子，测量同一个可观测的物理量时，即使不存在任何测量误差，各次测量结果也会不同，除非粒子处于这个可观测的本征态；如同同一种粒子的寿命，其实测值分布在从相当短到相当长的范围内。

另一方面，所谓偶然的東西，是一种有必然性隐藏在里面的形式；我们正是要通过研究其统计分布规律从而找出在随机数据中包含的规律性。

2. 核衰变数的统计分布

放射性原子核衰变数的统计分布可以根据数理统计分布的理论来推导。放射性原子核衰变的过程是一个相互独立彼此无关的过程，即每一个原子核的衰变是完全独立的，与其他原子核是否衰变无关；因此放射性原子核衰变的测量计数可以看成是一种伯努里试验问题。在 N_0 个原子核的体系中，单位时间内对于每个原子核来说只有两种可能：A 类是原子核发生衰变，B 类是没有发生核衰变。

若放射性原子核的衰变常数为 λ ，设 A 类的概率为 $p = (1 - e^{-\lambda t})$ ，其中 $(1 - e^{-\lambda t})$ 为原子核发生衰变的概率；B 类的概率为 $q = 1 - p = e^{-\lambda t}$ 。

由二项式分布可以知道，在 t 时间内的核衰变数 n 为一随机变量，其概率 $P(n)$ 为

$$P(n) = \frac{N_0!}{(N_0 - n)!n!} p^n (1 - p)^{N_0 - n} \quad (2-1)$$

在 t 时间内，衰变粒子数为： $m = N_0 p = N_0 (1 - e^{-\lambda t})$ ，对应方根差为 $\sigma = \sqrt{N_0 p q} = \sqrt{m(1 - p)}$ 。假如 $\lambda t \ll 1$ ，即时间 t 远比半衰期小，这时 q 接近于 1，则 σ 可简化为 $\sigma = \sqrt{m}$ 。

在放射性衰变中，原子核数目 N_0 很大而 p 相对而言很小，且如果满足 $\lambda t \ll 1$ ，则二项式分布可以简化为泊松分布；因为此时 $m = N_0 p \ll N_0$ ，对于在 m 附近的 N 值可得到：

$$\frac{N_0!}{(N_0 - n)!} = N_0(N_0 - 1)(N_0 - 2) \cdots (N_0 - n + 1) \approx N_0^n$$

$$(1 - p)^{N_0 - n} \approx (e^{-p})^{N_0 - n} = e^{-pN_0}$$

代入(1)式并注意到 $m = N_0 p$ ，就得到

$$P(N) = \frac{N_0^n}{N!} p^n e^{-pN_0} = \frac{m^n}{N!} e^{-m} \quad (2-2)$$

即为泊松分布。可以证明，服从泊松分布的随机变量的期望值和方差分别为： $E(x) = m$ ， $\sigma^2 = m$ 。在核衰变测量中常数 $m = N_0 p$ 的意义是明确的：单位时间内， N_0 个原子核发生衰变概率 p 为 m/N_0 ，因此 m 是单位时间内衰变的粒子数。

现在讨论泊松分布中 N_0 很大从而使 m 具有较大数值的极限情况。在 n 较大时， $n!$ 可以写成 $n! = \sqrt{2\pi n} n^n e^{-n}$ 代入式 (2-2)，并记 $\Delta = n - m$ ，则有：

$$P(n) = \frac{m^n}{n!} e^{-m} \approx \frac{1}{\sqrt{2\pi m}} \left(\frac{m}{n}\right)^{n+1/2} e^{n-m} = \frac{e^\Delta}{\sqrt{2\pi m}} \frac{1}{(1+\Delta/m)^{m+\Delta+1/2}} \quad (2-3)$$

经过一系列数学处理，可以得到 $(1 + \frac{\Delta}{m})^{m+\Delta+1/2} \approx e^{\Delta + \frac{\Delta^2}{2m}}$ 。所以有：

$$P(N) = \frac{1}{\sqrt{2\pi m}} e^{-\frac{\Delta^2}{2m}} = \frac{1}{\sqrt{2\pi m}} \exp\left[-\frac{(n-m)^2}{2\sigma^2}\right] \quad (2-4)$$

式中 $\sigma^2 = m$ 。即当 N 很大时，原子核衰变数趋向于正态分布；可以证明 σ^2 和 m 就是高斯(正态)分布的方差和期望值。

需要指出的是，正态分布是一种非常重要的概率分布，在近代物理实验中，凡是属于连续型的随机变量几乎都属于正态分布。在自然界中，凡由大量的、相互独立的因素共同微弱作用下所得到的随机变量也都服从正态分布。即使有些物理量不服从正态分布，但它(或它的测量平均值)也往往以正态分布为它的极限分布，泊松分布就是一个很好的例子。

上面讨论原子核衰变的统计现象，下面我们分析在放射性测量中计数值的统计分布。可以证明，原子核衰变的统计过程服从的泊松分布和正态分布也适用于计数的统计分布，只需将分布公式中的放射性核衰变数 n 换成计数 N ，将衰变掉粒子的平均数 m 换成计数的平均值 M 就可以了。

$$P(N) = \frac{M^N}{N!} e^{-M} \quad (2-5)$$

$$P(N) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma}} e^{-\frac{(N-M)^2}{2\sigma^2}} \quad (2-6)$$

对于有限次的重复测量，例如测量次数为 A ，则标准偏差 S_x 为：

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^A (N_i - \bar{N})^2}{A-1}} \quad (2-7)$$

其中 $\bar{N} = M = \frac{1}{A} \sum_{i=1}^A N_i$ ，为测量计数的平均值。可以证明 \bar{N} 为正态分布期望值的无偏估计， S_x 为正态

分布方差的渐进无偏估计（即当 $N \rightarrow \infty$ ， $S_x \rightarrow \sigma^2$ ）。

当 A 足够大时， $\sigma = S_x = \sqrt{M}$ ，即 $\sigma^2 = M$ 。当 M 值较大时， σ^2 也可用某一次计数值 N 来近似，即 $\sigma^2 \approx N$ ， $\sigma \approx \sqrt{N}$ 。

由于核衰变的统计性，我们在相同条件下作重复测量时每次测量结果并不完全相同，围绕着平均计数值 M 有一个涨落，其大小可以用均方根差 σ 来表示。

众所周知，正态分布决定于平均值 M 及方差 σ 这两个参数，它对称于 $N = \bar{N}$ 。对于 $\bar{N} = 0$ ， $\sigma = 1$ 则称为标准正态分布：

$$n(z;0,1) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{z^2}{2}} \quad (2-8)$$

正态分布数值表都是对应于标准正态分布的。

如果对某一放射源进行多次重复测量，得到一组数据，其平均值为 \bar{N} ，那么计数值 N 落在 $\bar{N} \pm \sigma$ （即 $\bar{N} \pm \sqrt{\bar{N}}$ ）范围内的概率为：

$$\int_{\bar{N}-\sigma}^{\bar{N}+\sigma} P(N)dN = \int_{\bar{N}-\sqrt{\bar{N}}}^{\bar{N}+\sqrt{\bar{N}}} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(N-\bar{N})^2}{2\sigma^2}} dN \quad (2-9)$$

用变量 $z = \frac{N - \bar{N}}{\sigma}$ 来代换化成标准正态分布并查表，上式即为：

$$\int_{-1}^1 \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{z^2}{2}} dz = 0.683 \quad (2-10)$$

这就是说，在某实验条件下对某次测量若计数值为 N_1 ，则可以认为 N_1 落在 $\bar{N} \pm \sigma$ （即 $\bar{N} \pm \sqrt{\bar{N}}$ ）范围内的概率为 68.3%，或者说在 $N_1 \pm \sqrt{N_1}$ 范围内包含真值的概率是 68.3%。在实际运算中由于出现概率较大的计数值与平均值 \bar{N} 的偏差不大，我们可以用 $\sqrt{N_1}$ 来代 $\sqrt{\bar{N}}$ ；因此对于单次测量值 N_1 ，可以近似地说在 $N_1 \pm \sqrt{N_1}$ 范围内包含真值的概率是 68.3%，这样一来用单次测量值就大体上确定了真值的范围。

这种由于放射性衰变的统计性引起的误差称之为统计误差。由于放射性统计涨落服从正态分布，所以用均方根偏差（也称标准误差） $\sigma \approx \sqrt{N}$ 来表示。当采用标准误差表示放射性的单次测量值 N_1 时，则可以表示为： $N_1 \pm \sigma = N_1 \pm \sqrt{N} \approx N_1 \pm \sqrt{N_1}$ 。

用数理统计的术语来说，将 68.3% 称为“置信概率”（或“置信度”），相应的“置信区间”为 $\bar{N} \pm \sigma$ ；同理可证当“置信区间”为 $\bar{N} \pm 2\sigma$ 、 $\bar{N} \pm 3\sigma$ 时的置信概率为 95.5%、99.7%。

3. χ^2 检验法

放射性核衰变的测量计数是否符合正态分布或泊松分布或者其他的分布，是一个很重要的问题，牵涉到对随机变量的概率密度函数的假设检验问题。

简单地判断实验装置是否存在除统计误差外的偶然误差因素，可以计算平均值与子样方差，比较两者的偏离程度即可。而放射性衰变是否符合于正态分布或泊松分布，可由一组数据的频率直方图与理论正态分布或泊松分布比较得到一个感性认识。而 χ^2 检验法是从数理统计意义上给出了比较精确的判别准则。它的基本思想是比较理论分布与实测数据分布之间的差异，然后根据概率意义上的反证法即小概率事件在一次实验中不会发生的基本原理来判断这种差别是否显著，从而接受或拒绝理论分布。

设对某一放射源进行重复测量得到了 A 个数值，对它们进行分组，序号用 i 表示， $i=1, 2, 3 \dots m$ ，令：

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^m \frac{(f_i - f'_i)^2}{f'_i}$$

其中 m 代表分组数， f_i 表示各组实际观测到的次数， f'_i 为根据理论分布计算得到的各组理论次数。理论次数可以从正态分布概率积分表上查出各区间的正态面积再乘以总次数得到。

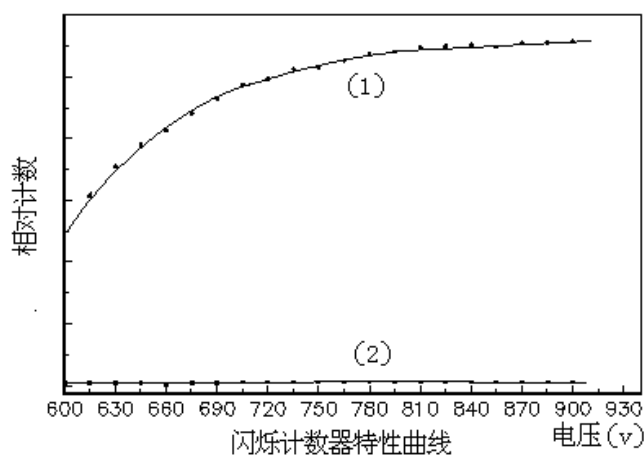
可以证明 χ^2 统计量服从 χ^2 分布，其自由度为 $m - l - 1$ ， l 是在计算理论次数时所用的参数个数：对于具有正态分布的自由度为 $m - 3$ ，泊松分布为 $m - 2$ 。与此同时， χ^2 分布的期望值即为其自由度： $\langle \chi^2 \rangle = \nu = m - l - 1$ 。得到根据实测数据算出的统计量 χ^2 后，比较的方法为先设定一个小概率 α ，既

显著水平，由 χ^2 分布表找拒绝域的临界值，若计算量 χ^2 落入拒绝域即 $\chi^2 \geq \chi^2_{1-\alpha}(m-l-1)$ ，则拒绝理论分布；反之则接受。

4. 闪烁探测器的坪曲线

在进行研究核衰变的统计规律实验时，绝对不能使工作条件（包括几何条件和探测器状态）有丝毫改变。但在实际情况下工作电压的少量漂移在所难免，因此需要测定 NaI(Tl)闪烁探测器的坪曲线，以确定合适的工作电压，即选择计数率随电压漂移变化较小的工作点。

坪曲线是入射粒子的强度不变时，计数器的计数率随工作电压变化的曲线。右图是由某次实验所得的闪烁计数器的坪曲线。曲线（1）是源计数率与工作电压关系；曲线（2）是本底计数率与工作电压关系，可以看出本底计数率相对很低。本底计数率主要是光电倍增管的暗电流、电子学噪声、宇宙射线、及环境辐射产生的。工作电压应选择源计数率随电压变化较小（曲线较平部分）以及源计数率高而本底计数率相对较低的电压，如在右图中，就可以选取 840v。



【实验步骤及内容】

1. 连接各仪器设备，对实验现象进行粗测，判断工作是否正常。
2. 测量 NaI(Tl)闪烁探测器的坪曲线：采取定时计数的方法（建议 $t=200$ 秒，以减小统计涨落）；可以从 $V=600V$ 开始， $\Delta V = 30V$ 改变工作电压；一般工作电压不宜超过 $1000V$ ，以免光电倍增管发生连续放电现象而减短使用寿命。

注意：①根据所得全能谱形的实际情况可以适当截去前面计数或峰形比较杂乱的几道；

②在实验中不得改变放射源和探测器的相对位置以及放大器的放大倍数，放大倍数的选取要注意当电压达到 $1000V$ 左右（即接近电压所取最大值）时谱形不得越出多道脉冲分析器的量程。

3. 根据坪曲线的实验结果选取适当的工作电压，并确定放大倍数使谱形在多道脉冲分析器上分布合理。
4. 工作状态稳定后，重复进行至少 100 次以上独立测量放射源总计数率的实验（建议进行 150~200 次，每次定时 15 或 20 秒），并算出这组数据的平均值。

【实验结果分析与数据处理】

1. 对所测数据分别计算平均值与子样方差，并求出标准误差，对实验装置是否存在统计误差以外的偶然误差因素作出判断。

2. 对测放射源所得数据作如下处理：

①作频率直方图

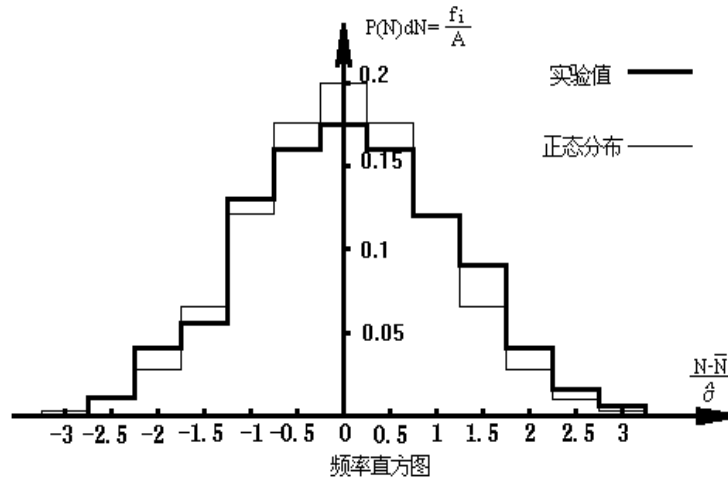
这是一种简单直观的检验方法。把一组测量数据按一定的区间分组，统计测量结果出现在各区间内的次数 f_i 或频率（ f_i /总次数 A ），以次数 f_i 或频率 f_i/A 为纵坐标，以测量值为横坐标，这样作出的图形在统计上称为频率直方图。将此图与理论的正态分布比较，就能粗略看放射性衰变的计数分布是否

是正态分布。

本实验中，测得 A 个数后，计算算术平均值 \bar{N} 和均方根差的估计值 S_x ：

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^A (N_i - \bar{N})^2}{A-1}}$$

(A 为总测量次数)，将平均值 \bar{N} 置于中央，以 $S_x/2$ 为组距把数据分组，算出相应的实验组频率 f_i/A ，以 $(N - \bar{N})/S_x$ 为横坐标，组频率为纵坐标，作直方图。



②画出相应的理论分布曲线

若计数值服从正态分布，则可算出以 $S_x/2$ 为组距的各个相应的理论组的频率 P'_i ，并画于图中。

$$P'_i = \frac{1}{\sqrt{2NS_x^2}} \exp\left[-\frac{(N - \bar{N})^2}{2S_x^2}\right] dN \quad (2-11)$$

令 $x = \frac{N - \bar{N}}{S_x}$ ，则 $P'_i = \frac{1}{\sqrt{2N}} \exp\left(-\frac{x^2}{2}\right) \frac{dN}{S_x}$ ；因 $dN = \frac{S_x}{2}$ ，故

$$P'_i = \frac{1}{2\sqrt{2N}} \exp\left(-\frac{x^2}{2}\right) \quad (2-12)$$

③计算测量数据落在 $\bar{N} \pm \sigma$ 、 $\bar{N} \pm 2\sigma$ 、 $\bar{N} \pm 3\sigma$ 范围内的频数，并与理论值作比较。

④对此组数据进行 χ^2 检验。

3. 作本底的实验及理论分布曲线，并对此作 χ^2 检验。

4. 正确表示测得的单次计数值与平均计数值。

【思考题】

1. 什么是坪曲线？谈谈坪曲线的测量在研究核衰变统计规律实验中的意义。
2. 什么是放射性核衰变的统计性？它服从什么规律？
3. σ 的物理意义是什么？以单次测量值 N 来表示放射性测量值时，为什么是 $N \pm \sqrt{N}$ ？其物理意义又是什么？
4. 为什么说以多次测量结果的平均值来表示放射性测量时，其精确度要比单次测量值高？

(3) γ 射线的吸收与物质吸收系数 μ 的测定

【实验目的】

- 1、了解 γ 射线与相互作用的特性；
- 2、了解窄束 γ 射线在物质中的吸收规律及其测量其在不同物质中的吸收系数。

【实验仪器】

γ 放射源 ^{137}Cs 和 ^{60}Co (强度 ≈ 2 微居里), 200 μm Al 窗 NaI(Tl)闪烁探头, 高压电源, 放大器, 多道脉冲幅度分析器, Pb、Cu、Al 吸收片若干。

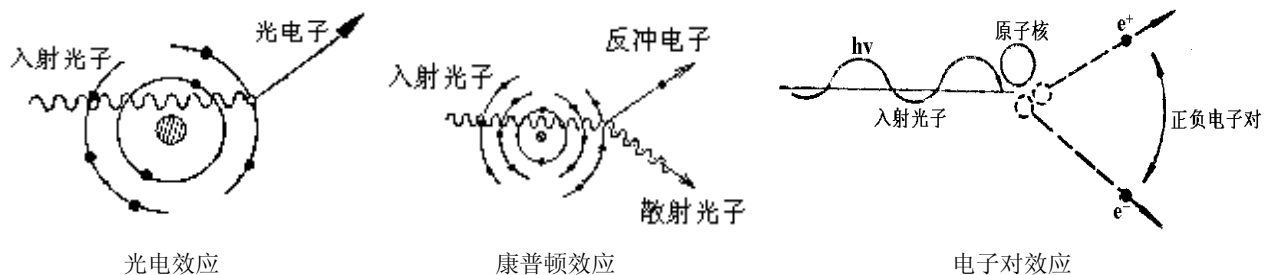
【实验原理】

γ 辐射是处于激发态原子核损失能量的最显著方式, γ 跃迁可定义为一个核由激发态到较低的激发态、而原子序数 Z 和质量数 A 均保持不变的退激发过程。带电粒子(α 或 β 粒子等)在一连串的多次电离和激发事件中不断地损失其能量, 而 γ 射线与物质的相互作用却在单次事件中便能导致完全的吸收或散射。简单地说, 光子(γ 射线)会与下列带电体发生相互作用: 1) 被束缚在原子中的电子; 2) 自由电子(单个电子); 3) 库仑场(核或电子的); 4) 核子(单个核子或整个核)。这些类型的相互作用可以导致下列三种效应中的一种: 1) 光子的完全吸收; 2) 弹性散射; 3) 非弹性散射。因此从理论上讲, γ 射线可能的吸收和散射有 12 种过程, 但在从约 10KeV 到约 10MeV 范围内, 大部分相互作用产生下列过程中的一种:

(1) 低能时以光电效应为主。一个光子把它所有的能量给予一个束缚电子; 核电子用其能量的一部分来克服原子对它的束缚, 其余的能量则作为动能;

(2) 光子可以被原子或单个电子散射到另一方向, 其能量可损失也可不损失。当光子的能量大大超过电子的结合能时, 光子与核外电子发生非弹性碰撞, 光子的一部分能量转移给电子, 使它反冲出来, 而散射光子的能量和运动方向都发生了变化, 即所谓的康普顿效应, 光子能量在 1MeV 左右时, 这是主要的相互作用方式;

(3) 若入射光子的能量超过 1.02MeV, 则电子对的生成成为可能。在带电粒子的库仑场中, 产生的电子对总动能等于光子能量减去这两个电子的静止质量能($2mc^2=1.022\text{MeV}$)。



从上面的讨论可以清楚地看到, 当 γ 光子穿过吸收物质时, 通过与物质原子发生光电效应、康普顿效应和电子对效应损失能量; γ 射线一旦与吸收物质原子发生这三种相互作用, 原来能量为 $h\nu$ 的光子就消失, 或散射后能量改变、并偏离原来的入射方向; 总之, 一旦发生相互作用, 就从原来的入射 γ 束中移去。 γ 射线与物质原子间的相互作用只要发生一次碰撞就是一次大的能量转移; 它不同于带电粒子穿过物质时, 经过许多次小能量转移的碰撞来损失它的能量。带电粒子在物质中是逐渐损失能量, 最后停止下来, 有射程概念; γ 射线穿过物质时, 强度逐渐减弱, 按指数规律衰减, 不与物质发生相互作用的光子穿过吸收层,

其能量保持不变，因而没有射程概念可言，但可用“半吸收厚度”来表示 γ 射线对物质的穿透情况。

本实验研究的主要是窄束 γ 射线在物质中的吸收规律。所谓窄束 γ 射线是指不包括散射成份的射线束，通过吸收片后的 γ 光子，仅由未经相互作用或称为未经碰撞的光子所组成。“窄束”一词是实验上通过准直器得到细小的束而取名。这里所说的“窄束”并不是指几何学上的细小，而是指物理意义上的“窄束”。即使射线束有一定宽度，只要其中没有散射光子，就可称之为“窄束”。

窄束 γ 射线在穿过物质时，由于上述三种效应，其强度就会减弱，这种现象称为 γ 射线的吸收。 γ 射线强度随物质厚度的衰减服从指数规律，即

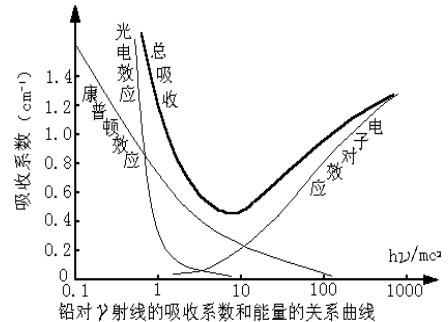
$$I = I_0 e^{-\sigma_r N x} = I_0 e^{-\mu x} \quad (3-1)$$

其中， I_0 、 I 分别是穿过物质前、后的 γ 射线强度， x 是 γ 射线穿过的物质的厚度（单位 cm）， σ_r 是光电、康普顿、电子对三种效应截面之和， N 是吸收物质单位体积中的原子数， μ 是物质的线性吸收系数（ $\mu = \sigma_r N$ ，单位为 cm^{-1} ）。显然 μ 的大小反映了物质吸收 γ 射线能力的大小。

需要说明的是，吸收系数 μ 是物质的原子序数 Z 和 γ 射线能量的函数，且：

$$\mu = \mu_{ph} + \mu_c + \mu_p$$

式中 μ_{ph} 、 μ_c 、 μ_p 分别为光电、康普顿、电子对效应的线性吸收系数；其中： $\mu_{ph} \propto Z^5$ 、 $\mu_c \propto Z$ 、 $\mu_p \propto Z^2$ （ Z 为物质的原子序数）。 γ 射线与物质相互作用的三种效应的截面都是随入射 γ 射线的能量 E_γ 和吸收物质的原子序数 Z 而改变。 γ 射线的线性吸收系数 μ 是三种效应的线性吸收系数之和。右图给出了铅对 γ 射线的线性吸收系数与 γ 射线能量的线性关系。



实际工作中常用质量厚度 R_m (g/cm^2)来表示吸收体厚度，以消除密度的影响。因此(3—1)式可表达为

$$I(R) = I_0 e^{-\mu_m R / \rho} \quad (3-2)$$

由于在相同的实验条件下，某一时刻的计数率 N 总与该时刻的 γ 射线强度 I 成正比，又对(3—2)式取对数得：

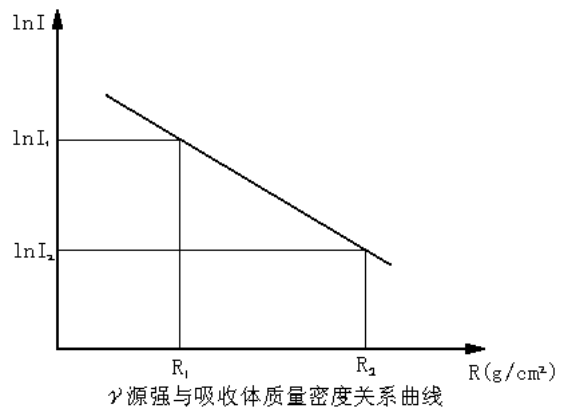
$$\ln N = -\frac{\mu_m}{\rho} R + \ln N_0 \quad (3-3)$$

由此可见，如果将吸收曲线在半对数坐标纸上作图，将得出一条直线，如右图所示。 μ_m / ρ 可以从这条直线的斜率求出，即

$$-\frac{\mu_m}{\rho} = \frac{\ln N_2 - \ln N_1}{R_2 - R_1} \quad (3-4)$$

物质对 γ 射线的吸收能力也经常用“半吸收厚度”表示。所谓“半吸收厚度”就是使入射的 γ 射线强度减弱到一半时的吸收物质的厚度，记作：

$$d_{1/2} = \frac{\ln 2}{\mu} = \frac{0.693}{\mu} \quad (3-5)$$

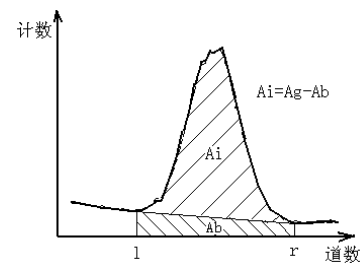


【实验内容与步骤】

1. 调整实验装置，使放射源、准直孔、闪烁探测器的中心位于一条直线上。
2. 在闪烁探测器和放射源之间加上 0、1、2 ……片已知质量厚度的吸收片（所加吸收片最后的总厚度要能吸收 γ 射线 70%以上），进行定时测量（建议 $t=1200$ 秒），并存下实验谱图。
3. 计算所要研究的光电峰净面积 $A_i=A_g-A_b$ ，这样求出的 A_i 就对应公式中的 $I_i \cdot N_i$ 。
4. 分别用作图法和最小二乘法计算吸收片材料的质量吸收系数。
5. 依照上述步骤测量 Pb、Al 对 ^{137}Cs 的 γ 射线（取 0.661MeV 光电峰）的质量吸收系数。
6. 测量 Pb、Al 对 ^{60}Co 的 γ 射线（取 1.17、1.33MeV 光电峰或 1.25MeV 综合峰）的质量吸收系数（选做）。
7. 利用 Al 对 ^{137}Cs 的 γ 射线（取 0.661MeV 光电峰）的质量吸收系数测 Al 片厚度。

【实验结果分析与数据处理】

前面已经提到，要求出材料对 γ 射线的质量吸收系数，必须先计算光电峰净面积 $A_i=A_g-A_b$ 。这里 A_g 为光电峰的毛面积，是峰谷之间（含峰谷）每道计数之和； A_b 为本底面积，是全能峰两边峰谷连线组成的直角梯形面积。如右图所示。



下面简单介绍介绍计算光电峰净面积的方法。

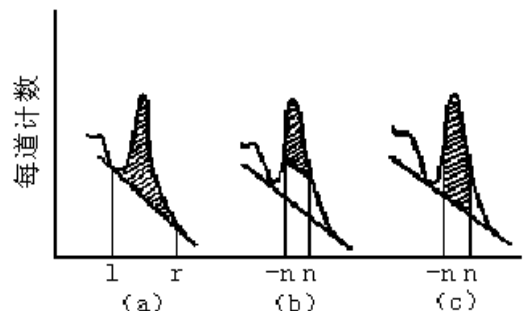
确定峰面积有很多方法，原则上可分两类，第一类叫计数相加法，即把峰内测到的各道计数按一定公式相加，方法简单，但只适于确定单峰面积；第二类叫函数拟合法，即将所测到的数据拟合与一个函数，然后积分这个函数得到峰面积，此方法比较准确，也适于重迭峰，但计算工作量较大。因为我们用以测吸收系数和测厚的是 ^{137}Cs 、 ^{60}Co 源的全能峰，峰形比较简单，为了计算方便，可采用计数相加法。

按照本底扣除和边界道选取方法的不同，计数相加法主要可分为以下几种方法，如下图所示。

1. 全峰面积法（TPA 法）

取两边峰谷 l 、 r ，把 l 道至 r 道的所以脉冲计数相加，本底以直线扣除。

这种方法的误差受本底扣除的方式及面积的影响较大；但该方法利用了峰内全部的脉冲数，受峰的漂移和分辨率变化的影响最小，同时也比较简单。



(a) TPA法 (b) Covell法 (c) Wasson法

2. Covell 法

该方法是在峰的前后沿上对称地选取边界道，并以直线连接峰曲线上相应于边界的两点，把此直线以下的面积作为本底扣除。

此方法提高了峰面积与本底面积的比值，结果受本底不确定的影响较小。但 n 的选择对结果的精度有较大的影响， n 选太大，失去采用道数较少的优点；若 n 选得太小每则有容易受峰漂和分辨率变化的影响，同时 n 太小则基线较高，从而降低了峰面积与本底面积的相对比值。

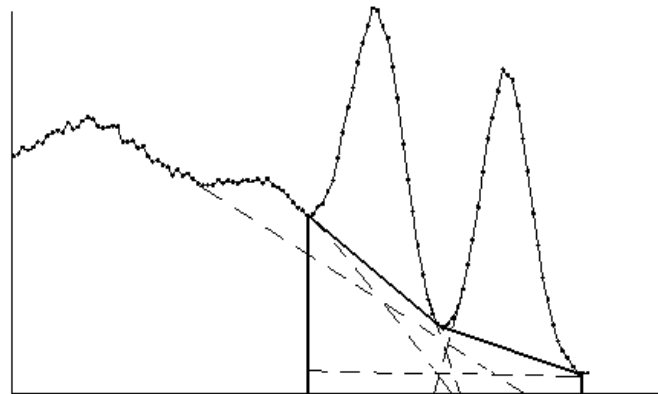
3. Wasson 法

该法边界道的取法与 Covell 法一样，但本底基线选择较低，与 TPA 法一样。

这一方法进一步提高了峰面积与本底面积的比值，本底基线的不准和计数统计误差对峰面积准确计

算的影响较小；而受分辨率变化的影响与 Covell 法相同，没有 TPA 法好。

此外， ^{60}Co 有 1.17MeV、1.33MeV 的双峰，本实验中可以分别进行实验，也可取它们的平均值 1.25MeV，并在本底的扣除中采用下图方式。



Co源双峰本底示意图

^{60}Co 1.17MeV、1.33MeV 两个光电峰相交处是两个峰的叠加，而每个峰都有其自己的康普坪，致使本底情况比较复杂。实际运算中分别确定两个峰的峰谷，连线成两个梯形作为本底比较近似。

在具体的实验数据处理中，我们推荐用 TPA 方法处理就可以了。其他两种方法了解一下就可以了。

【思考题】

1. 什么叫 γ 吸收？为什么说 γ 射线通过物质时无射程概念？谈谈对 γ 射线与物质相互作用机制的认识。
2. 通过对几种不同物质的吸收系数的计算，谈谈在辐射的屏蔽防护方面材料的选择问题。
3. 物质对 γ 射线的吸收系数与哪些因素有关？
4. 分析三种不同的本底扣除方法对实验结果误差的影响及原因。

(4) 单能电子物质阻止本领 $\frac{1}{\rho} \left(\frac{dE}{dx} \right)$ 和半吸收厚度的测定

【实验目的】

- 1、了解 β 粒子与物质相互作用的特性；
- 2、了解 β 粒子在物质中能量损失的方式；
- 3、测量单能电子在物质中的吸收规律。

【实验仪器】

半圆聚焦 β 磁谱仪， β 放射源 ^{90}Sr — ^{90}Y (强度 ≈ 1 毫居里)，定标用 γ 放射源 ^{137}Cs 和 ^{60}Co (强度 ≈ 2 微居里)， $200\mu\text{mAl}$ 窗 NaI(Tl) 闪烁探头，一定厚度的铝箔 ($50\mu\text{m}$, $300\mu\text{m}$, $400\mu\text{m}$, $500\mu\text{m}$)。

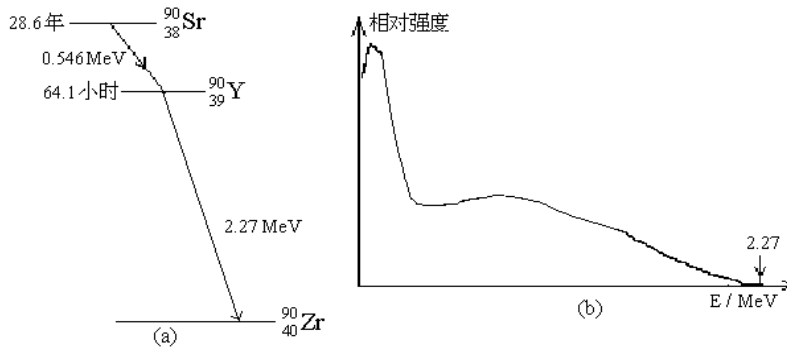
【实验原理】

1. β 衰变及 β 谱的连续性

放射性核素的原子核放射出 β 粒子而变为原子序数差 1、质量数相同的核素称为 β 衰变。测量 β 粒子的荷质比可知 β 粒子是高速运动的电子，其速度与 β 粒子的能量或动量有关。高能 β 粒子的速度可接

近光速：如 p_c 为 1MeV 时 $V=0.89C$ ，2MeV 时 $V=0.97C$ 。

β 衰变可以看成核中有一个中子转变为质子的结果，在发射 β 粒子的同时还发射出一个反中微子

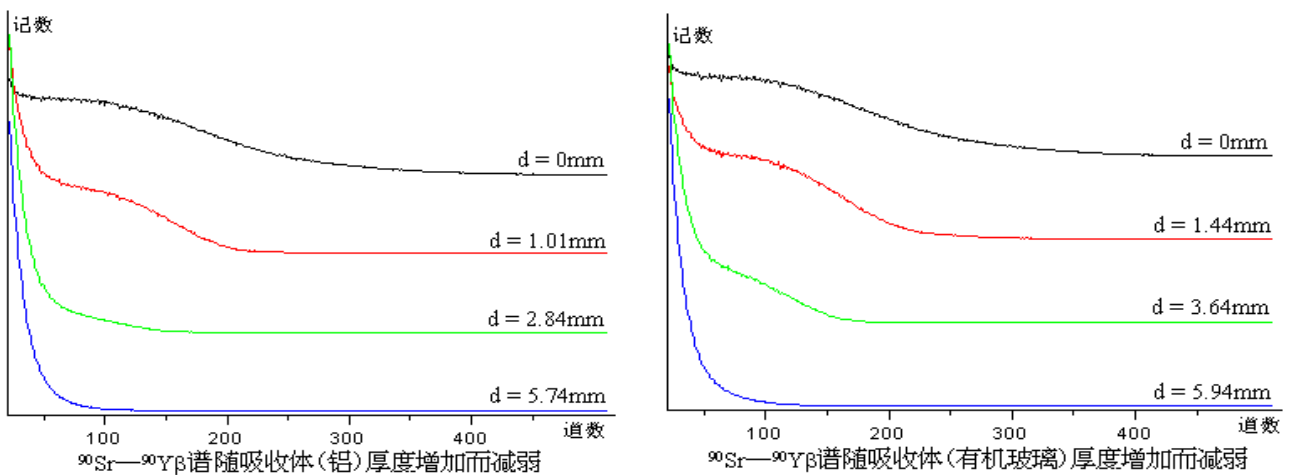


$\bar{\nu}$ 。中微子是一个静止质量近似为 0 的中性粒子。衰变中释放出的衰变能 Q 将被 β 粒子、反中微子 $\bar{\nu}$ 和反冲核三者分配；由于三个粒子之间的发射角度是任意的，所以每个粒子所携带的能量并不固定， β 粒子的动能可以在零至 Q 之间变化，

形成一个连续谱。图(a)为本实验所用的 $^{90}_{38}\text{Sr}-^{90}_{39}\text{Y}$ 源的衰变图。 $^{90}_{38}\text{Sr}$ 的半衰期为 28.6 年，它发射的 β 粒子最大能量为 0.546MeV。 $^{90}_{38}\text{Sr}$ 衰变后成为 $^{90}_{39}\text{Y}$ ， $^{90}_{39}\text{Y}$ 的半衰期为 64.1 小时，它发射的 β 粒子的最大能量为 2.27MeV。因而 $^{90}_{38}\text{Sr}-^{90}_{39}\text{Y}$ 源在 0 至 2.27MeV 的范围内形成一连续的 β 谱（如上图(b)所示），其强度随着动能的增加而减弱。

2. β 射线的防护

由于 β 是连续谱，因而一般近代物理实验中只测 β 粒子的吸收和散射。下面两张图显示了吸收体材料铝和有机玻璃对 β 谱（强度：1 毫居里）的吸收（测量时间已归一）。对于同一种吸收体， β 源越强所需屏蔽材料越厚；同一种 β 源，不同的吸收体对其阻挡的本领也是不同的。可以看到，吸收材料厚度为 5mm 时已经起到了很好的屏蔽作用。



3. β 粒子与物质的相互作用

β 射线（包括负电子和正电子）是轻带电粒子，电子与靶原子的作用类型主要有电离、激发、散射和韧致辐射，能量的损失主要由电离、激发和辐射引起。电子在物质中的径迹十分曲折。

1) 电离与激发

电子通过靶物质时，与核外电子的库仑场作用(非弹性碰撞)，把部分能量转移给核外电子，若这个能

量足以使核外电子克服原子核束缚而脱离，原子就被分离成一个自由电子和一个正离子，这个过程叫做电离。若传递给电子的能量比较少，但可使电子从低能级跃迁到较高能级上使整个原子处于激发态，这个过程叫作激发。

2) 散射与反散射

β 粒子与原子核发生作用，由于原子核的吸引，使 β 粒子的运动方向发生改变，这个过程叫散射。因电子的质量轻，散射角度可以很大，而且会受到多次散射，偏离原来的方向，最后散射角可以大于 90° ，此时称为反散射。

3) 韧致辐射

任何作加速运动的带电粒子都会以电磁波的形式辐射能量，这种辐射叫韧致辐射。

4. 能量损失的两种方式

i) 电离或激发都会使 β 粒子损失能量。电离损失是 β 粒子在物质中损失能量的重要方式。但由于入射电子质量与跟它发生作用的靶原子的轨道电子质量一样，所以一次碰撞可能损失很大能量（最大能量转移可为电子能量的一半，大多数情况下的平均能量转移为几个 keV）。碰撞后入射电子运动方向会有较大的改变。

由非弹性碰撞所引起的电子能量损失的表达式，在低能时为

$$\left(-\frac{dE}{dx} \right)_e = \frac{4\pi e^4}{m_0 v^2} NZ \left[\ln \frac{2m_0 v^2}{I} + 1.2329 \right] \quad (4-1)$$

在高能时，考虑相对论效应，表达式还要更复杂一些。电子的 $\left(-\frac{dE}{dx} \right)_e$ 与粒子的速度平方成反比，在能量相同的情况下，电子的速度比 α 粒子的速度大的多，因而电子的电离损失率比 α 粒子要小的多。因而它穿透物质的能力比 α 粒子大得多。

ii) 当 β 粒子受到原子核的静电作用，运动方向发生改变时， β 粒子处于加速状态，就会产生韧致辐射而损失能量。由韧致辐射引起的能量损失叫辐射损失。辐射损失是 β 粒子在物质中损失能量的另一种方式。

韧致辐射是 β 射线与物质相互作用的一个重要特点。据量子电动力学可以得出韧致辐射引起的辐射能量损失率有如下关系：

$$\left(\frac{-dE}{dx} \right)_{rad} \propto \frac{z^2}{m^2} Z^2 NE \quad (4-2)$$

式中 m 是入射粒子的质量， E 为入射粒子能量； z 和 Z 分别为入射粒子和靶物质的原子序数； N 为单位体积物质中的原子数。脚标 rad 表示辐射损失。从式中可以看出

- 辐射损失率与 z^2 成正比，与 m^2 成反比。
- 辐射损失率与 Z^2 成正比。表明电子打在重元素中，容易发生韧致辐射。这一特性对选择合适的材料来阻挡 β 粒子很重要。因为电离损失率与 Z 成正比，从电离损失考虑，采用高 Z 元素来阻挡 β 粒子，然而这会产生很强的韧致辐射，反而起不到防护作用，所以应采用低 Z 元素防护 β 粒子。
- 辐射损失率与粒子能量 E 成正比。

5. β 粒子（单能电子）的半吸收厚度

1) 半吸收厚度

快速带电粒子和物质作用时，由于把能量传给核外电子使物质的原子电离和激发，入射粒子的能量逐渐减少，速度越来越慢，最后就会停留在这种物质中，这种现象叫入射粒子被这种物质吸收了。入射粒子沿原来运动方向所能穿过的最大距离叫入射粒子在这种物质中的射程。一般以 R 表示（此时要注意射程与路程的区别）。

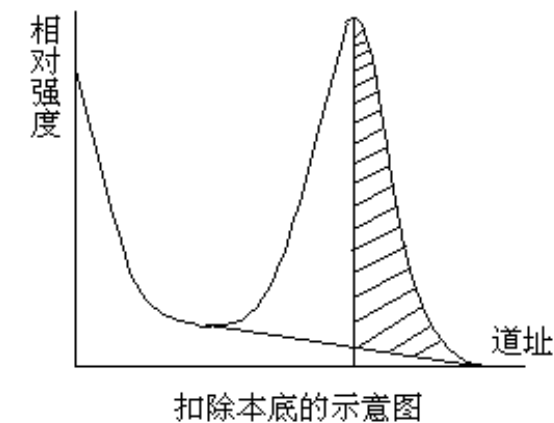
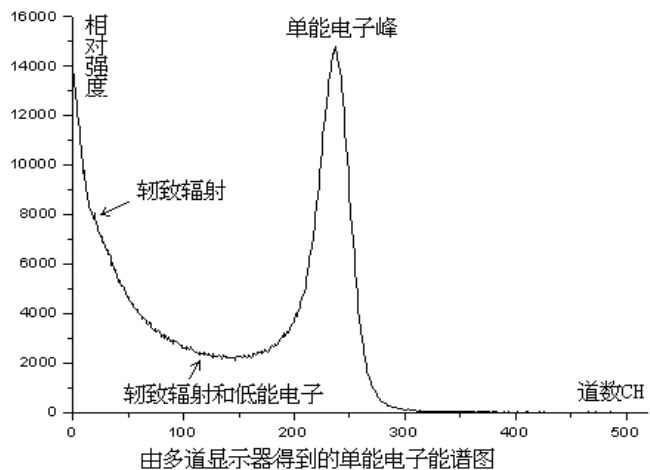
使 β 粒子的强度减弱一半（即 $I/I_0=1/2$ ）的吸收层厚度，称为半衰减层厚度或半吸收厚度，也可以称作半价层 $\Delta_{1/2}$ ，记做 $d_{1/2}$ 。射程与半吸收厚度之间有一定的比例关系，它们都能反映物质对 β 射线的吸收能力，所以测量半吸收厚度对于 β 射线的屏蔽具有实际意义。

实验中，采取逐渐增加吸收物质厚度，直到吸收强度减弱到无吸收片时的一半，从而确定此能量电子的半吸收厚度。

2) 实验方法

吸收强度的计数采用取峰位右侧总计数的方法。

在能损部分已提到，由于 β 粒子与物质相互作用时会发生轫致辐射产生 γ 光子，而 NaI(Tl)探测器对 γ 光子很灵敏，由轫致辐射产生 γ 光子同样被探测器记录。这部分 γ 的能量比较低，主要集中在能谱的前端，导致能谱前端上翘，如右图所示。

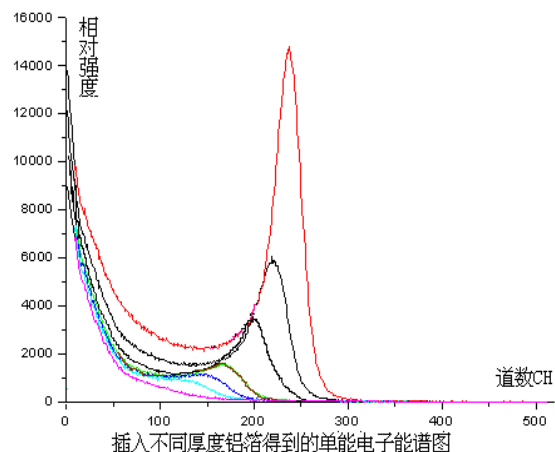


由于能量大于单能电子中心能量的那部分计数中受到轫致辐射及其它因素的影响很小，所以只取峰位右侧总计数，并从中减去本底作为 β 粒子的吸收强度。（如图中阴影部分所示）

6. 单一能量电子的获得

众所周知， β 射线的能谱是连续谱，如何获得单能电子呢？这里就应用到了本实验装置的 β 半圆聚焦磁谱仪来分离 β 射线获得单能电子。右图所示为探测器接收到的单能电子的谱形。谱形的前端翘起的部分主要是轫致辐射，中部凹下的一段是轫致辐射和低能电子，计数最高处为单能电子峰。

NaI(Tl)闪烁晶体探测器在不同的 ΔX 处接收到不同动量 $p = mv = eB\Delta X/2$ 的单能电子，固定探测器于某一 ΔX 处（即对应于某一能量的单能电子）时，可以在多道显示器上观察到出射电子的单能电子峰及在出射电子与探测器之间插入不同厚度铝箔时的能谱（如图所示）。由谱形可知， β 粒子经过吸收物质后不仅强度也在减小，能量降低。这点与 γ 射线是不同的。



7. 物质的阻止本领和 $\frac{1}{\rho} \left(\frac{dE}{dx} \right)$ 的测定的测定

阻止本领是用来描述入射带电粒子在介质中每单位路径长度上损失的平均能量的物理量，是研究带电粒子与物质相互作用的主要内容之一。

在一般能量范围内，如 $E < 10\text{MeV}$ ， β 射线在物质中，主要由电离、激发和韧致辐射损失能量，其中：碰撞阻止本领对应电离损失，记作 $\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{col}}$ ；辐射阻止本领对应辐射损失，记作 $\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{rad}}$ ；总阻止本领 $\left(\frac{dE}{dx} \right)$ 为 $\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{col}}$ 与 $\left(\frac{dE}{dx} \right)_{\text{rad}}$ 之和。为了消除密度的影响，常用质量阻止本领 $\frac{1}{\rho} \left(\frac{dE}{dx} \right)$ 。它的计算比较复杂，但可以通过实验，测得一定能量的单能电子在物质中的能量损失，从而求得总质量阻止本领 $\frac{1}{\rho} \left(\frac{dE}{dx} \right)$ 。

【实验步骤】

1. 打开电源，调节高压与放大到适当位置，稳定半小时左右（多道脉冲分析器总道数选在 512 道）；
2. 对探测器进行能量定标。首先测 ^{60}Co 的 γ 能谱，等 1.33MeV 全能峰的峰顶计数达到 1000 以上后（尽量减少统计涨落带来的误差），记录下 1.17MeV 和 1.33MeV 两个全能峰在多道能谱分析器上对应的道数 CH_2 、 CH_3 ；测 ^{137}Cs 的 γ 能谱，等 0.661MeV 全能峰的峰顶计数达到 1000 以上后记录其在多道能谱分析器上对应的道数 CH_1 。
3. 作能量-道数定标曲线。利用多道分析器的能量刻度功能在多道上刻度能量。
4. 把 γ 放射源 ^{137}Cs 和 ^{60}Co 从仪器上移开，打开机械泵抽真空。罩好有机玻璃罩，打开 β 放射源。
5. 把探测器置于合适位置，使单能电子峰位于 1~1.4MeV 的能量范围内。固定此位置，记录单能电子的能量。
6. 定时 600 秒，依次测量不加铝箔，加 50 μm ，300 μm ，350 μm ，400 μm ，450 μm ，500 μm 铝箔后单能电子的能谱图，记录右半峰总计数并将谱图保存。对于插入 50 μm 铝箔的能谱只需记录其峰位能量。
7. 实验结束后，把 β 放射源关上，高压降为零后关闭。

【数据处理】

本实验中单一能量 β 粒子的动能是通过 γ 射线对探测器的能量定标来确定的。因为探测器的 NaI(Tl)

闪烁晶体容易潮解，因此在其表面用了 200 μm 的铝来密封，此外还有 20 μm 的铝膜反射层。根据前面介绍的射线与物质相互作用的原理知道，这部分的铝对 γ 射线的能量并没有影响，只是使其强度稍为减弱；但却衰减了 β 射线能量，因此必须对多道测得的 β 射线能量给予修正（对真空室前的有机塑料薄膜可以不修正，为什么？）。

$E_1(\text{MeV})$	$E_2(\text{MeV})$	$E_1(\text{MeV})$	$E_2(\text{MeV})$	$E_1(\text{MeV})$	$E_2(\text{MeV})$
0.317	0.200	0.887	0.800	1.489	1.400
0.360	0.250	0.937	0.850	1.536	1.450
0.404	0.300	0.988	0.900	1.583	1.500
0.451	0.350	1.039	0.950	1.638	1.550
0.497	0.400	1.090	1.000	1.685	1.600
0.545	0.450	1.137	1.050	1.740	1.650
0.595	0.500	1.184	1.100	1.787	1.700
0.640	0.550	1.239	1.150	1.834	1.750
0.690	0.600	1.286	1.200	1.889	1.800
0.740	0.650	1.333	1.250	1.936	1.850
0.790	0.700	1.388	1.300	1.991	1.900
0.840	0.750	1.435	1.350	2.038	1.950

1. 单能电子的物质阻止本领 $\frac{1}{\rho} \left(\frac{dE}{dx} \right)$ 的测定

利用在出射电子与探测器之间插入 50 μm 铝箔后能峰的变化来计算单能电子的质量阻止本领，即求铝箔对能量为 $E = \frac{(E_0 + E_1)}{2}$ 的单能电子的物质阻止本领

$$\frac{1}{\rho} \left(\frac{dE}{dx} \right) = \frac{E_0 - E_1}{T\rho} \quad (4-3)$$

T 为铝箔厚度， ρ 为铝的密度。

要求：根据附录中给出的铝对不同能量电子阻止本领计算能量为 $E = \frac{(E_0 + E_1)}{2}$ 的单能电子的质量阻止本领的理论值，实验值与理论值比较，求相对误差。

附数据记录表格 ($T\rho=0.005\text{cm} \times 2.7\text{g}/\text{cm}^3=0.0135\text{g}/\text{cm}^2$)

铝箔厚度(μm)	单能电子能峰道址	E(MeV)	E(MeV)修正值	能量符号
0				E_0
50				E_1

2. 半吸收厚度的测量

记录无铝箔时的右半峰总计数，并记录依次插入 300 μm ，350 μm ，400 μm ，450 μm ，500 μm 铝箔后的右半峰总计数，用插值法求吸收强度降到一半所对应的铝箔厚度，与经验值比较，计算相对误差。

附数据记录表格

探测器前 Al 箔厚度(μm)	0	300	350	400	450	500
右半峰的总计数 $I_i(i=0,1,2,3,4,5)$						
扣除本底的计数 $I_i'(i=0,1,2,3,4,5)$						
$I_i'/I_0(i=1,2,3,4,5)$						

注：在此实验内容中，将没插入 Al 箔时电子计数作为 I_0 ，所以此时得到的能量值即可作为计算半吸收厚度理论值的能量，无需经过修正。半吸收厚度的经验值由附录数据经插值得。

【思考题】

1. 浅谈 β 射线与物质相互作用的类型。
2. 比较 γ 、 β 射线与物质相互作用机制的不同。
3. 通过本次实验谈谈你对 β 射线防护有哪些认识。

【附录】

1. 铝对不同能量(MeV)电子的阻止本领 ($\text{MeV}\cdot\text{cm}^2/\text{g}$)

E	0.35	0.40	0.45	0.50	0.55	0.60	0.65	0.70	0.75
$\frac{1}{\rho}\left(\frac{dE}{dx}\right)$	1.7517	1.6865	1.6381	1.6015	1.5735	1.5518	1.5348	1.5216	1.5113

E	0.80	0.85	0.90	0.95	1.00	1.25	1.50	1.75	2.00
$\frac{1}{\rho}\left(\frac{dE}{dx}\right)$	1.5034	1.4973	1.4927	1.4894	1.4872	1.4941	1.5010	1.5122	1.5233

2. 不同能量(MeV)电子在铝中半吸收厚度的经验值(μm)

E(MeV)	1.0	1.1	1.2	1.3	1.4
$d_{1/2}(\mu\text{m})$	300	390	420	450	480

(5) 验证快速电子的动量与动能的相对论关系

【实验目的】

本实验通过对快速电子的动量值及动能的同时测定来验证动量和动能之间的相对论关系。同时实验者将从中学习到 β 磁谱仪测量原理、闪烁计数器的使用方法及一些实验数据处理的思想方法。

【实验仪器】

真空、非真空半圆聚焦 β 磁谱仪， β 放射源 ^{90}Sr — ^{90}Y (强度 ≈ 1 毫居里)，定标用 γ 放射源 ^{137}Cs 和 ^{60}Co (强度 ≈ 2 微居里)， $200\mu\text{mAl}$ 窗 NaI(Tl)闪烁探头，数据处理计算机软件，高压电源，放大器，多道脉冲幅度分析器。

【实验原理】

经典力学总结了低速物理的运动规律，它反映了牛顿的绝对时空观：认为时间和空间是两个独立的观

念，彼此之间没有联系；同一物体在不同惯性参照系中观察到的运动学量(如坐标、速度)可通过伽利略变换而互相联系。这就是力学相对性原理：一切力学规律在伽利略变换下是不变的。

19世纪末至20世纪初，人们试图将伽利略变换和力学相对性原理推广到电磁学和光学时遇到了困难；实验证明对高速运动的物体伽利略变换是不正确的，实验还证明在所有惯性参照系中光在真空中的传播速度为同一常数。在此基础上，爱因斯坦于1905年提出了狭义相对论；并据此导出从一个惯性系到另一惯性系的变换方程即“洛伦兹变换”。

洛伦兹变换下，静止质量为 m_0 ，速度为 v 的物体，狭义相对论定义的动量 p 为：

$$p = \frac{m_0}{\sqrt{1-\beta^2}} v = mv \quad (5-1)$$

式中 $m = m_0 / \sqrt{1-\beta^2}$, $\beta = v/c$ 。相对论的能量 E 为：

$$E = mc^2 \quad (5-2)$$

这就是著名的质能关系。 mc^2 是运动物体的总能量，当物体静止时 $v=0$ ，物体的能量为 $E_0=m_0c^2$ 称为静止能量；两者之差为物体的动能 E_k ，即

$$E_k = mc^2 - m_0c^2 = m_0c^2 \left(\frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}} - 1 \right) \quad (5-3)$$

当 $\beta \ll 1$ 时，式(5-3)可展开为

$$E_k = m_0c^2 \left(1 + \frac{1}{2} \frac{v^2}{c^2} + \dots \right) - m_0c^2 \approx \frac{1}{2} m_0v^2 = \frac{1}{2} \frac{p^2}{m_0} \quad (5-4)$$

即得经典力学中的动量—能量关系。

由式(5-1)和(5-2)可得：

$$E^2 - c^2 p^2 = E_0^2 \quad (5-5)$$

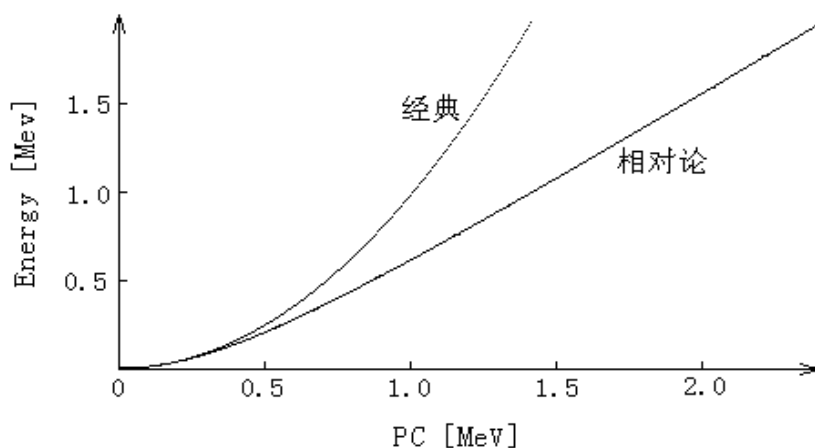
这就是狭义相对论的动量与能量关系。而动能与动量的关系为：

$$E_k = E - E_0 = \sqrt{c^2 p^2 + m_0^2 c^4} - m_0c^2 \quad (5-6)$$

这就是我们要验证的狭义相对论的动量与动能的关系。对高速电子其关系如图所示，图中 pc 用 MeV 作单位，电子的 $m_0c^2=0.511\text{MeV}$ 。式(5-4)可化为：

$$E_k = \frac{1}{2} \frac{p^2 c^2}{m_0 c^2} = \frac{p^2 c^2}{2 \times 0.511}$$

以利于计算。



【实验装置】

β 源射出的高速 β 粒子经准直后垂直射入一均匀磁场中($\vec{V} \perp \vec{B}$), 粒子因受到与运动方向垂直的洛伦兹力的作用而作圆周运动。如果不考虑其在空气中的能量损失(一般情况下为小量), 则粒子具有恒定的动量数值而仅仅是方向不断变化。粒子作圆周运动的方程为:

$$\frac{dp}{dt} = -ev \times B \quad (5-7)$$

e 为电子电荷, v 为粒子速度, B 为磁场强度。由式(5—1)可知 $p=mv$, 对某一确定的动量数值 P , 其运动速率为一常数, 所以质量 m 是不变的, 故

$$\frac{dp}{dt} = m \frac{dv}{dt}, \quad \text{且} \quad \left| \frac{dv}{dt} \right| = \frac{v^2}{R}$$

所以

$$p = eBR \quad (5-8)$$

式中 R 为 β 粒子轨道的半径, 为源与探测器间距的一半。

在磁场外距 β 源 X 处放置一个 β 能量探测器来接收从该处出射的 β 粒子, 则这些粒子的能量(即动能)即可由探测器直接测出, 而粒子的动量值即为: $p = eBR = eB\Delta X / 2$ 。由于 β 源 ${}^{90}_{38}\text{Sr}-{}^{90}_{39}\text{Y}$ ($0 \sim 2.27\text{MeV}$) 射出的 β 粒子具有连续的能量分布($0 \sim 2.27\text{MeV}$), 因此探测器在不同位置(不同 ΔX)就可测得一系列不同的能量与对应的动量值。这样就可以用实验方法确定测量范围内动能与动量的对应关系, 进而验证相对论给出的这一关系的理论公式的正确性。

【实验步骤】

1. 检查仪器线路连接是否正确, 然后开启高压电源, 开始工作;
2. 打开 ${}^{60}\text{Co}$ γ 定标源的盖子, 移动闪烁探测器使其狭缝对准 ${}^{60}\text{Co}$ 源的出射孔并开始记数测量;
3. 调整加到闪烁探测器上的高压和放大数值, 使测得的 ${}^{60}\text{Co}$ 的 1.33MeV 峰位道数在一个比较合理的位置(建议: 在多道脉冲分析器总道数的 $50\% \sim 70\%$ 之间, 这样既可以保证测量高能 β 粒子($1.8 \sim 1.9\text{MeV}$)时不越出量程范围, 又充分利用多道分析器的有效探测范围);
4. 选择好高压和放大数值后, 稳定 $10 \sim 20$ 分钟;
5. 正式开始对 NaI(Tl) 闪烁探测器进行能量定标, 首先测量 ${}^{60}\text{Co}$ 的 γ 能谱, 等 1.33MeV 光电峰的峰顶记数达到 1000 以上后(尽量减少统计涨落带来的误差), 对能谱进行数据分析, 记录下 1.17 和 1.33MeV 两个光电峰在多道能谱分析器上对应的道数 CH_3 、 CH_4 ;
6. 移开探测器, 关上 ${}^{60}\text{Co}$ γ 定标源的盖子, 然后打开 ${}^{137}\text{Cs}$ γ 定标源的盖子并移动闪烁探测器使其狭缝对准 ${}^{137}\text{Cs}$ 源的出射孔并开始记数测量, 等 0.661MeV 光电峰的峰顶记数达到 1000 后对能谱进行数据分析, 记录下 0.184MeV 反散射峰和 0.661MeV 光电峰在多道能谱分析器上对应的道数 CH_1 、 CH_2 ;
7. 关上 ${}^{137}\text{Cs}$ γ 定标源, 打开机械泵抽真空(机械泵正常运转 $2 \sim 3$ 分钟即可停止工作);

8. 盖上有有机玻璃罩，打开β源的盖子开始测量快速电子的动量和动能，探测器与β源的距离ΔX最近要小于9cm、最远要大于24cm，保证获得动能范围0.4~1.8MeV的电子；
9. 选定探测器位置后开始逐个测量单能电子能峰，记下峰位道数CH和相应的位置坐标X；
10. 全部数据测量完毕后关闭β源及仪器电源，进行数据处理和计算。

【数据处理】

1. β粒子动能的能量损失修正

β粒子与物质相互作用是一个很复杂的问题，如何对其损失的能量进行必要的修正十分重要。

①β粒子在Al膜中的能量损失修正

在计算β粒子动能时还需要对粒子穿过Al膜(220μm:200μm为NaI(Tl)晶体的铝膜密封层厚度,20μm为反射层的铝膜厚度)时的动能予以修正，计算方法如下。

设β粒子在Al膜中穿越Δx的动能损失为ΔE，则：

$$\Delta E = \frac{dE}{dx\rho} \rho \Delta x \quad (5-9)$$

其中 $\frac{dE}{dx\rho}$ ($\frac{dE}{dx\rho} < 0$) 是Al对β粒子的能量吸收系数, (ρ是Al的密度), $\frac{dE}{dx\rho}$ 是关于E的函数, 不同E情况下 $\frac{dE}{dx\rho}$

的取值可以通过计算得到。可设 $\frac{dE}{dx\rho} \rho = K(E)$ ，则 $\Delta E = K(E)\Delta x$ ；取 $\Delta x \rightarrow 0$ ，则β粒子穿过整个Al膜的能量损失为：

$$E_2 - E_1 = \int_x^{x+d} K(E) dx \quad (5-10); \quad \text{即} \quad E_1 = E_2 - \int_x^{x+d} K(E) dx \quad (5-11)$$

其中d为薄膜的厚度，E₂为出射后的动能，E₁为入射前的动能。由于实验探测到的是经Al膜衰减后的动能，所以经公式(4-9)可计算出修正后的动能(即入射前的动能)。下表列出了根据本计算程序求出的入射动能E₁和出射动能E₂之间的对应关系：

E ₁ (MeV)	E ₂ (MeV)	E ₁ (MeV)	E ₂ (MeV)	E ₁ (MeV)	E ₂ (MeV)
0.317	0.200	0.887	0.800	1.489	1.400
0.360	0.250	0.937	0.850	1.536	1.450
0.404	0.300	0.988	0.900	1.583	1.500
0.451	0.350	1.039	0.950	1.638	1.550
0.497	0.400	1.090	1.000	1.685	1.600
0.545	0.450	1.137	1.050	1.740	1.650
0.595	0.500	1.184	1.100	1.787	1.700
0.640	0.550	1.239	1.150	1.834	1.750
0.690	0.600	1.286	1.200	1.889	1.800
0.740	0.650	1.333	1.250	1.936	1.850
0.790	0.700	1.388	1.300	1.991	1.900
0.840	0.750	1.435	1.350	2.038	1.950

②β粒子在有机塑料薄膜中的能量损失修正

此外，实验表明封装真空室的有机塑料薄膜对β存在一定的能量吸收，尤其对小于 0.4MeV 的β粒子吸收近 0.02MeV。由于塑料薄膜的厚度及物质组分难以测量，可采用实验的方法进行修正。实验测量了不同能量下入射动能 E_k 和出射动能 E_0 (单位均为 MeV)的关系，采用分段插值的方法进行计算。具体数据见下表：

$E_k(\text{MeV})$	0.382	0.581	0.777	0.973	1.173	1.367	1.567	1.752
$E_0(\text{MeV})$	0.365	0.571	0.770	0.966	1.166	1.360	1.557	1.747

2. 数据处理的计算方法和步骤（举例说明）：

设对探测器进行能量定标（操作步骤中的第 5、6 步）的数据如下：

能量(MeV)	0.661	1.17	1.33
道数(CH)	158.8	283.2	321.0

实验测得当探测器位于 25cm 时的单能电子能峰道数为 220，求该点所得 β 粒子的动能、动量及误差，已知 β 源位置坐标为 10cm、平均磁场强度为 642.8 高斯(Gs)。

根据能量定标数据求定标曲线

已知： $E_1 = 0.661\text{MeV}$, $CH_1 = 158.8$ ； $E_2 = 1.17\text{MeV}$, $CH_2 = 283.2$ ； $E_3 = 1.33\text{MeV}$, $CH_3 = 321.0$ ；

根据最小二乘原理用线性拟合的方法求能量 E 和道数 CH 之间的关系：

$$E = a + b \times CH$$

可以推导，其中：

$$a = \frac{1}{\Delta} [\sum_i CH_i^2 \cdot \sum_i E_i - \sum_i CH_i \cdot \sum_i (CH_i \cdot E_i)]$$

$$b = \frac{1}{\Delta} [n \sum_i (CH_i \cdot E_i) - \sum_i CH_i \cdot \sum_i E_i]$$

$$\Delta = n \sum_i CH_i^2 - (\sum_i CH_i)^2$$

代入上述公式计算可得： $E = 0.00877 + 0.0041 \cdot CH$

2) 求 β 粒子动能

对于 X=25cm 处的 β 粒子：

①将其道数 220 代入求得的定标曲线，得动能 $E_2 = 0.9108\text{MeV}$ ，注意：此为 β 粒子穿过总计 220μm 厚铝膜后的出射动能，需要进行能量修正；

②在前面所给出的穿过铝膜前后的入射动能 E_1 和出射动能 E_2 之间的对应关系数据表中取 $E_2 = 0.9108\text{MeV}$ 前后两点作线形插值，求出对应于出射动能 $E_2 = 0.9108\text{MeV}$ 的入射动能 $E_1 = 0.9990\text{MeV}$

$E_1(\text{MeV})$	$E_2(\text{MeV})$
0.988	0.900
1.039	0.950

③上一步求得的 E_1 为 β 粒子穿过封装真空室的有机塑料薄膜后的出射动能 E_0 ，需要再次进行能量修正求出之前的入射动能 E_k ，同上面一步，取 $E_0=0.9990\text{MeV}$ 前后两点作线形插值，求出对应于出射动能 $E_0=0.9990\text{MeV}$ 的入射动能 $E_k=1.006\text{MeV}$ ；

$E_k(\text{MeV})$	0.973	1.173
$E_0(\text{MeV})$	0.966	1.166

$E_k=1.006\text{MeV}$ 才是最后求得的 β 粒子动能。

3) 根据 β 粒子动能由动能和动量的相对论关系求出动量 PC (为与动能量纲统一，故把动量 P 乘以光速，这样两者单位均为 MeV) 的理论值

由 $E_k = E - E_0 = \sqrt{c^2 p^2 + m_0^2 c^4} - m_0 c^2$ 得出：

$$PC = \sqrt{(E_k + m_0 c^2)^2 - m_0^2 c^4}$$

将 $E_k=1.006\text{MeV}$ 代入，得 $PCT=1.428\text{MeV}$ ，为动量 PC 的理论值。

4) 由 $P = eBR$ 求 PC 的实验值

β 源位置坐标为 10cm ，所以 $X=25\text{cm}$ 处所得的 β 粒子的曲率半径为： $R = (25 - 10)/2 = 7.5\text{cm}$ ；电子电量 $e = 1.60219 \times 10^{-19} \text{C}$ ，磁场强度 $B = 642.8\text{Gs} = 0.06428 \text{T}$ ，光速 $c = 2.99 \times 10^8 \text{m/s}$ ；所以：

$$PC = eBRC = 1.60219 \times 10^{-19} \times 0.06428 \times 0.075 \times 2.99 \times 10^8 \text{J}；$$

因为 $1\text{eV} = 1.60219 \times 10^{-19} \text{J}$ ，所以：

$$PC = BRC (\text{eV}) = 0.06428 \times 0.075 \times 2.99 \times 10^8 \text{eV} = 1441479 \text{eV} \approx 1.441 \text{MeV}$$

5) 求该实验点的相对误差 DPC

$$DPC = \frac{|PC - PCT|}{PCT} = \frac{|1.441 - 1.428|}{1.428} \times 100\% = 0.9\%$$

3. 关于非真空条件下的实验方法和数据处理

这一实验也可以在非真空状况下进行，同样可得到较为理想的结果。非真空条件下得到的单能电子峰与真空条件相比其分辨率明显变差，可能出现寻峰困难或不准的情况，建议在寻峰前先利用多道程序软件进行光滑化处理，可以较好地解决这一问题。在数据处理上要对电子在回转路径上因与空气发生相互作用而导致的能量损失进行修正，具体做法是对 E_k 进行电子在回转路径上与空气发生相互作用而导致的能量损失进行修正以得到最终的能量 E_k' 。

【思考题】

1. 试论述相对论效应实验的设计思想。
2. 本实验在寻求 P 与 ΔX 的关系时使用了一定的近似, 能否用其他方法更为确切地得出 P 与 ΔX 的关系?
3. 用 γ 放射源进行能量定标时, 为什么不需要对 γ 射线穿过 220 μm 厚的铝膜时进行“能量损失的修正”?
4. 为什么用 γ 放射源进行能量定标的闪烁探测器可以直接用来测量 β 粒子的能量?

【实验注意事项】

1. 闪烁探测器上的高压电源、前置电源、信号线绝对不可以接错;
2. 装置的有机玻璃防护罩打开之前应先关闭 β 源;
3. 应防止 β 源强烈震动, 以免损坏它的密封薄膜;
4. 移动真空盒时应格外小心, 以防损坏密封薄膜.

附录: 空气对 β 粒子的能量吸收系数 (取空气密度 $\rho = 1.290\text{mg}/\text{cm}^3$)

β 粒子能量(MeV)	$\frac{dE}{\rho dx} (\text{MeV} \cdot \text{cm}^2 / \text{g})$	$\frac{dE}{dx} (\text{MeV} \cdot / \text{cm})$
0.1	3.6294	4.682×10^{-3}
0.2	2.4703	3.187×10^{-3}
0.3	2.0871	2.692×10^{-3}
0.4	1.9070	2.460×10^{-3}
0.5	1.8087	2.333×10^{-3}
0.6	1.7510	2.259×10^{-3}
0.7	1.7159	2.214×10^{-3}
0.8	1.6945	2.186×10^{-3}
0.9	1.6819	2.170×10^{-3}
1.0	1.6752	2.161×10^{-3}
2.0	1.7140	2.211×10^{-3}

【参考文献】

1. RES 相对论效应实验谱仪实验指导书, 同济大学近代物理实验室, 2004 年 12 月.
2. 新编近代物理实验, 沙振舜, 黄润生主编, 南京大学出版社, 2002 年 4 月.
3. 近代物理实验, 张天喆, 董有尔主编, 科学出版社, 2004 年 1 月

实验 2 卢瑟福散射

卢瑟福散射实验是近代物理科学发展史中最具影响力的重要实验之一。在 1897 年，汤姆生(J.J. Thomson)发现了电子，而且知道了电子是原子的组成部分，但原子的内部结构却仍处于假想阶段。由于原子是中性的，电子带有负电荷，所以原子中还应带有带正电的部分。汤姆生提出一种原子模型，认为正电荷均匀地分布在整个原子球内，一定数目的电子“镶嵌”在这个球内或球面上。电子可以在它们的平衡位置附近振动，从而发出特定频率的电磁波，这就是汤姆生的原子模型。这似乎可以解释当时已观察到的原子光谱，但事实很快否定了这一模型。1909 年，卢瑟福(Lord Ernest Rutherford)和其合作者盖革(H. Geiger)与马斯顿(E. Marsden)所进行的 α 粒子散射实验则为另一种原子模型，即原子的核式模型(又称“行星模型”)的建立奠定了基础。

卢瑟福散射实验最重要的结果是发现大约有 1/8000 的 α 粒子散射角大于 90° ，甚至接近 180° ，即发现存在大角度散射。当卢瑟福试图用汤姆生模型解释这个实验结果时，他发现实验观察到在大角度上的散射截面是不能被解释的。在汤姆生模型中，正电荷分布于整个原子，因而在原子内部的任何位置上都不可能具有足够强的电场使 α 粒子发生大角度散射。为了证实该实验结果，卢瑟福认为原子中的正电荷不得不更紧密地集中在一起。通过他的对物理现象深刻的洞察力，最终提出了原子的核式模型。在该模型中，原子核的半径近似为 10^{-13}cm ，约为原子半径的 $1/10^5$ 。卢瑟福散射实验给了我们正确的有关原子结构的图像，是现代核物理的基石。

【实验目的】

1. 初步了解近代物理中有关粒子探测技术和相关电子学系统的结构，熟悉半导体探测器的使用方法；
2. 实验验证卢瑟福散射的微分散射截面公式；
3. 测量 α 粒子在空气中的射程（选做）。

【实验仪器】

真空散射室，真空泵，NIM 机箱与低压电源，TN-1032 型步进控制器。

【实验原理】

1. 瞄准距离与散射角的关系

卢瑟福把 α 粒子和原子都当做点电荷，并且假设两者之间的静电斥力是唯一的相互作用力。设一个 α 粒子以速度 v_0 沿 AT 方向入射，由于受到核电荷的库仑作用， α 粒子将沿轨道 ABC 出射。通常，散射原子的质量比 α 粒子质量大得多，可近似认为核静止不动。按库仑定律，相距为 r 的 α 粒子和原子核之间库仑斥力的大小为：

$$F = \frac{2Ze^2}{4\pi\epsilon_0 r^2} \quad (1)$$

式中 Z 为靶核电荷数。 α 粒子的轨迹为双曲线的一支，如图 1 所示。原子核与 α 粒子入射方向之间的垂直距离 b 称为瞄准距离(或碰撞参数)， θ 是入射方向与散射方向之间的夹角。

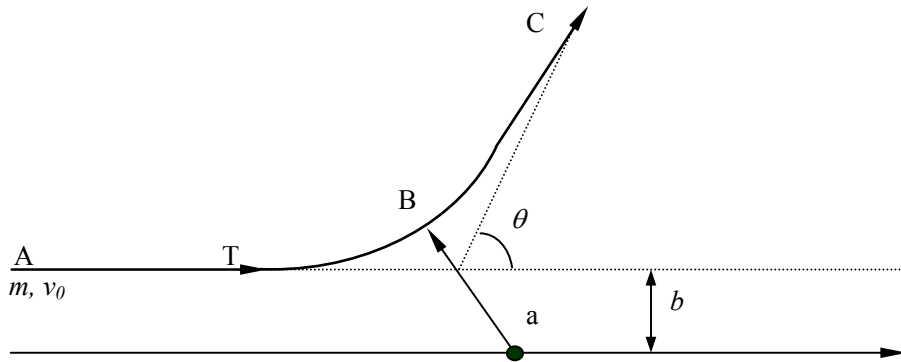


图 1. 散射角与瞄准距离的关系

由牛顿第二定律，可导出散射角与瞄准距离之间的关系为：

$$\operatorname{ctg} \frac{\theta}{2} = \frac{2b}{D} \quad (2)$$

其中，

$$D = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \frac{2Ze^2}{mv_0^2/2} \quad (3)$$

式中， m 为 α 粒子质量。

2. 卢瑟福微分散射截面公式

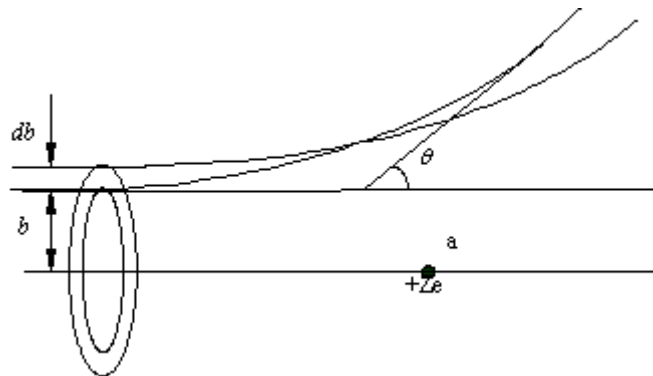


图 2. 入射 α 粒子散射到 $d\theta$ 角度范围内的几率

由散射角与瞄准距离的关系式(2)可见，瞄准距离 b 大，散射角 θ 就小；反之， b 小， θ 就大。只要瞄准距离 b 足够小， θ 就可以足够大，这就解释了大角度散射的可能性。但从实验上来验证式(2)，显然是不可能的，因为我们无法测量瞄准距离 b 。然而我们可以求出 α 粒子按瞄准距离 b 的分布，根据这种分布和式(1)，就可以推出散射 α 粒子的角分布，而这个角分布是可以直接测量的。

设有截面为 S 的 α 粒子束射到厚度为 t 的靶上。其中某一 α 粒子在通过靶时相对于靶中某一原子核 a 的瞄准距离在 $b \sim b+db$ 之间的几率，应等于圆心在 a 而圆周半径分别为 b 、 $b+db$ 的圆环面积与入射截面 S 之比。若靶的原子数密度为 n ，则 α 粒子束所经过的这块体积内共有 nSb 个原子核，因此，该 α 粒子相对于靶中任一原子核的瞄准距离在 b 与 $b+db$ 之间的几率为

$$dw = \frac{2\pi b db}{S} nSt = 2\pi t b db \quad (4)$$

这也就是该 α 粒子被散射到 θ 到 $\theta + d\theta$ 之间的几率，即落到角度为 θ 和 $\theta + d\theta$ 的两个圆锥面之间的几率。

由式(2)求微分可得：

$$b|db| = \frac{1}{2} \left(\frac{D}{2} \right)^2 \frac{\cos \theta / 2}{\sin^3 \theta / 2} d\theta \quad (5)$$

于是，

$$dw = \pi \left(\frac{D}{2} \right)^2 nt \frac{\cos \theta / 2}{\sin^3 \theta / 2} d\theta$$

另外，由角度为 θ 和 $\theta + d\theta$ 的两个圆锥面所围成的立体角为：

$$d\Omega = \frac{dA}{r^2} = \frac{2\pi r \sin \theta r d\theta}{r^2} = 2\pi \sin \theta d\theta$$

因此， α 粒子被散射到该范围内单位立体角内的几率为：

$$\frac{dw}{d\Omega} = \left(\frac{D}{4} \right)^2 nt \frac{1}{\sin^4 \theta / 2} \quad (6)$$

上式两边除以单位面积的靶原子数 nt 可得微分散射截面：

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{D}{4} \right)^2 \frac{1}{\sin^4 \theta / 2} = \left(\frac{1}{4\pi\epsilon_0} \right)^2 \left(\frac{Ze^2}{mv_0^2} \right)^2 \frac{1}{\sin^4 \theta / 2} \quad (7)$$

这就式著名的卢瑟福 α 粒子散射公式。

代入各常数值，以 E 代表入射 α 粒子的能量，得到公式：

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = 1.296 \left(\frac{2Z}{E} \right)^2 \frac{1}{\sin^4(\theta/2)} \quad (8)$$

其中， $d\sigma/d\Omega$ 的单位为 mb/sr ， E 的单位为 MeV 。

实验过程中，设探测器的灵敏面积对靶所张的立体角为 $\Delta\Omega$ ，由卢瑟福散射公式可知在某段时间间隔内所观察到的 α 粒子数 N 应是：

$$N = \left(\frac{1}{4\pi\epsilon_0} \right)^2 \left(\frac{Ze^2}{mv_0^2} \right)^2 nt \frac{\Delta\Omega}{\sin^4 \theta / 2} T \quad (9)$$

式中 T 为该时间内射到靶上的 α 粒子总数。由于式中 N 、 $\Delta\Omega$ 、 θ 等都是可测的，所以式(9)可和实验进行比较。由该式可见，在 θ 方向上 $\Delta\Omega$ 内所观察到的 α 粒子数 N 与散射靶的核电荷数 Z 、 α 粒子动能 $\frac{1}{2}Mv_0^2$ 及散射角 θ 等因素都有关。

对卢瑟福散射公式(8)或(9)，可以从以下几个方面加以验证。

- (1) 固定散射角，改变金靶的厚度，验证散射计数率与靶厚度的线性关系 $N \propto t$ 。
- (2) 更换 α 粒子源以改变 α 粒子能量，验证散射计数率与 α 粒子能量的平方反比关系 $N \propto 1/E^2$ 。

(3) 改变散射角，验证散射计数率与散射角的关系 $N \propto 1/\sin^4 \frac{\theta}{2}$ 。这是卢瑟福散射公式中最突出和最重要的特征。

(4) 固定散射角，使用厚度相等而材料不同的散射靶，验证散射计数率与靶材料核电荷数的平方关系 $N \propto Z^2$ 。由于很难找到厚度相同的散射靶，而且需要对原子数密度 n 进行修正，这一实验内容的难度较大。

在本实验指示书中，只涉及到第(3)方面的实验内容，这是卢瑟福散射理论最有力的验证。

【实验装置】

卢瑟福散射实验装置包括散射真空室部分、电子学系统部分和步进电机的控制系统部分。下面分别给以介绍。

1. 散射真空室的结构

散射真空室中主要包括有 α 放射源、散射样品台、 α 粒子探测器、步进电机及传动机构等。放射源为 ^{241}Am 或 ^{238}Pu 源， ^{241}Am 源主要的 α 粒子能量为5.486MeV， ^{238}Pu 源主要的 α 粒子能量为5.499MeV。真空室机械装置的结构见图3。

2. 电子学系统结构

为测量 α 粒子的微分散射截面，由式(9)，需测量在不同角度出射 α 粒子的计数率。所用的 α 粒子探测器为金硅面垒 Si(Au)探测器， α 粒子探测系统还包括电荷灵敏前置放大器、主放大器、计数器、

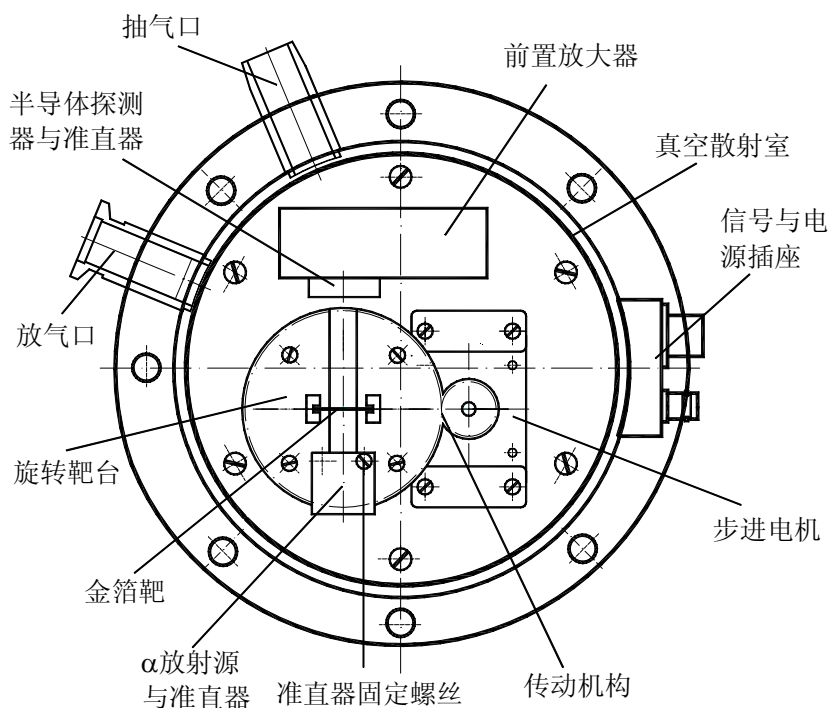


图3. 卢瑟福散射实验装置的机械结构

探测器偏置电源、NIM 机箱与低压电源等。此外，在系统的调试过程中，还可用脉冲信号发生器、示波器

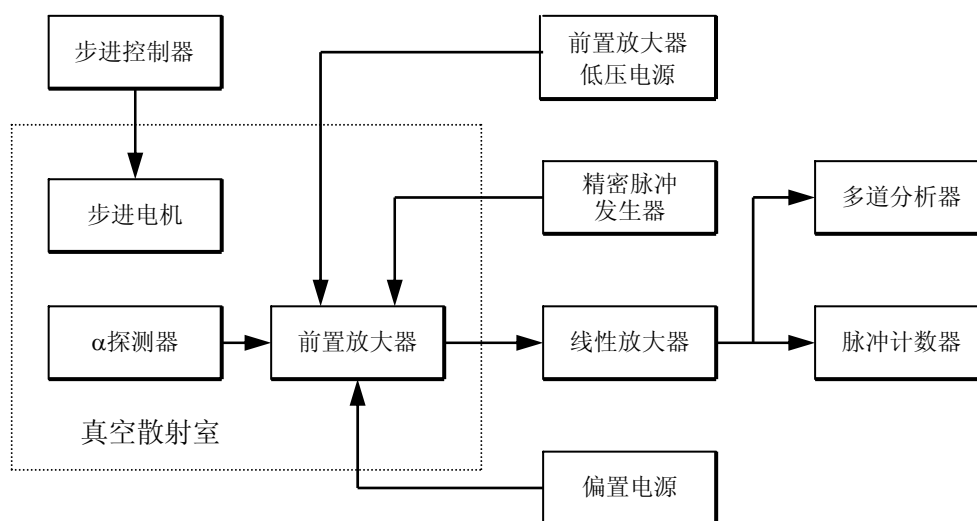


图 4. 卢瑟福散射装置中的电子学测量与控制系统框图

和多道分析器等。该电子学系统的结构如图 4。

3. 步进电机及其控制系统

在实验过程中，需在真空条件下测量不同散射角的出射 α 粒子计数率，这样就需要经常地变换散射角度。在本实验装置中利用步进电机来控制散射角 θ ，可使实验过程变得极为方便。不用每测量一个角度的数据便打开真空室转换角度，只需在真空室外控制步进电机转动相应的角度即可；此外，由于步进电机具有定位准确的特性，简单的开环控制即可达到所需精度的控制。

步进电机作为可以高精度定位的电动机，广泛应用于数控机床、机器人、计算机外设等要求定位精度的机器部件上。狭义的步进电机只是一个执行部件，需要与控制系统，功率驱动器及负载一起组成步进电机驱动系统，如图 5。

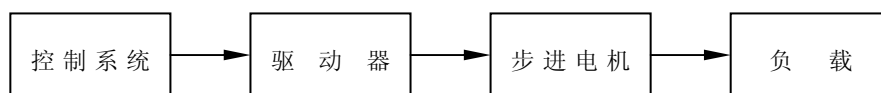


图 5. 步进电机驱动系统框图

【注意事项】

为了保障参与实验人员的人身安全和实验装置的安全，以下各条注意事项必须严格遵守：

1. 严禁拆卸 α 放射源准直器及其密封标志。

α 放射源准直器亦为放射源容器。为了实验者的人身安全，严禁拆卸 α 放射源准直器及其密封标志。能量为 5MeV 左右的 α 射线在空气中的射程很短，它还不能穿透人体的表皮。因此只要不将 α 放射源物质

吸入或食入体内，就不会对人体形成危害。在完成实验后，应用肥皂将手洗净。

2. 凡是在打开真空室盖之前，一定确认半导体探测器的偏置电源是关闭的。

实验装置所采用的金硅面垒探测器是光敏器件，当探测器处于光照的情况下，一定不要接通探测器偏置电源，否则可能损坏探测器。因此，在以下实验内容中，凡是在打开真空室上盖之前，一定确认半导体探测器的偏置电源是关闭的。

3. 升降探测器的偏置电压时动作要缓慢，严禁突然改变探测器偏置电压。

探测器偏置电压的突变会使前置放大器输入端场效应管的性能变坏直至失效。故在给探测器加偏置电压时，应先确认偏置电源的电压调节旋钮在电压最小位置，然后打开偏置电源开关，再加偏压；反之，在给探测器去偏置电压时，应首先将偏置电压调到最小，再关闭电源开关。加偏置电压时应缓慢升压，降偏压时也应缓慢降压，升降偏压的速度要求小于 20V/sec。

4. 探测器偏压不要超过 120V。

探测器的反向耐压在 150V 左右，使用中探测器的偏置电压最好不要超过 120V，以免损坏探测器。

【实验内容】

1. 观察真空室中样品台的旋转状况

打开真空室上盖，观察真空室内部结构，注意观察 α 放射源、金靶和半导体探测器的相对位置。改变步进电机控制器的 PUSH+键的位置，按 START 键，观察样品台的转动状况。改变步进角控制旋钮位置和步进电机控制器的其它按键，了解它们的作用，观察它们对样品台旋转的控制状况。确认散射靶台能双向自由转动 360°，并在转动中放射源准直器不与散射室中任何部件碰撞。

散射金靶由样品台上一高一矮两个有开槽的立柱所固定，当样品台沿一个方向旋转到 90°附近位置时，较高的立柱会阻挡该方向附近的散射 α 粒子，定义此时的 θ 角方向为 $-\theta$ 方向。而当样品架沿另一个方向旋转到 90°附近位置时，较矮的立柱不会阻挡该方向附近的散射 α 粒子，定义此时的 θ 角方向为 $+\theta$ 方向。测量散射 α 粒子计数时只在 $+\theta$ 方向上进行。

2. 检查电子学系统的工作状态

按电子学系统结构框图连接好导线，在确认接线无误并且探测器偏置电源开关是关闭的情况下，接通 NIM 机箱电源。调节主放大器参数为积分时间 $T_i = 0.5 - 1\mu\text{s}$ ，微分时间 $T_d = 0.5 - 1\mu\text{s}$ ，放大倍数粗调为 50 - 100 倍。

打开真空室上盖，在样品台上放上空靶架，接通步进电机电源。将样品台旋转到 $\theta = 0^\circ$ 附近位置，将放射源准直孔大致对准探测器准直孔，此时，由放射源发出的 α 粒子应能直接进入探测器。

盖上真空室上盖，拧紧螺栓，并接通真空泵电源将真空室抽真空。接通 α 粒子探测器的偏置电源，缓慢调节偏置电压旋钮使偏置电压加大，直到推荐值 80 - 100V。用示波器观察前置放大器和主放大器的输出是否正常，最后调节主放大器放大倍数至输出脉冲幅度大致为 5 - 6V。

3. 确定散射角 $\theta = 0^\circ$ 的物理位置

在 θ 为 -15° 到 $+15^\circ$ 范围内，每隔 1°测量一次直射 α 粒子计数，并作图。可以发现在 0°方向附近有一个计数峰，把峰值的位置确定为真正的物理 0°方向。

当样品台处于 0°时，将步进电机控制器上显示角度清零。此时，控制器上显示的角度就是转动样品

台的实际角度。

4. 测量无样品时的本底散射 α 粒子数

打开真空室上盖，在样品台上放置一个空靶架。这个空靶架与实际测量中装有金箔的靶架完全相同，只是未安装金箔靶。盖上真空室上盖，并抽真空，调节探测器偏置电压至推荐值。在不同的角度测量散射 α 粒子的本底计数。

5. 测量有样品时的散射 α 粒子计数

关闭探测器偏置电源和真空泵电源，对真空室缓慢放气。然后打开真空室，移去空靶架，换上金箔靶。盖上真空室上盖，拧紧螺栓，并抽真空。接通探测器的偏压电源，在不同的散射角上测量 α 散射粒子计数。

6. 数据处理

将实验步骤 3 和 4 中的计数测量值按同一测量时间归一，并将步骤 4 中测得计数减去 3 中计数，得到由金靶散射并去除本底的散射 α 粒子计数值。

计算每组数据的误差。以散射角为横坐标，散射计数为纵坐标作图。以函数形式
$$N = \frac{p_1}{\sin^4(\theta/2)}$$
 进行曲线拟合，并在同一坐标上画出拟合曲线。其中，N 为散射计数， p_1 为拟合参数。

【选做实验内容（测量 α 粒子在空气中的射程）】

1. 按照实验内容步骤 1-3，检查电子学系统的工作状态，确定散射角 $\theta=0^\circ$ 的物理位置，并将旋转样品台固定在 $\theta=0^\circ$ 位置上。当物理 0° 确定之后，在后面的实验过程中不再改变样品台的角度。

2. 打开真空室上盖，将放射源屏蔽体与旋转样品台的固定螺丝拧松，在滑槽中将 α 放射源屏蔽体向探测器方向移动，使其距离探测器最近。

3. 轻轻将放射源屏蔽体螺丝固定，并盖上真空室上盖，不抽真空，将探测器偏置电压加至推荐值。测量在一定时间内的 α 粒子计数。

4. 再次打开真空室上盖，拧松放射源屏蔽体与旋转样品台的固定螺丝，向远离探测器的方向移动探测器屏蔽体 3—4 mm。

5. 重复步骤 3 和 4，逐步改变 α 粒子源与探测器之间的距离，测量在相同时间内的 α 粒子计数。直到探测系统只测量到本底计数为止。注意，当探测系统探测到的 α 粒子计数开始减小时，需减小每次移动探测器的距离为 0.5—1 mm。

6. 计算每次测量数据的误差。以放射源与探测器之间的距离为横坐标，测量到的 α 粒子计数为纵坐标作图。

在本实验装置中， α 放射源表面与放射源屏蔽体表面的距离为 20mm，半导体探测器表面与探测器准直器表面的距离为 2.5mm。

7. 能量为 E(MeV) 的 α 粒子在空气中的射程 R(cm)可以按照以下经验公式计算：

$$R = 1.78 \times 10^{-4} \frac{1}{\rho} A^{\frac{1}{3}} E^{\frac{3}{2}}$$

式中，A 为介质的原子量， ρ 为介质的密度(g/cm^3)。

根据所用放射源中 α 粒子的主要能量计算 α 粒子在空气中的射程，并与实验测量结果比较。

【思考题】

1. ^{241}Am 或 ^{238}Pu 放射源发出的 α 粒子在空气中的射程是多少？
2. 卢瑟福散射实验中的实验数据误差应如何计算？
3. 在卢瑟福散射实验中如用多道分析器进行计数测量，应如何确定 ADC 上域和下域的取值？
4. 在 α 粒子的射程附近，为什么射程曲线是逐渐下降的？
5. 实验测量的 α 粒子射程与经验公式的计算结果相同吗？如果不同，试分析原因。

第三章 光学与光谱技术

实验 1 激光全息照像

【实验目的】

1. 学习全息照像的基本原理。
2. 学习静物菲涅尔法和像平面法的拍摄方法。
3. 完成菲涅尔全息的记录和再现。

【实验原理】

全息照像是六十年代发展起来的光的干涉、衍射等物理光学规律为基础的一项新的照像技术。1948年 D.Gabor (匈牙利人 1900- 1979) 为了提高电子显微镜的分辨率,提出了一种两步成像的方法。他称之为“波前再现照像术”,现在称之为“激光全息照像”。

光学全息照相由于全息照相能够把物体表面上发出的光波的全部信息(即光波的振幅和位相)记录下来,并能完全再现被摄物光波的全部信息,因此它在精密计量、无损检验、信息存贮和处理、遥感技术和生物医学等方面有着广泛的应用。

全息照相的基本原理是以波的干涉和衍射为基础的,对于其它波动过程,如红外、微波、X光以及声波、超声波等也可适用,故有相应的微波全息,X光全息、超声全息等,使全息技术发展成为科学技术上的一个新领域。

1. 全息记录

设光源发出的光是平面波,而物体反射的光到达记录介质时也可看成是平面波,这时反射光若和另一束光(称为参考光也是平面波)叠加,则记录介质上将出现一系列的杨氏干涉条纹。全息图像就是由这些杨氏干涉条纹组成的图像,它记录了物体各点反射的光到达记录介质时的位相差,利用这个位相差信息,我们就可以再现物体的图像。设 O 是来自物体投射到记录介质的单色光波(称之为物光)波场的每一点都是振幅和位相的函数,我们用:

$$O(x, y, z) = O_0(x, y, z)e^{i\varphi_0(x, y, z)} \quad (1)$$

表示波场每一点的复振幅,其中 $O_0(x, y, z)$ 表示振幅,而 $\varphi_0(x, y, z)$

表示位相。

同样我们把参考光也表示为:

$$R(x, y, z) = R_0(x, y, z)e^{i\varphi_0(x, y, z)} \quad (2)$$

记录介质上记录的是这两者的叠加,其各点的光强分佈为:

$$\begin{aligned}
I &= (R + O) \cdot (R^* + O^*) \\
&= OO^* + RR^* + OR^* + O^*R
\end{aligned} \tag{3}$$

其中 OO^* , RR^* 是物光和参考光单独投射到介质上时的光强, 而 $OR^* + O^*R$ 为干涉项。我们可以写成:

$$OR^* + O^*R = 2|O| \cdot |R| \cos(\varphi_O - \varphi_R), \text{ 它是一个复杂的光栅形式。}$$

2. 全息照相再现过程

曝光后的底版经过显影与定影后, 得到透光率各处不同(由曝光时间及光强分布决定)的全息片, 考虑振幅透射率 t (=透射光的复振幅 / 入射光的复振幅)是曝光量的函数, 选择合适的曝光量及冲洗条件, 可以使得 T 与曝光时的光强 I 之间为线性关系:

$$t = t_0 - \beta^* I \tag{4}$$

t_0 是未曝光部位的透射率, β 是一个小于 1 的比例常数。

波前再现是用照明光波照射已制好的全息片。照明光波必须是相干光, 一般仍用记录时所用的参考光。透射光波用 W 表示, 则有:

$$\begin{aligned}
W &= Rt = t_0 R - \beta IR \\
&= t_0 R - \beta(OO^* + RR^* + OR^* + O^*R)R \\
&= [t_0 - \beta(OO^* + RR^*)]R - \beta O |R|^2 - \beta O^* RR
\end{aligned} \tag{5}$$

W 代表照明光经过全息照片上复杂光栅衍射的结果。由于全息片上的复杂光栅的透射率是按余弦规律变化的, 光经过它衍射以后, 只能出现正一级或负一级的衍射光束。(5)式右边每一项代表一个衍射波。

第一项 $[t_0 - \beta(OO^* + RR^*)]R$ 是按一定比例重建的参考光, 沿原来方向传播, 即光栅的零级衍射。

第二项 $\beta O |R|^2$ 与物光振动方程完全一样, 只不过振幅乘了一个系数; 这便是按一定比例重建的物光波, 相当于一级衍射波。根据基尔霍夫衍射原理, 这一场分布决定了全息图后面的衍射空间有一个与原始物光波振幅和位相的相对分布完全相同的衍射波。正是这一光波形成了与物体完全逼真的三维立体图像, 从不同的角度去观察, 能看到原被遮住的侧面。

第三项 $\beta O^* RR$ 与物光波的共扼光波有关, 它是因衍射而产生的另一个一级衍射波, 称为孪生波, 它在有些情况下会形成一个发生畸变的, 并且在观察者看来物体的前后关系与实物相反的实像。

全息照相具有多次记录性, 用几束不同方向的参考光可以在同一张底版上分别记录几个不同的物体, 用相应方向的参考光可以分别再现各自独立、互不干涉的图像。如果一个物体的形状随时间发生变化, 那么若在同一张全息干版上相继进行两次重复曝光, 再现时, 前后两个全息图同时再现, 并且两个像的再现光之间会因干涉而形成干涉条纹。根据干涉条纹的分布可以计算物体表面各点位移的大小和方向。在此基

础上发展了一门新的测量物体微小变化的全息干涉技术。

常用的全息摄像法有菲涅尔法和像平面全息法。菲涅尔法有透射法和反射法两种。图 1 和图 2 是菲涅尔透射法的光路图，图 3 表示的是菲涅尔反射法的光路图。

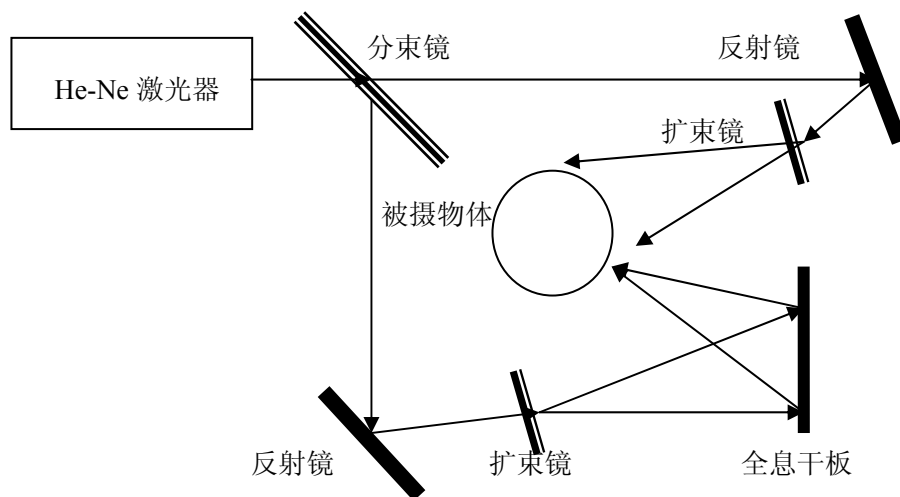


图 1 菲涅尔型全息照相的光路图

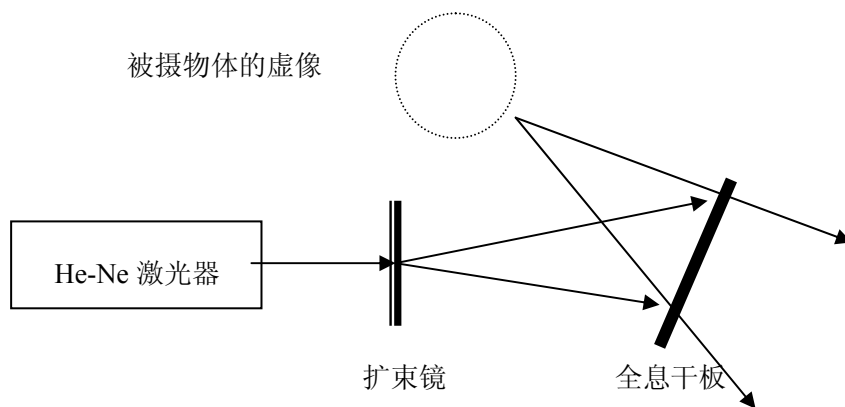


图 2 菲涅尔型全息图像再现的光路图

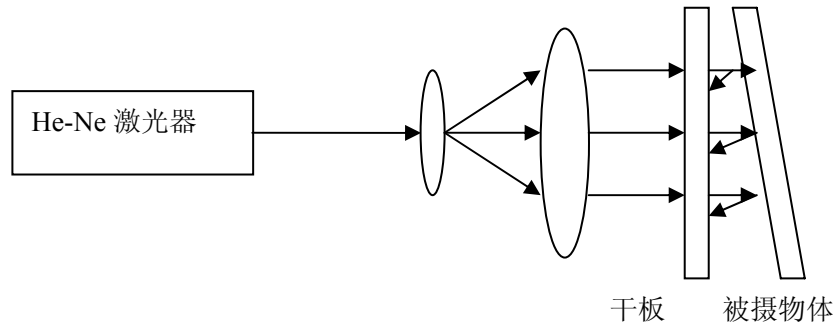


图3 反射法全息照相的光路图

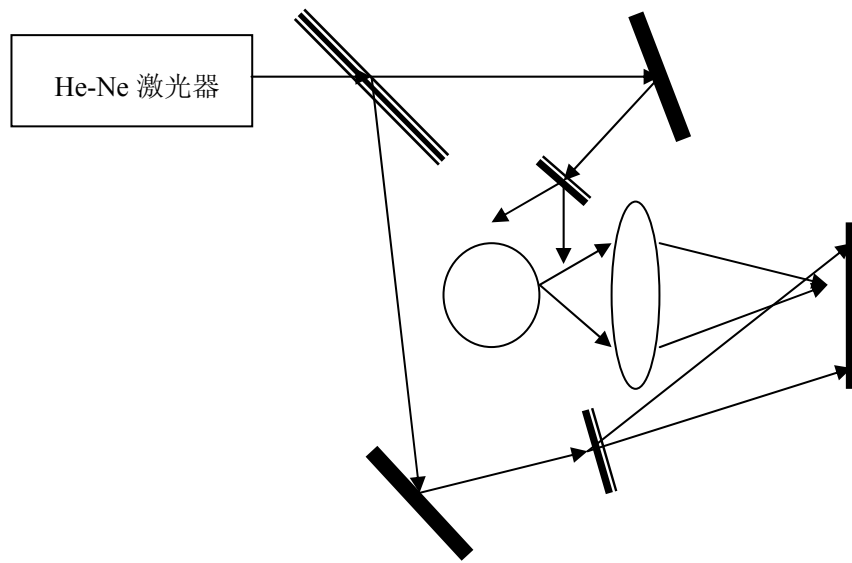


图4 像平面全息法照相的光路图

像平面全息法与菲涅尔法的主要区别是像平面法在被摄物体和感光版之间加了一块凸透镜，使被摄物体的实像成在感光版的附近，这样相当于使物体和感光版之间的距离非常小，从而减少了全息像的色散。这样的全息像可以在白光下再现，但这时再现的是物体的近似实像，所以立体感较差。

如果在图4的光路中，在被摄物体和凸透镜之间插入一个狭缝，就成为一步彩虹全息图。在白光的照射下，可以再现彩色的狭缝的象，故名为彩虹全息图。

【实验装置及拍摄要求】

(1) 试验装置

菲涅尔型全息照像和全息图再现的光路如图1和图2所示。其中使用的光学元件说明如下：

光源： 为保证相干性，全息照像要用激光器光源。常用的是 He-Ne 激光器，波长为 632.8nm ，惯于激光谱线有一定的宽度， $\Delta\lambda \approx 0.002\text{nm}$ ，相应的相干长度为 $L = \lambda^2 / \Delta\lambda = 20\text{cm}$ ，为保证物光和参考光发生干涉，参考光和物光的光程差不能超过相干长度，应尽量使两者相等。

分束镜： 把一束光分为两束，两束光的强度比是可调的，一般使物光的强度为参考光的 3-5 倍。

反射镜： 根据需要改变光束的方向。

扩束镜： 将激光束扩散为光锥。

全息感光板（又称干板）： 用以记录全息图像。分辨率为 3000 条/mm。

（2）拍摄要求

1、光源必须是相干光源

全息照相是根据光的干涉原理，所以要求光源必须有很好的相干性。He-Ne 激光器具有很好的空间相干性和时间相干性。

2、全息系统要具有稳定性

全息像片记录了物光和参考光的干涉条纹。这些条纹的间距很小，因此轻微的振动都会使这些干涉条纹模糊不清。因此整套装置都要固定在防震台上，并且在实验过程中要避免走动，说话等。

3、物光和参考光应满足光程差尽量小

两束光光程相等最好，最多不能超过 2cm。

4、使用高分辨率的全息底片

普通照相底板由于银化物的颗粒较粗，每毫米只能记录 50~100 个条纹，天津感光胶片场生产的 I 型全息干板，其分辨率可达每毫米 3000 条，能满足全息照相的要求。

5、全息照片的冲洗过程

须严格按照操作流程完成，全程在暗室操作，不得见光。

【实验内容】

1.全息记录

1) 按图 1 布置光路，根据被摄物体选择参考光路（a）或（b），并作如下调整：

（1）使各元件等高；

（2）使物光和参考光的光程大致相等；

（3）当参考光均匀照亮胶片夹上的白纸屏时，使被摄物体各部分得到均匀照亮，两光束夹角小于 30° ，使尽量多的物光射到屏上。

2) 曝光拍摄。满足上述要求后，取下白纸屏

（1）确定曝光时间，约为 2-20s；

（2）在暗室的暗绿灯下把全息干版夹在胶片夹上，感光药面朝着被摄物；

（3）静等 1—2min，待整个系统稳定后，打开光源进行曝光，曝光后取下干版，放入暗盒。

2. 全息照片的冲洗

在照相暗室中,可在暗绿灯下操作,整个过程不能用手摸药面。

- (1)用 D—19 显影液显影 2—3min, 显影温度为 20°C , 不断摇晃显影盆;
- (2)水洗后放在温度为 $19—20^{\circ}\text{C}$ 的停显液中 20-30s;
- (3)在温度为 $19-20^{\circ}\text{C}$ 的 F-5 定影液中定影 5min,定影过程中不断摇晃定影盆;
- (4)用自来水冲洗 1—2min, 晾干。

3. 物像再现与观察

把制作好的全息片放回原来位置(药面仍对着光), 遮住物光束, 只让参考光照明全息片, 在全息片后面原物所在的方位可以观察到物的虚像。通常把激光束直接扩束, 如图 3 所示。

- (1)从不同方向反复观察, 比较再现的像有何变化并记录观察结果;
- (2)用一张带有小孔的纸片贴近全息片, 人眼通过小孔观察虚像; 改变小孔在全息片上的不同位置做同样观察, 记录观察结果。
- (3)改变光的波长或再现光束的曲率, 观察再现像的变化, 记录观察结果。
- (4)改变再现光的强度, 再观察像的情况, 记录观察结果。

菲涅尔型全息像的再现,可用三种方式:

- (1) 用原参考光再现虚像。
- (2) 用与原参考光共轭的光再现虚像。
- (3) 用不扩束的激光束再现实像。

【思考题】

1. 根据理论和实验观察写出全息照相和通普照相的异同?
2. 全息物像再现有什么要求?
3. 如果一张拍好的全息片打碎了或部分污染了, 用其中一部分再现, 看到的是部分物像还是整个物像? 为什么?
4. 全息实验中为什么要求物光程和参考光光程尽量相等?
5. 像平面全息照片为什么可以用白光再现?

【参考资料】

1. 光学全息与信息处理, 于美文著, 国防工业出版社, 1984 年。
2. 近代物理实验, 沙振舜编著, 南京大学出版社, 2002 年。
3. 大学物理实验, 陈彦等编, 电子工业出版社, 2004 年。

实验2 黑体辐射

【实验目的】

- 1、掌握黑体辐射实验装置的结构和处理软件的使用；
- 2、验证黑体辐射定律；
- 3、学会测量一般发光光源的辐射能量曲线。

【实验仪器】

WGH-10 型黑体实验装置。

【实验原理】

黑体的基本理论

1. 黑体辐射

任何物体都有不断辐射、吸收、发射电磁波的本领，只要其温度在绝对零度以上，就向周围发射辐射，这称为温度辐射。并且辐射出去的电磁波在各个波段是不同的，也就是具有一定的谱分布。这种谱分布与物体的特性及其温度有关，因此被称之为热辐射，也叫温度辐射。黑体是一种完全的温度辐射体，即，任何非黑体所发射的辐射通量都小于同温度下的黑体发射的辐射通量；并且，非黑体的辐射能力不仅与温度有关，而且与其表面材料的性质有关。而黑体的辐射能力则仅与温度有关。黑体的辐射亮度在各个方向都相同，即黑体是一个完全的余弦辐射体。黑体，是科学家为了研究不依赖于物质具体特性的热辐射规律而理想定义的，作为热辐射的标准物体。辐射能力小于黑体，但辐射的光谱分布与黑体相同的温度辐射体称为灰体。

2. 黑体辐射定律

2.1 黑体辐射的光谱分布——普朗克辐射定律

此定律用光谱辐射度表示，其形式为：

$$E_{\lambda T} = \frac{C_1}{\lambda^5 (e^{\frac{C_2}{\lambda T}} - 1)} \quad (\text{瓦特/米}^3) \quad (1)$$

式中：第一辐射常数 $C_1 = 3.74 \times 10^{-16}$ (瓦 \times 米²)

第二辐射常数 $C_2 = 1.4398 \times 10^{-2}$ (米 \times 开尔文)

黑体光谱辐射亮度由下式给出：

$$L_{\lambda T} = \frac{E_{\lambda T}}{\pi} \quad (\text{瓦特/米}^3 \cdot \text{球面角}) \quad (2)$$

图1 给出了 $L_{\lambda T}$ 随波长变化的图形。

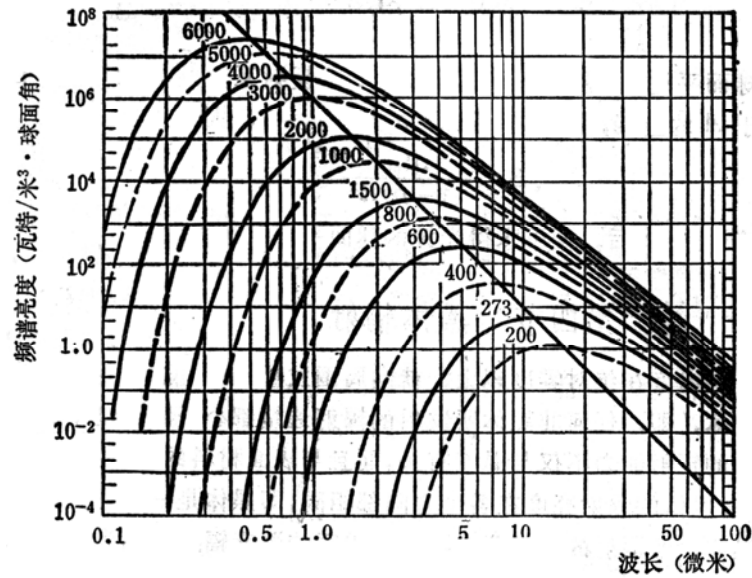


图 1 黑体的频谱亮度随波长的变化。每一条曲线上都标出黑体的绝对温度。

与诸曲线的最大值相交的对角直线表示维恩位移定律。

2.2 黑体的积分辐射——斯忒藩—玻尔兹曼定律

此定律用辐射度表示为：

$$E_T = \int_0^{\infty} E_{\lambda T} d\lambda = \delta T^4 \quad (\text{瓦特/米}^2) \quad (3)$$

T 为黑体的绝对温度， δ 为斯忒藩—玻尔兹曼常数，

$$\delta = \frac{2\pi^5 k^4}{15h^3 c^2} = 5.670 \times 10^{-8} \quad (\text{瓦/米}^2 \cdot \text{开尔文}^4) \quad (4)$$

其中，k 为玻尔兹曼常数，h 为普朗克常数，c 为光速。

由于黑体辐射是各向通行的，所以其辐射亮度与辐射度有关系

$$L = \frac{E_T}{\pi} \quad (5)$$

于是，斯忒藩—玻尔兹曼定律也可以用辐射亮度表示为

$$L = \frac{\delta}{\pi} T^4 \quad (\text{瓦特/米}^2 \cdot \text{球面度}) \quad (6)$$

2.3 维恩位移定律

光谱亮度的最大值的波长 λ_{\max} 与它的绝对温度 T 成反比，

$$\lambda_{\max} = \frac{A}{T} \quad (7)$$

A 为常数， $A=2.896 \times 10^{-3}$ (米×开尔文) $L_{\max}=4.10T^5 \times 10^{-6}$ (瓦特/米³·球面角·开尔文⁵)

在一定温度下，黑体的谱辐射亮度存在一个极值，这个极值的位置与温度有关。随温度的升高，绝对黑体

光谱亮度的最大值的波长向短波方向移动。

【实验装置】

1. 仪器的基本组成

WGH-10 型黑体实验装置，由光栅单色仪，接收单元，扫描系统，电子放大器，A/D 采集单元，电压可调的稳压溴钨灯光源，计算机及打印机组成。该设备集光学、精密机械、电子学、计算机技术于一体。（各部分的连线插头均唯一，不会出现插错现象）

2. 主机结构

主机部分有以下几部分组成：单色器，狭缝，接收单元，光学系统以及光栅驱动系统等。

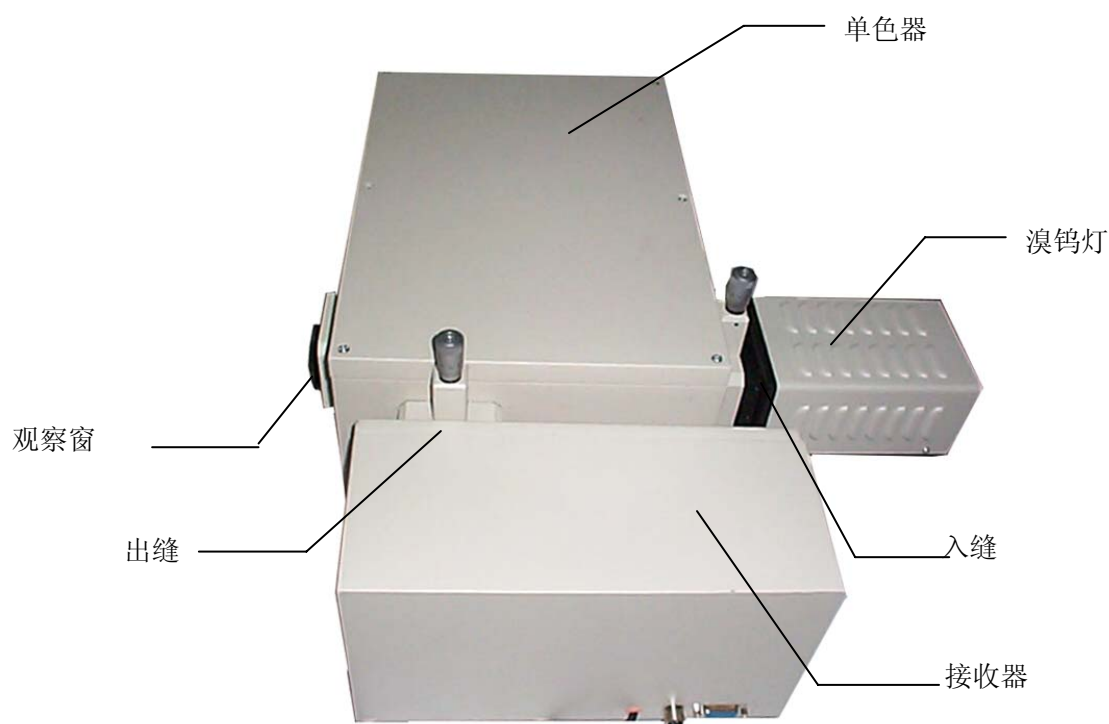


图 2 WGH-10 型黑体实验装置

2.1 狭缝

狭缝为直狭缝，宽度范围 0—2.5mm 连续可调，顺时针旋转为狭缝宽度加大，反之减小，每旋转一周狭缝宽度变化 0.5mm。为延长使用寿命，调节时注意最大不超过 2.5mm，平日不使用时，狭缝最好开到 0.1—0.5mm 左右。

为去除光栅光谱仪中的高级次光谱，在使用过程中，操作者可根据需要把备用的滤光片插入入缝插板上。

2.2 仪器的光学系统

光学系统采用 C—T 型，如图 3：

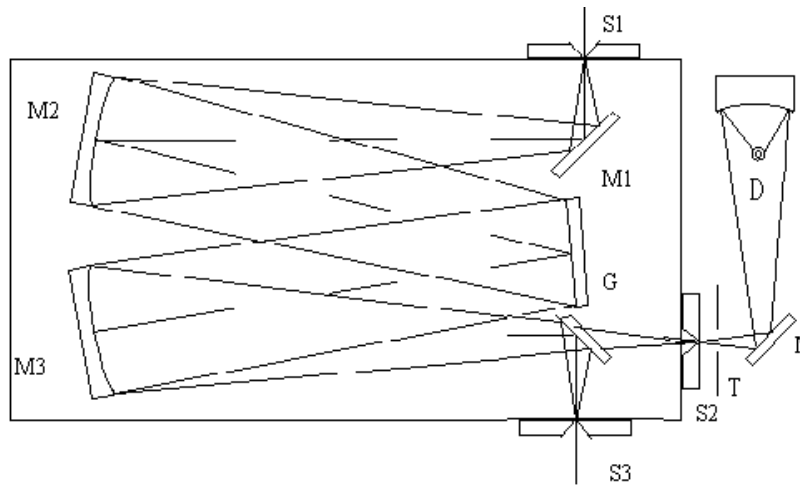


图3 光学原理图

M1 反射镜、M2 准光镜、M3 物镜，M4 反射镜、M5 深椭球镜

G 平面衍射光栅、S1 入射狭缝、S2，S3 出射狭缝、T 调制器

入射狭缝、出射狭缝均为直狭缝，宽度范围 0—2.5mm 连续可调，光源发出的光束进入入射狭缝 S1，S1 位于反射式准光镜 M2 的焦面上，通过 S1 射入的光束经 M2 反射成平行光束投向平面光栅 G 上，衍射后的平行光束经物镜 M3 成象在 S2 上。经 M4、M5 会聚在光电接受器 D 上。

M2、M3 焦距 302.5mm

光栅 G 每毫米刻线 300 条 闪耀波长 1400nm

滤光片工作区间： 第一片 800—1000nm 第二 1000—1600nm 第三片 1600—2500nm

2.3 仪器的机械传动系统

仪器采用如图 4 (a) 所示“正弦机构”进行波长扫描，丝杠由步进电机通过同步带驱动，螺母沿丝杠轴线方向移动，正弦杆由弹簧拉靠在滑块上，正弦杆与光栅台连接，并绕光栅台中心回转，如图 4 (b)，从而带动光栅转动，使不同波长的单色光依次通过出射狭缝而完成“扫描”。

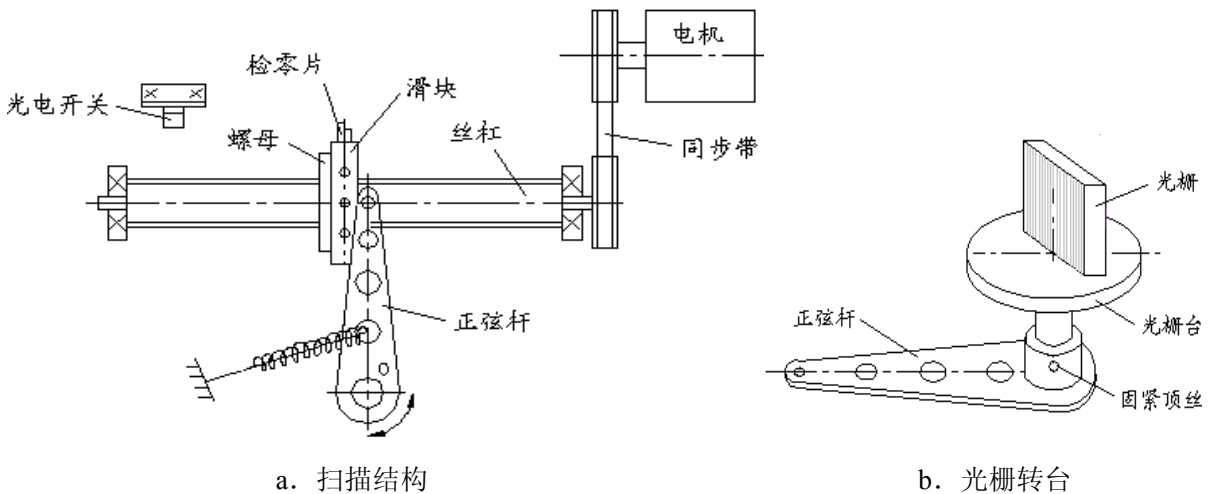


图4 扫描结构图及光栅转台图

2.4 溴钨灯光源

标准黑体应是黑体实验的主要设置，但购置一个标准黑体其价格太高，所以本实验装置采用稳压溴钨灯作光源，溴钨灯的灯丝是用钨丝制成，钨是难熔金属，它的熔点为 3665°C 。

钨丝灯是一种选择性的辐射体，它产生的光谱是连续的，它的总辐射本领 R_T 可由下式求出：

$$R_T = \varepsilon_T \sigma T^4 \quad (8)$$

式中 ε_T 为温度 T 时的总辐射系数，它是给定温度钨丝的辐射强度与绝对黑体的辐射强度之比，因此

$$\varepsilon_T = \frac{R_T}{E_T} \quad \text{或} \quad \varepsilon_T = (1 - e^{-BT}) \quad (9)$$

式中 B 为常数， 1.47×10^{-4}

钨丝灯的辐射光谱分布 $R_{\lambda T}$ 为

$$R_{\lambda T} = \frac{C_1 \varepsilon_{\lambda T}}{\lambda^5 (e^{\frac{C_2}{\lambda T}} - 1)} \quad (10)$$

2.4.1 结构

光源系统采用电压可调的稳压溴钨灯光源，额定电压值为 12V ，电压变化范围 $2\text{--}12\text{V}$ 。



溴钨灯电源面板

溴钨灯电源背面图

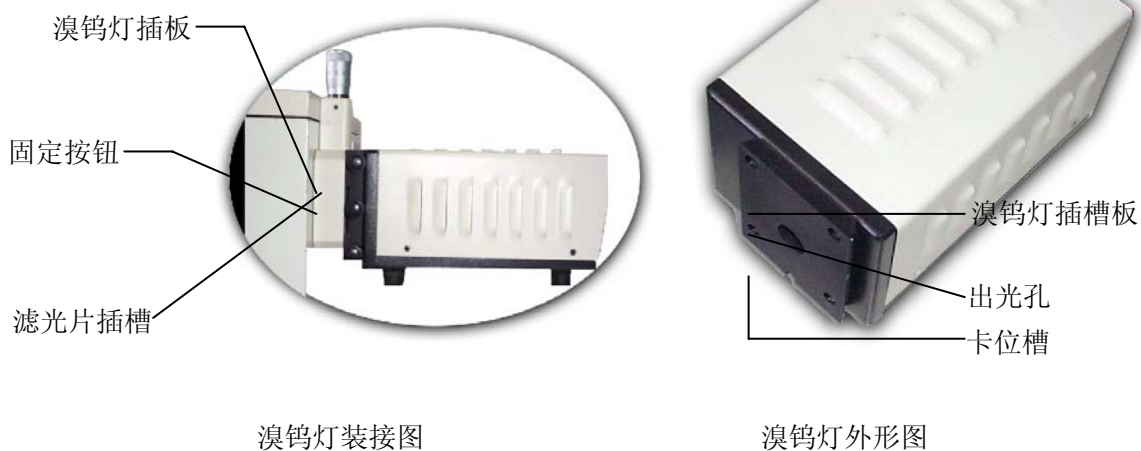


图 5 溴钨灯及滤光片插入结构

2.5 接收器

本实验装置的工作区间在 800-2500nm，所以选用硫化铅（PbS）为光信号接收器，从单色仪出缝射出的单色光信号经调制器，调制成 50HZ 的频率信号被 PbS 接收，选用的 PbS 是晶体管外壳结构、该系列探测器是将硫化铅元件封装在晶体管壳内，充以干燥的氮气或其它惰性气体，并采用熔融或焊接工艺，以保证全密封。该器件可在高温，潮湿条件下工作且性能稳定可靠。

2.6 电控箱

电控箱控制光谱仪工作，并把采集到的数据及反馈信号送入计算机。

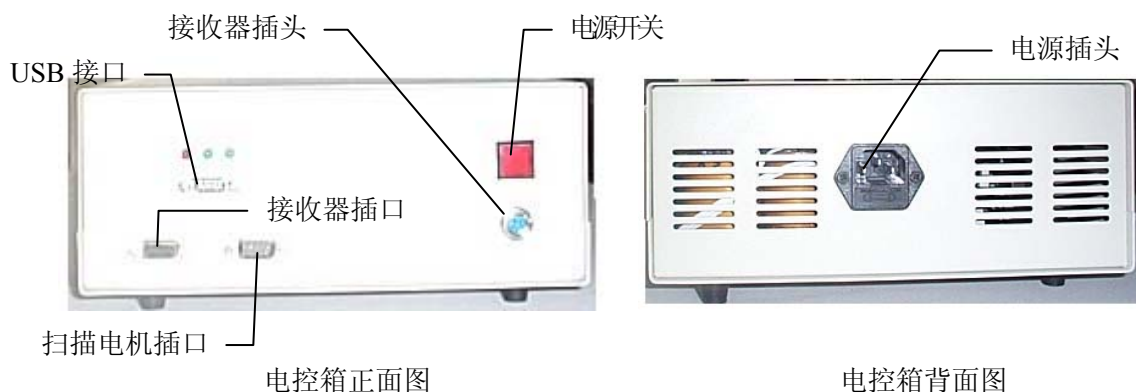


图 6 电控箱

【实验内容】

1. 验证普朗克辐射定律。
2. 验证斯忒藩—波耳兹曼定律。

3. 验证维恩位移定律。
4. 研究黑体和一般发光体辐射强度的关系。

【软件介绍】

实验装置的软件有三部分，一部分是控制软件主要是控制系统的扫描，功能、数据的采集等；二部分是数据处理部分，用来对曲线作处理，如曲线的平滑、四则运算等；三部分专门用于黑体实验。前两部分很好理解，下面重点介绍第三部分。

第三部分的软件设计主要是用来完成黑体实验，主要内容：

- ① 建立传递函数曲线
- ② 辐射光源能量的测量
- ③ 修正为黑体(发射率 ε 修正)
- ④ 验证黑体辐射定律

a. 建立传递函数曲线

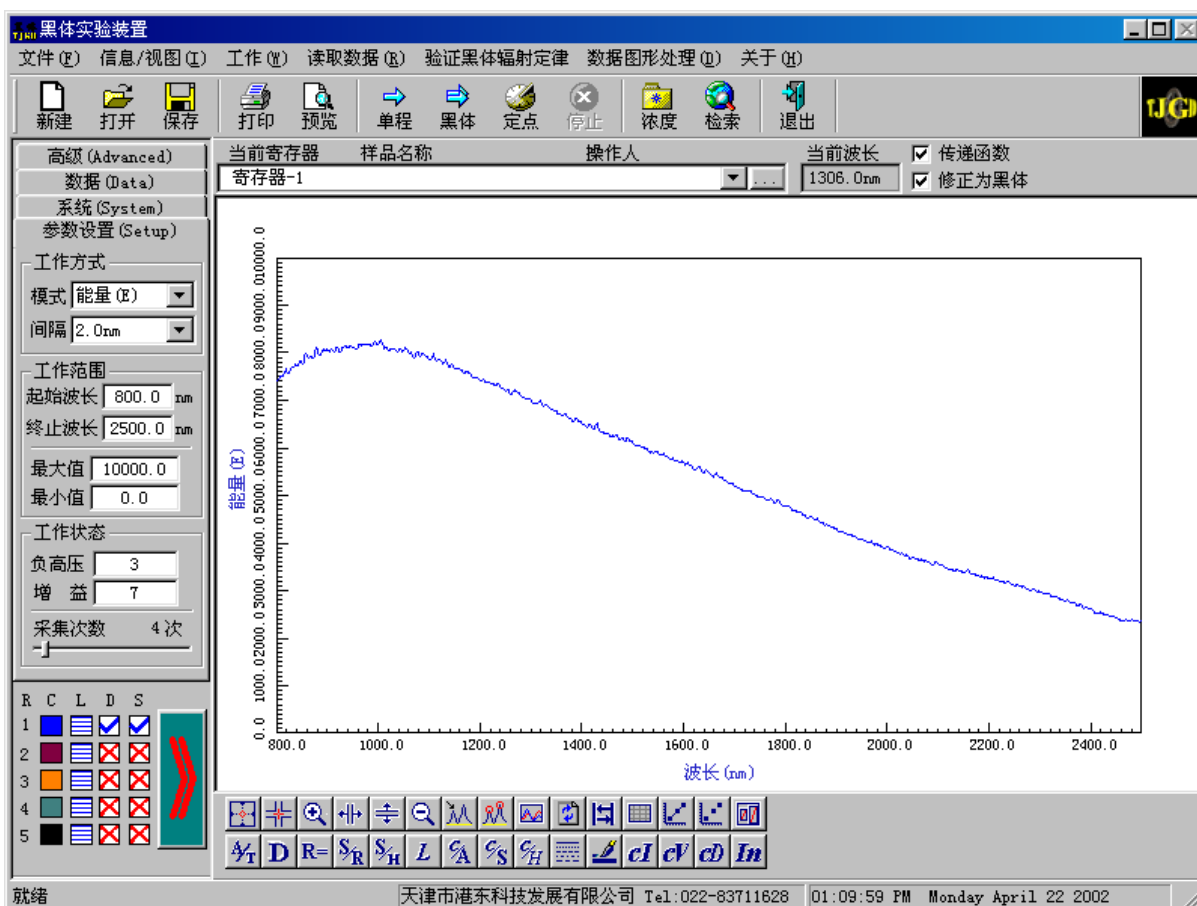


图7 WGH-10 软件工作平台

任何型号的光谱仪在记录辐射光源的能量时都受光谱仪的各种光学元件，接收器件在不同波长处的响应系数影响，习惯称之为传递函数。为扣除其影响，我们为用户提供一标准的溴钨灯光源，其能量曲线是

经过标定的。另外在软件内存储了一条该标准光源在 2940K 时的能量线。当用户需要建立传递函数时，请按下列顺序操作：

1. 将标准光源电流调整为“溴钨灯的色温”表中（见实验使用说明书）色温为 2940K 时电流所在位置；
2. 预热 20 分钟后，在系统上记录该条件下全波段图谱；该光谱曲线包含了传递函数的影响；
3. 点击“验证黑体辐射定律”菜单，选“计算传递函数”命令，将该光谱曲线与已知的光源能量曲线相除，即得到传递函数曲线，并自动保存。

以后用户在做测量时，只要将图 7 中右上方“传递函数””点击成：“传递函数”。后再测未知光源辐射能量线时，此时测量的结果已扣除了仪器传递的影响。

b. 修正为黑体

任意发光体的光谱辐射本领与黑体辐射都有一系数关系，软件内提供了钨的发射系数，并能通过图 7 的右上方“修正成为黑体”的菜单，点击“修正为黑体”点击成：“修正为黑体”。此时，测量溴钨灯的辐射能量曲线将自动修正为同温度下的黑体的曲线

c. 验证黑体辐射定律

将溴钨灯光源按说明书要求安装好，将图 7 中的“传递函数及修正为黑体”点击成：“传递函数及修正为黑体”而后扫描记录溴钨灯曲线。可设定不同的色温多次测试，并选择不同的寄存器（最多选择 5 个寄存器）分别将测试结果存入待用。有了以上测试数据，操作者可点击验证黑体辐射定律，菜单图 8

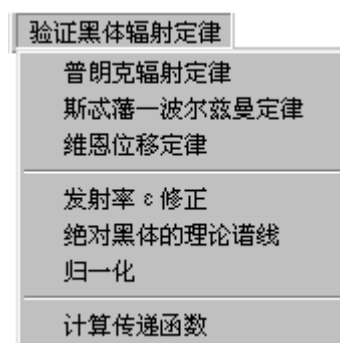


图 8

操作者可以根据软件提示，验证黑体辐射定律。

【注意事项】

1. 接通电源前，认真检查接线是否正确。
2. 狭缝的调整。

狭缝为直狭缝，宽度范围 0—2.5mm 连续可调，顺时针旋转为狭缝宽度加大，反之减小，每旋转一周狭缝宽度变化 0.5mm。为延长使用寿命，调节时注意最大不超过 2.5mm，平日不使用时，狭缝最好开到 0.1—0.5mm 左右。

3. 确认各条信号线及电源线连接好后，按下电控箱上的电源按钮，仪器正式启动。
4. 先检索波长到 800nm 处，使机械系统受力最小，然后关闭应用软件，最后按下电控箱上的电源按钮关闭仪器电源。

实验 3 组合式多功能光栅光谱仪及其应用

【实验目的】

- 1、使用光谱仪调解钠灯汞灯发光的光谱图
- 2、掌握组合式多功能光栅光谱仪的结构和使用方法
- 3、了解通过光谱认识原子结构的手段

【实验仪器】

WGD-8A 型组合式多功能光栅光谱仪，钠灯，汞灯，氢氙灯。

【实验原理】

光谱是研究物质微观结构的重要手段，它广泛地应用于化学分析、医药、生物、地质、冶金、考古等部门。常用的光谱有吸收光谱、发射光谱、和散射光谱，设计的波段从 X 射线、紫外线、可见光、红外光到微波和射频波段。本仪器主要做发射光谱实验。所谓发射光谱就是物质在高温状态或因受到带电粒子的撞击而激发后直接发出的光谱。由于受激时物质所处的状态不同，发射光谱有不同的形状，在原子状态中为明线光谱，如钠灯、汞、氢氙灯等。在分子状态中为带光谱，如氮放电灯；在炽热的固态、液态或高压气体中为连续光谱，如钨灯、氙灯等。由于不同的元素的原子能级结构各不相同，每种元素的光谱也犹如人的指纹一样具有自己的特征。特别是一种元素都有被称为“住留谱线”（RU 线）特征谱线，如果试样的光谱中出现了某种元素的“住留谱线”，就是说试样中含有该元素。

1. 钠光谱实验

钠原子由一个完整而稳固的原子实和它外面的一个价电子组成。原子的化学性质以及光谱规律主要决定于价电子。

与氢原子光谱规律相仿，钠原子光谱线的波数 σ_n 可以表示为两项差

$$\sigma_n = \sigma_\infty - \frac{R}{n^{*2}} \quad (1)$$

其中 n^* 为有效量子数，当 n^* 无限大时， $\sigma_n = \sigma_\infty$ ， σ_∞ 为线系限的波数。

钠原子光谱项

$$T = \frac{R}{n^{*2}} = \frac{R}{(n-\Delta)^2} \quad (2)$$

它与氢原子光谱项的差别在于有效量子数 n^* 不是整数，而是主量子数 n 减去一个数值 Δ ，即量子修正 Δ ，称为量子缺，量子缺是由原子实的极化和价电子在原子实中的贯穿引起的，碱金属原子的各个内壳层均被子电子占满，剩下的一个电子在最外层轨道上，此电子称为价电子，价电子与原子的结合较为松散，与原子核的距离比其他内壳层电子远得多，因此可以把除价电子之外的所有电子和原子核看作一个核心，称为原子实。由于价电子电场的作用，原子实中带正电的原子核和带负电的电子的中心会发生微小的相对位移，于是负电荷的中心不再在原子核上，形成一个电偶极子。极化产生的电偶极子的电场作用于价电子，使它受到吸引力而引起能量降低。同时当价电子的部分轨道穿入原子实内部时，电子也将受到原子产的附加引力，降低了势能，此即轨道贯穿现象。原子能量的这两项修正都与价电子的角动量有关，角量子数 l 越小，椭圆轨道的偏心率就越大，轨道贯穿和原子实极化越显著，原子能量也越低。因此，价电子越靠近

原子实, 即 n 越小、 l 越小时, 量子缺 Δ 越大 (当 n 较小时, 量子缺主要决定于 l , 实验中近似认为 Δ 与 n 无关)。

钠原子光谱一般可以观察到四个谱线系。

主线系: 相应于 $3S-nP$ 跃迁, $n=3,4,5,\dots$ 主线系的谱线比较强, 在可见光区只有一条谱线, 波长约为 589.3 nm , 其余皆在紫外区。由于自吸收的结果, 所得钠黄线实际为吸收谱线。

漫线系: 相当于 $3P-nD$ 跃迁, $n=3,4,5,\dots$ 其第一条谱线波长为 818.9 nm , 其余皆在可见区域。锐线系强度较弱, 但谱线边缘较清晰。

锐线系: 相应于 $3P-nS$ 跃迁, $n=4,5,6,\dots$ 漫线系的谱线较粗且边缘模糊, 第一条谱线在红外区, 波长约为 1139.3 nm , 其余皆在可见光区。

基线系: 相当于 $3D-nF$ 跃迁, $n=4,5,6,\dots$ 其谱线强度很弱, 皆在红外区。

钠原子光谱系有精细结构, 其中主线系和锐线系是双线结构, 漫线系和基线系是三线结构。

各谱线系的波数公式为:

$$\text{主线系: } \sigma = \frac{R}{(3-\Delta_s)^2} - \frac{R}{(n-\Delta_p)^2} \quad (n \geq 3)$$

$$\text{锐线系: } \sigma = \frac{R}{(3-\Delta_p)^2} - \frac{R}{(n-\Delta_s)^2} \quad (n \geq 4)$$

$$\text{漫线系: } \sigma = \frac{R}{(3-\Delta_p)^2} - \frac{R}{(n-\Delta_d)^2} \quad (n \geq 3)$$

$$\text{基线系: } \sigma = \frac{R}{(3-\Delta_d)^2} - \frac{R}{(n-\Delta_f)^2} \quad (n \geq 4)$$

其中 $\Delta_s, \Delta_p, \Delta_d, \Delta_f$ 的下标分别表示角量子数 $l=0,1,2,3$, R 为里德伯常量。

2. 氢氘实验

根据玻尔理论, 氢原子的能级公式为:

$$E(n) = -\frac{\mu e^4}{8\epsilon_0^2 h^2} \frac{1}{n^2} \quad (n = 1, 2, 3, \dots)$$

式中 $\mu = \frac{m_e}{1 + \frac{m_e}{M}}$ 称为约化质量, m_e 为电子质量, M 为原子核质量, 氢原子的 $M/m_e = 1836.15$ 。

电子从高能级跃迁到低能级时, 发射的光子能量 $h\nu$ 为两能级间的能量差,

$$h\nu = E(m) - E(n) \quad (m > n)$$

如以波数 $\delta = 1/\lambda$ 表示, 则上式为

$$\sigma = \frac{E(m) - E(n)}{hc} = T(n) - T(m) = R_H \left(\frac{1}{n^2} - \frac{1}{m^2} \right)$$

式中 R_H 称为氢原子的里德伯常数，单位是 m^{-1} ， $T(n)$ 称为光谱项，它与能级 $E(n)$ 是对应的。从 R_H 可得氢原子各能级的能量

$$E(n) = -R_H ch \frac{1}{n^2}$$

式中 $h = 6.626075 \times 10^{-34} J \cdot s$ ， $c = 2.99792 \times 10^8 m \cdot s^{-1}$

理论可知，从 $m \geq 3$ 至 $n=2$ 的跃迁，光子波长位于可见光区，其光谱符合规律

$$\sigma = R_H \left(\frac{1}{n^2} - \frac{1}{m^2} \right), m = 3, 4, 5, \dots$$

这就是 1885 年巴耳末发现并总结的经验规律，称为巴耳末系，氢原子的莱曼系位于紫外，其他线系均位于红外。

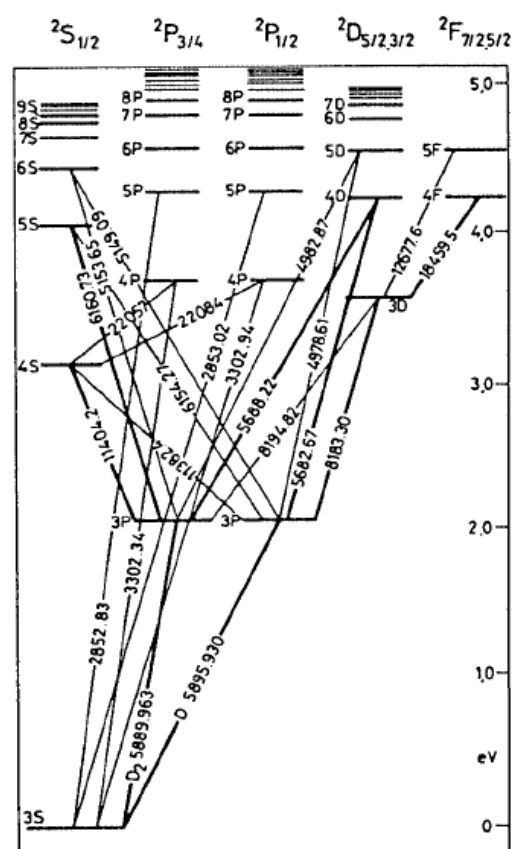


图 3-1 钠原子能级图

【实验内容】

钠光谱

1. 按仪器所带操作程序绘出钠光谱图并检出其波长值

附：8A 型多功能光栅光谱仪对钠光谱的实测谱线

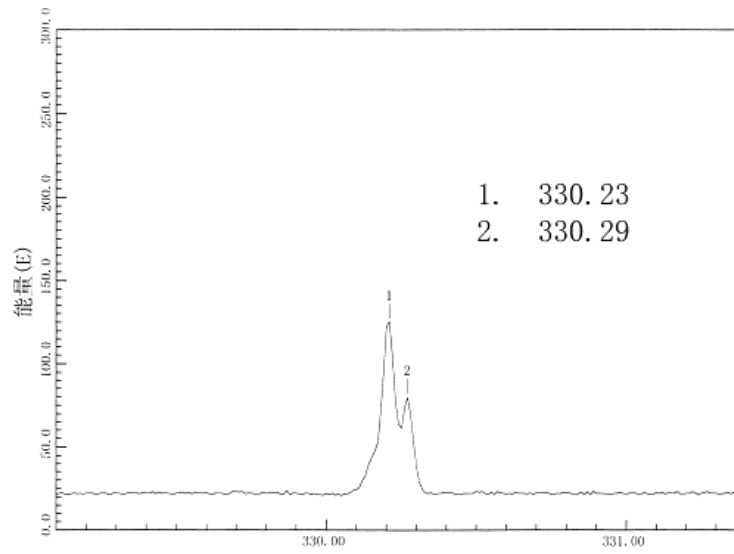
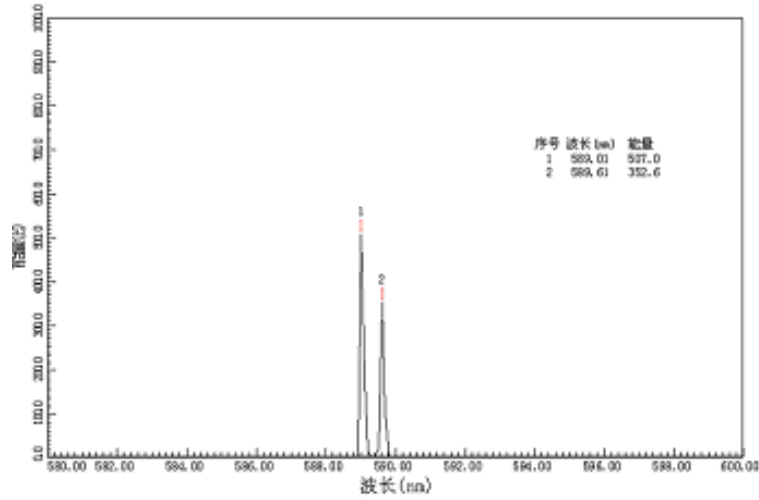


图 3-2 钠光谱主线系

2. 由钠原子光谱确定各光谱项值和能级值, 量子数 Δ

1) 光谱项值的确定

由测得的同一线系各光谱线的波数 $\sigma_n = \frac{1}{\lambda_n}$ 定出该线系的各光谱项 T 及线系限 σ_∞ , 同一线系的

相邻谱线的波数分别为

$$\sigma_n = \sigma_\infty - R/(n-\Delta)^2 \quad (3)$$

$$\sigma_{n+1} = \sigma_\infty - R/(n+1-\Delta)^2 \quad (4)$$

相邻谱线的波数差

$$\Delta\sigma_n = \sigma_{n+1} - \sigma_n = R/(n-\Delta)^2 - R/(n+1-\Delta)^2 = R/n^{*2} - R/(n^*+1)^2 \quad (5)$$

按上式可由相邻的波数差求得 n^* , 由此可求出各光谱项

$$T(n) = R/n^{*2} = \frac{R}{(n-\Delta)^2} \quad (6)$$

的值。由

$$\sigma_\infty = \sigma_n + R/n^{*2} = \sigma_n + T(n) \quad (7)$$

又可求出各线系的 σ_∞ 值。

由式(5)直接解出 n^* 值比较繁,一般利用插值表。它是由 $T(n) = R/n^{*2}$ 及 $\Delta\sigma_n = R/n^{*2} - R/(n^* + 1)^2$ 的数值制出的。表中给出了 n^* 由 1.00 至 10.98 每隔 0.02 所对应的 n^* 与 $T(n)$ 值。已知 $\Delta\sigma_n$ 也可查出对应的 n^* 及 $T(n)$ 值。如果所得的 $\Delta\sigma_n$ 值不恰好与表中数据符合,可由附近的两个 $\Delta\sigma_n$ 值用线性插值法求出所测的 n^* 与 $T(n)$ 值。

2) 由光谱项确定能级

基态能级为

$$E = -\sigma_\infty hc \quad (8)$$

其他各激发态能级

$$E_n = -hc(\sigma_n - \sigma_\infty) \quad (9)$$

因此,由主线系、锐线系、漫线系、基线系可以分别写 np 态、ns 态、nd 态和 nf 态各能级。

3) 确定主量子数和量子缺

在每一线系,计算相邻两条谱线的波数差,由里德伯插值表求出相应的 m 和 a ,再由 $n - \Delta = m + a$ 求出量子缺 Δ 和 n 。或者由氢原子 $T = R/n^2$ 在较高能级(n 大)时,钠原子与氢原子的能量相等定出 n , 再由 n 及 n^* 求出 Δ , $\Delta = n - n^*$

4) 数据处理

计算图 3-2 给出的主线系的谱线的光谱项值, 确定各能级, 计算量子缺 (钠原子 3p 能级)。

附录 量子数亏损及固定项项值的计算举例

查里德堡常数表法计算量子数亏损

设实测得锐线系的两条双重谱线 (3P—5S) 与 (3P—6S) 的平均波长分别为 $\lambda_1 = 6155.02 \overset{0}{\text{Å}}$ 与 $\lambda_2 = 5149.60 \overset{0}{\text{Å}}$, 则其波数分别为 $\tilde{\sigma}_1 = 16246.9 \text{cm}^{-1}$ 与 $\tilde{\sigma}_2 = 19419.0 \text{cm}^{-1}$, 则波数差为: $\tilde{\sigma}_1 - \tilde{\sigma}_2 = 3172.1 \text{cm}^{-1}$, 这就是 6S 与 5S 能级间的波数差。这个数值在里德堡常数表中介于 3138.65 与 3185.27 之间(在 m 为 3~4 一行上)。3138.65 的左侧为 8192.04。即 5S 的项值 T_{5s} , 对应于 $m = 3$ 和 $a = 0.66$, 有效量子数 $n_1^* = 3.66$ 。右侧为 $T_{6s} = 5053.39$, 对应于 $m = 4$ 和 $a = 0.66$, 有效量子数 $n_2^* = 4.66$, 也就是说 3138.65 实为 $n_1^* = 3.66$ 和 $n_2^* = 4.66$ 两光谱项之差。同理 3185.27 实为 $n_1^* = 3.64$ $n_2^* = 4.64$ 两光谱项

之差。可见，设实测所得的项值差 3172.1 为 n_1^* 与 n_2^* 两光谱项之差，则 n_1^* 应介于 3.64 与 3.66 之间， n_2^* 应介于 4.64 与 4.66 之间，差别在于小数部分。

利用内插法求得 a 的实际值：

$$a = 0.66 - \frac{3172.1 - 3138.65}{3185.27 - 3138.65} \times (0.66 - 0.64) = 0.646$$

所以 $m + a = n^* = 3.646$

因此， $n_1^* = 3.646$ ， $n_2^* = 4.646$ 。由于 $n - \Delta_l = m + a$ ，令 $n = 5$ ，得 $\Delta_l = 1.354$

【思考题】

- 1、用 Excel 中“单变量求解”功能处理钠原子光谱实验数据，求解各光谱项值及量子数亏损。
- 2、利用 Matlab 编写程序求解各光谱项值及量子数亏损。

实验 4 用双光束紫外—可见分光光度计测量溶液的吸收率

【实验目的】

- 一、了解光与物质相互作用的机理和类别。
- 二、熟悉双光束紫外—可见分光光度计的工作原理和使用方法。
- 三、测量溶液的吸收率。

【实验原理】

由于分子内部的运动既有价电子的运动，又有内部原子在平衡位置的振动和分子绕其质心的转动。因此，分子具有电子能级、振动能级和转动能级。图 1 是双原子分子能级示意图。

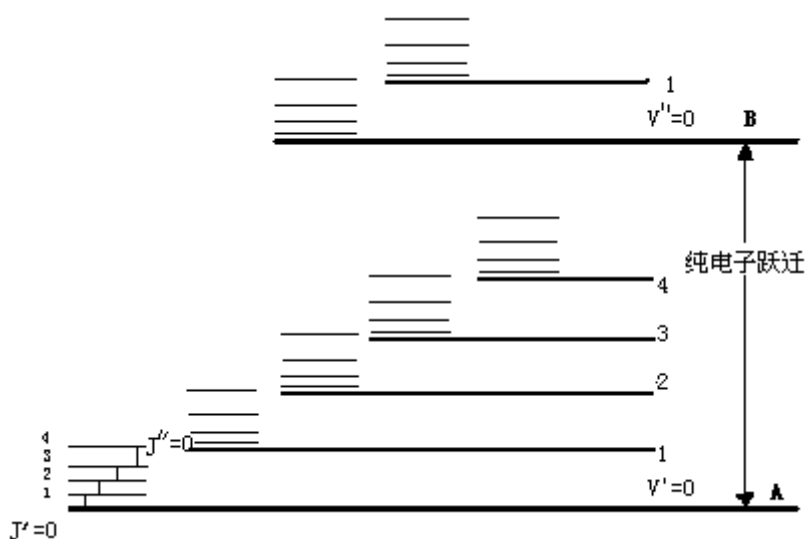


图 1 双原子分子的电子、振动和转动能级示意图

图中 A 和 B 是电子能级，在同一电子能级 A，分子的能量还要因振动能级的不同而分为若干“支级”，称为振动能级。图中 $V'=0, 1, 2, \dots$ 表示在电子能级 A 的各振动能级。 $V''=0, 1, 2, \dots$ 表示在电子能级 B 的各振动能级。处在同一电子能级和同一振动能级的电子，因转动能量的不同又可为若干“分级”，称为转动能级。 $J'=0, 1, 2, \dots$ 表示在 A 电子能级和 $V'=0$ 振动能级的各转动能级。 $J''=0, 1, 2, \dots$ 表示在 A 电子能级和 $V'=1$ 振动能级的各转动能级。故分子的能量 E 等于电子能 (E_e)、振动能 (E_v) 和转动能 (E_r) 之和：

$$E = E_e + E_v + E_r \quad (1)$$

当基态分子从外界吸收能量后，便发生分子的能级跃迁，即从基态能级跃迁到激发态能级。分子的能级是量子化的，其吸收能量也具有量子化特征，即分子只能吸收等于两个能级之差的能量：

$$\Delta E = E_1 - E_2 = h\nu = hc/\lambda \quad (2)$$

由于三种能级跃迁所需的能量不同，故分子受不同波长的电磁辐射后跃迁，其吸收光谱在不同的光区出现。

电子能级跃迁所需的能量 ΔE_e 较大，一般在 $1\sim 20\text{ eV}$ 。根据电子能级跃迁所需的能量由 (2) 式可计算其相应的波长。反之，根据波长可计算其相应的跃迁能量。

这种由于分子吸收电磁辐射后而产生电子能级跃迁所获得的分子吸收光谱称为电子光谱，又因为电子光谱主要处于紫外—可见光区，或称为紫外—可见光谱。

分子振动能级跃迁所需的能量 ΔE_v 约比 ΔE_e 小 10 倍，一般在 $0.05\sim 1\text{ eV}$ ，相当于红外光的能量。所以，因振动能级跃迁而产生的分子吸收光谱称为振动光谱，或称红外光谱。

分子转动能级跃迁所需的能量 ΔE_r 约比 ΔE_v 小 10 到 100 倍，一般小于 0.05 eV ，相当于远红外光甚至微波的能量。所以，因转动能级跃迁而产生的分子吸收光谱称为转动光谱，或称远红外光谱。

分子吸收电磁辐射而发生电子能级间的跃迁和振动能级间的跃迁时，总伴有转动能级间的跃迁。由于转动能级间隔太小，一般光谱仪的分辨能力不足以把这些谱线分开，诸谱线便连成一片，表现为带状。所以，分子吸收光谱是一种带状光谱。

如图 2 所示，由光源 D (或 W) 发出的复合光，经分光器 G 色散为单色光，此单色光经旋转扇形镜调制为 1500 转/分钟的交变信号，并分成 S 和 R 两束。此两束光分别通过样品池和参比池而到达接受器 B。扇形镜构造如图 3 所示，S 为透射光束，R 为反射光束，D 为不透也不反的背景，因此，由接受器 (光电倍增管) 输出如图 4 所示的电信号。与扇形镜同步旋转的编码器分别控制三路信号的通断，使之依次通过放大、转换及运算处理系统，并将扣除背景 D 之后的透射比输出。

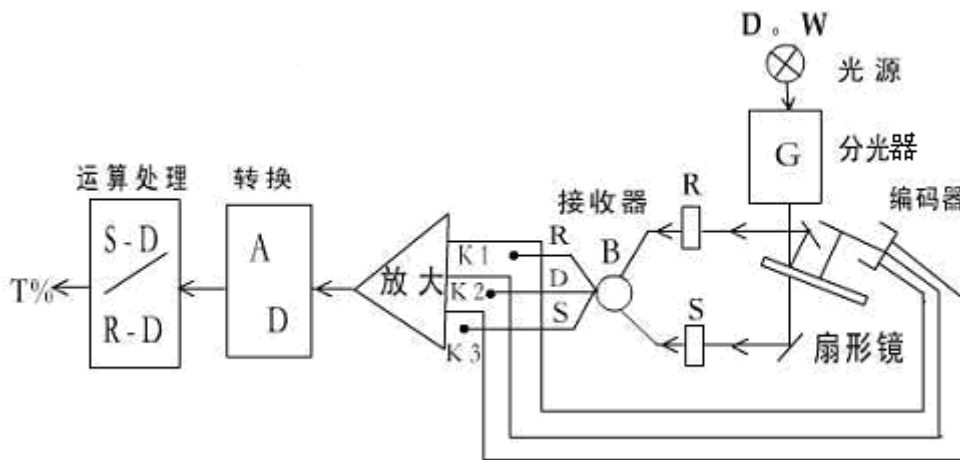


图 2 工作原理示意图

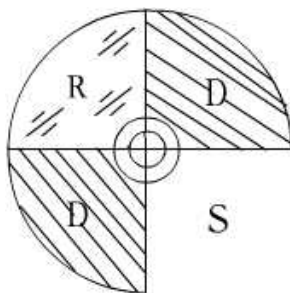


图 3 扇形镜

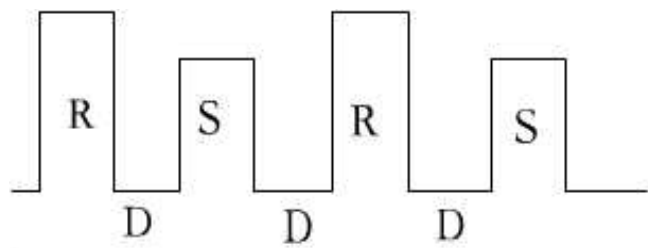


图 4 输出信号示意图

【实验仪器】

本实验是在天津市港东科技发展有限公司生产的 WGZ—8 型双光束紫外—可见分光光度计上进行。该仪器由主机、计算机、显示器、键盘、打印机及配套电线、电缆组成。其连接方式如图 5 所示

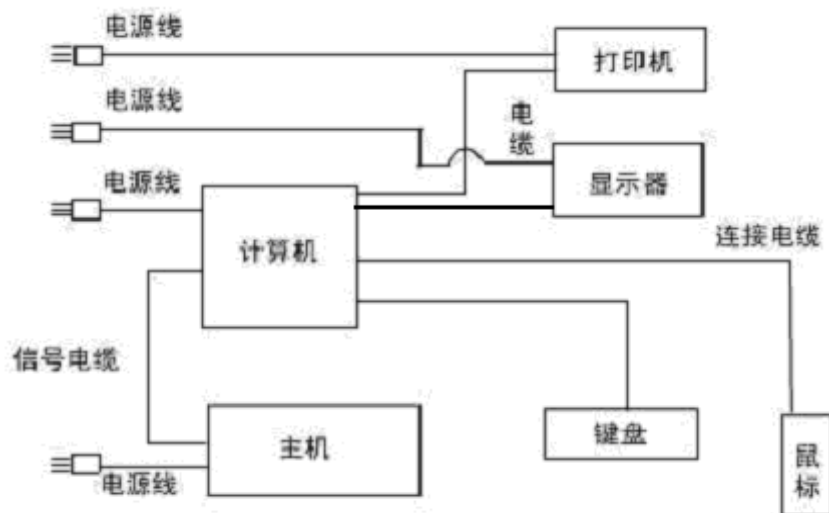


图 5 仪器连线图

下面对该仪器的性能及规格、光学系统、扫描系统、狭缝及滤光片转换机构、光源转换机构和整机的电子电路及数据处理系统分述如下。

(一) 性能及规格

工作波段	200—800nm
波长精度	$\pm 0.5\text{nm}$
波长重复性	0.3nm
光谱宽度	0.1、0.5、1.0、2.0、6.0nm
分辨能力	0.3nm
杂散光	$\leq 0.3\%$
测量范围	透过率 0—200%T 吸光度 -3—2.5Abs (线形保证)
测量精度	透过率 0.5% (0—100%T) 吸光度 0.005Abs (0—0.5Abs)
横坐标扩展	任选
纵坐标扩展	任选
测试方式	能量、透过率、吸光度
扫描方式	单程、重复、定点

外形尺寸	主机： 710×605×210 (mm) ³
	显示器： 395×365×320 (mm) ³
	计算机： 430×420×140 (mm) ³
	键盘： 480×190×35 (mm) ³
功率	220V±10% 50HZ±1HZ 约 300W
重量	主机： 约 50kg

(二) 光学系统 仪器的光学系统如图 6 所示

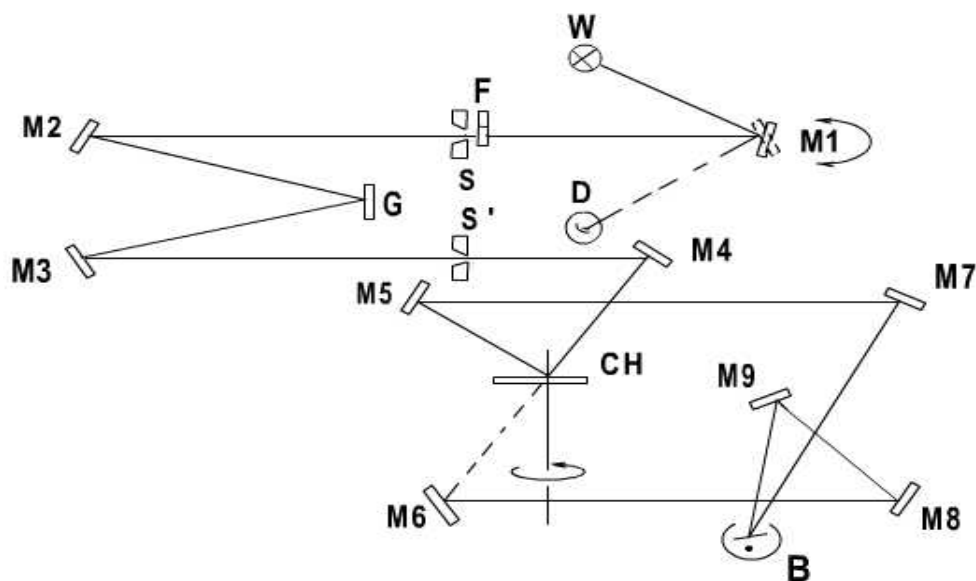


图 6 光路系统原理图

由光源 D (或 W) 发出的光, 经反射镜 M1 聚焦在入射狭缝 S 处。入射狭缝 S 置于准光镜 M2 的前焦点上, 故经 M2 反射后的光束变为平行光束, 其相对口径为 $D/F=1/7.5$ 。经光栅 G (1200L/mm) 色散后, 由 M3 聚焦在出射狭缝 S' 处。这一单色器采用了对称式布置的 Zeny-Turner 系统。从而保证了轴外象差的自动平衡和较低的杂散光。M2 与 M3 是完全相同的一对球面镜, 保证了光路系统的完全对称。

在入射狭缝 S 前, 置有消除高级次光谱的截止滤光片 F, 扫描过程中, 滤光片自动切换。通过出射狭缝 S' 的单色光, 经 M4 反射及旋转扇形镜 (CH) 调制后, 交替投射在反射镜 M5、M6 上, 从而使光束分成频率为 25C/S 的双光束 (即 R 和 S 两束光), 它们经 M5、M6 分别聚焦在样品池和参比池上, 通过样品池和参比池后, 再经过 M7, M8 和 M9 交替会聚到光电倍增管的接受面上。因为该仪器采用了双光束不等比 100%T 自动平衡原理, 两束光是从不同角度入射到接受器靶面的。

旋转扇形镜 (CH) 的结构如图 3 所示, 在 360° 范围内分作四部分, 1/4 为反射部分, 1/4 为透射部分, 其余为既不透射也不反射的背景。当反射部分进入光路时, 参比光束到达接受器, 而当透射部分进入光路时, 则样品光束到达接受器。当背景反射不可能完全为 0 时, 将有一个很低电平的信号输出, 因而接受器输出了如图 4 所示的电信号。

(三) 扫描系统

仪器采用如图 7 所示“正弦机构”进行波长扫描，丝杠由步进电机通过同步带驱动，螺母沿丝杠轴线方向移动，正弦杆有弹簧拉靠在滑块上，正弦杆和光栅台联接，并绕光栅台中心回转（如图 8），从而带动光栅转动，使不同波长的单色光依次通过出射狭缝而完成“扫描”。

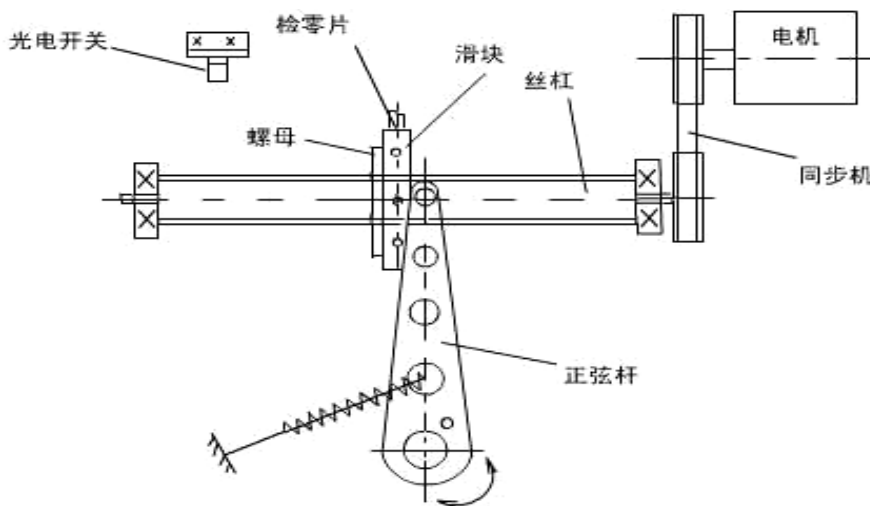


图 7 扫描机构原理图

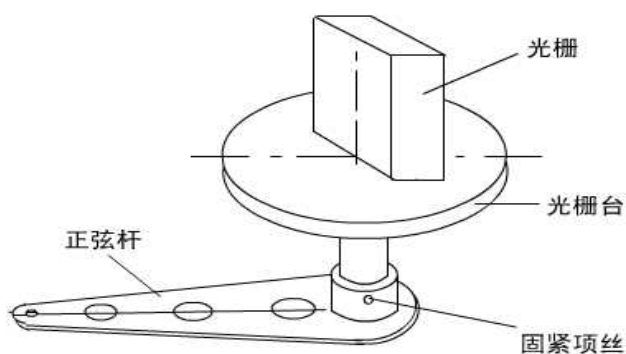


图 8 光栅台

（四）狭缝机构及滤光片转换

狭缝机构如图 9 所示，缝宽改变是由微机程序自动控制步进电机转角来实现的，步进电机轴与偏心轮紧固，当偏心轮转动时，靠其偏心量推动固有缝片的一对框架对称移动，从而改变狭缝的宽度。

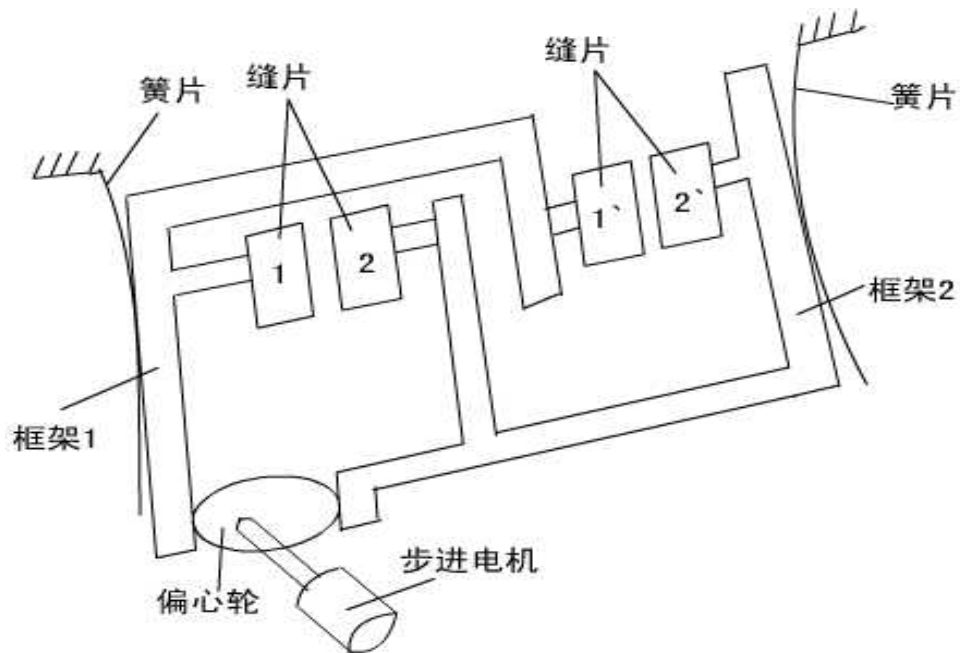


图 9 狭缝机构示意图

为消除短波的高级次光谱，分光器设有前置滤光片，其切换波长为 360nm 和 620nm。步进电机由微机程序自动控制，而滤光片支架与电机轴固定，其结构原理如图 10 所示。

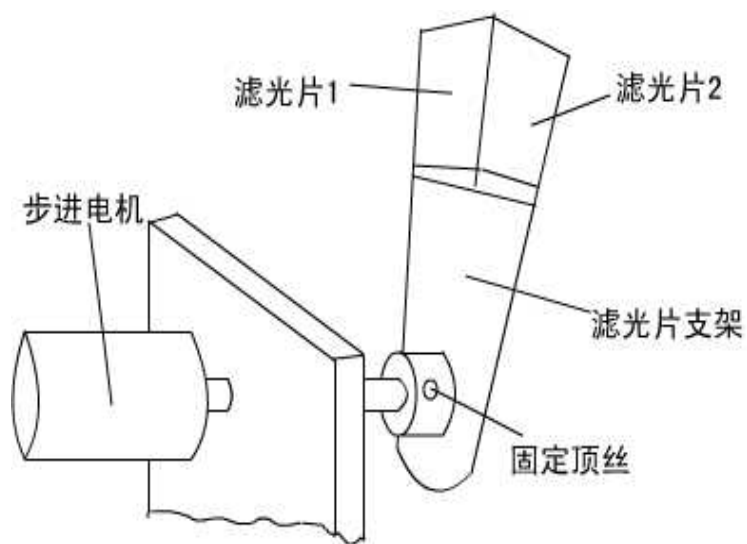


图 10 滤光片机构示意图

(五) 光源转换

仪器光源有氘灯和溴钨灯组成，换灯波长可在 340-360nm 之间选择，通常为 360nm。本仪器的光源转换是通过转动反射聚光镜 M1 实现的。M1 的转动则是由微机控制步进电机驱动的。M1 的转动中心线与电机轴线一致，在灯座旁设有检零片，当检零片通过光电开关时，就给出了步进电机转动的初始位置，

其结构原理如图 11 所示。

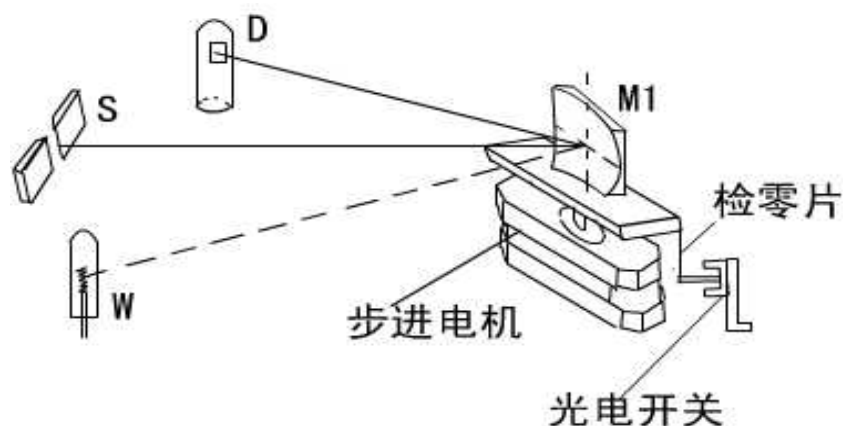


图 11 光源转换

(六) 整机电子电路及数据处理单元

图 12 为整机电子电路及数据处理单元原理框图。

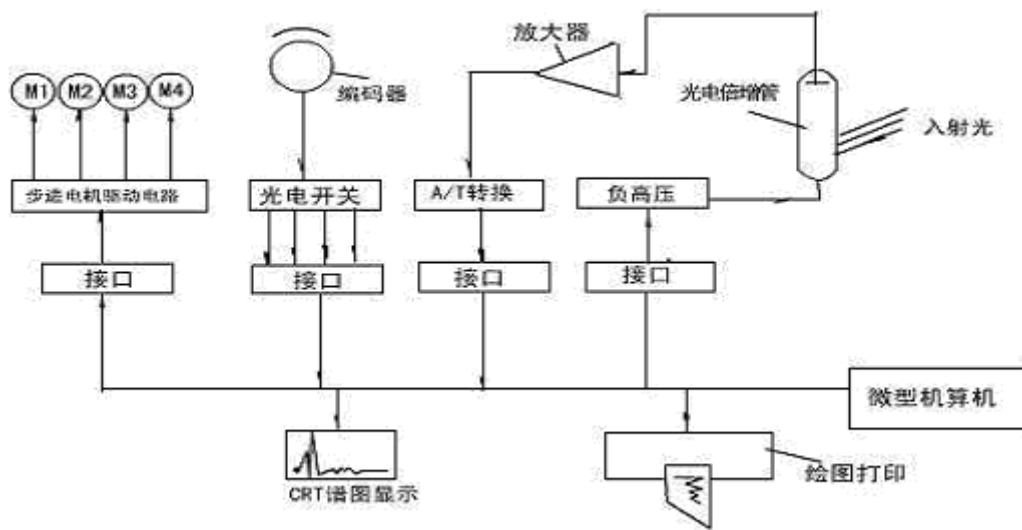


图 12 整机电子电路及数据处理单元原理图

被调制的光信号投射在光电倍增管上，转换成相应的电信号，由于光电倍增管是一种高阻抗电流器件，所以前置放大器采用高阻抗输入，以转化成电压信号，并线性地进行适度放大。被放大的模拟信号，馈入 A/D 转换单元，转换成数字量，最终通过微型计算机进行适当的数据处理，并通过终端装置显示或打印出被测样品的谱图。为了提高整机系统的测光精度，A/D 转换采用 12bit 集成电路，其转换精度达 1/4096。

为了能够有效地进行信号分离工作，将产生同步信号的旋转编码器与产生调制光信号的扇形镜同步运转，这样同步信号永远地与扇形镜的调制频率同步，从而完成仪器一系列横坐标控制功能。

仪器在波长扫描过程中，自动的改变负高压电平，从而平稳地进行整机系统增益的调节，以保证仪器正常地进行工作。

【实验内容及步骤】

- 一、按照图 5 所示，将主机、计算机、显示器、键盘、打印机用配套电线、电缆连接。
- 二、接通电源，打开 WGZ-8 型双光束紫外-可见光分光光度计程序。进入系统后，自动显示工作界面，同时初始化，波长位置回到 800nm 处。设定工作方式中模式项为吸光度。
- 三、在石英比色皿中放入待测溶液。然后将石英比色皿插入样品池中，使石英比色皿的光学面正对入射光线。
- 四、单击菜单中单程扫描键，系统自动进行扫描。
- 五、扫描结束后，保存扫描结果。记录并在直角坐标纸上绘制“吸光度—波长”曲线。

【注意事项】

- 一、通电前必须仔细检查各部连线可靠无误。
- 二、开机前应确认样品室无任何遗留杂物。
- 三、仪器应在通电预热 20 分钟后，方可进行各种精确测试。

实验 5 激光喇曼散射

【实验目的】

- 一、了解喇曼散射用于分子结构研究及光谱分析的机理。
- 二、学习激光喇曼/荧光光谱仪的结构原理及使用方法。
- 三、测定 CCl_4 溶液的喇曼散射谱。

【实验原理】

一、什么是喇曼散射

光照射介质时，除被介质吸收、反射和透射外，总有一部分被散射。散射光按频率可分成三类：第一类，散射光的频率与入射光的频率基本相同，频率变化小于 $3 \times 10^5 \text{ Hz}$ ，或者说波数变化小于 10^{-5} cm^{-1} ，这类散射通常称为瑞利 (Rayleigh) 散射；第二类，散射光频率与入射光频率有较大差别，频率变化大于 $3 \times 10^{10} \text{ Hz}$ ，或者说波数变化大于 1 cm^{-1} ，这类散射就是所谓喇曼 (Raman) 散射；散射光频率与入射光频率差介于上述二者之间的散射被称为布里渊 (Brillouin) 散射。从散射光的强度看，瑞利散射的强度最大，一般都在入射光强的 10^{-3} 左右，常规喇曼散射的强度是最弱的，一般小于入射光强的 10^{-6} 。

用光电方法记录的某一样品的振动喇曼光谱如图 1 所示。设 $\bar{\nu}_0$ 是入射光的波数， $\bar{\nu}$ 是散射光的波数，散射光与入射光的波数差定义为 $\Delta \bar{\nu} = \bar{\nu} - \bar{\nu}_0$ 。那么，对于喇曼散射谱， $\Delta \bar{\nu} < 0$ 的散射光线称为红伴线或斯托克斯 (Stokes) 线； $\Delta \bar{\nu} > 0$ 的散射光线称为紫伴线或反斯托克斯 (Anti-Stokes) 线。喇曼光谱在外观上有三个明显的特征：第一，对同一样品，同一喇曼线的波数差 $\Delta \bar{\nu}$ 与入射光波长无关；第二，在以波数为变量的喇曼光谱图上，如果以入射光波数为中心点，则斯托克斯线和反斯托克斯线对称地分布在入射光的两边；第三，斯托克斯线的强度一般都大于反斯托克斯线的强度。喇曼光谱的上述特点是散射体内部结构和运动状态的反映，也是喇曼散射固有机制的体现。

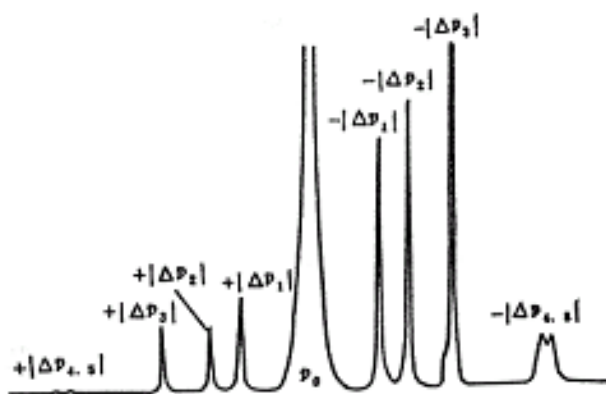


图 1 振动喇曼光谱

喇曼散射现象在实验上首先由印度科学家喇曼 (C. V. Raman) 和前苏联科学家曼杰斯塔姆 (Л. И. Мандельштам) 分别在 1928 年发现。由于喇曼散射强度很弱，早先的喇曼光谱工作主要限于线性喇曼谱，在应用上以结构化学的分析工作居多。但是 60 年代激光技术的出现和接收技术的不断改进，喇曼光谱突破了原先的局限，获得了迅猛的发展，在实验技术上，迅速地出现了如共振喇曼散射以及高阶

喇曼散射、反转喇曼反射、受激喇曼散射和相干反斯托克斯散射等非线性喇曼散射和时间分辨与空间分辨喇曼散射等各种新的光谱技术，由于喇曼光谱技术的发展，凝聚态中的电子波、自旋波和其它元激发所引起的喇曼散射不断被观察到，使之也都成为喇曼光谱的研究对象。至今，喇曼光谱学在物理、化学、地学和生命科学等各个方面已得到日益广泛的应用。

二、喇曼散射的经典解释

一个频率为 ω_p 的光入射到一个分子上，可使分子的电子云势发生变形，并做重新分布、因而产生场致电偶极矩 $\vec{\mu}$

$$\vec{\mu} = \alpha \vec{E} \quad (1)$$

$$E = E_0 \cos(\omega_p t + \delta_p) \quad (2)$$

如果把入射光看成是平面单色波， E 就是入射光电场的表达式，如果分子是各向同性的， α 就是一个标量、简单的可看成是一比例常数。我们称 α 为分子的电极化率。如果分子是各向异性的，那么 α 将是一个张量。 α 与外电场无关、但与分子的构型和振动模式有关。若 Q_K 是分子振动的简正坐标，那么 $\alpha = \alpha(Q_K)$ 。若振动振幅很小，则 α 可展开成：

$$\alpha = \alpha_e + \sum_K \left(\frac{\partial \alpha}{\partial Q_K} \right)_e Q_K + \dots \quad (3)$$

Q_K 是时间的简谐函数：

$$Q_K = Q_0^{(K)} \cos(\omega_K t + \delta_K) \quad (4)$$

$\omega_K = 2\pi\nu_K$ 是第 K 简正模的角频率，把(2)、(3)和(4)式代入(1)式得

$$\begin{aligned} \mu &= \alpha E = E_0 \left\{ \alpha_e \cos(\omega_p t + \delta_p) + \sum_K \left(\frac{\partial \alpha}{\partial Q_K} \right)_e Q_0^{(K)} \cos(\omega_K t + \delta_K) \cdot \cos(\omega_p t + \delta_p) \right\} \\ &= E_0 \left\{ \alpha_e \cos(\omega_p t + \delta_p) + \sum_K \left(\frac{\partial \alpha}{\partial Q_K} \right)_e Q_0^{(K)} \left[\frac{1}{2} \cos[(\omega_p + \omega_K)t + (\delta_p + \delta_K)] + \frac{1}{2} \cos[(\omega_p - \omega_K)t + (\delta_p - \delta_K)] \right] \right\} \end{aligned} \quad (4)$$

显然在这个展开式中有三种频率成分：第一项：频率在分为 ω_p ，散射光没有频率改变，并且直接同分子极化率有关，我们称这种散射为瑞利散射，它对应非弹性散射过程。剩下各项中包括 $\omega_p + \omega_K$ 和 $\omega_p - \omega_K$ 频率成分， $\omega_p + \omega_K$ 叫反斯托克斯频率， $\omega_p - \omega_K$ 叫斯托克斯频率。从这些比较简单的数学运算中，显露出了用经典辐射理论描述的瑞利和喇曼散射机制的定性图象。瑞利散射是振荡频率为 ω_p 的偶极子引起的，该偶极子是由振荡频率为 ω_p 的入射光电场在分子中感生出来的。喇曼散射是振荡频率为 ω_K 的分子振动调制而成的。在喇曼散射中所观察到的各种频率是入射光电场频率 ω_p 和分子振动频率 ω_K 之间的拍频。

本实验只涉及线性的振动喇曼光谱，想通过典型分子振动喇曼光谱实验，使同学们对喇曼散射的基本原理及实验技术有一初步的了解。

【实验方法】

本实验是在LRS-II/III型激光喇曼/荧光光谱仪上进行，总体结构示意图及光学原理图分别如图2和3所示。

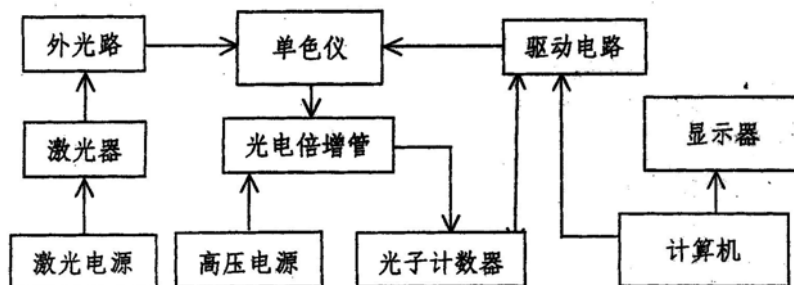
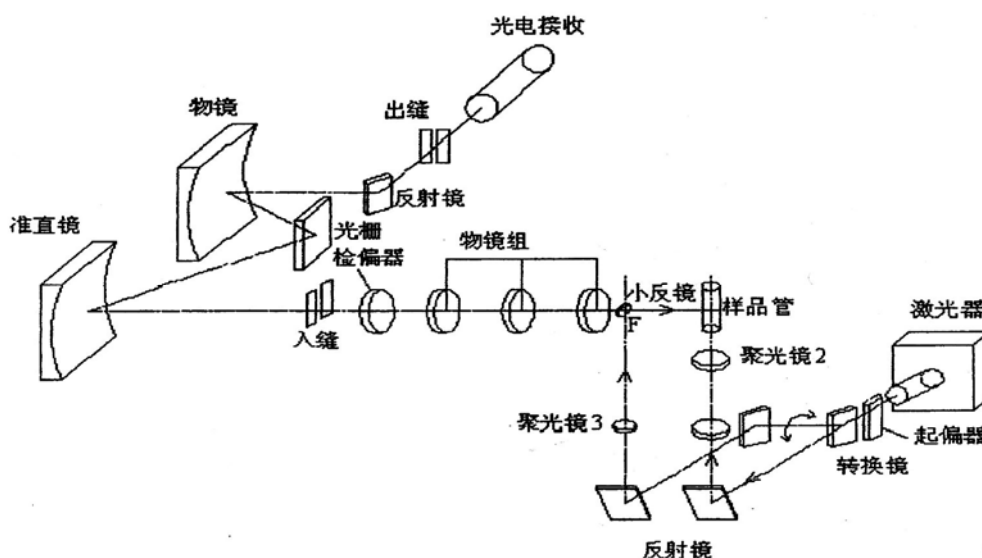


图2 激光喇曼 / 荧光光谱仪的结构示意图



下面分别阐述仪器主要部件：单色仪、光源、外光路、偏振器、单光子接收器等部件的结构原理。

1、单色仪

单色仪的光学结构如图4所示。

S1 为入射狭缝，M1 为准直镜，G 为平面衍射光栅，衍射光束经成像物镜 M2 会聚，平面镜 M3 反射直接照射到出射狭缝 S2 上，在 S2 外侧有一光电倍增管 PMT，当光谱仪的光栅转动时，光谱讯号通过光电倍增管转换成相应的电脉冲，并由光子计数器放大、计数，进入计算机处理，在显示器的荧光屏上得到光谱的分布曲线。

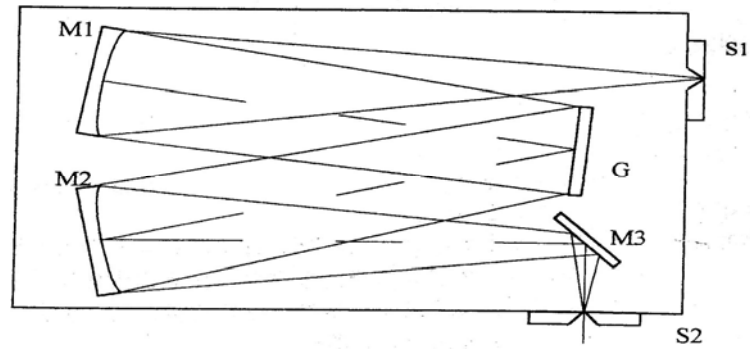


图4 单色仪的光学结构示意图

2、 激光器

仪器采用40mw半导体激光器，该激光器输出的激光为偏振光。其操作步骤参照半导体激光器说明书。

3、 外光路系统

光路系统主要由激发光源(半导体激光器)、五维可调样品支架S，偏振组件P1和P2以及聚光透镜C1和C2等组成(见图5)。

激光器射出的激光束被反射镜R反射后，照射到样品上。为了得到较强的激发光，采用一聚光透镜C1使激光聚焦。使在样品容器的中央部位形成激光的束腰。为了增强效果，在容器的另一侧放一凹面反射镜M2。凹面镜M2可使样品在该侧的散射光返回，最后由聚光透镜C2把散射光会聚到单色仪的入射狭缝上。

调节好外光路，是获得喇曼光谱的关键，首先应使外光路与单色仪的内光路共轴。一般情况下，它们都已调好并被固定在一个钢性台架上。可调的主要是激光照射在样品上的束腰应恰好被成像在单色仪的狭缝上。是否处于最佳成像位置可通过单色仪扫描出的某条喇曼谱线的强弱来判断。

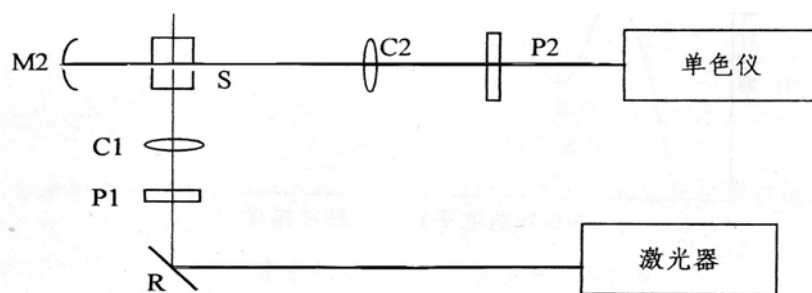


图5 外光路系统示意图

4、 偏振部件

作偏振测量实验时，应在外光路中放置偏振部件。它包括改变入射光偏振方向的偏振旋转器，还有起偏器和检偏器。

5、 探测系统

喇曼散射是一种极微弱的光，其强度小于入射光强的 10^{-6} ，比光电倍增管本身的热噪声水平还要低。

用通常的直流检测方法已不能把这种淹没在噪声中的信号提取出来。

单光子计数器方法利用弱光下光电倍增管输出电流信号自然离散的特征，采用脉冲高度甄别和数字计数技术将淹没在背景噪声中的弱光信号提取出来。与锁定放大器等模拟检测技术相比，它基本消除了光电倍增管高压直流漏电流和各倍增极热噪声的影响，提高了信噪比；受光电倍增管漂移，系统增益变化的影响较小；它输出的是脉冲信号，不用经过A/D变换，可直接送到计算机处理。

在非弱光测量时，通常是测量光电倍增管的阳极电阻上的电压。测得的信号(或电压)是连续信号。当弱光照射到光阴极时，每个入射光子以一定的概率(即量子效率)使光阴极发射一个电子。这个光电子经倍增系统的倍增最后在阳极回路中形成一个电流脉冲，通过负载电阻形成一个电压脉冲，这个脉冲称为单光子脉冲。除光电脉冲外，还有各倍增极的热发射电子在阳极回路中形成的热发射噪声脉冲。热电子受倍增的次数比光电子少，因而它在阳极上形成的脉冲幅度较低。此外还有光阴极的热发射形成的脉冲。噪声脉冲和光电子脉冲的幅度的分布如图6所示。脉冲幅度较小的主要是热发射噪声信号，而光阴极发射的电子(包括光电子和热发射电子)形成的脉冲幅度较大，出现“单光电子峰”。用脉冲幅度甄别器把幅度低于 V_h 的脉冲抑制掉。只让幅度高于 V_h 的脉冲通过就能实现单光子计数。

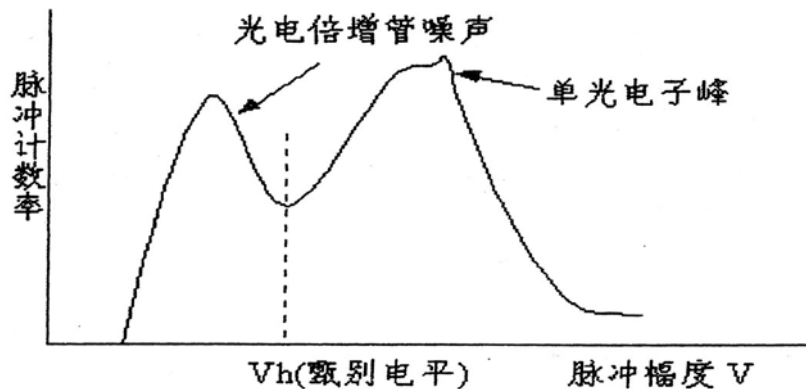


图6 光电倍增管输出脉冲分布

单光子计数器的框图如图7所示。

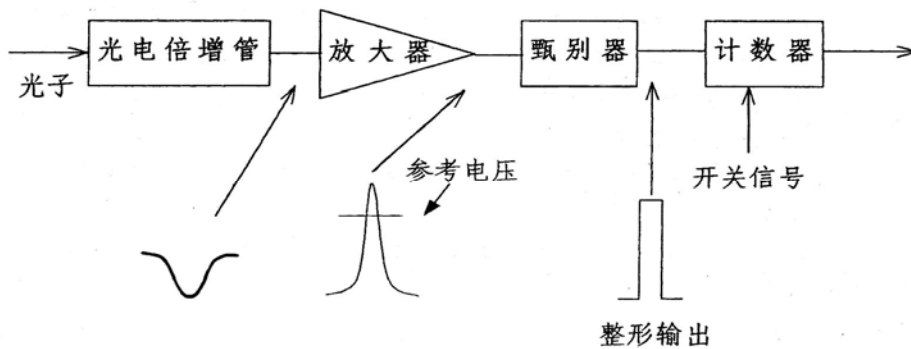


图7 单光子计数器的框图

光子计数器中使用的光电倍增管其光谱响应应适合所用的工作波段,暗电流要小(它决定管子的探测灵敏度),相应速度及光阴极稳定。光电倍增管性能的好坏直接关系到光子计数器能否正常工作。

放大器的功能是把光电子脉冲和噪声脉冲线性放大,应有一定的增益,上升时间 $\leq 3\text{ns}$,即放大器的通频带宽达 100MHz ;有较宽的线性动态范围及低噪声,经放大的脉冲信号送至脉冲幅度甄别器。

在脉冲幅度甄别器里设有一个连续可调的参考电压 V_h 。如图8所示,当输入脉冲高度低于 V_h 时,甄别器无输出。只有高于 V_h 的脉冲,甄别器输出一个标准脉冲。如果把甄别电平选在图8中的谷点对应的脉冲高度上,就能去掉大部分噪声脉冲而只有光电子脉冲通过,从而提高信噪比。脉冲幅度甄别器应甄别电平稳定、灵敏度高、死时间小、建立时间、脉冲对分辨率小于 10 ns ,以保证不漏计。甄别器输出经过整形的脉冲。

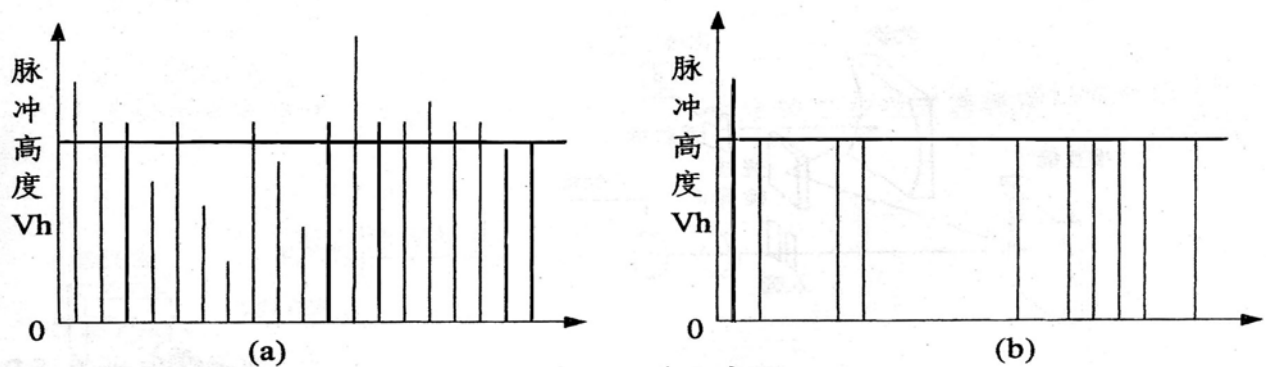


图8 甄别器工作示意图

(a) 放大器输出 (b) 甄别器输出

计数器的作用在规定的测量时间间隔内将甄别器的输出脉冲累加计数。在本仪器中此间隔时间与单色仪步进的时间间隔相同。单色仪进一步,计数器向计算机送一次数,并将计数器清零后继续累加新的脉冲。

【实验步骤】

- 1、打开半导体激光器电源(波长为 532nm ,功率 $\geq 40\text{mw}$)。用电流设置钮调整输出电流不超过 1.1A ,最小不做设定,以出激光为准。
- 2、打开主机左面开关,计算机开关,启动“LRS-II/III激光喇曼荧光光谱仪”测量软件。根据提示点击“取消”键进行重新初始化,使波长位置回到 200nm 处。
- 3、打开外光路罩,给试管中加入 CCl_4 溶液,调整试管位置使会聚光束的腰部正好位于试管中心。
- 4、单击“参数设置(Setup)”,在“工作方式”栏中选择“波长方式”,“数据间隔”选为 0.2nm ;在“工作范围”栏中选“起始波长”为 510nm ,”终止波长”为 560nm ;在“工作状态”栏中选“负高压”为8,“域值”为9,“积分时间”为 250ms 。
- 5、在暗室条件下点击“单程扫描”,仪器检索到所设置的“起始波长”后便开始扫描,在扫描过程中应保持安静和避免撞击实验台。

- 6、扫描结束后，在“读取数据”下拉式菜单中选择“扩展”→“纵向扩展”，得到合适图谱。
- 7、根据谱峰高低在“寻峰”→“自动寻峰”栏中输入寻找谱峰的“最大值”，“最小值”，“最小峰高”，检出瑞利线，红伴线或斯托克斯（Stokes）线；紫伴线或反斯托克斯（Anti-Stokes）线。
- 8、根据瑞利线（第4条）的波长与输入激光束的波长（532nm）差在“读取数据”下拉式菜单中选择“波长修正”，如果当前值偏大2nm，则输入-2nm，反之输入2nm，进行波长修正使瑞利线的波长为532nm。
- 9、重复步骤7，进行重新“寻峰”，记录各峰对应的波长和强度。
- 10、选择参数设置区的“数据”项，在“寄存器”下拉式表框中选择记录数据的寄存器号，记录下波长和强度。在直角坐标纸上以强度为纵坐标，以波长为横坐标绘制喇曼光谱图。在各谱峰下面标出对应的波长 λ (nm)，波数 $\sigma = \frac{1}{\lambda}$ (cm^{-1})，与瑞利线的波数差 $\Delta\sigma$ (cm^{-1})。

【参考文献】

- (1) 吴思诚、王祖铨《近代物理实验》(2)，北京大学出版社。
- (2) 钟立晨、丁海曙：《分子光谱与激光》，电子工业出版社。

实验 6 椭圆偏振测厚

【实验目的】

本次实验主要目的是了解椭圆偏振法测量薄膜参数的基本原理；初步掌握椭圆偏振仪的使用方法，并对薄膜厚度和折射率进行测量。

【实验仪器】

椭圆偏振测厚仪，激光器，直流放大器，目镜罩，镀膜片。

【实验原理】

使一束自然光经起偏器变成线偏振光。再经 1/4 波片，使它变成椭圆偏振光入射在待测的膜面上。反射时，光的偏振状态将发生变化。通过检测这种变化，便可以推算出待测膜面的某些光学参数。

1. 椭偏方程与薄膜折射率和厚度的测量

如右图所示为一光学均匀和各向同性的单层介质膜。它有两个平行的界面。通常，上部是折射率为 n_1 的空气（或真空）。中间是一层厚度为 d 折射率为 n_2 的介质薄膜，均匀地附在折射率为 n_3 的衬底上。当一束光射到膜面上时，在界面 1 和界面 2 上形成多次反射和折射，并且各反射光和折射光分别产生多光束干涉。其干涉结果反映了膜的光学特性。

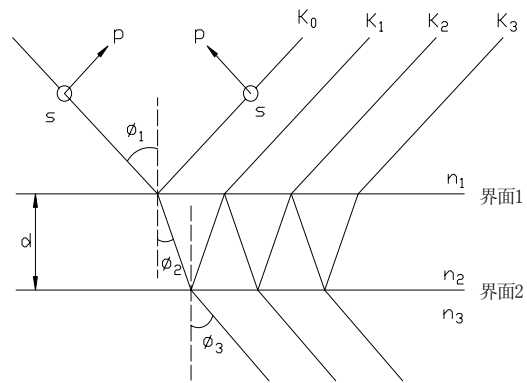


图 1 光在单层介质膜二界面上的反向和折射

设 ϕ_1 表示光的入射角， ϕ_2 和 ϕ_3 分别为在界面 1 和

2 上的折射角。根据折射定律有

$$n_1 \sin \phi_1 = n_2 \sin \phi_2 = n_3 \sin \phi_3 \quad (1)$$

光波的电矢量可以分解成在入射面内振动的 p 分量和垂直于入射面振动的 s 分量。若用 E_{ip} 和 E_{is} 分别代表入射光的 p 和 s 分量，用 E_{rp} 及 E_{rs} 分别代表各束反射光 K_0, K_1, K_2, \dots 中电矢量的 p 分量之和及 s 分量之和，则膜对两个分量的总反射系数 R_p 和 R_s 定义为

$$R_p = E_{rp} / E_{ip} \quad \text{和} \quad R_s = E_{rs} / E_{is} \quad (2)$$

经计算可得

$$E_{rp} = \frac{r_{1p} + r_{2p} e^{-i2\delta}}{1 + r_{1p} r_{2p} e^{-i2\delta}} E_{ip} \quad \text{和} \quad E_{rs} = \frac{r_{1s} + r_{2s} e^{-i2\delta}}{1 + r_{1s} r_{2s} e^{-i2\delta}} E_{is} \quad (3)$$

式中 r_{1p} 或 r_{1s} 和 r_{2p} 或 r_{2s} 分别为 p 或 s 分量在界面 1 和界面 2 上一次反射的反射系数。 2δ 为任意相邻两束反射光之间的位相差。

根据电磁场的麦克斯韦方程和边界条件可以证明

$$\left. \begin{aligned} r_{1p} &= \tan(\phi_1 - \phi_2) / \tan(\phi_1 + \phi_2), r_{1s} = -\sin(\phi_1 - \phi_2) / \sin(\phi_1 + \phi_2) \\ r_{2p} &= \tan(\phi_2 - \phi_3) / \tan(\phi_2 + \phi_3), r_{2s} = -\sin(\phi_2 - \phi_3) / \sin(\phi_2 + \phi_3) \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

式 (4) 即有名的菲涅尔反射系数公式。由相邻两反射光束间的程差，不难算出

$$2\delta = \frac{4\pi d}{\lambda} n_2 \cos \phi_2 = \frac{4\pi d}{\lambda} \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \phi_1} \quad (5)$$

式中 λ 为真空中的波长, d 和 n_2 为介质膜的厚度和折射率, 各 ϕ 角的意义同前。

在椭圆偏振法测量中, 为了简便, 通常引入另外两个物理量 φ 和 Δ 来描述反射光偏振态的变化。它们与总反射系数的关系定义如下:

$$\tan \varphi \cdot e^{i\Delta} = R_p / R_s \quad (6a)$$

$$= \frac{(r_{1p} + r_{2p} e^{-i2\delta})(1 + r_{1s} r_{2s} e^{-i2\delta})}{(1 + r_{1p} r_{2p} e^{-i2\delta})(r_{1s} + r_{2s} e^{-i2\delta})} \quad (6b)$$

式 (6) 简称为椭偏方程, 其中的 φ 和 Δ 称为椭偏参数 (由于具有角度量纲也称椭偏角)。

由 (1), (4), (5) 和 (6) 式已经可以看出, 参数 φ 和 Δ 是 $n_1, n_2, n_3, \phi_1, \lambda$ 和 d 的函数。其中 n_1, n_3, λ 和 ϕ_1 可以是已知量, 如果能从实验中测出 φ 和 Δ 的值, 原则上就可以算出薄膜的折射率 n_2 和厚度 d 。这就是椭圆偏振法测量的基本原理。

实际上, 究竟 φ 和 Δ 的具体物理意义是什么, 如何测出它们, 以及测出后又如何得到 n_2 和 d , 均须作进一步的讨论。

2. φ 和 Δ 的物理意义

现用复数形式表示入射光的 p 和 s 分量

$$\left. \begin{aligned} E_{ip} &= |E_{ip}| \exp(i\theta_{ip}), E_{is} = |E_{is}| \exp(i\theta_{is}) \\ E_{rp} &= |E_{rp}| \exp(i\theta_{rp}), E_{rs} = |E_{rs}| \exp(i\theta_{rs}) \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

(7) 式中各绝对值为相应电矢量的振幅, 各 θ 值为相应界面处的位相。

由 (6a), (2) 和 (7) 式可以得到

$$\tan \varphi \cdot e^{i\Delta} = \frac{|E_{rp}| |E_{is}|}{|E_{rs}| |E_{ip}|} \exp\{i[(\theta_{rp} - \theta_{rs}) - (\theta_{ip} - \theta_{is})]\} \quad (8)$$

比较等式两端即可得

$$\tan \varphi = \frac{|E_{rp}| |E_{is}|}{|E_{rs}| |E_{ip}|} \quad (9)$$

$$\Delta = (\theta_{rp} - \theta_{rs}) - (\theta_{ip} - \theta_{is}) \quad (10)$$

(9) 式表明, 参量与反射前后 p 和 s 分量的振幅比有关。而 (10) 式表明, 参量 Δ 与反射前后 p 和 s 分量的位相差有关。可见, φ 和 Δ 直接反映了光在反射前后偏振态的变化。一般规定, φ 和 Δ 的变化范围分别为 $0 \leq \varphi \leq \frac{\pi}{2}$ 和 $0 \leq \Delta \leq 2\pi$ 。

当入射光为椭圆偏振光时, 反射后一般为偏振态 (指椭圆的形状和方位) 发生了变化的椭圆偏振光 (除开 $\varphi = 4/\pi$ 且 $\Delta = 0$ 的情况)。为了能直接测得 φ 和 Δ , 须将实验条件作某些限制以使问题简化。也就是

要求入射光和反射光满足以下两个条件：要求入射在膜面上的光为等幅椭圆偏振光（即 p 和 s 二分量的振幅相等）。这时， $|E_{ip}|/|E_{is}|=1$ ，公式（9）则简化为

$$\tan \varphi = |E_{rp}|/|E_{rs}| \quad (11)$$

要求反射光为一线偏振光。也就是要求 $\theta_{rp} - \theta_{rs} = 0$ （或 π ），公式（10）则简化为

$$\Delta = -(\theta_{ip} - \theta_{is}) \quad (12)$$

满足后一条件并不困难。因为对某一特定的膜，总反射系数比 R_p/R_s 是一定值。公式（6a）决定了 Δ 也是某一定值。根据（10）式可知，只要改变入射二分量的位相差 $(\theta_{ip} - \theta_{is})$ ，直到大小为一适当值（具体方法见后面的叙述），就可以使 $\theta_{rp} - \theta_{rs} = 0$ （或 π ），从而使反射光变成一线偏振光。利用一检偏器可以检验此条件是否已满足。

以上两条件都得到满足时，公式（11）表明， $\tan \varphi$ 恰好是反射光的 p 和 s 分量的幅值比， φ 是反射光线偏振方向与 s 方向间的夹角，如右图所示。公式（12）则表明， Δ 恰好是在膜面上的入射光中 s 和 p 分量之间的位相差。

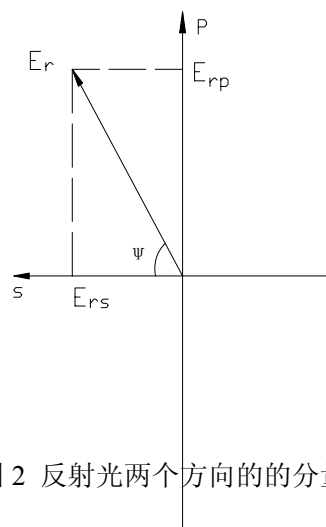


图 2 反射光两个方向的分量

3. φ 和 Δ 的测量

实现椭圆偏振法测量的仪器称为椭圆偏振仪（简称椭偏仪）。它的光路原理如图所示。

由氦氛激光管发出的波长为 632.8nm 的自然光，先后通过起偏器 Q，1/4 波片 C 入射在待测薄膜 F 上，反射光通过检偏器 R 射入光电接收器 T。如前所述，p 和 s 分别代表平行和垂直于入射面的二个方向。T 代表 Q 的偏振方向，f 代表 C 的快轴方向，tr 代表 R 偏振方向。无论起偏器的方位如何，经过它获得的线偏振光再经过 1/4 波片后一般成为椭圆偏振光。为了在膜面上获得 p 和 s 二分量等幅的椭圆偏振光，只须转动 1/4 波片，使其快轴方向 f 与 s 方向的夹角 $\alpha = \pm \pi/4$ 即可（参看后面）。为了进一步使反射光变成为一线偏振光 E_r ，可转动起偏器，使它的偏振方向 t 与 s 方向间的夹角 $P1$ 为某些特定值。这时，如果转动检偏器 R，使它的偏振方向 tr 与 E_r 垂直，则仪器处于消光状态，光电接收器 T 接收到的光强最小，检流计的示值也最小。本实验中所使用的椭偏仪，可以直接测出消光状态下的起偏角 $P1$ 和检偏方位角 ψ 。从公式（12）可见，要求出，还必须求出 $P1$ 与 $(\theta_{ip} - \theta_{is})$ 的关系。

下面就上述的等幅椭圆偏振光的获得及 $P1$ 与 Δ 的关系作进一步的说明。如图所示，设已将 1/4 波片置于其快轴方向 f 与 s 方向间夹角为 $\pi/4$ 的方位。 E_0 为通过起偏器后的电矢量， $P1$ 为 E_0 与 s 方向间的夹角（以下简称起偏角）。令 γ 表示椭圆的开口角（即两对角线间的夹角）。由晶体光学可知，通过 1/4 波片后， E_0 沿快轴的分量 E_f 与沿慢轴的分量 E_i 比较，位相上超前 $\pi/2$ 。用数学式可

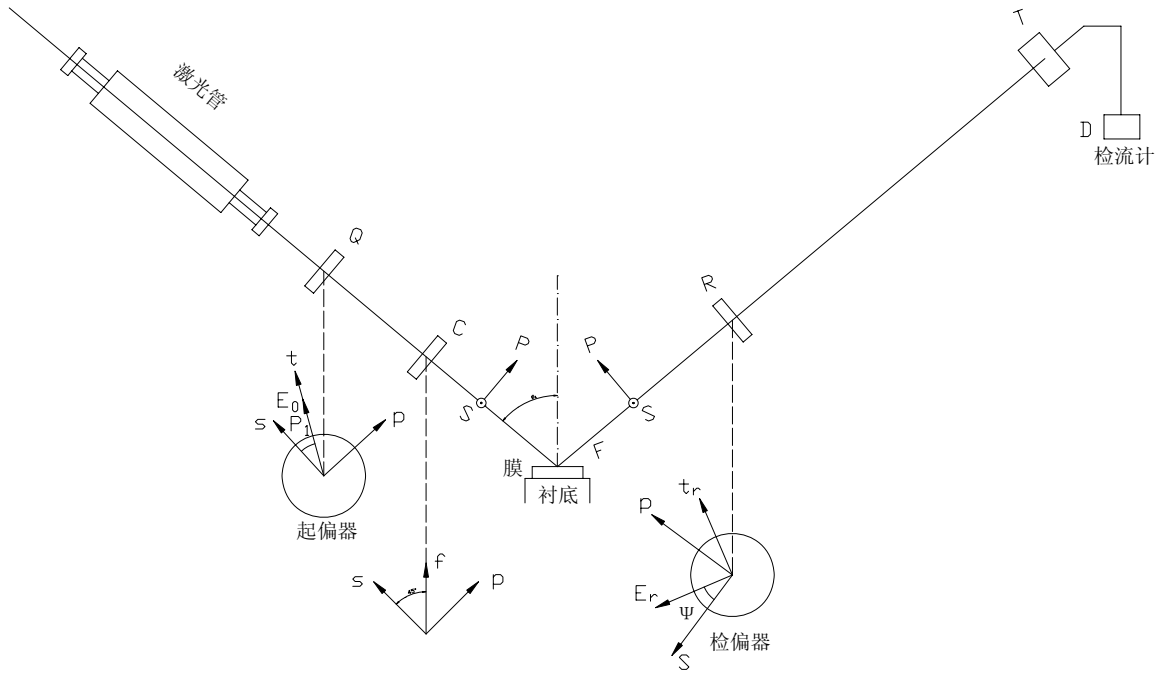


图3 椭偏仪光路图，从Q，C和R用虚线引下的三个插图都是迎光线看去的

以表达成

$$E_f = E_0 \cos\left(\frac{\pi}{4} - P_1\right) e^{i\frac{\pi}{2}} = iE_0 \cos\left(\frac{\pi}{4} - P_1\right) \quad (13)$$

$$E_l = E_0 \sin\left(\frac{\pi}{4} - P_1\right) \quad (14)$$

从它们在 p 和 s 两个方向上的投影可得到沿 p 和 s 的电矢量分别为

$$E_{ip} = E_f \cos\frac{\pi}{4} - E_l \cos\frac{\pi}{4} = \frac{\sqrt{2}}{2} E_0 e^{i\left(\frac{3}{4}\pi - P_1\right)} \quad (15)$$

$$E_{is} = E_f \sin\frac{\pi}{4} + E_l \sin\frac{\pi}{4} = \frac{\sqrt{2}}{2} E_0 e^{i\left(\frac{\pi}{4} + P_1\right)} \quad (16)$$

由(15)和(16)式看出，当1/4波片放置在 $+\pi/4$ 角位置时，的确在p和s二方向上得到了幅值均为 $(1/2)^{1/2} E_0$ 的椭圆偏振入射光。p和s的位差为

$$\theta_{ip} - \theta_{is} = \frac{\pi}{2} - 2P_1 \quad (17)$$

另一方面，从图3上的几何关系可以得出，开口角 γ 与起偏角 P_1 的关系为 $\gamma/2 = \pi/4 - P_1$ 。于是

$$\gamma = \frac{\pi}{2} - 2P_1 \quad (18)$$

$$\text{则 (17) 式变为} \quad \theta_{ip} - \theta_{is} = \gamma \quad (19)$$

$$\text{由 (12) 式可得} \quad \Delta = -(\theta_{ip} - \theta_{is}) = -\gamma \quad (20)$$

至于检偏方位角 ψ ，可以在消光状态下直接读出。

在测量中，为了提高测量的准确性，常常不是只测一次消光状态所对应的 P_1 和 ψ_1 值，而是将四种（或二种）消光位置所对应的四组 (P_1, ϕ_1) , (P_2, ϕ_2) , (P_3, ϕ_3) 和 (P_4, ϕ_4) 值测出，经处理后再算出 Δ 和 φ 值。其中， (P_1, ϕ_1) 和 (P_2, ϕ_2) 所对应的是 $1/4$ 波片快轴相对于 s 方向置 $+\pi/4$ 时的两个消光位置（反射后 p 和 s 光的位相差为 0 或为 π 时均能合成线偏振光）。而 (P_3, ϕ_3) 和 (P_4, ϕ_4) 对应的是 $1/4$ 波片快轴相对于 s 方向置 $-\pi/4$ 时的两个消光位置。另外，还可以证明下列关系成立： $|P_1 - P_2| = 90^\circ$ ， $\phi_2 = -\phi_1$ ； $|P_3 - P_4| = 90^\circ$ ， $\phi_4 = -\phi_3$ 。求 ψ 和 Δ 的方法如下所述。

(1) 计算 Δ 值：将 P_1, P_2, P_3 和 P_4 中大于 90° 的减去 90° ，不大于 90° 的保持原值，并分别记为 $\{P_1\}, \{P_2\}, \{P_3\}$ 和 $\{P_4\}$ ，然后分别求平均。计算中令

$$P'_1 = \frac{\{P_1\} + \{P_2\}}{2} \quad \text{和} \quad P'_3 = \frac{\{P_3\} + \{P_4\}}{2} \quad (21)$$

而椭圆开口角 γ 与 P'_1 和 P'_3 的关系为

$$\gamma = |P'_1 - P'_3| \quad (22)$$

由公式 (22) 算得 γ 后，再用公式 (20) 求得 Δ 值。

(2) 计算 ψ 值：应按公式 (23) 进行计算

$$\varphi = \frac{(|\phi_1| + |\phi_2| + |\phi_3| + |\phi_4|)}{4} \quad (23)$$

4. 折射率 n_2 和膜厚的计算

尽管在原则上由 ψ 和 Δ 能算出 n_2 和 d ，但实际上要直接解出 (n_2, d) 和 (Δ, ψ) 的函数关系式是很困难的。一般在 n_1 和 n_2 均为实数（即为透明介质的），并且已知衬底折射率 n_3 （可以为复数）的情况下，将 (n_2, d) 和 (Δ, ψ) 的关系制成数值表或列线图而求得 n_2 和 d 值。编制数值表的工作通常由来完成。制作的方法是，先测量（或已知）衬底的折射率 n_3 ，取定一个入射角 ϕ_1 ，设一个 n_2 的初始值，令 δ 从 0 变到 180° （变化步长可取 $1^\circ, 2^\circ, \dots$ 等），利用公式 (4), (5), (6)，便可分别算出 d, Δ 和 ψ 的值。然后将 n_2 增加一个小量进行类似计算。如此继续下去便可得到 $(n_2, d) \sim (\Delta, \psi)$ 的数值表。为了使用方便，常将数值表绘制成列线图。用这种查表（或查图）求 n_2 和 d 的方法，虽然比较简单方便，但误差较大，故目前日益广泛地采用计算机直接处理数据。

另外，求厚度 d 时还需要说明一点：当 n_1 和 n_2 为实数时，式 (5) 中的 ϕ_2 为实数，两相邻反射光线间的位相差 2δ 亦为实数，其周期为 2π 。 2δ 可能随着 d 的变化而处于不同的周期中。若令 $2\delta = 2\pi$ 时对应的膜层厚度为第一个周期厚度 d_0 ，由 (5) 式可以得到

$$d_0 = \frac{\lambda}{2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \phi_1}} \quad (24)$$

由数值表，列线图或算出的 d 值均是第一周期内的数值。若膜厚大于 d_0 ，可用其它方法（如干涉法）确定所在的周期数 j ，则总膜厚是

$$D = (j-1)d_0 + d$$

5. 金属复折射率的测量

以上讨论的主要是透明介质膜光学参数的测量，膜对光的吸收可以忽略不计，因而折射率为实数。金属是导电媒质，电磁波在导电媒质中传播要衰减，故各种导电媒质中都存在不同程度的吸收。理论表明，金属的介电常数是复数，其折射率也是复数。现表示为

$$\hat{n}_2 = n_2 - ik \quad (25)$$

式中的实部 n_2 并不相当于透明介质的折射率。换句话说， n_2 的物理意义不对应于光在真空中速度与介质中速度的比值，所以也不能从它导出折射定律。式中 k 称为吸收系数。

这里有必要说明的是，当 \hat{n}_2 为复数时，一般 ϕ_1 和 ϕ_2 也为复数。折射定律在形式上仍然成立，前述的菲涅尔反射系数公式和椭偏方程也成立。这时仍然可以通过法求得参量 d , n_2 和 k ，但计算过程却要繁复的多。

本实验仅测厚金属铝的复折射率。为使计算简化，将 (25) 式改写成以下形式

$$\hat{n}_2 = N - iNK \quad (26)$$

由于待测厚金属铝的厚度 d 与光的穿透深度相比大得多，在膜层第二个界面上的反射光可以忽略不计。因而可以直接引用单界面反射的菲涅尔反射系数公式 (4)。经推算后得

$$N \approx \frac{n_1 \sin \phi_1 \tan \phi_1 \cos 2\varphi}{1 + \sin 2\varphi \sin \Delta} \quad (27)$$

$$K \approx \tan 2\varphi \sin \Delta \quad (28)$$

公式中的 n_1 , ϕ_1 和 Δ 的意义均与透明介质情况下相同

【仪器使用与测量方法】

接通激光电源和硅光电池电源，在样品台上放好被测样品，将手轮转至“目视”位置，从观测窗观看光束，调节平台高度调节钮，使观测窗中的光点最亮最圆。调节好样品台后，转动起偏器、检偏器刻度盘手轮，目测光强变化，当光强最小时，将观测窗盖严，然后将转镜手轮转到光电接收位置，观察放大器指示表 (10^{-11})，反复交迭转动起偏器、检偏器手轮使表的示值最小 (对应消光)，从起偏刻度盘及游标盘上读出起偏器方位角 P ，从检偏刻度盘及游标盘上读出检偏方位角 A ，同上再测出另一组消光位置的方位角度读数。

将两组 (P, A) 换算，求平均值，方法如下：

(1) 区分 (P_1, A_1) 和 (P_2, A_2)，当 $0^\circ \leq A \leq 90^\circ$ ，为 A_1 ，对应 A_1 的为 P_1 ，另一组为 A_2, P_2

(2) 根据下式把 (P_2, A_2) 换算成 (P_2', A_2'):

$$A_2' = 180^\circ - A_2$$

$$P_2' = \begin{cases} P_2 + 90^\circ & \text{当 } 0^\circ \leq A \leq 90^\circ \\ P_2 - 90^\circ & \text{当 } 90^\circ \leq A \leq 180^\circ \end{cases}$$

(3) 把 (P_1, A_1) 与 (P_2', A_2') 求平均值, 即:

$$\bar{P} = (P_1 + P_2')/2 \quad \bar{A} = (A_1 + A_2')/2$$

然后判断周期。当光源波长为 6328 \AA 时, SiO_2 膜的一个周期约为 283 nm 左右, 在膜厚大于一个周期时, 本仪器无法判断周期。建议选用下述一些方法:

1. 与色板比较
2. 用干涉显微镜看膜层台阶处干涉条纹的移动
3. 根据形成膜层的条件(生长时间、溅射时间、蒸发时间等)判定。

使用 $(P, A) - (d, n)$ 关系表或图由 P 和 A 求出 d 和 n 。求折射率问题, 本方法原则上可以定出 n , 但在某些膜厚范围内 (P, A) 位置随 n 值的变化比较迟钝, 因此从个别样品定出的 n 值随具体生长条件的变化较小, 建议可采用 $n=1.46$ 。

【注意事项】

1. 不允许用强激光或其它光照射硅光电池, 必须先用目视法充分消光后, 才能进行测量;
2. 由于样品表面的反射, 在光屏上有时可能出现两个光点, 调节消光时, 有明暗变化的应为主光点, 副光点可以不管;
3. 更换激光管时, 可将管座全部旋下, 再将后盖旋下, 去掉电源接线, 将激光管从散热罩内取出, 安装时重复上述步骤。注意激光输出方向。最后调节各螺钉, 在入射管和反射管均为 90° 时, 激光束应在所有光栏中心通过, 而且在观测窗中光点最亮最圆, 特别注意, 激光管正负极不能接错;
4. $1/4$ 波长片一般情况下不允许转动, 以免造成测量误差;
5. 仪器在使用前应该用已知片进行检查(已知膜厚和折射率的镀膜片)防止差错;
6. 仪器应放在光线较暗、湿度低的室内使用;
7. 激光管和电器箱的维护应参看以上两种产品的说明书;
8. 目前用 $(\Delta, \varphi) - (n, d)$ 列线图的方法也比较多, 该图与 $(P, A) - (d, n)$ 曲线图有以下关系:

$$\varphi = A$$
$$\Delta = \begin{cases} 270 - 2P & \text{当 } 0^\circ \leq P \leq 135^\circ \\ 630 - 2P & \text{当 } P > 135^\circ \end{cases}$$

第四章 真空技术与 X 光衍射

实验 1 真空获得与真空镀膜的应用

真空镀膜技术是一种新颖的材料合成与加工的新技术，是表面工程技术领域的重要组成部分。真空镀膜技术是利用物理、化学手段将固体表面涂覆一层特殊性能的镀膜，从而使固体表面具有耐磨损、耐高温、耐腐蚀、抗氧化、防辐射、导电、导磁、绝缘和装饰等许多优于固体材料本身的优越性能，达到提高产品质量、延长产品寿命、节约能源和获得显著技术经济效益的作用。因此真空镀膜技术被誉为最具发展前途的重要技术之一，并已在高技术产业化发展中展现出诱人的市场前景。这种新兴的真空镀膜技术已在国民经济各个领域得到应用，如航空、航天、电子、信息、机械、石油、化工、环保、军事等领域。

(1) 真空获得与真空镀膜

【实验目的】

1. 了解真空技术的基本知识；
2. 掌握低、高真空的获得和测量的基本原理及方法；
3. 了解真空镀膜的基本知识；
4. 学习掌握蒸发镀膜的基本原理和方法。

【实验原理】

1、真空度与气体压强

真空度是对气体稀薄程度的一种客观度量，单位体积中的气体分子数越少，表明真空度越高。由于气体分子密度不易度量，通常真空度用气体压强来表示，压强越低真空度越高。按照国际单位制(SI)，压强单位是牛顿/米²，称为帕斯卡，简称帕(Pa)。通常按照气体空间的物理特性及真空技术应用特点，将真空划分为几个区域，见表 1。

表 1 真空区域划分

低真空	$10^5 \sim 10^3$
中真空	$10^3 \sim 10^{-1}$
高真空	$10^{-1} \sim 10^{-6}$
超高真空	$10^{-6} \sim 10^{-12}$

2、真空的获得—真空泵

1654 年，德国物理学家葛利克发明了抽气泵，做了著名的马德堡半球试验。

原理：当泵工作后，形成压差， $p_1 > p_2$ ，实现了抽气。

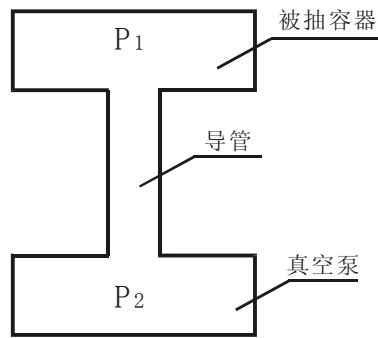


图 1 真空泵抽气原理

用来获得真空的设备称为真空泵，真空泵按其工作机理可分为排气型和吸气型两大类。排气型真空泵是利用内部的各种压缩机构，将被抽容器中的气体压缩到排气口，而将气体排出泵体之外，如机械泵、扩散泵和分子泵等。吸气型真空泵则是在封闭的真空系统中，利用各种表面（吸气剂）吸气的办法将被抽空间的气体分子长期吸着在吸气剂表面上，使被抽容器保持真空，如吸附泵、离子泵和低温泵等。

真空泵的主要性能可有下列指标衡量：

- (1)、极限真空度：无负载（无被抽容器）时泵入口处可达到的最低压强（最高真空度）
- (2)、抽气速率：在一定的温度与压力下，单位时间内泵从被抽容器抽出气体的体积，单位（升/秒）。
- (3)、启动压强：泵能够开始正常工作的最高压强。

1、机械泵

机械泵是运用机械方法不断地改变泵内吸气空腔的容积，使被抽容器内气体的体积不断膨胀压缩从而获得真空的泵，机械泵的种类很多，目前常用的是旋片式机械泵。

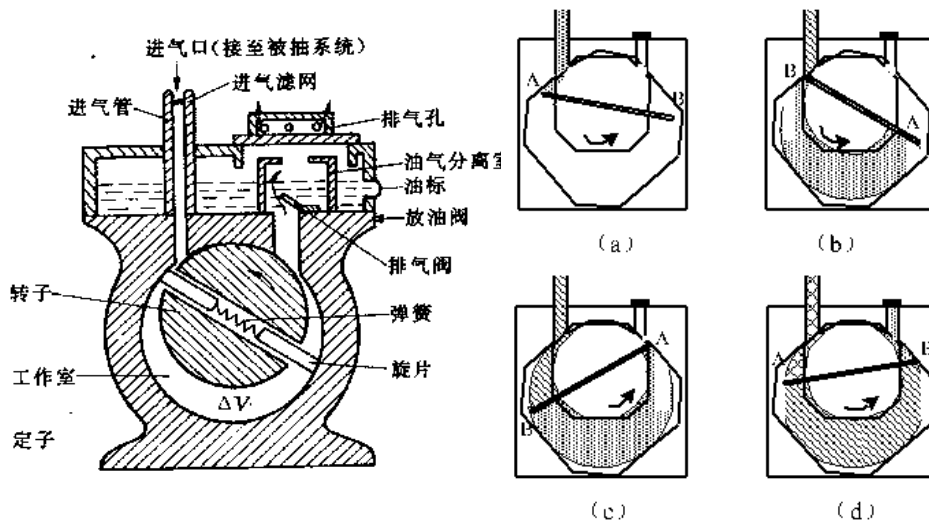


图 2 旋片式机械泵的结构示意图

图 2 是旋片式机械泵的结构示意图，它是由一个定子和一个偏心转子构成。定子为一圆柱形空腔，空腔上装着进气管和出气阀门，转子顶端保持与空腔壁相接触，转子上开有槽，槽内安放了由弹簧连接的两个刮板。当转子旋转时，两刮板的顶端始终沿着空腔的内壁滑动。整个空腔放置在油箱内。工作时，转子带着旋片不断旋转，就有气体不断排出，完成抽气作用。旋片旋转时的几个典型位置如图 2 所示。当刮

板 A 通过进气口（图 2（a）所示的位置）时开始吸气，随着刮板 A 的运动，吸气空间不断增大，到图 2（b）所示位置时达到最大。刮板继续运动，当刮板 A 运动到图 2（c）所示位置时，开始压缩气体，压缩到压强大于一个大气压时，排气阀门自动打开，气体被排到大气中，如图 2（d）所示。之后就进入下一个循环。整个泵体必须浸没在机械泵油中才能工作，泵油起着密封润滑和冷却的作用。

机械泵可在大气压下启动正常工作，其极限真空度可达 10^{-1}Pa ，它取决于：①定子空间中两空腔间的密封性，因为其中一空间为大气压，另一空间为极限压强，密封不好将直接影响极限压强；②排气口附近有一“死角”空间，在旋片移动时它不可能趋于无限小，因此不能有足够的压力去顶开排气阀门；③泵腔内密封油有一定的蒸汽压（室温时约为 10^{-1}Pa ）。

旋片式机械泵使用时必须注意以下几点：

（1）、启动前先检查油槽中的油液面是否达到规定的要求，机械泵转子转动方向与泵的规定方向是否符合（否则会把泵油压入真空系统）。

（2）、机械泵停止工作时要立即让进气口与大气相通，以清除泵内外的压差，防止大气通过缝隙把泵内的油缓缓地倒压进被抽容器（“回油”现象）。这一操作一般都由与机械泵进气口上的电磁阀来完成，当泵停止工作时，电磁阀自动使泵的抽气口与真空系统隔绝，并使泵的抽气口接通大气。

（3）、泵不宜长时间抽大气，否则因长时间大负荷工作会使泵体和电动机受损。

2、扩散泵

扩散泵是利用气体扩散现象来抽气的，最早用来获得高真空的泵就是扩散泵，目前依然广泛使用，油扩散泵的工作原理不同与机械泵，其中没有转动和压缩部件。它的工作原理是通过电炉加热处于泵体下部的专用油，沸腾的油蒸汽沿着伞形喷口高速向上喷射，遇到顶部阻碍后沿着外周向下喷射，此过程中与气体分子发生碰撞，使得气体分子向泵体下部运动进入前级真空泵。

扩散泵泵体通过冷却水降温，运动到下部的油蒸汽与冷的泵壁接触，又凝结为液体，循环蒸发。为了提高抽气效率，扩散泵通常由多级喷嘴组成（3、4 个），图 3 是一个具有三级喷嘴的扩散泵结构示意图，这样的泵也称为多级扩散泵。扩散泵具有极高的抽气速率，高速定向喷射的油分子在喷嘴出口处的蒸汽流中形成一低压，将扩散进入蒸汽流的气体分子带至泵口被前级泵抽走，而油蒸汽在到达泵壁后被冷却水套冷却后凝聚，返回泵底再被利用。由于射流具有工作过程高流速（200 米/秒）、高密度、高分子量（300—500），故能有效地带走气体分子。扩散泵不能单独使用，一般采用机械泵为前级泵，以满足出口压强（最大 40Pa ），如果出口压强高于规定值，抽气作用就会停止因为在这一压强下，可以保证绝大部分气体分子以定向扩散形式进入高速蒸汽流。此外若扩散泵在较高空气压强下加热，会导致具有大分子结构的扩散泵油分子的氧化或裂解。油扩散泵的极限真空度主要取决于油蒸气压和反扩散两部分，目前一般能达到 $10^{-5}\sim 10^{-7}\text{Pa}$ 。根据扩散泵的工作原理，可以知道扩散泵有效工作一定要油冷水辅助，因此实验中一定要特别注意冷却水是否通畅和是否有足够的压力。另外，扩散泵油在较高的温度和压强下容易氧化而失效，所以不能在低真空范围内开启油扩散泵。油扩散泵一个不容忽视的问

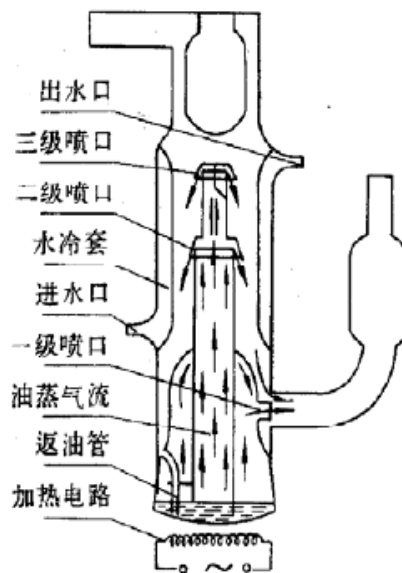


图 3 三级喷嘴油扩散泵

题。扩散泵不能单独使用，一般采用机械泵为前级泵，以满足出口压强（最大 40Pa ），如果出口压强高于规定值，抽气作用就会停止因为在这一压强下，可以保证绝大部分气体分子以定向扩散形式进入高速蒸汽流。此外若扩散泵在较高空气压强下加热，会导致具有大分子结构的扩散泵油分子的氧化或裂解。油扩散泵的极限真空度主要取决于油蒸气压和反扩散两部分，目前一般能达到 $10^{-5}\sim 10^{-7}\text{Pa}$ 。根据扩散泵的工作原理，可以知道扩散泵有效工作一定要油冷水辅助，因此实验中一定要特别注意冷却水是否通畅和是否有足够的压力。另外，扩散泵油在较高的温度和压强下容易氧化而失效，所以不能在低真空范围内开启油扩散泵。油扩散泵一个不容忽视的问

题是扩散泵油反流进入真空腔室造成污染，对于清洁度要求高的材料制备和分析过程，这样的污染是致命的，所以现在的高端材料制备、分析设备都采用无油真空系统，避免油污染。

通常的真空系统不是只有一种真空泵在工作，而是由至少两级真空泵组成的。本实验中真空系统由两级构成，前级泵是旋片式机械泵构成，二级泵是油扩散泵。

3、真空的测量

真空的测量就是对真空环境气压的测量，考虑到真空环境的特殊性，真空的准确测量是困难的，尤其是高真空和超高真空环境的测量。一般解决思路是在真空中引入一定的物理现象，然后测量这个过程中与气体压强有关的某些物理量，最后根据特征量与压强的关系确定出压强。对于不是很高的真空，可以通过压强计直接测量，这样的真空计叫做初级真空计或者绝对真空计，中度以上真空需要间接测量，这样的真空计叫做次级真空计或者相对真空计。

测量真空度的装置称为真空计。真空计的种类很多，根据气体产生的压强、气体的粘滞性、动量转换率、热导率、电离等原理可制成各种真空计。由于被测量的真空度范围很广，一般采用不同类型的真空计分别进行相应范围内真空度的测量。常用的有热偶真空计和电离真空计。热偶真空计也叫热偶规，通常用来测量低真空，可测范围为 $10 \sim 10^{-1} \text{Pa}$ ，它是利用低压下气体的热传导与压强成正比的特点制成的。电离真空计也叫电离规，是根据电子与气体分子碰撞产生电离电流随压强变化的原理制成的，测量范围为 $10^{-1} \sim 10^{-6} \text{Pa}$ 。

使用时特别注意：当压强高于 10^{-1}Pa 或系统突然漏气时，电离真空计中的灯丝会因高温很快被氧化烧毁，因此必须在真空度达到 10^{-1}Pa 以上时，才能开始使用电离真空计。为了使用方便，常把热偶真空计和电离真空计组合成复合真空计。

本实验中用到的真空计是热电偶真空计和热阴极电离真空计，又叫做热偶规和电离规，其结构如下图所示。它们的工作原理分别简述如下：

(1) 热偶规

在热偶规中，热丝的温度由一个细小的热电偶测量。热电偶就是不同金属绞接构成的，当两个结构温度不同时，有温差电动势存在，也就是所谓的温差电效应。其测量过程是：在铂丝上加一定的电流，铂丝温度升高，热电偶出现温差电动势，它的大小可以通过毫伏计测量。如果加热电流是一定的，那么铂丝的平衡温度在一定的气压范围内取决于气体的压强，所以温差电动势也就取决于气体的压强。热电动势与压强的关系可以通过计算得出，形成一条校准曲线。考虑到不同气体的导热率不同，所以对于同一压强，温差电动势也是不同的（通常的热偶规是校准气体是空气或者氮气）。热偶规热丝由于长期处于较高的温度，受到环境气体的作用，故容易老化，所以存在显著的零点漂移和灵敏度变化，需要经常校准。

(2) 电离规

常见的电离规的结构非常类似于三极管。热阴极灯丝加热后发射热电子，栅状阳极具有较高的正电压。热电子在栅状阳极作用下加速并被阳极吸收。由于栅状阳极的特殊形状，除了一部分电子被吸收外，其他的电子流向带有负电的板状收集极，再返回阳极。也就是说部分电子要来回往返几次才能最终被阳极吸收。可以想象，在电子运动的过程中，一定会与气体分子碰撞并电离，电离的阳离子被收集极吸收并形成电流。电子电流 I_e 、阳离子电流 I_i 与气体压强之间满足如下关系：

$$P = \frac{1}{K} \frac{I_i}{I_e}$$

由此可以确定出气压。对于很高真空度的情况，气体分子很稀薄，所以被电离的气体分子数目很小，因此需要配置微电流放大装置和灯丝稳流装置。电离规的线性指示区域是 $10^{-3} \sim 10^{-7}$ Torr。电离规是中高真空范围应用最广的真空计。低真空范围内，电离规的灯丝和阳极很容易被烧掉，所以一定要避免在低真空情况下使用电离规。

4、蒸发镀膜

真空蒸发法就是把衬底材料放置到高真空室内，通过加热蒸发材料使之气化或者升华，然后沉积到衬底表面而形成源物质薄膜的方法。

这种方法的特点是在高真空环境下成膜，可以有效防止薄膜的污染和氧化，有利于得到洁净、致密的薄膜，因此在电子、光学、磁学、半导体、无线电以及材料科学领域得到广泛的应用。

对于真空蒸发法而言，首先要明确成膜真空度范围，也就是说在说明样的真空范围内，薄膜的生成是可能的。

蒸发镀膜就是在真空中通过电流加热、电子束轰击加热和激光加热等方法，使薄膜材料蒸发成为原子或分子，它们随即以较大的自由程作直线运动，碰撞基片表面而凝结，形成一层薄膜。蒸发镀膜要求镀膜室内残余气体分子的平均自由程大于蒸发源到基片的距离，尽可能减少蒸发物的分子与气体分子碰撞的机会，这样才能保证薄膜纯净和牢固，蒸发物也不至于氧化。由分子动力学可知气体分子的平均自由程为：

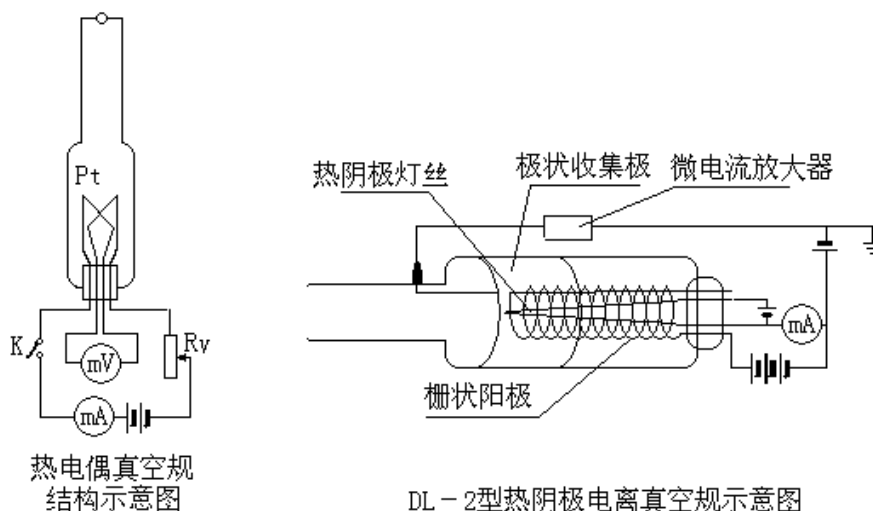


图4 热偶规、电离规结构示

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{\pi} \sigma^2 \rho} \quad (1)$$

式中 k 为玻尔兹曼常量， T 为气体温度， σ 为气体分子有效直径， ρ 为气体压强。此式表明，气体分子的平均自由程与压强成反比，与温度成正比。在 25°C 的空气情况下：

$$\lambda \approx \frac{6.6 \times 10^{-2}}{\rho} (m) \quad (2)$$

对于蒸发源到基片的距离为 0.15~0.2 米的镀膜装置，镀膜室的真空度须在 10^{-2} ~ 10^{-4} 帕之间才能满足要求。蒸发镀膜时，薄膜材料被加热蒸发成为原子或分子，在一定的温度下，薄膜材料单位面积的质量蒸发速率由朗缪尔（Langmuir）导出的公式决定：

$$G \approx 4.37 \times 10^{-3} P_v \sqrt{\frac{M}{T}} (\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{g}^{-1}) \quad (3)$$

式中 M 为蒸发材料的摩尔质量， P_v 为蒸发材料的饱和蒸气压，T 为蒸发材料温度。材料的饱和蒸气压随温度的上升而迅速增大，温度变化 10%，饱和蒸气压就要变化约一个数量级。由此可见，蒸发源温度的微小变化可引起蒸发速率的很大变化。因此，在蒸发镀膜过程中，要想控制蒸发速率，必须精确控制蒸发源的温度。

蒸发镀膜最常用的加热方法是电阻大电流加热。采用钨、钼、钽、铂等高熔点化学性能稳定的金属，做成适当形状的加热源，其上装入待蒸发材料，让电流通过，对蒸发材料进行直接加热蒸发，或者把待蒸发材料放入氧化铝、氮化硼或石墨等坩埚中进行间接加热蒸发。例如蒸镀铝膜，铝的熔点为 659°C ，到 1100°C 时开始迅速蒸发，常选用钨丝作为加热源，钨的熔化温度为 3380°C 。

在真空镀膜中，飞抵基片的气化原子或分子，除一部分被反射外，其余的被吸附在基片的表面上。被吸附的原子或分子在基片表面上进行扩散运动，一部分在运动中因相互碰撞而结聚成团，另一部分经过一段时间的滞留后，被蒸发而离开基片表面。聚团可能会与表面扩散原子或分子发生碰撞时捕获原子或分子而增大，也可能因单个原子或分子脱离而变小。当聚团增大到一定程度时，便会形成稳定的核，核再捕获到飞抵的原子或分子，或在基片表面进行扩散运动的原子或分子就会生长。在生长过程中核与核合成而形成网络结构，网络被填实即生成连续的薄膜。显然，基片的表面条件（例如清洁度和不完整性）、基片的温度以及薄膜的沉积速率都将影响薄膜的质量。

【实验仪器】

DH2010 型 多功能真空实验仪

DH2010 型 多功能真空实验仪由真空机组、钟罩、放电管、仪表与控制电路等五部分组成。

- 1、真空机组是机械泵与油扩散泵构成的二级真空抽气系统，极限真空度可以达到 10^{-3} Torr；
- 2、真空真空镀膜室（钟罩）、置蒸发电极，可以完成真空蒸发法薄膜沉积，
- 3、放电管用于完成气体放电现象的观察实验；
- 4、仪表部分包括真空测量仪表、蒸发显示与控制仪表、放电显示与控制仪表等；
- 5、电路部分包括真空机组控制、蒸发过程控制、放电过程控制三部分。

【实验内容】

真空蒸发薄膜制备的基本工艺流程：

本实验是真空蒸发法在玻璃衬底上制备金属 Al 薄膜，其基本工艺流程如（图 5）所示：

实验前请仔细检查各开关的状态，应该处于关断状态。

1、实验前准备：

先仔细清洗真空镀膜室的玻璃钟罩、用吹风机将钟罩烘干。

- (1)、清洗衬底玻璃基板、钨丝和待蒸发的高纯铝丝；
- (2)、清洗镀膜工作室；

(3)、将洗净的基片和铝丝放置在指定位置。

(4)、放置真空玻璃钟罩。

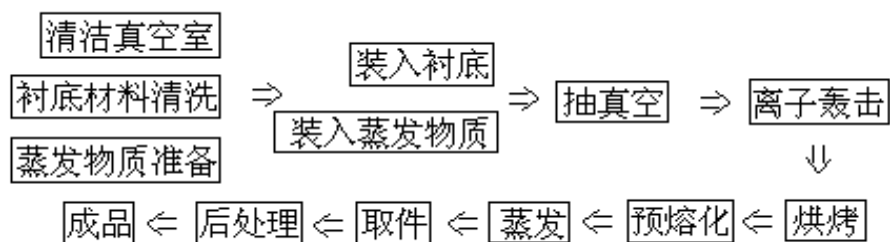


图 5 真空蒸发金属 Al 薄膜工艺流程图

2、抽取真空室真空

1、开启总电源，面板上的电源指示灯点亮，将控制面板上的工作选择打向真空泵，开启机械泵电源，机械泵开始工作。此时同时打开（A、B）高真空电磁阀以及真空泵电源，机械泵直接抽真空室，抽取大约 10 分钟左右，开启 FZH—2B 型复合真空计电源。先将测量开关打向 V_1 测量管路（同时将真空测量转换开关打向管路），记录下此时管路的真空度，再将 FZH—2B 型复合真空计测量转换开关打向 V_2 测量真空室内的真空度。

2、观察热偶计示数变化，当热偶计示数到几 Pa 数量级时，将工作选择打到扩散泵预工作，此时关闭（B 阀）打开 C 阀（机械泵对扩散泵抽取真空）此时将 FZH—2B 型复合真空计开关打向 V_1 测量直至真空为几 Pa 数量级。此时先打开水龙头，再接通扩散泵电源（接通加热电源开关）；加热电源通过压力控制器控制，如果水流压力不够则加热电源不能接通，**注意：扩散泵工作前必须先接通水源**，接通电源后，通过 PID 温控器设置加热温度。依次提高设定的加热温度，（50℃、100℃、180℃、250℃）

3、约 20 分钟后，扩散泵起作用，此时将工作选择打向扩散泵工作，打开高阀，此时各电磁阀的工作状态为（A 阀打开、B 阀关闭、C 阀打开、D 阀打开）

4、结合扩散泵的工作原理观察油扩散泵的工作过程。

4. 蒸镀铝膜

按实验室提供的具体操作步骤完成抽熔铝丝和加热蒸发等过程；

- 1、待真空室内的真空度达到 10^{-3} Torr 时，可开始蒸镀铝膜。
- 2、器控制面板上的蒸发电源开关打开，通过调节蒸发电源调节电压，逐步调高蒸发电源，使电流表显示为 50A 左右，对钨丝进行加热，将材料中的杂质预先蒸发掉（“预熔”）。调节可调档板旋钮，移去可调档板，再调高电源电压、加大加热电流约 70A 左右，进行蒸镀铝膜。
- 3、蒸镀铝膜完毕后，将蒸发电源开关打向“断”，切断蒸发电源。
- 4、观察真空室真空度的变化，记下真空系统的极限真空；
- 5、关闭扩散泵电源。将工作选择打向扩散泵预工作、关闭电离规灯丝开关。将 FZH—2B 型复合真空计的热偶规放置在 V_2 档，测量此时的真空室真空度。
- 6、关闭高阀，记录真空室的真空度与时间的关系，开始每隔 2 秒记录一次，真空度变化慢时视情况

延长测量时间间隔，直到真空度降低至 10Pa 数量级，停止记录，做系统漏率曲线。

7、用干涉显微镜测量薄膜的厚度 先用刻蚀法制作薄膜台阶，然后用干涉显微镜测量薄膜厚度。

8、关机步骤：

(1)、此时扩散泵电源已关，工作选择处于扩散泵预工作状态，D 阀处于关闭状态；机械泵继续工作，冷却水继续接通，对扩散泵内的泵油进行冷却。同时关闭电离规的灯丝电压。

(2)、机械泵继续工作，直到泵油的温度低于 50℃，同时管路真空度在 Pa 数量级时，将工作选择打在“机械泵”。

(3)、切断水源，关闭真空计电源。

(4)、将工作选择打向“断”，将总电源开关打向“断”，切断总电源。

【注意事项】

为了蒸镀得到质量较好的薄膜，应当注意以下几个问题：

(1)、注意基片表面保持良好的清洁度。被镀基片表面的清洁程度直接影响薄膜的牢固性和均匀性。基片表面的任何微粒、尘埃、油污及杂质都会大大降低薄膜的附着力。为了使薄膜有较好的反射光的性能，基片表面应平整光滑。镀膜前基片必须经过严格的清洗和烘干。基片放入镀膜室后，在蒸镀前有条件时应进行离子轰击，以去除表面上吸附的气体分子和污染物，增加基片表面的活性，提高基片与膜的结合力。

(2)、将材料中的杂质预先蒸发掉（“预熔”）。蒸发物质的纯度直接影响着薄膜的结构和光学性质，因此除了尽量提高蒸发物质的纯度外，还应设法把材料中蒸发温度低于蒸发物质的其它杂质预先蒸发掉，而不要使它蒸发到基片表面上。在预熔时用活动挡板挡住蒸发源，使蒸发材料中的杂质不能蒸发到基片表面。预熔时会有大量吸附在蒸发材料和电极上的气体放出，真空度会降低一些，故不能马上进行蒸发，应测量真空度并继续抽气，待真空度恢复到原来的状态后，方可移开挡板，加大蒸发电极的加热电流，进行蒸镀。

注意：只要真空室充过气，即使前次已“预熔”过或蒸发过的材料也必须重新预熔。

(3)、注意使膜层厚度分布均匀。均匀性不好会造成膜的某些特征随表面位置的不同而变化。让蒸发源与基片的距离适当远些，使基片在蒸镀过程中慢速转动，同时使工件尽量靠近转动轴线放置。

(4)、扩散泵连续工作时，落下钟罩后必须先对钟罩抽低真空，当达到 6~7Pa 后再开高阀，绝对不容许直接抽高真空，以避免扩散泵油氧化；

(5)、中途突然停电，应立即将工作选择开关打在“断”切断高真空测量，来电后，待机械泵工作 2~3 分钟后，再恢复正常工作；

(6)、镀膜工作进行 2~3 次后，必须及时清洗钟罩及镀膜室内零件，避免蒸发物质大量进入真空系统而损害真空性能；

(7)、各真空元件及仪表的维修保养参阅其说明书。

【思考题】

1. 机械泵的极限真空度是如何产生的？能否克服？
2. 进行真空镀膜为什么要求有一定的真空度？
3. 仔细观察会发现扩散泵油是间歇性沸腾的，请说明原因。

(2) 低压放电现象观察及伏安曲线的测量

【实验目的】

观察直流低气压辉光放电等离子体的唯象结构，通过对辉光等离子体的伏安曲线的测量，理解辉光等离子体的电学特性。

【实验原理】

低气压放电可分为三个阶段：暗放电、辉光放电和电弧放电。其中各个阶段的放电在不同的应用领域有广泛的应用。这三个阶段的划分从现象上来看是放电强度的不同，从内在因素来看是其放电电压和放电电流之间存在显著差异。经典的直流低气压放电在正常辉光放电区有如下示意图：

从左至右，其唯象结果如下：

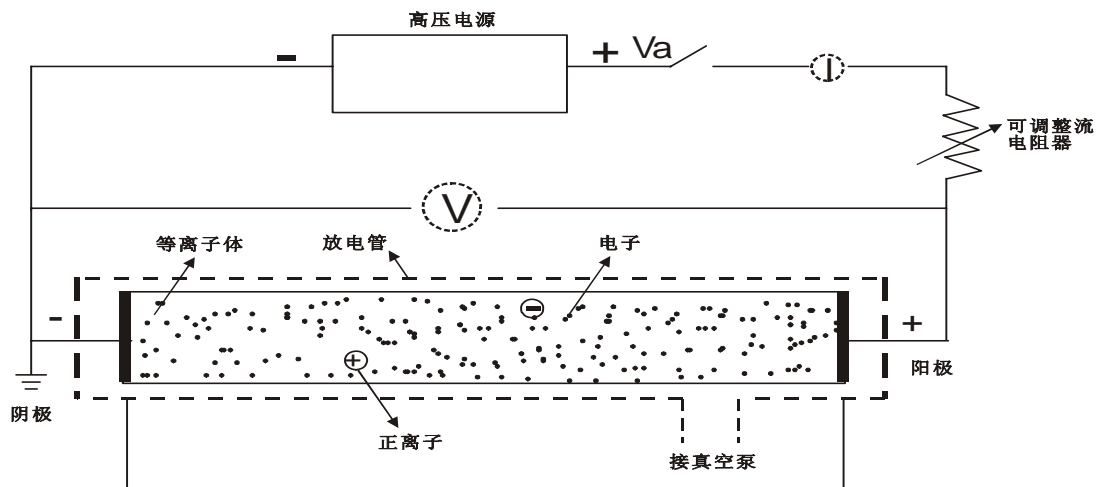


图 1 直流低气压放电正常辉光放电示意图

阴极：阴极由导电材料制成，二次电子发射系数 γ 对放电管的工作有很大影响。

阿斯顿 (Aston) 暗区：紧靠在阴极右边的阿斯顿暗区，是一个有强电场和负空间电荷的薄的区域。它含有慢电子，这些慢电子正处于从阴极出来向前的加速过程中。在这个区域里电子密度和能量太低不能激发气体，所以出现了暗区。

阴极辉光区：紧靠在阿斯顿暗区右边的是阴极辉光区。这种辉光在空气放电时通常是微红色或桔黄色，是由于离开阴极表面溅射原子的激发，或外部进入的正离子向阴极移动形成的。这种阴极辉光有一个相当高的离子密度。阴极辉光的轴向长度取决于气体类型和气体压力。阴极辉光有时紧贴在阴极上，并掩盖阿斯顿暗区。

阴极暗区：这是在阴极辉光的右边比较暗的区域，这个区域内有一个中等强度电场，有正的空间电荷和相当高的离子密度。

阴极区：阴极和阴极暗区至负辉光之间的边界之间的区域叫做阴极区。大部分功率消耗在辉光放电的阳极区。在这个区域内，被加速电子的能量高到足以产生电离，使负辉光区和负辉光右面的区域产生雪崩。

负辉光区：紧靠在阴极暗区右边的是负辉光区，在整个放电市它的光强度最亮。负辉光中电场相当低，它通常比阴极辉光长，并在阴极侧最强。在负辉光区内，几乎全部电流由电子运载，电子在阴极区被加速产生电离，在负辉光区产生强激发。

法拉第暗区：这个区紧靠在负辉光区的右边，在这个区域里，由于在负辉光区里的电离和激发作用，

实验 2 蒸汽冷凝法制备纳米微粒

20 世纪 80 年代末以来, 一项令世人瞩目的纳米科学技术正在迅速发展。纳米科技将在 21 世纪促使许多产业领域发生革命性变化。关注纳米技术并尽快投入到与纳米科技有关的研究, 是本世纪许多科技工作者的历史使命。

在物理学发展的历史上, 人类对宏观领域和微观领域已经进行了长期的、不断深入的研究。然而介于宏观和微观之间的所谓介观领域却是一块长期以来未引起人们足够重视的领域。这一领域的特征是以相干量子运输现象为主, 包括团簇、纳米体系和亚微米体系, 尺寸范围约为 $1 \sim 1000 \text{ nm}$ 。但习惯上人们将 $100 \sim 1000 \text{ nm}$ 范围内有关现象的研究, 特别是电输运现象的研究领域称为介观领域。因而 $1 \sim 100 \text{ nm}$ 的范围就特指为纳米尺度, 在此尺度范围的研究领域称为纳米体系。纳米科技正是在纳米尺度上研究物质的特性和相互作用以及利用这些特性的科学技术。经过近十几年的急速发展, 纳米科技已经形成纳米物理学、纳米化学、纳米生物学、纳米电子学、纳米材料学、纳米力学和纳米加工学等学科领域。

【实验目的】

1. 学习和掌握利用蒸汽冷凝法制备金属纳米微粒的基本原理和实验方法, 研究微粒尺寸与惰性气体气压之间的关系。
2. 学习利用电子成像法、X 射线衍射峰宽法或其它方法测量微粒的粒径。

【实验原理】

一、微粒制备

利用宏观材料制备微粒, 通常有两条路径。一种是由大变小, 即所谓粉碎法; 一种是由小变大, 即由原子气通过冷凝、成核、生长过程, 形成原子簇进而长大为微粒, 称为聚集法。由于各种化学反应过程的介入, 实际上已发展了多种制备方法。

(一) 粉碎法

图 1 示意几种最常见的粉碎法。实验室使用得最多的是球磨粉碎。球磨粉碎一开始粒径下降很快, 但粉碎到一定程度时, 由冷焊或冷烧结引起的颗粒重新聚集过程与粉碎过程之间达到动态平衡, 粒径不再变小。进一步细化的关键是阻止微晶的冷焊, 这往往通过添加助剂完成。1988 年, Shingu 等利用高能球磨法成功地制备了 $\text{Al}-\text{Fe}$ 纳米晶。发展至今, 对于 bcc 结构的材料 (如 Cr 、 Fe 、 W 等) 和 hcp 结构的材料 (如 Zr 、 Ru 等) 的纳米微粒较易制备, 但具有 fcc 的材料 (如 Cu) 难以形成纳米微晶。球磨粉碎法的缺点是微粒尺寸的均匀性不够, 同时可能会引入杂质成分。但相对而言工艺较简单, 产率较高, 而且还能制备一些其它方法无法制备的合金材料。

(二) 化学液相法

化学液相法制备纳米微粒获得很大的进展, 目前已发展成共沉淀法、水热法、冻结干燥法、溶胶-凝胶法等。利用化学液相法已制备成许多种类的纳米金属、非金属单晶微粒及各种氧化物、非氧化物以及合金 (如 CoFeO_4 , BaTiO_3)、固溶体 (如 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$)。

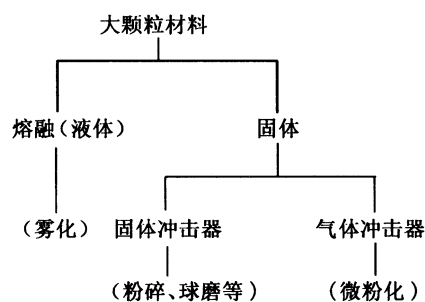


图 1 几种常见的粉碎法

(三) 气相法 (聚集法)

气相法制备纳米微晶可以追溯到古代, 我们的祖先就曾利用蜡烛火焰收集炭黑制墨。文献记录表明, 1930 年代, Rufud 为了研究红外吸收, 在空气中制备了 N_i 等 11 种金属的纳米微粒。1962 年, 由于日本物理学家 Kubo (久保) 提出量子尺寸效应, 引起了物理学工作者的极大兴趣, 促进了纳米微粒的制备及检测。1963 年 kimoto 等在稀薄氩气氛的保护下利用金属加热蒸发再冷凝, 成功地制备了 20 多种金属材料的纳米微粒。时至今日, 除了在加热方法上已发展了电阻加热法、等离子喷射法、溅射法、电弧法、激光法、高频感应法及爆炸法等各种方法, 在制备原理上亦已发展了 CVD 法、热解法及活性氢-熔融金属反应法等。它们为不同的用途, 提供各自适宜的制备方法。

在各类制备方法中, 最早被采用并进行较细致实验研究的是蒸汽冷凝法。图 2 显示蒸汽冷凝法制备纳米微粒的过程。首先利用抽气泵对系统进行真空抽吸, 并利用惰性气体进行置换。惰性气体为高纯 Ar、He 等, 有些情形也可以考虑用 N_2 气。经过几次置换后, 将真空反应室内保护气的气压调节控制至所需

的参数范围, 通常约为 0.1 kPa 至 10 kPa 范围, 与所需粒子粒径有关。当原材料被加热至蒸发温度时 (此温度与惰性气体压力有关, 可以从材料的蒸汽压温度相图查得) 蒸发成气相。气相的原材料原子与惰性气体的原子 (或分子) 碰撞, 迅速降低能量而骤然冷却。骤冷使得原材料的蒸汽中形成很高的局域过饱和, 非常有利于成核。图 3 显示成核速率随过饱和度的变化。成核与生长过程都是在极短的时间内发生的, 图 4 给出总自由能随核生长的变化, 一开始自由能随着核生长的半径增大而变大, 但是一旦核的尺寸超过临界半径, 它将迅速长大。首先形成原子簇, 然后继续生长成纳米微晶, 最终在收集器上收集到纳米粒子。为理解均匀成核过程, 可以设想另一种情形, 即抽掉惰性气体使系统处于高真空状态。如果此时对原材料加热蒸发, 则材料蒸汽在真空中迅速扩散并与器壁碰撞而冷却, 此过程即是典型的非均匀成核, 它主要由容器壁的作用促进成核、生长并淀积成膜。而在制备纳米微粒的过程由于成核与生长过程几乎是同时进行的, 微粒的大小与饱和度 P/P_e 有密切关系, 这导致如下几项因素与微粒尺寸有关。(1) 惰性气体的压力, 压力越小碰撞几率越低, 原材料原子的能量损失越小, P_e 值降低较慢。(2) 惰性气体的原子量越小, 一次碰撞的能量损失越小。(3) 蒸发速率越快, P/P_e 越大。(4) 收集器离蒸发源越远, 微粒生长时间越长。实际操作时可根据上述几方面的因素调剂 P/P_e 值, 从而控制微粒的分布尺寸。

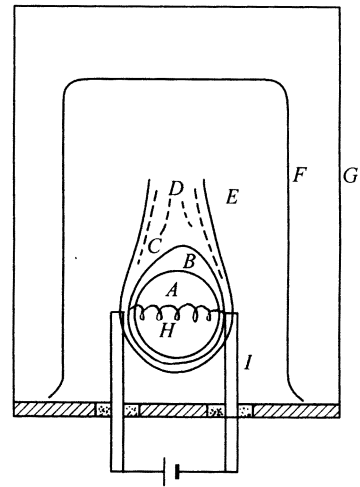


图 2 蒸汽冷凝法制备纳米微粒

A——原材料的蒸汽 B——初始成核
C——形成纳米微晶 D——长大了的纳米微粒 E——惰性气体, 气压约为 kPa 数量级 F——纳米微粒收集器 G——真空罩 H——加热钨丝 I——电极

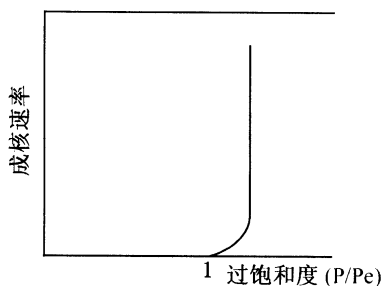


图 3 成核速率随过饱和度的变化 117

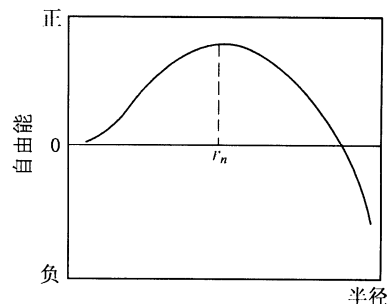


图 4 总自由能随核生长的变化

二、微粒尺寸检测

有许多物理测量方法可以用于检测微粒的尺寸分布或平均粒径（表 1）。

在表中所列的各种方法中，最常用的是 TEM法和 X 射线衍射峰宽法。但是随着 STM技术的发展，STM有可能成为更常用的测量手段。这里只介绍 TEM法和 X 射线衍射峰宽法。

表 1 微粒尺寸的检测方法

测量方法	测量功能	适用的尺寸范围	使用的主要仪器
离心沉降法	等效直径	>25nm	高速离心机, 分光光度计或暗场法光学系统
气体吸附法(容量法或重量法)	比表面积	尺寸: 约 1~10nm 比表面积: 0.1~1000m ² /g	BET 吸附装置或重量法装置
光散射法	平均直径	>约 3nm	喇曼光谱仪
X 射线衍射峰宽法	晶粒平均尺寸	约<500nm 常用于<50nm	X 射线衍射仪
小角度 X 射线散射法	晶粒平均尺寸	约<100nm	X 射线衍射仪
电子成像法 (TEM)	直接观察粒子形貌并测量粒径尺寸	约>2nm	透射电子显微镜
扫描隧道显微镜法 (STM)	形貌与尺寸	宽范围	扫描隧道显微镜
穆斯保尔谱法	粒径分布		穆斯保尔谱仪
光子相关谱法			光子相关谱仪

(一) TEM法

TEM法提供直接观测粒子尺寸的方法。

为进行 TEM观察, 需要利用有碳膜的铜网取样。有两种取样方法:

1. 在制备纳米微粒的真空室内预置有碳膜的电镜用铜网, 铜网与蒸发源之间设一挡板。蒸发时让挡板瞬间移开后即行复位, 铜网上将收集到适量的纳米粒子。

2. 将少量制备好的纳米粉放入装有纯净乙醇(或其它纯净易挥发液体)的小试管中, 进行超声处理以形成悬浮液。取一小滴液体滴在有碳铜网上, 待其挥发后使用。

将此有纳米微粒的铜网置入透射电子显微镜内进行观察, 并尽可能多拍一些有代表性的照片。然后由这些照片来测量粒径, 并给出粒子数与粒径的分布图。

TEM法的最大优点是能够直接观察粒子的形貌及尺寸。但是 TEM法观测的仅是少量的粒子, 而且用第 1 种取样方式得到的是铜网所在处的粒子, 用第 2 种取样方式时, 粒子尺寸沿高度方向可能有梯度, 所取液滴内的微粒也不一定完全代表全部微粒的粒径。另外 TEM法测量到的是微粒的颗粒度而不是晶粒度。

(二) X 射线衍射峰宽法

X 射线衍射峰宽法适用于微粒晶粒度的测量, 对纳米微粉, 测得的是平均晶粒度。但是按照 Scherrer

关系，有两方面的因素可以引起峰线变宽。一方面晶粒细小引致衍射线峰线宽化，而另一方面晶格应变、位错、杂质以及其它缺陷都可以导致峰线宽化。所以尽管理论上这种衍射线宽化可以适用到 500 nm 以下的晶粒范围，但实际上只当晶粒小于约 20 nm，因晶粒细小引起的宽化效应才能压倒因其它因素引起的宽化效应。也有文献指出，当晶粒小于 50 nm 时，测量值已与实际值相近。

衍射线半高强度处的衍射线增宽度 B 与晶粒尺寸 d 之间的关系为

$$d = K\lambda / B \cos \theta \quad (1)$$

式中 λ 为 X 射线波长， θ 为布拉格角， K 为形状因子。已有文献给出 K 约为 0.95~1.15。具体测量时用一晶粒大于 1 μm 的同种材料作对比，将待测纳米微粒样品衍射线半高峰宽值减去对比样品的半高峰宽值，即得到 (1) 式中的 B 值。

【实验仪器】

纳米微粒制备实验利用南京大学恒通科技开发公司研制的 HT-218 型纳米微粒制备实验仪进行，该仪器的原理图示于图 7。

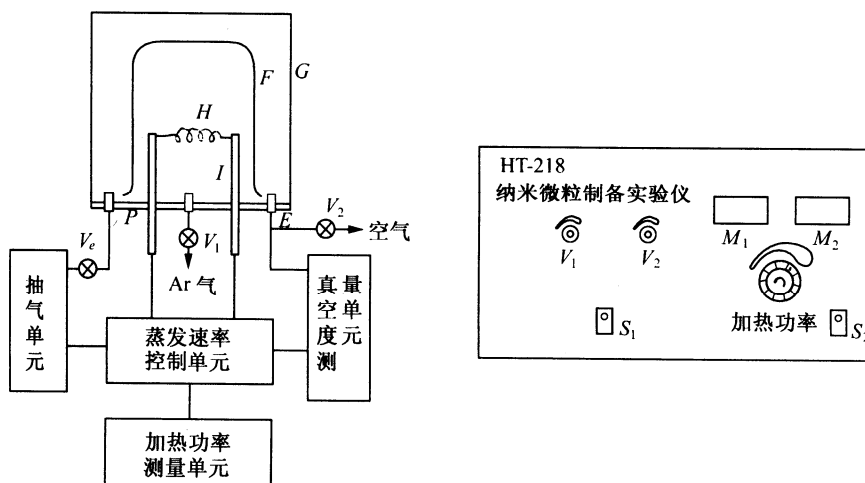


图 7 纳米微粒制备试验仪原理及面板

E ——气体压力传感器 F ——微粒收集器 G ——真空罩 H ——钨丝
 I ——铜电极 P ——真空室底盘 V_1 ——惰性气体阀门 V_2 ——空气阀门
 V_e ——电磁阀 S_1 ——电源总开关 S_2 ——抽气单元开关 M_1 ——气体压力表 M_2 ——加热功率表

玻璃真空罩 G 置于仪器顶部真空橡皮圈的上方。平时真空罩内保持一定程度的低气压，以维护系统的清洁。当需要制备微粒时，打开阀门 V_2 让空气进入真空室，使得真空室内外气压相近即可掀开真空罩。真空罩下方真空室底盘 P 的上部倒置了一只玻璃烧杯 F ，用作纳米微粒的收集器。两个铜电极 I 之间可以接上随机附带的螺旋状钨丝 H 。铜电极接至蒸发速率控制单元，若在真空状态下或低气压惰性气体状态下启动该单元，钨丝上即通过电流并可获得 1000℃ 以上的高温。真空底盘 P 开有四个孔，孔的下方分别接有气体压力传感器 E ，以及连结阀门 V_1 、 V_2 和电磁阀 V_e 的管道。气体压力传感器 E 连结至真空度测量单元，并在数字显示表 M_1 上直接显示实验过程中真空室内的气体压力。阀门 V_1 通过一管道与仪器后侧惰性气体接口连结，实验时可利用 V_1 调整气体压力，亦可借助 V_e 调整压力。阀门 V_2 的另一端直通大气，主要为打开钟罩而设立。电磁阀 V_e 的另一端接至抽气单元并由该单元实行抽气的自动控制，以保证抽气

的顺利进行并排除真空泵油倒灌进入真空室。蒸发控制单元的加热功率控制旋钮置于仪器面板上。调节加热器时数字显示表M2 直接显示加热功率。

【实验内容】

1. 准备工作

- (1) 检查仪器系统的电源接线、惰性气体连结管道是否正常。惰性气体最好用高纯 Ar 气，亦可考虑使用化学性质不活泼的高纯 N₂ 气。
- (2) 利用脱脂白绸布、分析纯酒精、仔细擦净真空罩以及罩内的底盘、电极和烧杯。
- (3) 将螺旋状钨丝接至铜电极。
- (4) 从样品盒中取出铜片（用于纳米铜粉制备），在钨丝的每一圈上挂一片，罩上烧杯。
- (5) 罩上真空罩，关闭阀门 V₁、V₂，将加热功率旋钮沿逆时针方向旋至最小，合上电源总开关 S₁。此时真空度显示器显示出与大气压相当的数值，而加热功率显示值为零。
- (6) 合上开关 S₂，此时抽气单元开始工作，电磁闭 V_e 自动接通，真空室内压力下降。下降至一定值不变时，调节“压力表调零”旋钮，使压力指示表为零
- (7) 打开阀门 V₁，此时惰性气进入真空室，气压随之变大。
- (8) 熟练上述抽气与供气的操作过程，直至可以按实验的要求调节气体压力。
- (9) 准备好备用的干净毛刷和收集纳米微粉的容器。

2. 制备铜纳米微粒。

- (1) 关闭 V₁、V₂ 阀门，对真空室抽气至 0.05 k P a 附近。
- (2) 利用氩气（或氮气）冲洗真空室。打开阀门 V₁ 使氩气（或氮气）进入真空室，边抽气边进气（氩气或氮气）约 5 分钟。
- (3) 调阀门 V₁，观察真空度基本稳定在 0.13 k P a 附近。
- (4) 沿顺时针方向缓慢旋转加热功率旋钮，观察加热功率显示器，同时关注钨丝。随着加热功率的逐渐增大，钨丝逐渐发红进而变亮。当温度达到铜片（或其它材料）的熔点时铜片熔化，并由于表面张力的原因，浸润至钨丝上。
- (5) 继续加大加热功率时可以见到用作收集器的烧杯表面变黑，表明蒸发已经开始。随着蒸发过程的进展，钨丝表面的铜液越来越少，最终全部蒸发掉，此时应立即将加热功率调至最小。
- (6) 打开阀门 V₂ 使空气进入真空室，当压力与大气压最近时，小心移开真空罩，取下作为收集罩的烧杯。用刷子轻轻地将一层黑色粉末刷至烧杯底部再倒入备好的容器，贴上标签。收集到的细粉即是纳米铜粉。
- (7) 在 $2 \times 0.13 \text{ k P a}$ ， $5 \times 0.13 \text{ k P a}$ ， $10 \times 0.13 \text{ k P a}$ 及 $30 \times 0.13 \text{ k P a}$ 处重复上述实验步骤制备，并记录每次蒸发时的加热功率，观察每次制备时蒸发情况有何差异。

3. 纳米微粉粒径检测

- (1) 利用 X 射线衍射仪进行物相分析，确定晶格常数并与大晶粒的同种材料进行对比。
- (2) 比较纳米粉与大晶粒同种材料的衍射线半高峰宽，判断不同气压下制备的材料的晶粒平均尺寸。给出气压与晶粒尺寸之间的关系。
- (3) 有条件的可进行 T E M 观察，选取有代表性的电镜照片作出微粒尺寸与颗粒数分布图。

【注意事项】

1. 为便于教学上的直观观察，真空钟罩为玻璃制品，移动钟罩时应轻拿轻放。
2. 使用阀门V1、V2时力量应适中，不要用暴力猛拧，但也不要过分谨慎不敢用力以至阀门不能完全关闭。
通过实验的实际操作过程，提高基本的实验能力。
3. 蒸发材料时，钨丝将发出强烈耀眼的光。其中的紫外部分已基本被玻璃吸收，在较短的蒸发时间内用肉眼观察未见对眼睛的不良影响。但为安全起见，请尽量带上保护眼镜。
4. 制成的纳米微粉极易弥散到空气中，收集时要尽量保持动作的轻慢。
5. 若需制备其它金属材料的纳米微粒，可参照铜微粒的制备。但熔点太高的金属难以蒸发，而铁、镍与钨丝在高温下易发生合金化反应，只宜闪蒸，即快速完成蒸发。
6. 亦可利用低气压空气中的氧或低气压氧，使钨丝表面在高温下局部氧化并升华制得氧化钨微晶。

【思考题】

1. 为什么实验制得的铜微粒呈现黑色？
2. 实验制得的铜微粒的尺寸与气体压力之间呈何关系？为什么？
3. 实验中在不同气压下蒸发时，加热功率与气压之间呈何关系？为什么？
4. 不同气压下蒸发时，观察到微粒“黑烟”的形成过程有何不同？为什么？

实验3 X射线衍射

【实验目的】

1. 了解 X 光的产生机理,以及其和物质之间的相互作用。
2. 学习使用 X 射线进行晶体的结构分析的原理和方法。
3. 了解物质对 X 射线的吸收与材料厚度的关系。
4. 了解物质对 X 射线的吸收与的原子序数的关系。

【实验原理】

1895 年德国科学家伦琴发现 X 射线,因此又被称为伦琴射是人类解开研究微观世界的三大发现之一,在以后的历史中 X 光在工业,医学,材料科学,天文学,生物学等各个方面有极其广泛的应用。波长在 0.01nm 到 10nm 之间的电磁波称为 X 光。当高速运动的粒子与原子相撞时,使原子的内层电子被激发而跃迁至外层而成为激发电子,甚至于脱离原子的束缚而成为自由电子,从而在原子内部形成空位,这时外层电子就会向内层轨道跃迁以填补空位,在这个过程中,电子会释放出能量而产生 X 光,称之为“特征谱线”。例如 Mo 原子的第一层电子被激发后,其第二层电子向第一层跃迁产生波长为 0.0711nm 的 $K\alpha$ 线,若是第三层电子向第一层跃迁则产生波长为 0.0623nm 的 $K\beta$ 线,若是高层的电子向第二层轨道跃迁则产生 M 系的 X 光。这些 X 射线构成了该元素的 X 光特征光谱。其谱线具有明显的峰值。此外,当电子接近原子核时,电子被核偏转并减速,这时电子也会幅射出 X 光,称之为“轫致幅射”,其谱线是连续分布的。

实际应用的 X 射线管由阴极(电子源)和阳极(靶)两部份组成,阴极用低压电流加热产生电子。在阴极和阳极之间加上 20 - 40 千伏的电压,使电子获得能量而向阳极高速飞去,当电子与靶相撞时就产生了 X 光,其中包括由“轫致幅射”产生的连续谱线和由电子跃迁产生的“特征谱线”。

连续谱线是高速电子被阳极突然阻止而产生的 X 射线,其波长是连续的,当电子的动能全部转化为光子的能量时,光子的波长为:

$$\lambda_{\min} = hc/(eU) \quad (1)$$

这是连续谱线的短波端的极限。随 U 的增大而减小,连续谱的强度与管电压的平方,管电流和阳极材料的原子序数成正比。

特征谱线包括若干个线系,称为 K, L, M …… 等线系,它们分别是外层电子向第一层,第二层,第三层, …… 轨道跃迁而产生的。

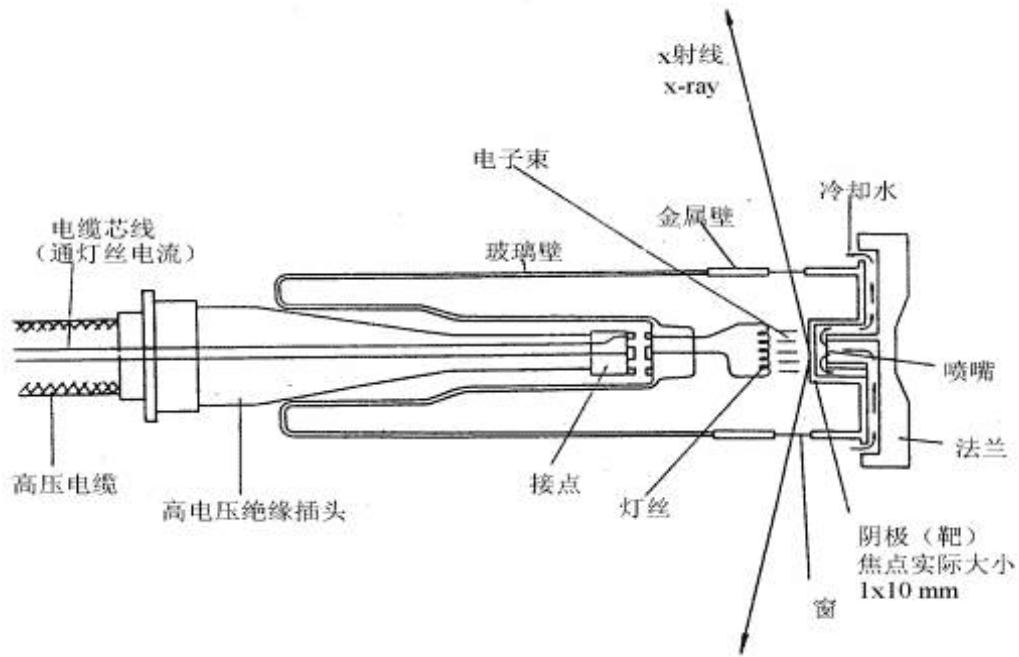


图1 X射线管的结构

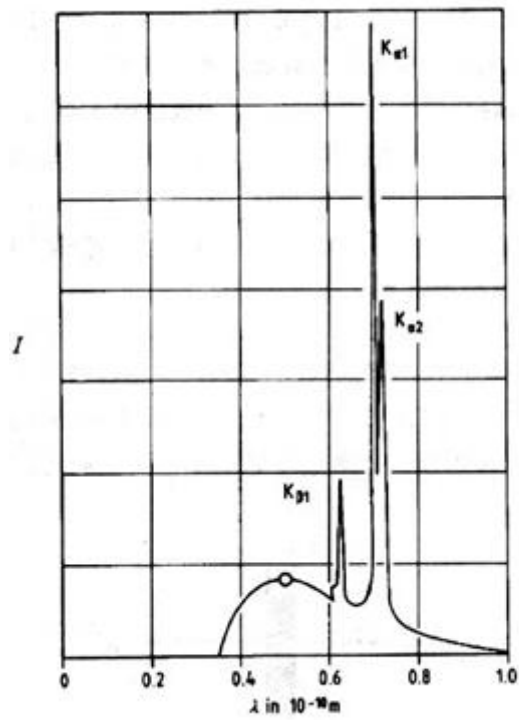


图2 X射线谱 (Kramer Law)

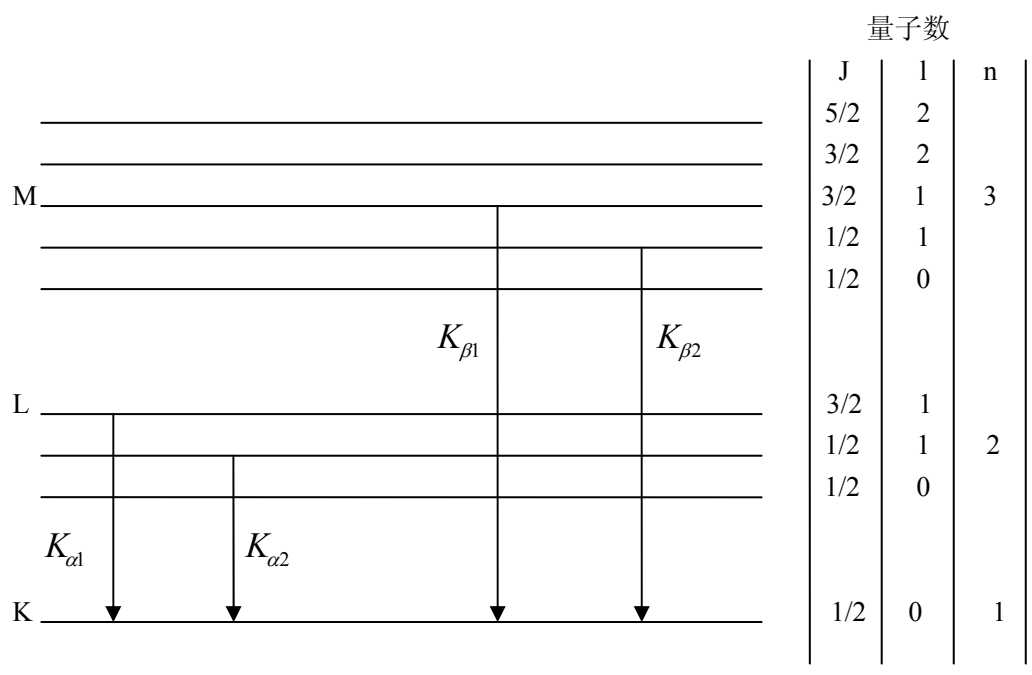


图 3 X射线的K线系

表 1 常用靶极材料 K 线系的数据 $I(mA)$

N	名称	波长 $\lambda(\times 10^{-1})nm$			激发电位	X 射线机工作条件	
		$K_{\alpha 1}$ (强)	$K_{\alpha 2}$ (次强)	K_{β} (弱)	$U_k(kV)$	$U(kV)$	$I(mA)$
26	Fe	1.93589	1.93992	1.75655	7.10	25 - 30	9.0
27	Co	1.78529	1.78919	1.62101	7.10	30	8.5
29	Cu	1.54050	1.54434	1.39216	8.86	30 - 35	12
42	Mo	0.70926	0.71354	0.63255	20.00	50 - 55	8.0
74	W	0.21380	0.21380	0.18460	69.30	70 - 75	10

K 系谱线又包含 $K_{\alpha}, K_{\beta}, \dots$ 等线系, 它们分别是电子从第二层, 第三层……向第一层轨道跃迁而产生的。在所有的射线中以 K 系线的强度最大, 而在 K 线系中, 以 K_{α} 最强, K_{β} 线次之。所以一般应用都用这两个谱线, 有必要时还要用滤光片把 K_{β} 线滤去以得到比较纯净的 K_{α} 射线。滤光片用原子量比靶材料低 1 - 2 的金属制成。

由于 X 光的波长很短, 因而可以利用晶体对 X 光的衍射现象来测量晶面的间距。英国科学家布拉格父子 (W. H. Bragg 和 W. T. Bragg) 在这方面作出了巨大贡献, 他们在 1913 年提出了有名的布拉格公式。

$$2d \sin \theta = k\lambda \quad (2)$$

式中 $k = 1, 2, 3, \dots$

由于 X 光的波长与固体原子的间距具有相同的数量级, 因此 X 光在掠过晶体表面时会发生衍射的现象。在晶体中, 各原子按一定的规律整齐地排列, 形成一个个晶面, 晶面之间的距离称为晶格常数 d , 当 X 光以 θ 角入射晶体时, 仅当其波长 λ 与 d 之间的关系满足 (2) 相邻晶面的反射光位相相同, 于是在这个角度上就出现衍射峰, 在其它方位, 反射光位相不同, 互相抵消, 因而不出现衍射峰。由 (2) 式可知产生衍射现象的必要条件是 $\lambda \leq 2d$ 。而且 X 光的波长越小, 就会产生越多的衍射峰。

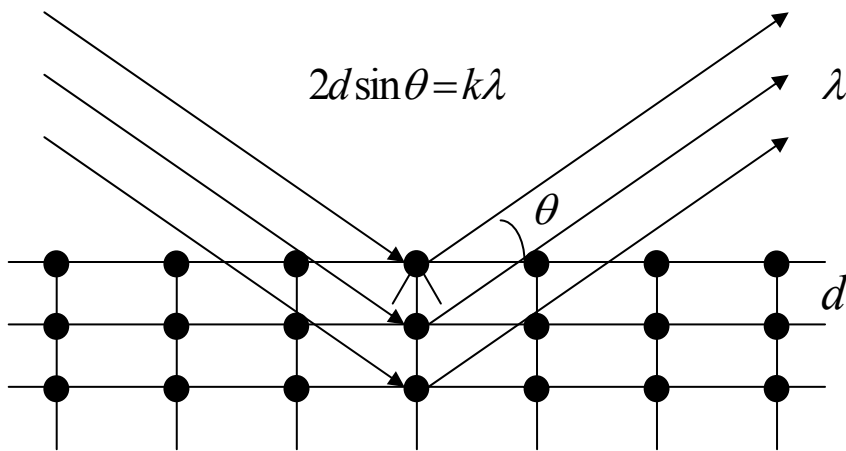


图 4 X 光在晶格上的衍射

将 X 光掠过晶体的表面, 然后转动晶体, 并用盖革计数器探测反射光的强度, 并画成强度对掠射角 θ 的曲线, 根据曲线峰值处对应的 θ 值, 代入布拉格公式 (1) 就可以求出晶面间距 d 的值, 对于第一个峰, 式中的 K 值取 1。

当 X 光通过物质时, 由于 X 光被物质吸收和散射, 因而引起 X 光的强度在透射方向上的衰减, 衰减的程度与通过的距离成正比。X 光通过物质后的强度变化可由下式表示:

$$R = R_0 \exp(-\mu_m \rho x) \quad (3)$$

其中, x 为材料的厚度, μ_m 为质量衰减系数。材料对 X 射线的衰减包括吸收和散射, 设质量吸收系数为 τ_m , 质量散射系数为 σ_m , 则

$$\mu_m = \tau_m + \sigma_m$$

μ_m 与波长和原子序数的关系如下图所示, 表现为有许多台阶状突变, 这些突变对应着各个元素的特征谱, 即元素对特定波长 X 射线的选择性吸收。

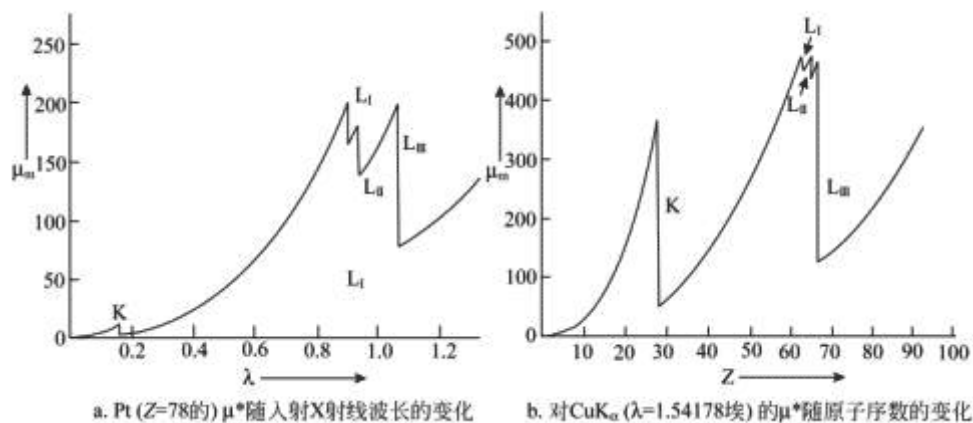


图5 物质的质量吸收系数 (μ^*)

在非突变处，质量吸收系数 τ_m 与波长和原子序数的近似关系为：

$$\mu_m = K\lambda^3 Z^3 \quad K \text{ 为一常数。} \quad (4)$$

【实验装置】

德国 Leybold 教具公司生产的 X 射线装置是一种小型的教学用射线实验装置。可进行多种实验，用微处理机控制，连接计算机进行数据的采集和处理，使用很方便。并且正面装有二扇铅玻璃防护门，其中任意一扇被打开时，高压就会被自动切断，保证了使用的安全性。装置的左则上方是控制面板，下方是连接面板。中间是 X 光管仓，内置阳极为 Mo 的 X 光管。其高度可以通过底部的调节螺丝进行调节。右边是实验仓，内置测角器。松开锁定螺丝即可调节测角器的位置。测角器上装有 G-M 计数器。装置的左则面是电源开关，而右则面则有一圆形的萤光屏，用于在“透射法”中观察 V 射线。平时用盖板罩起来以避免损坏萤光物质。其下方是空通道，它构成实验仓内外沟通的通道，被设计成迷宫，不使 X 射线外泄。

【实验内容】

- (1) 调整测角器的零点。
 1. 打开电源。
 2. 按 RESET 键使测角器归零。
 3. 打开玻璃门,装上光缝,靶台上装好 NaCl 晶体。注意在取晶体时应非常小心,以免损坏晶体。因 NaCl 很脆弱而且怕潮。
 4. 关上玻璃门在 COUPLED 的模式下,将靶台调整到 7.2 度。
 5. 设置 X 射线管的阳极电压为 35kV,阴极电流为 1mA,分别用 SENSOR,和 TARGET 的模式手动调节,改变靶台和探测器的角度,仔细寻找计数最大的地方然后确定。
 6. 在 COUPLED 的模式下将靶台反向旋转 7.2 度,然后同时按 TARGET,COUPLE, β -limit 三个键,从而设置了新的零点。

(2) 测定 LiF 的晶面间距。

1. 在靶台上装好 LiF 的晶体。
2. 关上玻璃门,同时按下 ZERO 键,使仪器归零。
3. 调整测量持续时间为 3-5 秒,角步幅设置为 0.1 度。
4. 设置角范围为 4-30 度之间。
5. 打开计算机内的 X-RAY APPARATES 软件,开始采集数据。
6. 根据公式, $2d \sin \beta = k \lambda$, 计算 LiF 的晶格常数 d。
7. 取下 LiF 晶体,放回干燥缸,注意在取晶体时应非常小心,以免损坏晶体。

(3) 观察 X 光的透射现象

1. 取下靶台,把传感器调到 40 度左右,以免 X 光被遮挡。
2. 取出光缝。(注意不要碰到仪器的其它部位)。
3. 将样品(如装有钥匙,钢笔等小物件的袋子)放在荧光屏前。
4. 取下荧光屏后的防护罩。
5. 在暗室条件下(按 HV 键)打开高压。
6. 改变电压和电流,观察记录图像的亮度及清晰度,并讨论之。
7. 取出样品,装回光缝,靶台和防护罩。

(4) 研究材料对 X 光的吸收。

1. 测量 X 光的吸收和材料厚度的关系。
2. 测量 X 光的吸收和材料原子序数的关系。

将吸收板附件 1(不同厚度的铝片)或吸收板附件 2(同厚度不同材料的金属片)放在靶台上,传感器置于零度处,转动靶台,便可画出透射曲线。

设置 $\beta = 0 - 65$ 度, $\Delta \beta = 1 - 2$ 度, $\Delta T = 5$ 秒。

(5) 使用平行板电容器测量 X 射线装置的实验区中的电离电流,从而可以测出 X 射线的幅 剂量。

1. 将 X 射线装置的实验区中的测角器,胶片支架等卸下。
2. 将连接器电缆(575 24)连接至 BNC 插座上,将连接导线接到平行板电容器的高压输入。
3. 将平行板电容器(554 840)安装在 X 射线装置的实验区中,在安装插座上插入安装插头。
4. 将两根电缆放进空通道,直至它们在 X 装置的右边出现,与静电放大器(532 14)连接,电源(522 27),将电压表(531 711),电流表(531 100),STE 电阻器(577 02)连接好。
5. 打开高压进行实验,测电离电流。

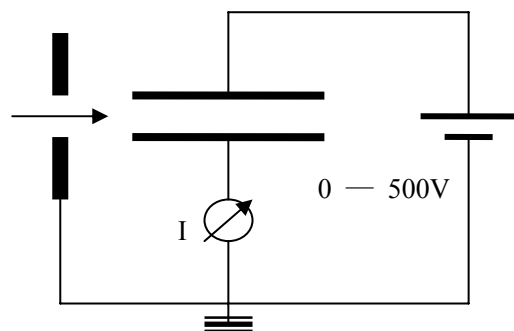


图 6 测量电离电流的电路图

【思考题】

1. X 管的阳极为什么要散热？
2. 说明确定测角器零点方法的理由。
3. 为了测量晶体的晶面间,在制备样品时,晶体的切割方向应该是怎样的？
4. 对选定的 X 射线，是否晶面间距 d 是任意值时都会产生衍射？
5. 为什么对于第一个峰，布拉格公式中的系数 K 取值为 1 ？

【参考文献】

- 1 褚圣麟 原子物理学，高等教育出版社。
- 2 章志鸣，沈元华，陈惠芬 光学（第二版），高等教育出版社。
- 3 杨兴宇，漆玉睿 X 射线衍射分析。
- 4 莱宝教具公司 《X 光实验仪使用说明书》

第五章 磁共振技术

实验 1 核磁共振

1939 年拉比 (Isidor Isaac Rabi, 匈牙利人, 美国哥伦比亚大学, 诺贝尔奖得主) 等人在原子束实验中首次观察到核磁共振 (Nuclear Magnetic Resonance) 现象。但再常态下再现 NMR 的实验是 1946 年由美国斯坦福大学的布洛赫 (F. Bloch) 小组和哈佛大学的珀塞尔 (Edward Mills Purcell) 小组同时独立地完成的。他们获得了 1952 年度的诺贝尔物理奖。由此而发展起来的核磁共振技术可以直接测定原子核的磁矩, 精确地测量磁场强度, 研究原子的结构, 近几十年来, 核磁共振技术在物理, 化学, 医学, 地质, 考古等许多领域都得到了广泛的应用。

在物理学方面, 利用 NMR 可以研究原子核的结构和性质, 凝聚体的相变, 弛豫过程和临界现象等。在化学化工方面, 利用 NMR 可以研究高分子材料的结构和多种化学反应的过程。在生物医学方面, 利用 NMR 可以研究生物组织甚至活组织的组成和生化过程。用 NMR 成象法可以进行医学诊断。在地质学领域, NMR 可以用来找地下水和地下的油层。以及研究地下的岩层结构。

【实验目的】

1. 了解核磁共振的基本原理。
2. 通过实验掌握 NMR 波谱仪和实验所需的基本设施和仪器的工作原理。

【实验原理】

1. 核的自旋和磁矩:

自旋角动量不为零的粒子, 具有角动量 \vec{P} 和磁矩 $\vec{\mu}$, 在外磁场 \vec{B} 的作用之下, 角动量矢量在磁场方向的投影只能取某些分立值, 即:

$$\vec{P} = \hbar \sqrt{I(I+1)}$$

I 为核的自旋量子数, 实验证明, 单个费米子的自旋量子数都是 $1/2$ 。

自旋角动量为 P , 质量为 m , 电荷为 q , 的粒子的磁矩为:

$$\mu = g_N \frac{q}{2m_N} P \quad (1)$$

g_N 是一个由实验而定的常数, 对电子 $g_N = 1$ 。质子, $g_N = 5.585$, 中子 $g_N = -3.826$ 。

对质子而言, 对应于玻尔磁子, 可以引入一个核磁子,

$$\mu_N = \frac{e\hbar}{2m_p} \quad (2)$$

其中 m_p 为质子的质量,是电子质量的 1836 倍,所以核磁子是玻尔磁子 $1/1836$.

于是我们可以将核磁矩定义为:

其中 $\gamma = \mu/P$ 称为旋磁比。

$$\vec{\mu} = g_N \frac{\mu_N}{\hbar} \vec{P} = \gamma \vec{P} \quad (3)$$

2. 核磁矩在外场中的能级分裂

在有外磁场存在的时候,角动量在磁场方向的投影是量子化的。

$$P_z = m\hbar, (m = -I, -I+1, \dots, I)$$

因角动量投影而产生的附加能量为:

$$E = -\vec{\mu} \cdot \vec{B} = -\gamma P_z B = -m\gamma\hbar B \quad (4)$$

即在外磁场中,系统将发生塞曼分裂,而相邻能级之间的能量差为:

$$\Delta E = \nu h = \gamma\hbar B \quad (5)$$

对质子而言, $I = \frac{1}{2}, m = \pm \frac{1}{2}$

分裂出两个能级,

$$E_{\frac{1}{2}} = -\frac{1}{2}\gamma\hbar B, E_{-\frac{1}{2}} = \frac{1}{2}\gamma\hbar B, \quad (6)$$

$$\Delta E = \nu h = \gamma\hbar B = g_N \mu_N B$$

3. 核磁共振:

样品中包含有大量的核子,在热平衡的状态下,各能级的粒子数服从玻尔兹曼统计分布:

$$\frac{N_2}{N_1} = e^{-\frac{\Delta E}{kT}} \quad (7)$$

N_1, N_2 分别是低能级和高能级的粒子数, k 为玻尔兹曼常数。 T 为绝对温度, ΔE 为两能级之间的能量差。由于 ΔE 很小,所以:

$$\frac{N_2}{N_1} \approx 1 - \frac{\Delta E}{kT} \quad (8)$$

如样品为水,则核为氢核,

$$\frac{N_2}{N_1} \approx 0.99993$$

两能级的核数的差距是很小的。

如果在垂直于 B 的方向加一电磁波,而其频率又恰好满足:

$$\hbar\nu = \Delta E = \gamma\hbar B = g_N\mu_N B \quad (9)$$

这时一部份核子就可以吸收电磁辐射的能量,而从低能级跃迁到高能级,并且很快会达到新的平衡状态。这个现象就称之为“核磁共振”。在这个过程中,由于核子吸收电磁辐射的能量,就产生了微弱信号,使我们可以观察到“核磁共振”现象。并且由式(8)可知,磁场 B 越强,温度越低,则粒子差数越大,信号越强。

4. 弛豫过程。

共振激发后, N_1 减少, N_2 增加,系统达到一个新的平衡状态。但当共振条件消失后,系统将回到原来的状态。即 N_1, N_2 将恢复到原来的数值。这里有一个过程。称为弛豫过程。用 T_1, T_2 表示。 T_1 描述粒子自旋和晶格之间的相互作用。 T_2 描述系统粒子之间的相互作用。对于固体, T_2 很小而 T_1 很大(有的长达几小时)。对于液体 $T_1 \approx T_2$ 。约为 $10^{-1} \sim 10^{-2}$ 秒的量级。 T_2 可以用下式计算:

$$T_2 = \frac{1}{\pi \cdot \Delta\nu} \quad (10)$$

这里 $\Delta\nu$ 是脉冲信号的半宽度。

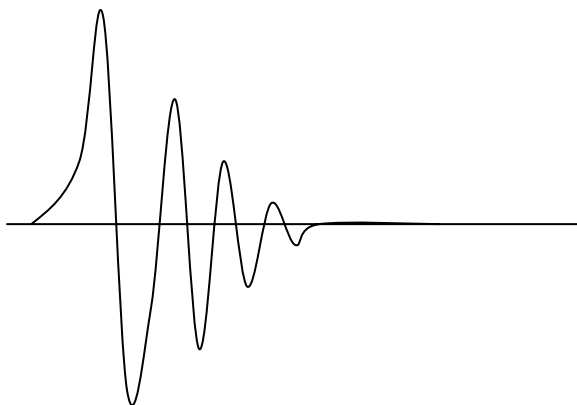


图2 水中质子核磁共振信号

【实验装置】

实验装置如图所示。

为了观察到核磁共振信号,我们采用扫场法。就是将样品置于一个周期变化的磁场内。其法如下:

磁体的磁场强度 B_0 为 0.59T 左右,对于氢核的共振频率约为 25MHz。磁极上还有一对线圈加以电压可

调的 50Hz 的交流电压,电压经自耦变压器降到小于 6V。于是就产生了一个周期变化的磁场,其合磁场强度为:

$$B = B_0 + B_1 \sin \omega t \quad (11)$$

使氢核的共振频率的上下波动范围在 0.1MHz 之内。

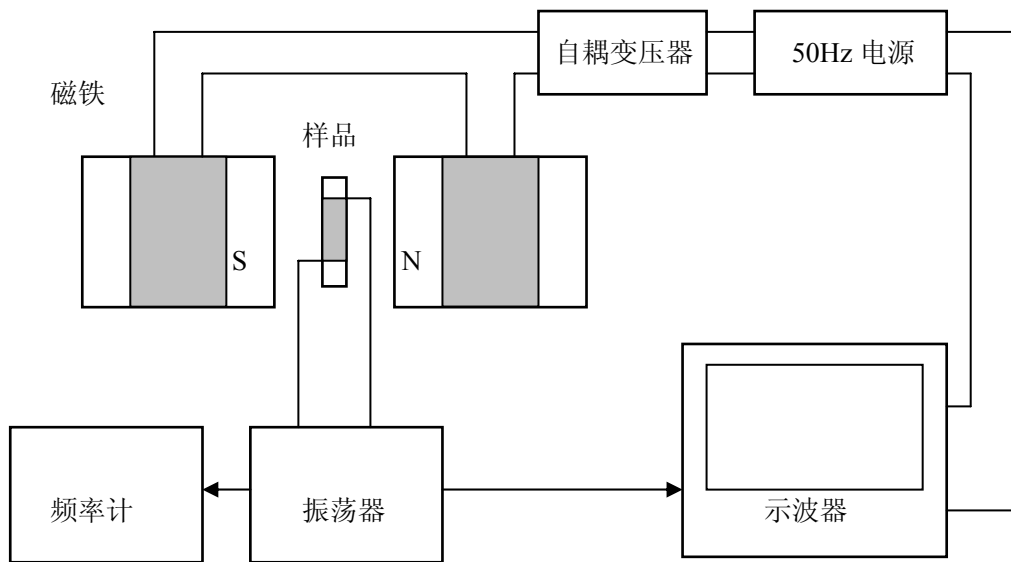


图 1 核磁共振实验装置示意图

振荡器产生 25Hz 左右的射频信号,送到振荡线圈,而样品管就放在振荡线圈内,如射频信号调得适当,则在磁场强度变化的一个周期之内可以有两次共振条件(6)满足,当样品产生共振时,样品从振荡线圈吸收能量,振荡线圈的品质因子 Q 发生改变,从而使通过振荡线圈的电流增加,这时在示波器上就会出现一个脉冲信号。当调整振荡器的频率,使共振点位于磁场强度的最大或最小处时,相邻的两个峰就会合并,此时的共振频率记为 ν_1, ν_2 ,当调整振荡器的频率,使共振点位于磁场强度的中点时,此时相邻两峰的距离是相等的,其共振频率记为 ν_0 ,磁场强度为 B_0 ,就是磁铁不加电时的固有磁场。 ν_0 就是样品在磁体的固有磁场 B_0 中的共振频率。 ν_0 可以通过调整振荡器的频率使相邻两峰的距离相等时直接测得,也可以测得 ν_1, ν_2 ,然后用下式计算得到。

$$\nu_0 = \frac{\nu_1 + \nu_2}{2} \quad (12)$$

再利用关系式

$$\hbar \nu_0 = g_N \mu_N B_0 \quad (13)$$

而 B_0 值可以用特斯拉计测得,于是我们就可以求得 g_N 的值。

【实验内容】

1. 打开系统各仪器（磁共振实验仪、频率计数器、示波器）电源开关，示波器置于外扫描状态，把质子样品（水）插入电磁铁均匀磁场中间，预热 20 分钟。

2. 缓慢调节磁场电源或频率调节旋钮，直至示波器上出现共振信号，调节样品在磁场中的位置使共振信号最强。

3. 用毫特斯拉计测出磁体两极间的磁场强度 B_0 。

4. 调节振荡器的频率,找到临界点的共振峰,测出 ν_1, ν_2 ，计算样品在该磁场电流下的共振频率 $\nu_0 = (\nu_1 + \nu_2) / 2$ 。

或者调整振荡器的频率使相邻两峰的距离相等时直接测得 ν_0 。

5. 利用公式(13)计算 g_N 值。

6. 改变附加磁场的电流，即改变自耦变压器的电压，重复 3 – 5 次，测定样品在其工作范围内不同磁场电流下的共振频率。用此法得到 3 – 5 个共振频率的数据，再求得统计平均值作为最终的结果。

7. 从示波器上测量共振峰的平均宽度（即为共振峰的腰部的宽度，又称共振峰半宽度） $\Delta\nu$ ，然后利用（10）式计算弛豫时间 T2，也是得到 3 – 5 个数据再求其平均值。

8. 以聚四氟乙烯为样品，找到氟（F）的共振峰，测量其共振频率，观察共振峰的波形。

【思考题】

- 1、什么叫核磁共振？
2. 实验中不加扫场能否观测到共振信号?为什么?
3. 什么叫扫场法?什么叫扫频法?两者有什么不同?
- 4、观察核磁共振信号有哪两种方法？并解释之。
- 5、如何判断共振信号和干扰信号，为什么？

【参考资料】

- [1] 吴思成,王祖铨,近代物理实验,北京:北京大学出版社,1989。
- [2] 褚圣麟,原子物理学,高等教育出版社。
- [3] 郭洪彦,朱明刚,近代物理实验,北京:科学出版社,1998。

实验 2 光磁共振

【实验目的】

1. 掌握光抽运—磁共振的原理和实验方法。
2. 研究原子超精细结构塞曼子能级间的磁共振。
3. 测定铷同位素 ^{87}Rb 和 ^{85}Rb 的 gF 因子。
4. 测定地磁场。

【实验原理】

光抽运或称光泵是 20 世纪 50 年代由法国巴黎大学高等师范学校的卡斯特勒(Alfred. Kastler,1902 - 1984)等人提出的一种新型的实验技术, 并且因此而荣获 1966 年度的诺贝尔物理学奖。此项技术是巧妙地将光抽运, 磁共振和光探测技术综合起来, 用以研究气态原子的精细和超精细结构。克服了用普通的方法对气态样品观测时, 共振信号非常微弱的困难。用这个方法可以使磁共振分辨率提高到 $10^{-11}T$ 。本实验是以天然铷 (Rb) 为样品, 研究碱金属铷原子的原子基态双共振。

1. 铷 (Rb) 原子能级的超精细结构和塞曼分裂

原子能级的超精细结构是原子的核磁矩和电子磁矩的耦合作用而形成的。当原子处于弱磁场 B 中时, 原子的总磁矩和磁场发生作用而造成能级的分裂而形成等间距的塞曼能级, 其能量为:

$$\begin{aligned} E &= -\mu_F \cdot B = g_F m_F \mu_B \cdot B \\ m_F &= F, F-1, \dots, -F \end{aligned} \quad (1)$$

$$\begin{aligned} g_F &= g_J \frac{F(F+1) + J(J+1) - I(I+1)}{2F(F+1)} \\ g_J &= 1 + \frac{J(J+1) - L(L+1) + S(S+1)}{2J(J+1)} \end{aligned} \quad (2)$$

$$\begin{aligned} F &= I + J, I + J - 1, \dots, |I - J| \\ J &= L + S, \dots, |L - S| \end{aligned}$$

其中 F 为原子的总量子数, S 为电子自旋量子数, L 为电子轨道量子数, J 为 LS 耦合量子数。相邻能级的能量差为:

$$\Delta E = g_F \mu_F B \quad (3)$$

铷原子的基态为 $5^2S_{1/2}$, 即 $L=0, S=1/2$, 最低激发态为 $5^2P_{1/2}$ 和 $5^2P_{3/2}$ 双重态, 即 $L=0, S=1/2, J$ 分别等于 $1/2$ 和 $3/2$ 。 $5^2P_{1/2}$ 到 $5^2S_{1/2}$ 的跃迁产生 794.8nm 的 D1 线, $5^2P_{3/2}$ 到 $5^2S_{1/2}$ 的跃迁产生 780nm 的 D2 线。

铷的两种同位素⁸⁷Rb和⁸⁵Rb的I分别是3/2和5/2。

⁸⁷Rb的吸收和自发跃迁如图所示。

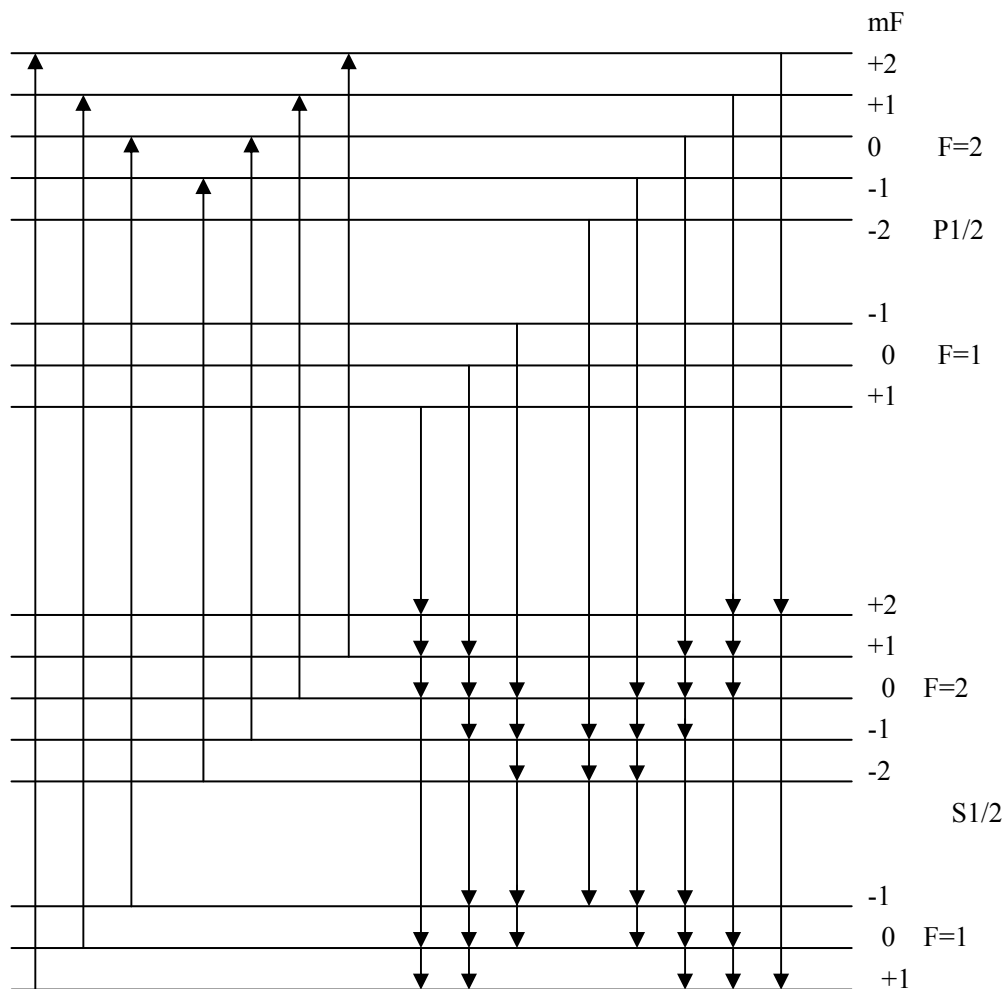


图1 光抽运原理示意图

2. 光抽运效应

若以波长为 7948 \AA 的 σ^+ 共振光照射 ⁸⁷Rb 时， $5^2S_{1/2}$ 态的原子会产生共振吸收而跃迁到 $5^2P_{1/2}$ ，而因为跃迁服从 $\Delta F = 0, \pm 1, \Delta m_F = 0, \pm 1$ 的选择定则，又因为照射的是 σ^+ 共振光，所以 Δm_F ，只能为 +1，因而 $5^2S_{1/2}$ 态中除 $m_F = 2$ 之外的各子能级的原子都以相同的几率向上跃迁到 $5^2P_{1/2}$ 态的各个子能级中。而因 $m_F = 2$ 的原子未参与跃迁，所以其上的原子数目未减少。当 $5^2P_{1/2}$ 态的原子发生自发或受激发射而返回 $5^2S_{1/2}$ 时，仍服从 $\Delta F = 0, \pm 1, \Delta m_F = 0, \pm 1$ 的定则， $5^2S_{1/2}$ 的 $m_F = 2$ 子能级又能得到返回的原子，经过这样一轮循环， $m_F = 2$ 的原子数量便增加了。这样持续进行下去达到一个

平衡， $m_F = 2$ 的原子数量便会有显著的增加。这种现象称作样品的“偏极化”，就是光泵（抽运）效应。

当抽运效应开始时，样品会吸收 7948 \AA 的 σ^+ 共振光的能量，使穿过样品的光强度减弱，达到饱和时，停止吸收能量，光强度增加，这样就形成了光抽运信号。

2. 弛豫过程

样品处于偏极化状态时，会由于原子之间相互碰撞和原子和容器壁的碰撞而重新趋向于热平衡状态，这个过程叫“弛豫过程”。为减少弛豫过程的影响，应增大光强度，选择合适的温度，以及在样品泡内充以惰性气体以减少铷原子之间的碰撞。

4. 射频诱导跃迁 - 光磁共振

光抽运过程完成后，样品偏极化，此时光吸收停止。此时若加一频率为 ν_1 的右旋圆偏振射频场，其能量等于塞曼子能级之间的能量差，即满足：

$$h\nu_1 = \Delta E = g_F \mu_N B$$

就会形成诱导跃迁，使 $m_F = 2$ 的能级跃迁到其它能级。 $m_F = 2$ 的原子数量减少又导致光抽运作用的增加，从而使样品大量地吸收 σ^+ 光的能量，这就是塞曼子能级之间的共振，叫作光磁共振。为满足共振时的角动量守恒的条件，所加的射频场是一个垂直于水平磁场方向的线偏振场，起作用的是其中的右旋圆偏振分量。

5. 光抽运信号和光磁共振信号的探测

当发生光抽运现象和光磁共振现象时样品吸收从铷光灯发出的光能，使光束强度变小，我们用光电探测器可以探测到这些光信号。这个信号要比塞曼子能级之间的跃迁信号强 7-8 个数量级。因此利用光磁共振的方法可以研究原子内部的超精细结构，以及测量微弱磁场。

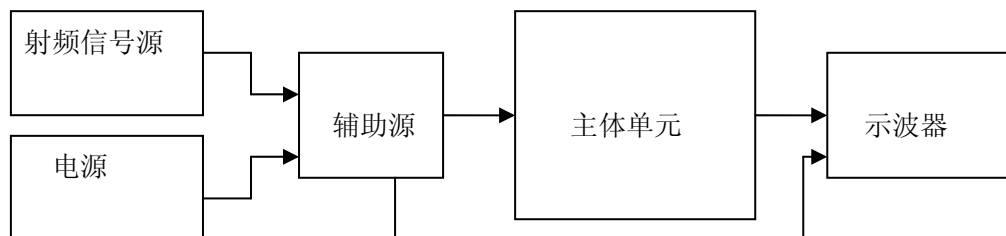


图 2 光磁共振实验装置方框图

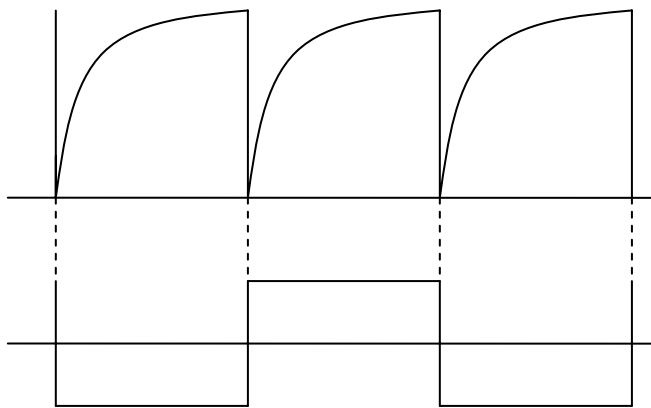


图3 光抽运信号和矩形扫场波形

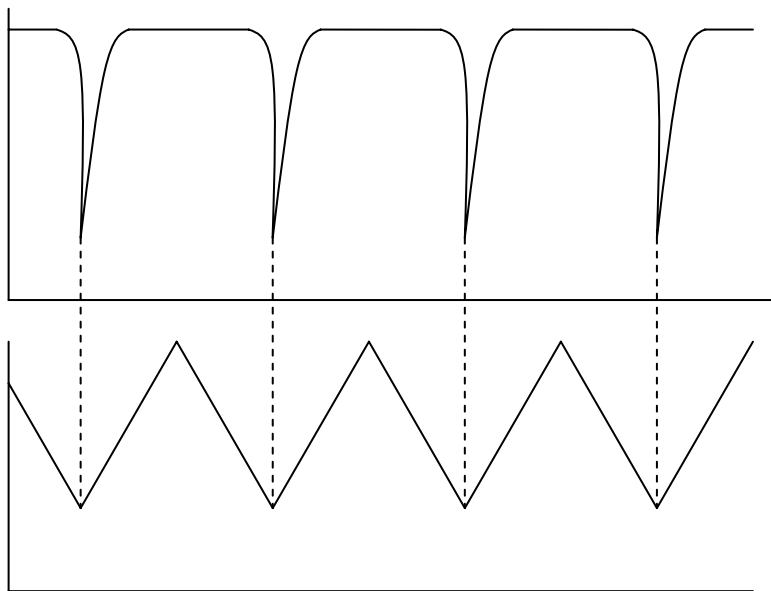


图4 共振信号和三角扫场波形

【实验装置】

实验装置为 DH807A 型光磁共振实验装置。

装置由主体单元，辅助电源，射频信号发生器，示波器等组成。

其主体单元由铷光谱灯，准直透镜，偏振片，1/4 波片，恒温槽，样品泡，水平线圈，垂直线圈，聚光镜，光电探测器，光电信号放大器等元件组成。

铷光谱灯是一种高频气体放电灯。灯泡在高频磁场的激励下产生无极放电而发光。灯内温度控制在 90°C 左右。高频磁场的频率约为 65MHz 。铷灯的光通过灯口的滤光镜输出波长 $\lambda = 7948\text{\AA}$ 的光。经过准直透镜，偏振片和 1/4 波片后成为左旋圆偏振光。

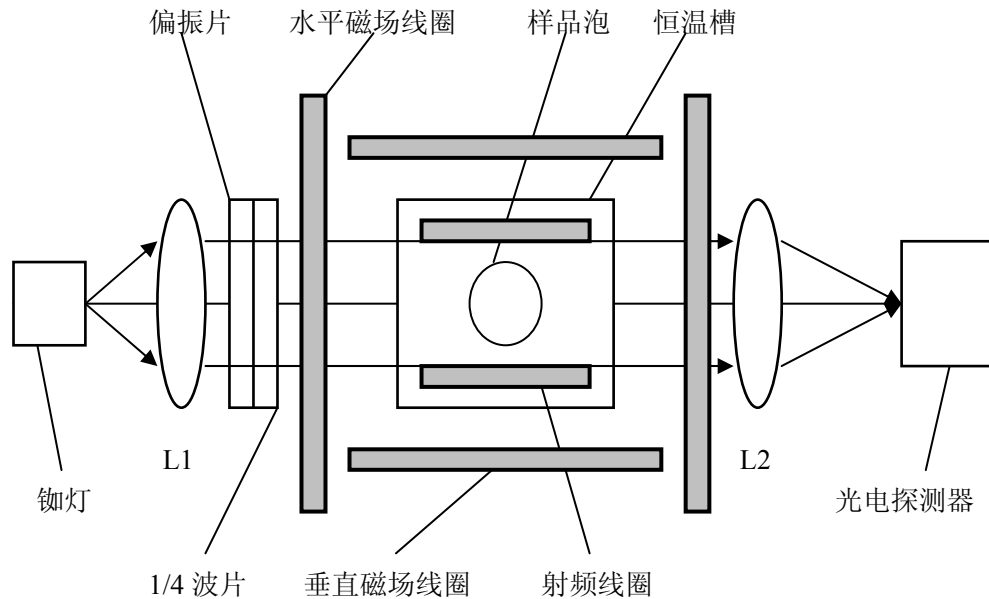


图5 光磁共振实验装置主体单元原理图

样品泡放置于恒温槽内，其温度保持在 55°C 左右。并且处于水平磁场线圈和垂直磁场线圈的中央。这两组线圈都是亥姆霍兹线圈，其中央部位是均匀磁场。

另外样品泡外还有射频线圈。

当左旋园偏振光通过样品泡时，其能量被其中的铷原子吸收而产生“光泵效应”而形成“粒子数反转”。这时再加上适当频率的射频信号就产生了“光磁共振”。

如果使外磁场进行周期性的变化，则可以使“光磁共振”现象能周期性地出现。当产生共振时，样品从左旋园偏振光中吸收能量，从而使偏振光的强度减弱，我们可以用光电探测器探出这个信号。而这个光信号比原始的电子跃迁信号放大了 7 - 8 个数量级，从而使我们可以研究原子塞曼级数的超精细结构。

辅助电波给铷光灯，光电探测器，垂直场，水平场和水平扫场提供电源。

示波器用于显示探测器得到的光信号。

【实验内容】

1. 观察抽运信号。水平场与水平地磁场反向,扫场任意,调水平场的电流,使每一周期的信号高度完全相同,则说明零点已调到位。然后再调垂直场电流,使抽运信号最强,这时垂直地磁场已被完全抵消。用此时的垂直场电流读数代入公式(1),即可求得地磁场的垂直分量。
2. 搜索共振信号。水平场,水平地磁场,扫场都同向。射频信号频率调到最大,此时应无抽运信号和共振信号,然后慢慢降低射频信号频率,直至出现一个向下的尖峰,此即为共振信号,第一个共振信号一定是 $\text{Rb}87$ 的,然后在该信号频率的三分之二处找到 $\text{Rb}85$ 的共振信号。注意此时共振信号和抽运信号相混杂,应能够区分这两种信号。测量这两个信号的频率,计算其比值。

3. 用反向法测量水平场的共振频率,并据此计算 Rb87,Rb85 的 g_F 值。方法是先使三个磁场都同向,然后将水平场反向,测出两次的共振频率 ν_1, ν_2 , 则

$$\nu = \frac{\nu_1 - \nu_2}{2} \quad (4)$$

再根据水平场的电流计算出水平场的强度

$$B_{\parallel} = \frac{16\pi}{5^{3/2}} \frac{N_{\parallel} I_{\parallel}}{r_{\parallel}} \times 10^{-7} T \quad (5)$$

于是:

$$\begin{aligned} g_F &= \frac{h\nu}{\mu_N B_{\parallel}} = \frac{h\nu}{\mu_N \frac{16\pi}{5^{3/2}} \frac{N_{\parallel} I_{\parallel}}{r_{\parallel}}} = \frac{5^{3/2} h\nu}{16\pi \mu_N} \frac{r_{\parallel}}{N_{\parallel} I_{\parallel}} \\ &= 0.222426 \frac{h\nu}{\mu_N} \frac{r_{\parallel}}{N_{\parallel} I_{\parallel}} \end{aligned} \quad (6)$$

(6) 式中各常数代入后得到:

$$22004 \text{ 机} \quad g_F = 279.68 \frac{\nu_{\parallel} (\text{MHz})}{I_{\parallel} (\text{A})}$$

$$24005 \text{ 机} \quad g_F = 281.32 \frac{\nu_{\parallel} (\text{MHz})}{I_{\parallel} (\text{A})}$$

注意: 水平场线圈的 I 值应取读数值的 1/2。

4. 用增量法计算水平场的共振频率 ν , (3, 4 选做一个)

水平场,水平地磁场,扫场都同向。

利用 (10) 的增量形式 $h\Delta\nu = g_F \mu_N \Delta B$

$$\begin{aligned} g_F &= \frac{h\Delta\nu}{\mu_N \Delta B} = \frac{h\Delta\nu}{\mu_N \left(\frac{16\pi}{5^{3/2}} \frac{N_{\parallel} \Delta I_{\parallel}}{r_{\parallel}} \times 10^{-7} \right)^{-1}} \\ &= \frac{h(\nu_{i+1} - \nu_i)}{\mu_N} \left(\frac{16\pi}{5^{3/2}} \frac{N_{\parallel} (I_{i+1} - I_i)}{r_{\parallel}} \times 10^{-7} \right)^{-1} \end{aligned}$$

$$22004 \text{ 机} \quad g_{Fi} = 279.68 \frac{\nu_{i+1} - \nu_i}{I_{i+1} - I_i}$$

$$24005 \text{ 机} \quad g_{Fi} = 281.32 \frac{\nu_{i+1} - \nu_i}{I_{i+1} - I_i}$$

通过改变水平场的电流 I ，测出对应不同 I_i 值的率频值 ν_i ，计算出一系列的 g_F ，然后求其平均值，得到最后的结果。因为用增量法可以取得更多的数据，因此结果更准确。

注意：水平场线圈的 I 值应取读数值的 $1/2$ 。

5. 测量水平地磁场的共振频率,并用(2)式计算水平地磁场强度。方法是先使三个磁场都同向,然后将水平场和扫场反向,测出两次的共振频率 $\nu_1 - \nu_2$,则

$$\nu_{d\parallel} = \frac{\nu_1 - \nu_2}{2} \quad (7)$$

然后计算地磁场水平分量：

$$B_{d\parallel} = \frac{h\nu_{d\parallel}}{g_F\mu_N} \quad (8)$$

$\nu_{d\parallel}$ 的测量也应采用改变水平场电流的方法取得一系列值然后取平均值的方法得到。地磁场垂直分量则根据当垂直场与垂直地磁场平衡时的垂直线圈的电流用 (1) 式计算：

$$B_{d\perp} = \frac{16\pi}{5^{3/2}} \times \frac{N_{\perp} I_{\perp}}{r_{\perp}} \times 10^{-7} T \quad (9)$$

地磁场强度为：

$$B_d = \sqrt{B_{d\parallel}^2 + B_{d\perp}^2} \quad (10)$$

6. 基本公式

$$B = \frac{16\pi}{5^{3/2}} \times \frac{NI}{r} \times 10^{-7} T \quad (11)$$

$$h\nu = g_F\mu_N B \quad (12)$$

表 1 光磁共振仪的技术参数

机号	参数	水平场线圈	扫场线圈	垂直场线圈
22004	N	250	250	100
	r	0.2396	0.2420	0.1530
24005	N	250	250	100
	r	0.2410	0.2420	0.1530

【思考题】

1. 如何确定水平磁场，扫场直流分量方向与地磁场水平分量的方向及垂直磁场与地磁场垂直分量的关系？
2. 如何区分磁共振信号和光抽运信号？
3. 如何区分 Rb85 和 Rb87 的磁共振信号？
4. 本实验的磁共振对 Rb85 和 Rb87 各发生在那些能级间？

【参考文献】

- 1 褚圣麟。原子物理学，北京：人民教育出版社。
- 2 吴思成等。近代物理实验。北京：北京大学出版社。
- 3 吴泳华等。大学物理实验。合肥：中国科技出版社。

第六章 微波技术

实验 1 微波段电子自旋共振

一般情况下，原子和分子的磁矩主要是由电子自旋磁矩决定的。在外磁场中原子和分子的磁矩(电子的自旋磁矩)也有一定的取向，它状态的改变会出现对电磁波的共振吸收，此现象称为电子自旋共振(ESR)。电子自旋共振也叫电子顺磁共振。电子自旋的概念首先是由 Pauli 提出来的，1925 年 S.A.Goudemit 与 G.Uhlenbeck 利用这个概念解释某些光谱的精细结构，近代观测核自旋共振技术，由 Stanford 大学的 Bloch 与 Harvard 大学的 Pound 同时于 1946 年独立设计制作，遂后用它去观察电子自旋。五十多年来在研究顺磁性物质方面取得很大的成功，成为测量原子或分子中未偶电子的唯一方法。也就是说，电子自旋共振只能研究未偶电子的特殊化合物。它研究的对象主要有自由基和过渡金属离子及其化合物两大类。所谓自由基就是在分子中具有一个未成对电子的化合物在 ESR 实验中主要是通过样品朗德因子 g 值的测定，来了解原子和分子中的电荷分布、化学键性质、能级结构等有关知识；电子自旋共振已成为物理、化学、生物等领域重要的研究手段之一。

【实验目的】

1. 学习微波段电子自旋共振谱仪的基本装置和采用调频调场的基本思想，观测电子自旋共振现象，学习基本原理和实验方法。
2. 测定标准样品 DPPH 自由基的朗德因子 g 值及共振线宽。

【实验原理】

电子自旋共振是磁共振的一种。磁共振大致可分为四个方面，即核磁共振(NMR)，铁磁共振(FMR)、反铁磁共振和顺磁共振。核磁共振与核自旋磁矩相关，其余三种均与电子自旋磁矩相关，区别在于铁磁和反铁磁共振处理的是电子磁矩之间被很强的交换力耦合在一起的磁性系统(磁矩排列有序，形成“磁畴”)，顺磁共振则局限于电子自旋磁矩之间为弱耦合系统。顺磁性物质的电子自旋磁矩可看成是彼此孤立的，在理论上将分别处理每个磁矩，而邻近的影响往往则不予考虑。本实验中的样品为 DPPH，叫二苯基苦酸基联氨，分子式为 $(C_6H_5)_2N-NC_6H_2(NO_2)_5$ ，其结构式如图 10-1 所示。DPPH 为稳定的有机自由基，中间少一个共价键，存在一个未成对电子，该电子就是本实验的研究对象。因为电子磁矩绝大部分($>99\%$)贡献来自其自旋磁矩，所以实验中观察到的共振吸收现象是电子自旋共振现象，我们把电子顺磁共振称为电子自旋共振(Electron Spin Resonance，简称为 ESR)。

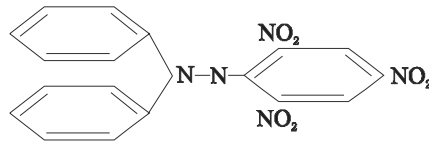


图 1 DPPH 的结构式

一个自由电子，电子电荷为 $-e$ ，其自旋角动量为 \mathbf{p} ，它是以 $\hbar = \frac{h}{2\pi}$ 为最小单位，即

$$|\mathbf{p}| = \sqrt{S(S+1)} \hbar \quad (1)$$

其中 $S = \pm \frac{1}{2}$ 是电子自旋量子数， $\hbar = \frac{h}{2\pi}$ ， $h = 6.6262 \times 10^{-34} \text{J}\cdot\text{s}$ 为 Planck 常数。由于电子带电，所以自旋电子还具有平行于角动量的磁矩 $\boldsymbol{\mu}$ 。 $\boldsymbol{\mu}$ 与 \mathbf{P} 之间关系为 $\boldsymbol{\mu} = \gamma \mathbf{P}$ ，对于电子来说

$$\gamma = -\frac{ge}{2mc} \quad (2)$$

式中 γ 是电子自旋运动的回旋比， m 是电子质量， c 是光速， g 称为 Lande 因子或劈裂因子，它是一个无量纲的量，数值大小与粒子种类有关，对自由电子来说， $g = 2.0023$ ，而原子或自由基中未配对电子 g 要稍大些。因此

$$\begin{aligned} |\boldsymbol{\mu}| &= \frac{ge}{2mc} \sqrt{S(S+1)} \hbar = g \sqrt{S(S+1)} \frac{e\hbar}{2mc} \\ &= g \sqrt{S(S+1)} \mu_B \end{aligned} \quad (3)$$

式中 $\mu_B = \frac{e\hbar}{2mc} = 9.2741 \times 10^{-24} \text{J}\cdot\text{T}^{-1}$ ， μ_B 称为玻尔磁子(Bohr magnetron)。

设自由电子处于稳恒磁场 \mathbf{H} 中，由于空间量子化，电子磁矩的取向不是任意的。取 \mathbf{H} 方向为坐标 Z 的方向，则 $\boldsymbol{\mu}$ 在 Z 方向的投影为

$$\mu_Z = g \mu_B m_s \quad (4)$$

式中 m_s 为自旋量子数， m_s 取值有 $(2S+1)$ 个，或者说，磁场的作用将电子单个能级劈裂成 $(2S+1)$ 个子能级。由于电子的自旋量子数 $m_s = \pm 1/2$ ，所以在外磁场 \mathbf{H} 中有两个不同的能级，相应的能量为 $\frac{1}{2} g \mu_B H$ 和 $-\frac{1}{2} g \mu_B H$ ，两能级的能量差为

$$\Delta E = g \mu_B H \quad (5)$$

其空间量子化如图 10-2 所示。如在电子所在的稳恒外磁场区域再迭加一个与外磁场垂直的交变磁场，而它的一个量子的能量为 $h\nu$ ，刚好等于 ΔE ， $h\nu = \Delta E = g \mu_B H$ 则相邻两能级间就有跃迁，电子就吸收了交变磁场（电磁波）的能量，由低能级跃迁到高能级，这种吸收称为电子自旋共振。上式即称为电子自旋共振条件，也可写成

$$\nu = g \frac{\mu_B}{h} H \quad \text{或} \quad \omega = g \frac{\mu_B}{\hbar} H \quad (6)$$

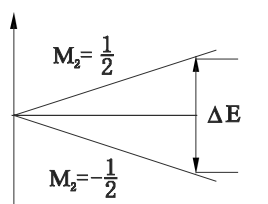


图 2 磁场中电子自旋的能级分裂

对于 $S=1/2$ 的自由电子，将 μ_B 、 h 和 g 值代入上式可得

$$\nu = 2.8024H[\text{MHz}] \quad (7)$$

式中 H 的单位为高斯(Gs)， ν 的单位为兆赫(MHz)，可见，如果我们实验用的是 3cm 波段，频率为 9000MHz，则共振磁场要求达 3000 高斯以上。

ESR 和 NMR 一样，最初也是在射频波段观察到的，以后人们为了提高磁共振的灵敏度，用微波波段取代了射频波段。由于 ESR 所需的磁场较弱，频率换成微波波段也只需要几千高斯，比较容易实现，所以微波段观察法已成为 ESR 的主要实验方法。ESR 的微波观察法可分为通过式和反射式两类。本实验采用反射式调频场技术观察 ESR。

在微波顺磁共振实验系统中，微波信号经过隔离器、衰减器、波长计到魔 T 的 H 臂，接于主臂 1 中的可调矩形样品谐振腔，在谐振频率点，谐振吸收，反射最小。反复调节魔 T 主臂 2 路中的单螺调配器的螺钉深度和位置，使 E 臂的检波信号输出最小，当外加恒磁场为谐振场强 H_r 时，样品发生电子自旋共振吸收，改变了谐振腔的工作状态，E 臂的检波信号输出随之发生变化。将该信号接到示波器的 Y 轴。既可观察到共振信号。磁共振实验仪的“磁场”输出激励电子自旋共振实验系统的电磁铁产生共振所需的恒磁场。为了能在示波器上观测到共振信号，需产生扫动的磁场，它由磁共振实验仪的“扫场”输出接到电磁铁的调制线圈。当调制线圈以 50Hz 大幅度信号调制时构成低频大调场调制小信号，这时调制磁场在变化一周期间，磁场变化通过共振点两次，信号通过检波器就会在示波器上看到两个共振波形。

磁共振实验仪的“X 轴”输出为示波器提供同步信号，调节“调相”旋钮可使正弦波的负半周扫描的共振吸收峰与正半周的共振吸收峰重合。

磁场 H 测定：因磁共振实验仪输出的是比较精确电流信号，磁场强度 H 的数值是通过该电流接到电磁铁后产生的磁场来确定的，所以在实验前，应首先确定磁共振实验仪输出电流与磁场强度 H 的数值的曲线：把高斯计的探头固定于磁铁中央，调节“磁场”旋钮，记录下一组电流与高斯的对应数值，将该组数值描绘成曲线。在进行顺磁电子自旋共振实验时，根据电流值即可得知磁场强度 H 的数值。

共振磁场 H 测定：将示波器的扫描放到 50ms 档，调整示波器“Y”轴灵敏度为 10mV，调整磁场电流使荧光屏出现尖状波形，调整磁场电流使共振波形出现另一条，并能左右移动，当移动到间隔相等时，此时的电流即是共振磁场的电流，通过查电流与高斯的对应数值，即可得到共振磁场 H。

【实验仪器】

其实验装置为 DH809A 型微波顺磁共振实验系统，连接框图如下图所示：

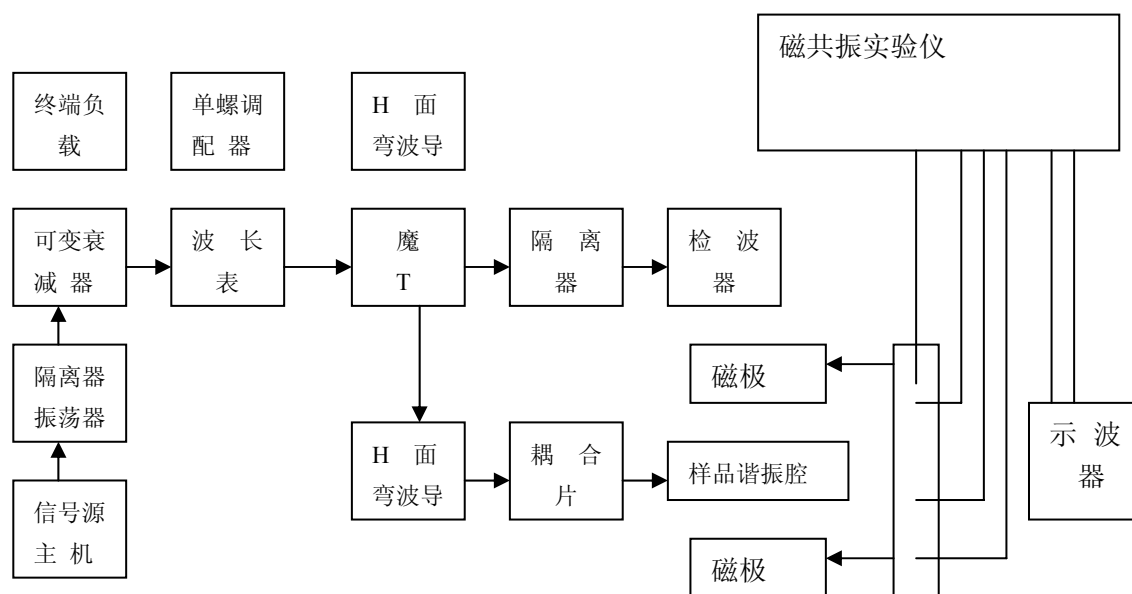


图3 微波顺磁共振实验系统连接图

整个系统由微波信号发生器、隔离器、可变衰减器、波长计、魔T、匹配负载、单螺调配器、晶体检波器、矩形样品谐振腔、耦合片、磁共振实验仪、电磁铁组成，为了连接方便，增加了H面弯波导、波导支架、视频电缆、连接线、波导夹、螺钉等元件。

微波信号发生器：为顺磁共振实验系统提供微波振荡信号。

隔离器：它利用微波铁氧体传输的不可逆性原理制造的。本系统中振荡器后的隔离器可以避免负载变化影响振荡器的输出功率和频率。检波器前的隔离器可以使检波器的反射避免影响魔T其他支臂的工作。

可变衰减器：用来调节微波信号的功率电平。

波长计：用来测量微波信号的频率。

匹配负载：微波系统的匹配终端，它的作用是吸收微波功率而无反射。

单螺调配器：在波导的宽边插入可调螺钉，它将反射部分入射波，使波导中的驻波分布图产生改变。调节螺钉插入深度及位置，就相当于可调至任何所需的电抗，用于补偿系统失配。在本系统中，其作用是通过调节，使魔T臂2中的负载阻抗与魔T臂1中的负载阻抗相同。

晶体检波器：作为检测微波功率电平的大小。

可调矩形样品谐振腔：为工作于TE_m模的反射式矩形谐振腔。电磁波通过膜片的耦合孔进入谐振腔，在腔内形成驻波，移动谐振腔末端的短路活塞，可改变谐振腔的谐振频率。通过谐振腔宽边中央的窄缝的样品架，可改变实验样品在谐振腔中的位置，其位置可从贴在波导窄边的刻度尺上读出。实验样品为密封于一段细管中的有机自由基DPFH。在电子自旋共振实验中，样品应放置于谐振腔的电场波节点处，(电场最小，磁场最强处)。

魔T：示意图见图4，在该系统中作为微波电桥使用。当信号从H臂输入，在1、2臂理想匹配的情况下，信号等幅同相传输，E臂无信号输出。当1、2臂非理想端接的情况下，反射信号由E臂输出，其输出为1、2臂微波信号的矢量和。

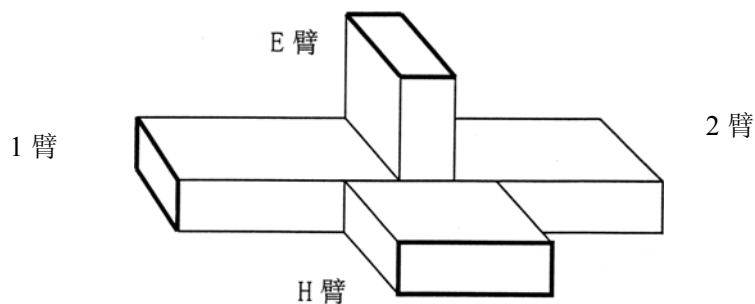


图 4 魔 T 示意图

【实验内容及步骤】

1. 按图四所示连接系统，将可变衰减器顺时针旋至最大，开启系统中各仪器的电源，预热 20 分钟。
2. 将磁共振实验仪的旋钮和按钮作如下设置：“磁场”调节逆时针调到最低，“扫场”调节顺时针调到最大。按下“检波”按钮，此时磁共振实验仪处于检波状态。
3. 将样品位置刻度尺置于 90mm 处，样品腔置于磁靴正中央。
4. 将单螺调配器的探针逆时针旋至“0”刻度。
5. 信号源工作于等幅工作状态，调节可变衰减器及“检波灵敏度”旋钮使磁共振实验仪的调谐电表指示占满度的 2/3 以上。
6. 用波长表测定微波信号的频率，方法是：旋转波长表的测微头，找到电表跌落点，读取测微头读数，根据该读数查“波长表频率刻度对照表”即可确定振荡频率，本系统工作频率应为 9370MHz，若振荡频率不是 9370MHz，应调节信号源的振荡频率调节竿，使其工作于 9370MHz 的振荡频率。为了避免波长表的吸收对实验的影响，在测定完频率后，须将波长表刻度旋开谐振点。
7. 为使样品谐振腔对微波信号谐振，调节样品谐振腔的可调终端活塞，使调谐电表指示最小，此时，样品谐振腔中的驻波分布如示意图 5 所示。

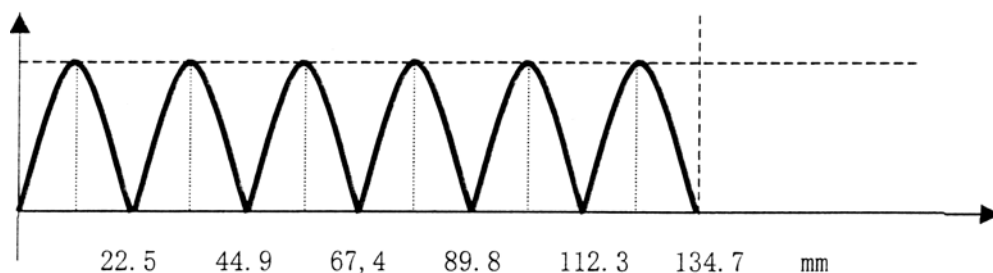


图 5 谐振腔中的驻波分布示意图

8. 为了提高系统的灵敏度，可减小可变衰减器的衰减量，使调谐电表显示尽可能提高。然后，调节魔 T 两支臂中所接的样品谐振腔上的活塞和单螺调配器，使调谐电表尽量向小的方向变化。若指示太小，可调节灵敏度旋钮提高灵敏度，使指示增大。
9. 按下“扫场”按钮。此时，调谐电表指示为扫场电流的相对指示调节“扫场”旋钮可改变扫场电流。

10. 顺时针调节磁场电流，当电流达到 1.7~1.9A 之间时，示波器上即可出现如图 6 (b)所示的电子共振信号。

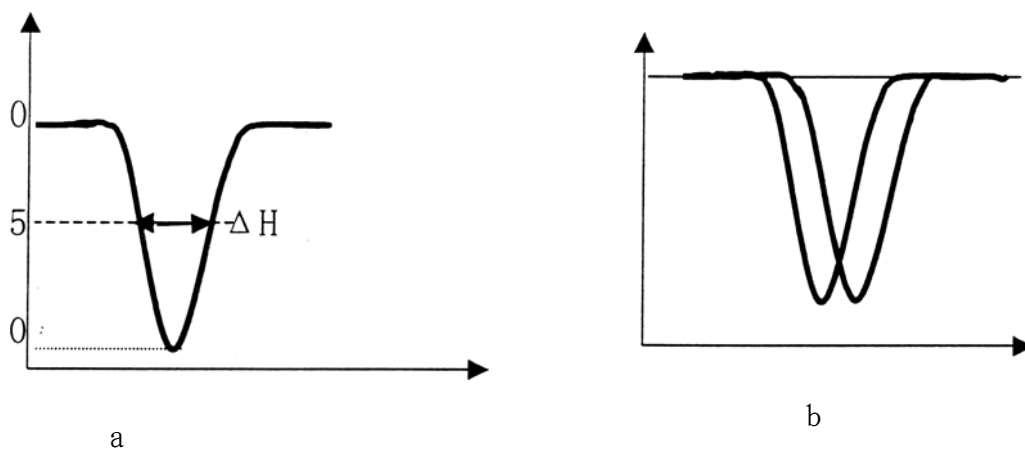


图 6 共振波形

11. 若共振波形峰值较小，或示波器图形显示欠佳，可采用下列三种方式调整：
- 1 将可变衰减器反时针旋转，减小衰减量。增大微波功率。
 - 2 正时针调节“扫场”旋钮，加大扫场电流。
 - 3 提高示波器的灵敏度。
12. 若共振波形左右不对称，调节单螺调配器的深度及左右位置，或改变样品在磁场中的位置，微调样品腔使共振波形成满意为止。
13. 若两个共振波形幅度不一致，可调节样品在磁场中得位置，使共振波形成满意为止。
14. 调节“调相”旋钮即可使双共振峰处于合适的位置。
15. g 因子的测定：读取磁共振仪的电流值，根据磁共振实验仪输出电流与磁场强度 H 的数值的关系曲线，确定共振时的磁场强度，根据实验时测定的频率，代入电子自旋共振条件的公式： $h \cdot f = g \cdot \beta \cdot H_0$
- 式中：h：普朗克常数， $h=6.626 \times 10^{-27}$ 尔格·秒
- f：工作频率，单位为赫兹
- D：玻尔磁子， $\beta = 9.274 \times 10^{-21}$ 尔格 / 高斯
- g： 电子 g 因子
- $H_0=3.9$ 按下“扫场”按钮。此时，调谐电表指示为扫场电流的相对指示，调节“扫场”旋钮可改变扫场电流。

将普朗克常数 h 和玻尔磁子 B 数值代入上式后得： $f = 1.4 \times 10^6 g H_0$

式中：f： 工作频率，单位是赫兹

H_0 ： 共振磁场，单位是高斯

【思考问题】

1. 磁场对 ESR 有无影响?
2. 否设法用 ESR 方法测量地磁场?
3. 为什么被测样品一定要放在微波磁场最强最均匀处，且满足直流磁场与微波磁场垂直的位置?

实验 2 微波实验技术

微波为波长范围在 1 米到 0.1 毫米之间的电磁波。它与大家熟悉的工业用的长波，无线电广播中的中波和短波相比，只是波长更短、频率更高。通常被划分为米波，分米波、厘米波、毫米波和亚毫米波等四个波段，相应的频率为 300MHz 到 3000GHz。我们实验中所用的微波为 3 厘米的微波系统，其中心波长为 3.2cm，频率为 9.375GHz。

从其频率范围看出，微波的频率范围是处于可见光和广播电视所采用的无线电波之间，因此它兼有二者的性质，又区别于两者。与无线电波相比，微波有下述特点：1. 波长短。 2. 周期短。 3. 频率高。 4. 量子特性。微波自身的特点，不论在处理问题时运用的概念和方法，还是在实际应用微波系统的原理和结构上，都与低频电路不同。微波技术在国防、工业、农业、通讯和科研等方面有着广泛的应用，是近代发展起来的一门尖端科学技术。

【实验目的】

1. 微波测试系统中各种常用设备的结构，原理及使用方法。
2. 研究微波在波导管中的传输情况，并以微波为科学研究手段来观物理现象。
3. 掌握微波系统中频率、波导波长 λ_g ，驻波比 S 和功率 P 等基本量的测量方法。

【实验原理】

微波基础知识

1. 电磁波的基本关系

描写电磁场的基本方程是

$$\left. \begin{aligned} \nabla \cdot \mathbf{D} &= \rho \\ \nabla \cdot \mathbf{B} &= 0 \\ \nabla \times \mathbf{E} &= -\frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} \\ \nabla \times \mathbf{H} &= \mathbf{j} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

$$\left. \begin{aligned} \mathbf{D} &= \epsilon \mathbf{E} \\ \mathbf{B} &= \mu \mathbf{H} \\ \mathbf{j} &= \sigma \mathbf{E} \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

方程组 (1) 称为 Maxwell 方程，方程组 (2) 描述了介质的性质对场的影响。

对于导体和空气的界面，由上述关系可以得到边界条件

$$\left. \begin{array}{l} E_t=0 \quad E_n=\sigma / \varepsilon_0 \\ BH_t=i \quad H_n=0 \end{array} \right\} \quad (3)$$

方程组 (3) 表明, 在导体附近电场必须垂直导体表面, 而磁场则应当平行导体表面。

2.微波传输线

理论与实践证明, 微波可以在空心金属管中传播。这种空心的金属导管统称为波导, 波导的横截面可以是任意的, 但经常使用的则是矩形和圆形两种。

(1) 矩形波导中波的传播

矩形波导是传输微波最常用的传输线。为了减小表面电阻, 通常采用黄铜或紫铜制成, 表面再镀上银。波导的宽边为 X 方向, 内宽度用 “a” 表示, 波导的窄边为 Y 方向, 内宽度为 “b”, 电磁波沿 Z 方向传播, 如图 1 所示。一般将 X、Y 方向称为 “横向”, Z 方向称为 “纵向”, “a” 与 “b” 的数值通常取: $a \approx 0.7 \lambda$, $b \approx (0.3 \sim 0.35) \lambda$ 。对于 3 厘米波导系统, 其矩形波导尺寸为 $a \times b = 22.86 \text{mm} \times 10.6 \text{mm}$ 。

理论分析证明, 在波导中不可能传播横电磁波。按照电磁波的基本方程和边界条件, 在波导中能够传播的电磁波可归纳为两大类:

(a) 横电波 (TE 波) 或称磁波, 其特征是 $E_z=0$ 而 $H_z \neq 0$, 即电场是纯横向的, 而磁场则具有纵向分量。

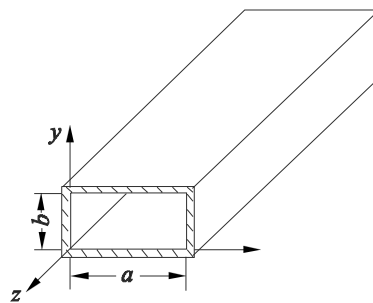


图 1 矩形波导

(b) 横磁波 (TM 波) 或称电波, 其特征是 $H_z=0$ 而 $E_z \neq 0$, 即磁场是纯横向的, 而电场则具有纵向分量。

波导中可以传输多种模式的 TE_{mn} 波和 TM_{mn} 波 (其中 m 代表电场或磁场在 X 方向半周变化次数, n 代表电场或磁场在 Y 方向半周变化次数)。在实际应用中, 总是把波导管设计成只能传输单一波型。我们使用的标准矩形波导, 只能通过 TE_{10} 型波。

(2) 矩形波导中的 TE_{10} (横电波)

TE_{10} 波是波导中最常用的形式。如果在开口端输入角频率为 ω 的电磁波, 使它沿 Z 方向传播, 则管内的电磁场分布由 Maxwell 方程和边界条件决定。如图 2 所示。

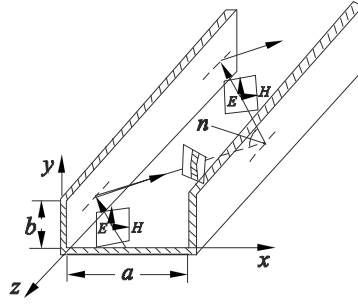


图2 矩形波导中 TE₁₀ 波的传播

由电磁场基本方程组(1)和(2)出发, 可以解得无损耗、均匀、无限长的 3 厘米波导中 TE₁₀ 波的电场分量和磁场分量:

$$\left. \begin{aligned}
 E_x = E_z = 0 \\
 E_y = E_0 \sin \frac{\pi x}{a} e^{j(\omega t - \beta z)} \\
 H_x = -\frac{\beta}{\omega \mu} E_0 \sin \frac{\pi x}{a} e^{j(\omega t - \beta z)} \\
 H_y = 0 \\
 H_z = j \frac{\pi}{\omega a \mu} E_0 \cos \frac{\pi x}{a} e^{j(\omega t - \beta z)}
 \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

其中, 位相常数: $\beta = 2\pi / \lambda_g$

波导波长: $\lambda_g = \lambda / \sqrt{1 - (\lambda / \lambda_c)^2}$

临界波长: $\lambda_c = 2a$ (a 为波导截面宽边的长度)

自由空间波长: $\lambda = c / f$

(a) TE₁₀ 波的电磁场结构特点

电场结构:

TE₁₀ 波中电场 E 只有 E_y 分量, 其电力线将与 X—Z 平面处正交, 如图 3a 所示。在 X—Y 平面内 $E_y = E_0 \sin(\frac{\pi x}{a})$ 说明电场强度只与 X 有关, 且按正弦规律变化, 在 X=0 及 X=a 处 E_y=0; 在 $x=a/2$ 处, $E_y = E_{\text{max}}$ 。

由于能量是沿 Z 方向传播的, E_y 将沿 Z 方向呈行波状态, 并在 $x=a/2$ 的纵剖面内, E_y 沿 Z 方向也是按正弦分布的。

磁场结构:

TE₁₀ 波中磁场 H 只有 H_x 及 H_z 分量, 因此, 其磁力线将分布在 X—Z 平面内, 如图 3b 所示。由于 E_y 和 H_x 决定着沿 Z 方向传播能量, 就必须要求 E_y 与 H_x 同相, 亦即沿 Z 方向在 E_y 最大时, H_x 也最大。沿 X 方向, H_x 是呈正弦分布并与 E_y 同相, 所以在横截面和纵剖面的分布也与 E_y 相同。

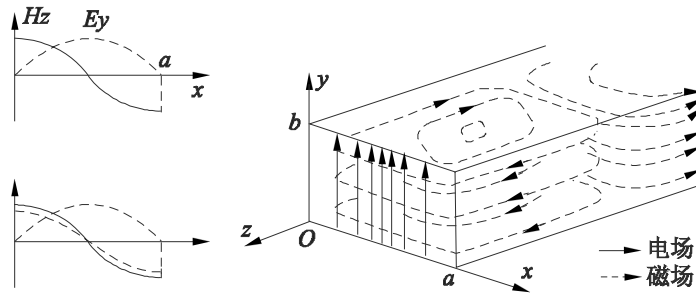


图 3 TE₁₀ 波的场分布

在讨论 H_z 分布时，必须注意到在 $Z=0$ 的截面上， H_z 沿 X 方向呈余弦变化，在 $x=0$ 及 $x=a$ 处， H_z 有最大值，在 $x=a/2$ 处 $H_z=0$ 。应当注意到，这些电力线和磁力线的分布情况将随着时间的顺延而以一定的速度沿 Z 方向在波导中向前移动。

从正面分析可以看出 TE₁₀ 波的含义，TE 表明电场没有纵向分量，即 $E_z=0$ 。TE₁₀ 的第一脚标“1”表明电场沿波导的宽边方向有“1”个最大数，第二脚标“0”表明磁场沿波导窄边方向没有变化，分布均匀。

(3) 反射系数 r 、驻波比 S 及波导工作状态

在均匀的、无限长的波导中 TE₁₀ 波的传播情况下，波导中只有沿 Z 轴传播的波，没有反射波，亦即波导中传播的是行波，电场分量 E_Y 是

$$E_Y = E_0 \sin \frac{\pi x}{a} e^{-j\beta z} e^{j\omega t} \quad (5)$$

以 $x=a/2$ 为参考面研究电磁波沿 Z 轴的传播情况，并略去 $e^{j\omega t}$ 因子(因为我们只讨论在某一时刻电磁场的分布，测量也是随时间变化的平均值)有：

$$E_Y = E_0 e^{-j\beta z} \quad (6)$$

如果波导不是均匀和无限长的，一般情况下在波导中存在入射波和反射波，电场由入射波和反射波迭加而成。

$$E_Y = E_i e^{-j\beta z} + E_r e^{j\beta z} \quad (7)$$

其中 E_i 、 E_r 分别是电场入射波和反射波的振幅。如果我们把距离改由终端算起，而不是从信号源算起则上式变成

$$E_Y = E_i e^{-j\beta l} + E_r e^{-j\beta l} \quad (8)$$

定义：波导中某一横截面处的电场反射波与入射波之比称为反射系数 r ，即

$$r = \frac{\text{电场反射波}}{\text{电场入射波}} = \frac{E_r e^{-j\beta l}}{E_i e^{-j\beta l}}$$

$$= \frac{E_r}{E_i} e^{-j2\beta l} = r_0 e^{-j2\beta l} \quad (9)$$

其中 $r_0 = \frac{E_r}{E_i} = |r_0| e^{j\varphi}$ 。

r_0 是终端的反射系数， φ 表示在终端反射波与入射波的位相差。根据 r 的定义，可以把 (8) 式写成

$$E_Y = E_i e^{j\beta l} [1 + |r_0| e^{-j(2\beta l - \varphi)}] \quad (10)$$

当 $2\beta l - \varphi = 2n\pi$ 时，驻波的电场达到最大值（波腹）

$$|E_Y|_{\max} = E_i (1 + |r_0|) \quad (11)$$

当 $2\beta l - \varphi = (2n+1)\pi$ 时，驻波的电场达到最小值（波节）

$$|E_Y|_{\min} = |E_i| (1 - |r_0|) \quad (12)$$

定义：波导中驻波电场最大值与驻波电场最小值之比称为驻波比 S ，即

$$S = \frac{|E_Y|_{\max}}{|E_Y|_{\min}} \quad (13)$$

亦可写为：

$$S = \frac{1 + |r_0|}{1 - |r_0|} \quad (14)$$

因此也可用驻波比 S 来表示反射系数 $|r_0|$ ，从 (13) 式与 (14) 看出 $S > 1$ ， $|r_0| \leq 1$ 。

当微波功率全部被终端负载所吸收（这种负载称为匹配负载），波导中不存在反射波，即 $|r_0| = 0$ ， $S = 1$ ，

这时波导中呈现的是行波，如图 4 (a) 所示。 $|E_Y| = |E_i|$ ，这种状态为匹配状态。

当波导终端是理想导体时（又称终端短路），波导中发生完全反射。因此在终端处 $E_Y = E_i + E_r = 0$ ，所以 $E_i = -E_r$ ，亦即 $r_0 = -1 = e^{j\pi}$ （终端处电场入射波与反射波的位相差为 π ，即位相相反），终端形成电场的波节。

此时 $|r_0| = 1$ ， $S = \infty$ ， $E_Y = 2|E_i| \sin \beta l$ ，这时波导中形成纯驻波。波的能量不能向前传播，场的分布不随时间移动位置，只是场的大小随位置而改变，如图 4 (c) 所示。可见在驻波节处 $|E_Y| = 0$ ，驻波波腹处

$|E_Y| = 2|E_i|$ 。

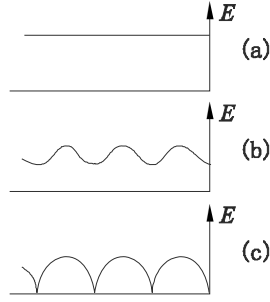


图 4

驻波的波腹和波节的位置。由于 β 为单位长度波导的相移，应用关系式

$$\beta = \frac{2\pi}{\lambda_g}$$

因此，对于驻波状态，其波腹位置应由

$$\sin \beta l = 1, \text{ 即 } \frac{2\pi}{\lambda_g} l = \frac{\pi}{2} (2n+1)$$

$$l = \frac{\lambda_g}{4} (2n+1)$$

$n=0, 1, 2, \dots$ ，当 $n=0$ 时， $l = \frac{\lambda_g}{4}$ 为第一波腹处。

$n=1$ 时， $l = \frac{3\lambda_g}{4}$ 为第二波腹处。两波腹间距离为 $\frac{\lambda_g}{2}$ 。

而其波节位置应为

$$\sin \beta l = 0 \quad \frac{2\pi}{\lambda_g} l = n\pi$$

$$l = \frac{\lambda_g}{2} n \quad (n=0, 1, 2, \dots)$$

显然，当 $n=0$ 时 $l=0$ ，表示第一个节点在终端处，当 $n=1$ 时， $l = \frac{\lambda_g}{2}$ 为第二个节点处。两节点间相距也是

$\frac{\lambda_g}{2}$ 。因为驻波波腹处变化缓慢，而在驻波波节处变化尖锐，从测量精度来考虑，总是用确定两相邻驻波

波节的位置来测定波导波长 λ_g 。

一般情况下，波将发生部分反射，形成所谓混合波。在此状态下， $|r_0| < 1$ ， $S > 1$ ，其电场随 l 变化的

分布曲线如图 4(b)所示。

【实验仪器】

本实验采用的实验装置为标准 3 厘米微波系统，线路原理图如图 5 所示。

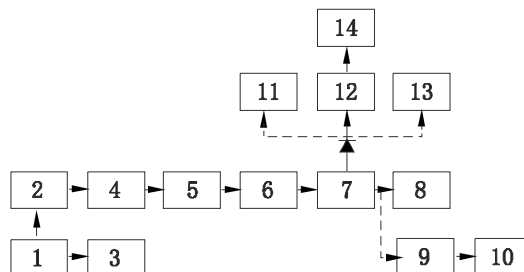


图 5 线路原理图

- 1.速调管电源 2.反射速调管 3.直流数字电压表 4.隔离器 5.波长计 6.衰减器 7.测量线
8.负载 9.功率计探头 10.微瓦功率计 11.直流复射式检流计 12.前置放大器 13.选频放大器
14.示波器

对所采用的元件简要说明如下：

1、波导管

所使用的波导型号为 BJ—100。其内腔尺寸为

$$a=(22.86 \pm 0.07)\text{mm}$$

$$b=(10.16 \pm 0.07)\text{mm}$$

其主模频率范围为 (8.20~12.50) GHz，截止频率为 6.557GHz。

2、隔离器（单向器）（图 6(a)）

位于磁场中的某些铁氧体材料对于来自不同方向的电磁波有着不同的吸收。经过适当调节，可使其具有单向传播的特性，称为隔离器或单向器。它的作用相当于普通电路中的二极管。

3、可变衰减器（图 6(b)）

利用吸收材料在波导中位置的不同来改变对电磁波吸收的大小，起到类似滑线变阻器的作用。

4、谐振吸收式频率计（图 6(c)）

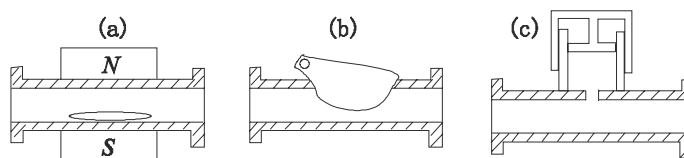


图 6 (a)隔离器 (b)衰减器 (c)谐振式频率计

实际是一个圆形谐振腔，其中有一活塞可以上下移动，谐振腔的大小可以因活塞移动而变化，一定大小的谐振腔对应一定的谐振频率。当电磁波通过耦合孔从波导进入频率计的空腔中，若电磁波的频率满足空腔的谐振条件时，吸收能量为最大，则通过的电磁波信号将减弱。因此，如果连续地改变输入电磁波的

频率，或连续改变谐振腔的大小，当它与腔体的谐振频率相同时，输出幅度将出现明显的减小。此时，谐振吸收式频率计上的读数即微波的频率。

5、驻波测量线 (图 7)

在波导中的宽边中央开有一个狭槽，金属探针经狭槽伸入波导中。由于探针与电场平行，电场的变化在探针上感应出的电动势经晶体二极管检波变成电流信号输出。当探针沿波导移动时，输出信号显示出波导中电场沿传播方向的变化，从而可以求出其变化规律、驻波比和波导波长。

探针深入波导的深浅，探针部分内外导体的位置均会引起探针等效阻抗的改变，从而影响波导中电磁场的分布。因此在使用测量线之前，必须反复调节旋钮 1、2、3 和 4，使输出信号为最大。

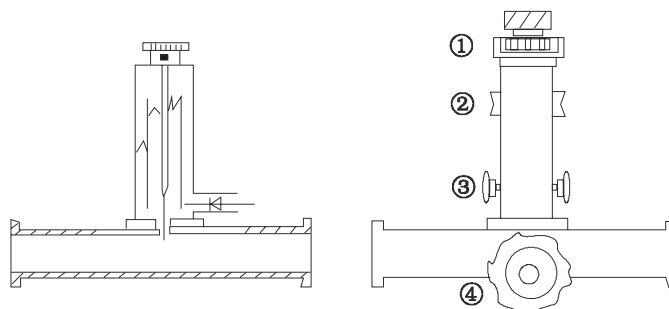


图 7 波导测量线结构原理图

- 1. 探针高低位置
- 2. 内导体位置调节
- 3. 外导体位置调节
- 4. 探针左右位置调节

6、检波晶体和晶体检波器

微波频率很高，通常是用检波晶体（微波二极管）将微波信号检波成直流信号来检测的。又由于微波信号通常很弱，使检波晶体工作非线性区，如图 8 所示，因此在定量测量时必须事先测定检波晶体的 V-I 特性曲线。在一定范围内，检波晶体的电压 V 和电流 I 之间大致有下述关系：

$$I \propto E^a$$

在我们的测量范围内， $a=2$ ，即晶体检波为平方律检波， $I \sim E^2$ 。

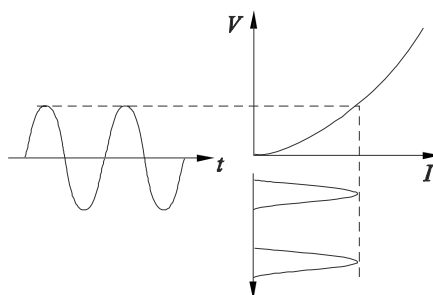


图 8 检波晶体的伏安特性曲线

7、终端负载

为了测量不同负载下波导中电磁波传播的特性，本实验配有三种不同的终端负载：金属短路片，匹配负载喇叭天线。

8、微瓦功率计

本实验使用的是 GX-2A 型微瓦功率计，它由主机和探头组成。探头内装有铂铈热电偶，可将微波产生的热能转换为电能，产生温差电动势，此电动势与输入微波的功率成正比，经过校正可直接由功率计主机表头的读数读得被测微波的功率值。

【实验内容】

一、频率的测量

微波频率的测量是微波测量技术中最基本和最重要的内容之一。测量微波频率有两种方式：一种是直接测量法，一种是间接测量法。

1.直接测量法

使用外差式频率计或数字微波频率计可直接测量微波频率。本实验使用谐振吸收式频率计，利用空腔作为谐振系统，并通过机械装置进行调谐，当微波频率与空腔固有频率相当时，输入到指示器的功率最小，此时频率计上的读数即微波频率。

2.间接测量法

间接测量一般是使用测量线先测出微波的波导波长 λ_g ，然后由公式 $\lambda_g = \sqrt{1 - (\lambda/\lambda_c)^2}$ 计算出微波信号在自由空间的波长，并由此求出频率 f 。

当微波系统终端接入不匹配负载时，将会产生驻波，特别是接金属短路片，产生纯驻波，使用测量线就能方便地测出驻波中相邻两个波节之间的距离 $\frac{\lambda_g}{2}$ 。如图 9 所示，

$$\frac{\lambda_g}{2} = (D_2 - D_1)$$

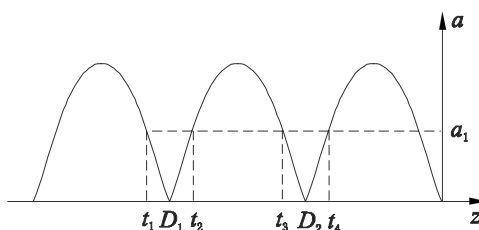


图 9 两个波节之间距离的测量

为了准确地找到驻波节点的位置，可以使用等电位法。所谓等电位法就是在任意一个节点的左右两侧

找出 l_1 及 l_2 的距离, 使检流计的读数均匀 y_1 , 则此节点的准确位置应为: $D_1 = \frac{l_1 + l_2}{2}$; 同理, 在 D_1 相邻

的波节点 D_2 的两侧找出 l_3, l_4 , 则 $D_2 = \frac{l_3 + l_4}{2}$, 由此可得:

$$\frac{\lambda_g}{2} = D_2 - D_1 = \frac{l_3 + l_4}{2} - \frac{l_1 + l_2}{2} \quad (15)$$

二、驻波比的测量

当系统阻抗与负载阻抗不匹配时, 就会有反射, 反射的结果就形成驻波。驻波的状态反映了反射的大小, 即匹配的好坏, 所以前边定义的驻波比 S 是描述匹配情况的物理量。当晶体检波为平方律时, $I \propto E^2$, 则(13)式变为

$$S = \sqrt{\frac{I_{\max}}{I_{\min}}} \quad (16)$$

驻波比 S 是一个等于或大于 1 的实数, 它的大小代表波导中驻波成分的大小, S 愈大驻波成分愈大, 行波成分愈小, 反之亦然。当驻波比 S 在 $1.05 < S < 1.5$ 范围内, 驻波的最大值和最小值相差不大, 且不尖锐, 因此要多测几个驻波波节, 然后取平均值。平均值可由下式计算

$$\bar{S} = \sqrt{\frac{I_{\max 1} + I_{\max 2} + \cdots + I_{\max n}}{I_{\min 1} + I_{\min 2} + \cdots + I_{\min n}}} \quad (17)$$

三、功率的测量

功率测量分为相对测量和绝对测量。

1. 相对测量

常用晶体检波器检测微波功率或者估计微波功率的相对大小。使用晶体检波器时, 调节匹配活塞和调配螺钉使微波系统尽量处于匹配状态, 这时检波晶体检测到的微波功率最大。检测的功率输送到检流计或示波器显示。此法只能测微波功率的相对值。

2. 绝对测量——微瓦功率计

微瓦功率计由探头和功率指示器组成, 探头内装有铂铱热电偶, 它将微波产生的热能转换成电能, 直接由功率指示表头读出功率值 P_L 。

如果在终端接入探头后, 不考虑传输系统的衰减, 且认为微波系统基本上处于匹配状态, 测得的功率 P_L , 即为微波源的输出功率 P_0 。实际上, 探头的输入阻抗并不可能做得完全匹配, 所以总会有一部分功率从探头反射回来, 它正比于探头的功率反射系数的平方 $|r|^2$, 这种损耗称为“反射损耗”。在计入反射损耗

后实际被功率计所吸收的功率为：

$$P_L = P_H(1 - |r|^2) \quad (18)$$

式中： P_L ——功率计所测得的功率值；

P_H ——系统终端的真正功率；

r ——反射系数($|r| = \frac{S-1}{S+1}$)。

另外，在传输系统中，传输系统本身对信号源输出功率 P_0 产生一定的衰减(损耗)，这种损耗称为“插入损耗”。它主要是由系统中的隔离器、可变衰减器等元件对信号源功率 P_0 产生的衰减。通常，隔离器的正向衰减量为 1db(功率比值 $K=1.259$ 倍，可变衰减器的衰减量可由衰减曲线查出(或将可变衰减器旋至零位)。

因此，经传输系统衰减后，系统终端的实际功率应为：

$$P_H = P / K \quad (19)$$

式中 $1/K$ 就是以倍数表示的插入损耗。因此我们可得到功率计所测功率 P_L 与微波信号源输出功率 P_0 间的关系为：

$$P_0 = \frac{K}{1 - |r|^2} P_L \quad (20)$$

式中 $|r|$ 为功率计探头的反射系数，可由驻波测量线测量探头的驻波比 S 来计算。如果可变衰减器在零位置， K 只代表隔离器的功率比，其值 $K=1.259$ 。

【实验步骤】

一、用谐振吸收式频率计测量微波讯号源输出频率

终端接功率计探头，从 9GHz 开始每改变 0.1GHz，直到 11GHz。

二、测量可变衰减器的衰减曲线

将微波信号源的频率调至 9.37GHz，终端仍接功率计，将可变衰减器旋至零位置测功率 P ，然后每次将可变衰减器旋转 1 圈(100mm)测功率 P_1 ，由下式计算衰减量

$$\text{衰减量} = 10 \lg \frac{P}{P_1} \quad (21)$$

并作出衰减曲线。

三、波导中微波传输特性的观测

1. 测绘短路负载下的 $I \sim l$ 曲线

将终端换成短路片。反复调节测量线上的调节旋钮(探针位置可以不动),使检流计上信号幅度为最大(如为 50 分格)。移动测量线的探针位置,在整个可移动范围内逐点(检流计每次变动 5 格)测量输出电流 I 与位置 l 的关系,绘出 $I \sim l$ 曲线。

2. 终端接匹配负载,绘出 $I \sim l$ 曲线。

3. 终端开路,测绘 $I \sim l$ 曲线。

四、基本测量

1. 用谐振吸收式频率计测量微波的频率。微波源输出频率调至 9.37GHz,终端接金属短路片,测 3~6 个值,取平均。

2. 间接测频率

沿测量线纵方向连续测 3~4 个节点位置,求 λ_g 平均值,最后求出频率,并与直接测得的频率进行比较。

3、测量不同负载的驻波比 S

将系统终端分别改接匹配负载,喇叭天线和开路,求它们的驻波比 S 。

4、微波源输出功率的测量

接通微瓦功率计电源,预热调零后,将功率计探头接在终端,将可变衰减器旋至零位,测出功率 P_L 。

再测量出探头的驻波比 S ,令 $K=1.259$ 倍,由公式 20 求微波源的输出功率 P_0 。

【思考问题】

1.如何判断谐振吸收频率计的指示值就是传输微波的频率?

2.驻波和行波有何区别?

3.为什么测量波导波长 λ_g 时,由相邻两波节的位置来确定,而不是由相邻两波腹位置来确定?

第七章 微弱信号检测技术

实验 1 微弱信号测量

随着科学技术的迅速发展，测量技术发展日趋完善，但同时也提出了更高的要求，尤其是一些极端条件下的测量已成为深化认识自然的重要手段，例如对物质微观结构与弱相互作用等获得的极为微弱的检测，无疑是当今科学技术的前沿课题。由于微弱信号检测能测量传统观念认为不能测量的微弱量，所以获得了迅速的发展和普遍的重视。

对于众多的微弱量（如弱光，小位移，微震动，微温差，弱磁，弱声，微电流，低电压，弱流量等等），一般都通过各种传感器做非电量的转换，使检测对象转变成电量（电流或电压）。但当检测量甚为微弱时，由微弱物理量本身的涨落，传感器本底与测量仪器噪声的影响，被测的有用微弱信号被抢与数千甚至数十万倍的噪声信号所淹没。因此微弱信号检测是一种专门与噪声作斗争的技术。只有抑制噪声才能取出信号。

(1) 相关器的研究及其主要参数测量

【实验目的】

1. 了解相关器的原理
2. 测量相关器的输出特性
3. 测量相关器的抑制干扰能力和抑制白噪声能力

【基本原理】

相关器由一个乘法器与低通滤波器组成，是锁定放大器的核心部分。锁定放大器中的相关器，通常采用下图所示的形式。

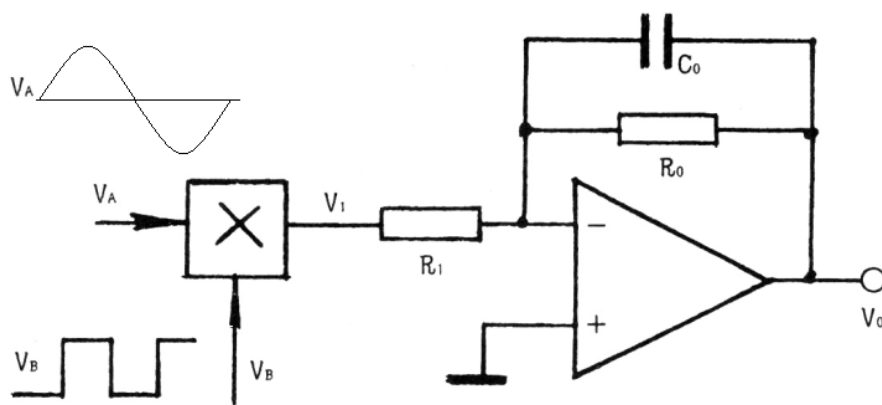


图 1-1 锁定放大器中通常采用的相关器

$$V_A = V_A \sin(\omega t + \varphi)$$

$$V_B = \frac{4}{\pi} (\sin \omega_R t + \frac{1}{3} \sin 3\omega_R t + \dots)$$

V_A 为输入信号，表示为 $V_A = V_A \sin(\omega t + \varphi)$ ；参考信号 V_B 可以认为是以频率 ω_R 的单位幅度方波，当 $\omega = \omega_R$ 为信号， $\omega \neq \omega_R$ 时为噪声或干扰。参考信号 V_B ，可以用来鉴别输入信号的相位和频率。 V_A 、 V_B

之间的相位差 φ 可以由锁定放大器参考通道的相移电路调节, 求得图 1-1 中 V_1 和 V_0 为:

$$V_1 = V_A \cdot V_B \quad (1)$$

$$V_0 = -\frac{2R_0V_A}{\pi R_1} \sum_{n=0,1,2,\dots}^{\infty} \frac{1}{2n+1} \left\{ \frac{\cos\{\omega - (2n+1)\omega_R\}t + \varphi + Q_{2n+1}}{\sqrt{1 + \{\omega - (2n+1)\omega_R\}R_0C_0\}^2}} \right. \\ \left. - e^{-\frac{1}{R_0C_0}t} \frac{\cos(\varphi + Q_{2n+1})}{\sqrt{1 + \{\omega - (2n+1)\omega_R\}R_0C_0\}^2}} \right\} \quad (2)$$

式中: $Q_{2n+1} = \tan^{-1}[\omega - (2n+1)\omega_R]R_0C_0$

当 $\omega = \omega_R$ 时, 图 1-1 各点波形如图 1-2 所示 (注: 图 1-1 种低通滤波器为反相输入, 因此, 输出直流电压与 V_1 反号, 图 1-2 中为了更直观起见, 画的低通滤波器不倒相, V_0 与 V_1 中的直流分量同号)。

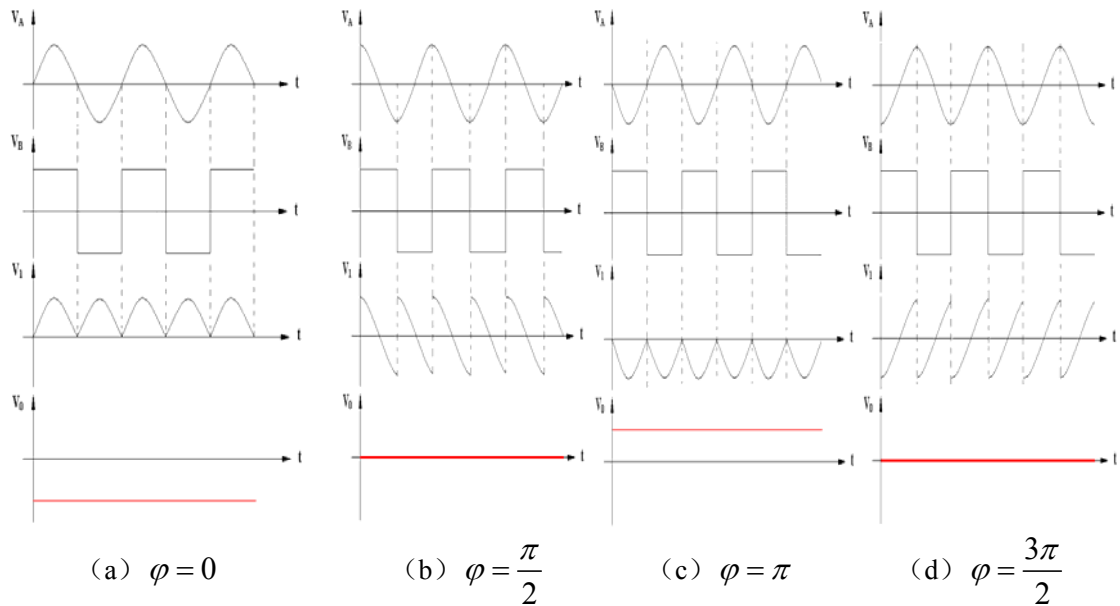


图 1-2 相关器输入波形为基波时, 相位 φ 为 0° 、 90° 、 180° 、 270° 的波形图

对 (2) 式中不同输入信号的频率进行讨论, 由此了解相关器的性能与物理意义。

当 $\omega = \omega_R$, 输入信号频率等于参考信号频率时, 记输出电压为 V_0 , 当 $\omega_R R_0 C_0 \gg 1$ 时, 略去 (2) 式中的小项, 得:

$$V_0 = -\frac{2R_0}{\pi R_1} V_A (1 - e^{-\frac{t}{R_0C_0}}) \cos \varphi \quad (3)$$

设 $T = R_0 C_0$ 为时间常数, 为低通滤波器的时间常数, 由电容和电阻决定。当 $t \gg T$ 时, 得到稳态解:

$$V_0 = -\frac{2R_0}{\pi R_1} V_A \cos \varphi \quad (4)$$

输出为直流电压, 大小正比于输入信号的振幅 V_A , 并和信号与参考信号之间的相位差 φ 的余弦成正比。

$-R_0/R_1$ 为低通滤波器的直流放大倍数，负号表示由反相输入端输入。(图 1-2 中给出了相位差 φ 为 0° 、 90° 、 180° 、 270° 时 V_A 、 V_B 、 V_1 、 V_0 的波形图)。

奇次谐波能通过并抑制偶次谐波，传输函数和方波的频谱一样，说明相关器是以参考信号频率为参数的方波匹配滤波器。因此，能在噪声中或干扰中监测和参考信号相同的方波或正弦信号。

如果输入信号为一恒定和参考方波频率相同的方波信号，则相关器为相敏检波器，输出的直流电压和信号与参考信号两者的相位差成线性关系，可以做鉴相器使用。

【实验仪器】

- a. 双踪通用示波器一台
- b. ND-501 型微弱信号检测技术试验综合装置

其中综合实验装置要用到多功能信号源插件盒，相关器插件盒，宽带相移器插件盒，相位计插件盒，频率计插件盒，交直流噪声电压表插件盒。

【实验内容】

1. 相关器 PSD 波形的观察及输出电压的测量

按图 1-3 所示用电缆或导线连接。接通电源，预热两分钟，调节多功能信号源，使输出频率在 1kHz 左右，频率计测量信号源频率。调节输出幅度旋钮。用交流、直流、噪声电压表测量输出交流电压，使输出 100mv。置相关器直流放大倍数 $\times 10$ ，交流放大倍数 $\times 1$ 。用示波器观察 PSD 输出的波形。并用交直流噪声电压表测量相关器的输出直流电压，相关器低通滤波器的时间常数置 1 秒。调节带宽相移器的相移量观察 PSD 的输出波形。测量相关器的输出直流电压与相关器的输入信号对参考信号之间相位差 φ 之间的关系。用相位计测量 φ 值的大小。按下表填写测试数据并描绘示波器显示 PSD 的输出波形。

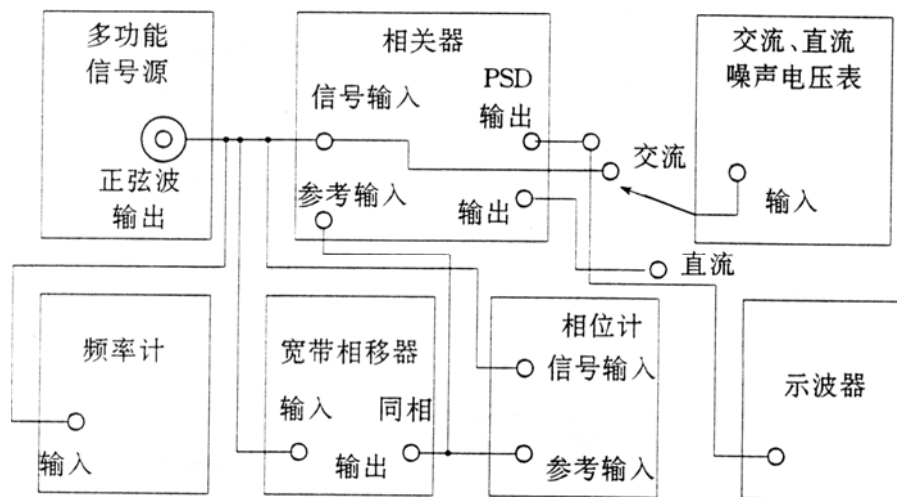


图 1-3 相关器 PSD 波形观察及测量实验框图

把实测结果与理论公式 $V_0 = 2/\pi K_{AC} \cdot K_{DC} V_A \cos \varphi$ 对比。式中 V_0 为相关器输出的直流电压， K_{AC} 为交流放大倍数， K_{DC} 为直流放大倍数。 V 为输入信号的幅值， φ 为参考信号与输入信号之间的相位差。

表 1

φ	理论值 V_0	测量值 V_0	波形

2. 相关器谐波响应的测量与观察

实验仪器同实验 1，把上述实验连接图略作如下改变。宽带相移器输入信号由 $n \times 1/n$ 输出（即 n 倍频或 $1/n$ 分频）送给。多功能信号源功能“选择”置分频。由于相关器的参考信号为输入信号的 $1/n$ 分频，即相关器的输入信号为参考信号的 n 次倍频。其他连接与测量方法同实验（1）。

先置分频数为 1，由示波器观察 PSD 波形及测量 PSD 输出直流电压，调节相移器的相移，使输出直流电压最大，并观察示波器波形相同于全波整流波形，相位计测的相位差为 0。记下上述数据，改变分数 n 为 2, 3, 4, 5,对于某一“ n ”值重复上述测量。实测结果为：奇次谐波输出的直流响应电压为奇波的直流响应电压的 $1/n$ 。偶次谐波的输出直流响应为 0，测量 PSD 的输出波形及输出电压值的大小。

(2) 锁定放大器原理及性能测试

【实验目的】

1. 了解锁定放大器的原理及典型框图
2. 根据典型框图，连接锁定放大器
3. 对锁定放大器进行性能测试

【基本原理】

1. 锁定放大器的基本组成

锁定放大器是以相干检测技术为基础，其核心部分是相关器，基本原理框图如下图所示

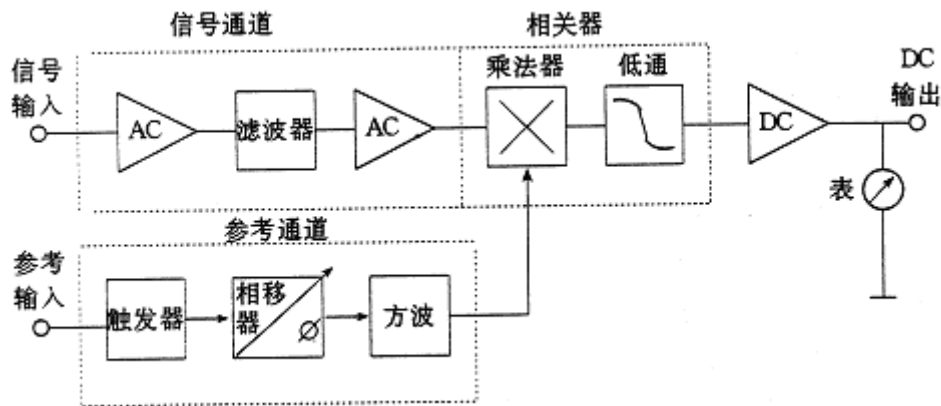


图 2-1 锁定放大器基本原理框图

上图所示的典型方框图分为三部分，信号通道（相关器前那一部分），参考通道，相关器（包括直流放大器）。

(1) 信号通道

信号通道是相关器前的那一部分，包括低噪声前置放大器，各种功能的有源滤波器，主放大器等部分组成。作用是把微弱信号放大到足以推动相关器工作的电平，并兼有抑制和滤掉部分干扰和噪声，扩大仪器的动态范围。

前置放大器用于对微弱信号的放大，主要指标是低噪声及一定的增益（100~1000 倍）

主放大器是信号放大的主要部件，必须有很宽的增益调节范围，以适应不同的输入信号的需要。例如当输入信号幅度为 10nV，而输出电表的满刻度为 10V 时，则仪器总增益为 $10V/10nV=10^9$ ，若直流放大器增益为 10 倍，前放增益为 10^3 ，则交流放大器的增益为 10^5 。

带通滤波器是任何一个锁定放大器中必须设置的部件，他的作用是对混在信号中的噪声进行滤波，尽量排除带外噪声。这样不仅可以避免 PSD 过载，而且可以进一步增加 PSD 输出信噪比，以确保微弱信号的精确测量。

(2) 参考通道

参考通道的作用是提供锁定放大器中 PSD 的开关方波。这种方波应是以具有正负半周之比为 1: 1、频率为 f_0 的方波。开关方波的相位能在 $0^\circ \sim 360^\circ$ 之间任意移动，以保证输出信号 U_0 能达到正或负的最大。由于方波的对称性，可以消除偶次谐波的响应。

参考通道的输入为频率 f_0 的正弦波，经移相、整形后得到开关方波。因此，对参考信号的频率和幅度

有一定的要求，通常幅度应大于 100mv 以上。另外输入信号的波形可以是非正弦波，因为它可以通过整形达到规范化。

移相电路可以用 RC 移相网络、模拟门积分比较器、锁相环等组成。

(3) 相关器

这是锁定放大器的核心部分，在相关器实验中已作详细介绍，要求相关器具有动态范围大，漂移小，时间常数可调，线性良好等性能。

2. 锁定放大器的特性参量

任何仪器均有自己的主要性能指标，锁定放大器是一种微弱信号检测仪器，可以实现在噪声中微弱正弦信号的测量，因此它的主要特性参量就是根据这个要求而确定的。

(a) 等效噪声带宽

锁定放大器相当于以 f_R 为中心频率的带通放大器。等效信号带宽由相关器的时间常数决定。用公式表示为：

$$\Delta f_s = \frac{1}{\pi R_0 C_0} \quad (1)$$

式中 f_s 为等效带通放大器信号带宽， R_0 、 C_0 为相关器的低通滤波器的滤波电阻和电容。时间常数 $T_1=R_0C_0$ 。

(b) 信噪比改善(SNIR)

对于锁定放大器的 SNIR，可用输入信号的噪声带宽 Δf_{ni} 与锁相检波器输出的噪声带宽 Δf_{no} 之比的平方根来表示，即

$$SNIR = \sqrt{\frac{\Delta f_{ni}}{\Delta f_{no}}}$$

令 $\Delta f_{ni} = 10kHz$ ， $RC=1s$ ，若用一级 RC 滤波，则 $\Delta f_{no} = 0.25Hz$ ，那么信噪比改善为 200 倍。

(c) 动态范围

根据锁定放大器的三个性能指标，可以确定锁定放大器的动态范围，他们三者之间的关系如下图所示，FS 为满刻度输入电平，OVL 为最大输入过载电平，MDS 为最小可检测电平。

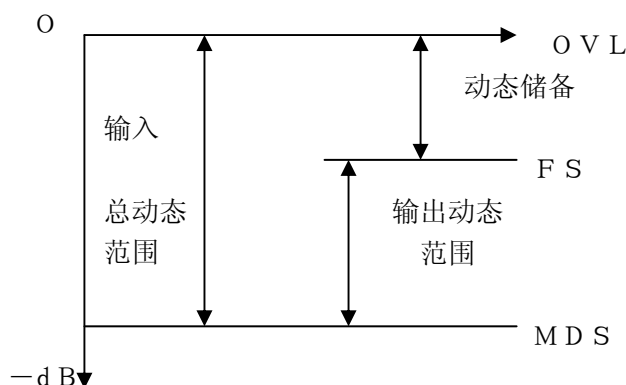


图 2-2 锁定放大器的动态范围

其中动态储备为： $20 \times \lg \frac{OVL}{FS}$

输出动态范围为： $20 \times \lg \frac{FS}{MDS}$

总动态范围：动态储备+动态范围= $20 \times \lg \frac{OVL}{FS} + 20 \times \lg \frac{FS}{MDS}$

3. 双相锁定放大器

正弦信号的信息包含在振幅和相位中。用锁定放大器测量正弦信号，包含了被测正弦信号的全部信息。能用相位控制静态地测量振幅和相位。但不能同时进行振幅和相位的动态测量。为了能动态的测量振幅和相位，七十年代后半期，出现了双相锁定放大器（或称锁定分析器）。

若有两个完全相同的信号通道和相关器，分别有两个相互成正交（相位差 $\pi/2$ ）的参考对称方波激励，则两个相关器的输出分别用 $V_I V_Q$ 来表示。

$$\begin{cases} V_I = KV_s \cos \varphi \\ V_Q = KV_s \sin \varphi \end{cases}$$

式中 V_I 、 V_Q 分别为用直角坐标表示的同相与正交输出分量。

用直角坐标到极坐标的矢量变换电路，可得到极坐标的表示式：

$$\begin{cases} A = \sqrt{V_I^2 + V_Q^2} \\ \varphi = \arg \tan \frac{V_Q}{V_I} \end{cases}$$

式中 A 、 φ 分别为被测信号的振幅和相位

双相锁定放大器原理如下图：

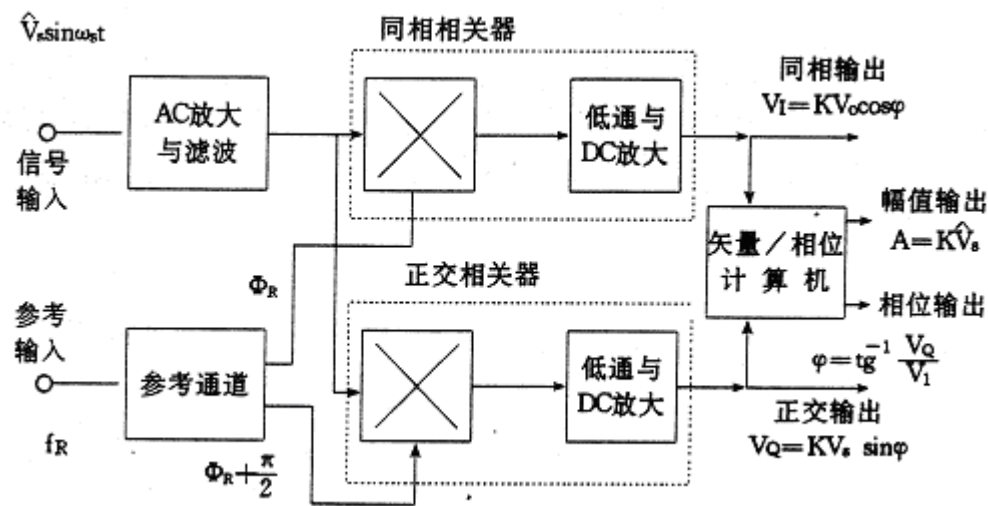


图 2-3 双相锁定放大器原理图

【实验仪器】

- a. 双踪通用示波器一台
- b. ND-501 型微弱信号检测技术试验综合装置

其中综合实验装置要用到多功能信号源插件盒，相关器插件盒，选频放大器，前置放大器，相位计插件盒，宽带相移器插件盒，频率计插件盒，交直流噪声电压表插件盒，ND-601 型精密衰减器等部件。

【实验内容】

锁定放大器

按下图 2-4 中用电缆连接

图中低噪声前置放大器，选频放大器，相关器，宽带相移器四个插件盒构成一个完整的锁定放大器，图中虚线所框的部分，其他的插件盒，示波器，衰减器为测试部分。

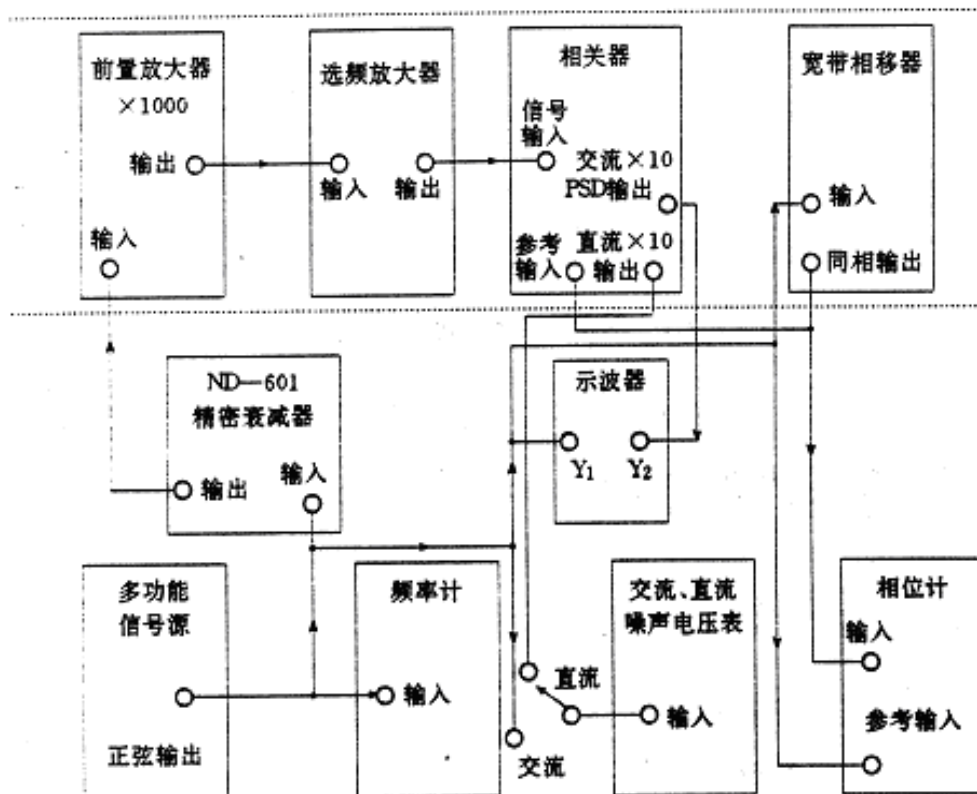


图 2-4 锁定放大器及测试框图

锁定放大器的直流输出电压表达式为： $V_0 = V_i K \cos \varphi$ 。这里 V_i —— V_A 经衰减器衰减之后的电压值； K ——总的放大倍数（前置放大器放大倍数*选频放大倍数*相关器放大倍数）； φ —— V_A 、 V_B 相位差。

【实验步骤】

接通电源，预热两分钟，调节多功能信号源，输出正弦波，频率为 1kHz 左右，电压为 100mv，调节 ND-601 型精密衰减器，使衰减 1000 倍，输出为 100uv，输给前置放大器。前置放大器增益开关置 100，“接地”“浮地”开关置“浮地”，“测量”“短路”开关置“测量”，选频放大器“增益”开关置×10，Q 值置“3”，选频频率置“1kHz”，相关器交流放大倍数置×10，直流放大倍数置×1，时间常数置 1s。

首先用示波器由相关器“加法器输入”观察信号通道放大的波形，调节选频放大器的选频频率，细调×0.1 和×0.01 档的波段开关和电位器，使输出信号电压最大，然后，改 Q 为 30，重复调节选频频率，使输出电压最大，表明选频放大的谐振频率为信号频率。然后，改示波器观察“PSD 输出”的波形为同相波形（与全波整流波形相似）。这是相关器输出直流电压最大，即锁定放大器的输出电压，根据上述选择的

各插件盒的放大倍数，输出电压应为 10v，但由于放大倍数不十分准确，输出电压不一定正好为 10v。

为了进一步了解锁定放大器检测微弱信号的能力，熟悉所定放大器的性能和使用方法。用上述试验组成的锁定放大器，同上述方法，测量更小的信号。例如，由精密衰减器给出 10uv,1uv 等微弱信号进行测量，或改变频率，进行测量，测量时，注意观察，输出信噪比及时间常数与输入灵敏度之间的关系，接地对测量微弱信号的影响，并讨论这些现象。

在确定放大倍数 K 情况下，将输入电压 V_A 用精密衰减器分别衰减 1000、10000、100000 倍，测量对应的输出电压 V_0 值。

最终利用测试数据，完成表 2：

表 2

V_A	V_i	理论值 V_0	测量值 V_0	噪声大小

【思考题】

- 1 相关器为什么可以检测微弱信号？
- 2 输入相关器的待测信号和参考信号间的相位关系对输出的直流信号有何影响？
- 3 低通滤波器的时间常数的选择对相关器输出的直流信号有什么影响？
4. 单项锁定放大器和双向锁定放大器有什么区别和联系呢？
5. 根据所学习的锁定放大器知识，试设计一个锁定放大器应用的实例。

第八章 波谱学技术

实验一 液相色谱技术

【实验目的】

- 1、了解高效液相色谱仪的基本原理；
- 2、掌握利用高效液相色谱仪对样品组分的分离鉴定；
- 3、熟练操作软件，对获得的数据进行分析处理。

【实验仪器、试剂与材料】

- ①实验仪器：LabAlliance 液相色谱仪，超声波清洗器；
- ②试剂、材料：乙腈（分析纯），超纯水，姜黄素。
- ③色谱条件；色谱柱：Kromasil C18 5um 100A⁰ 250*4.6mm；流动相：乙腈：水=45：55，加 10.6%的冰乙酸；流速：1mL/min；检测器：紫外 420nm；柱温：35℃；进样量：20 μ L

【实验原理】

I 色谱分离原理

高效液相色谱法按分离机制的不同分为液固吸附色谱法、液液分配色谱法（正相与反相）、离子交换色谱法、离子对色谱法及分子排阻色谱法。

1. 液固色谱法：使用固体吸附剂，被分离组分在色谱柱上分离原理是根据固定相对组分吸附力大小不同而分离。分离过程是一个吸附—解吸附的平衡过程。
2. 液液色谱法：使用将特定的液态物质涂于担体表面，或化学键合于担体表面而形成的固定相，分离原理是根据被分离的组分在流动相和固定相中溶解度不同而分离。分离过程是一个分配平衡过程。
3. 离子交换色谱法：固定相是离子交换树脂，常用苯乙烯与二乙烯交联形成的聚合物骨架，在表面末端芳环上接上羧基、磺酸基（称阳离子交换树脂）或季氨基（阴离子交换树脂）。被分离组分在色谱柱上分离原理是树脂上可电离离子与流动相中具有相同电荷的离子及被测组分的离子进行可逆交换，根据各离子与离子交换基团具有不同的电荷吸引力而分离。

缓冲液常用作离子交换色谱的流动相。被分离组分在离子交换柱中的保留时间除跟组分离子与树脂上的离子交换基团作用强弱有关外，它还受流动相的 pH 值和离子强度影响。pH 值可改变化合物的解离程度，进而影响其与固定相的作用。流动相的盐浓度大，则离子强度高，不利于样品的解离，导致样品较快流出。

离子交换色谱法主要用于分析有机酸、氨基酸、多肽及核酸。

4. 离子对色谱法：又称偶离子色谱法，是液液色谱法的分支。它是根据被测组分离子与离子对试剂离子形成中性的离子对化合物后，在非极性固定相中溶解度增大，从而使其分离效果改善。主要用于分析离子强度大的酸碱物质。

5. 排阻色谱法：固定相是有一定孔径的多孔性填料，流动相是可以溶解样品的溶剂。小分子量的化合物可以进入孔中，滞留时间长；大分子量的化合物不能进入孔中，直接随流动相流出。它利用分子筛对分子量大小不同的各组分排阻能力的差异而完成分离。常用于分离高分子化合物，如组织提取物、多肽、蛋白质、核酸等。

II HPLC 系统

HPLC 系统一般由输液系统、进样系统、分离系统、检测系统、数据记录及处理装置等组成。其中输液泵、色谱柱、检测器是关键部件。现代 HPLC 仪还有微机控制系统，进行自动化仪器控制和数据处理，制备型 HPLC 仪还备有自动馏分收集装置。

液相色谱仪原理示意图

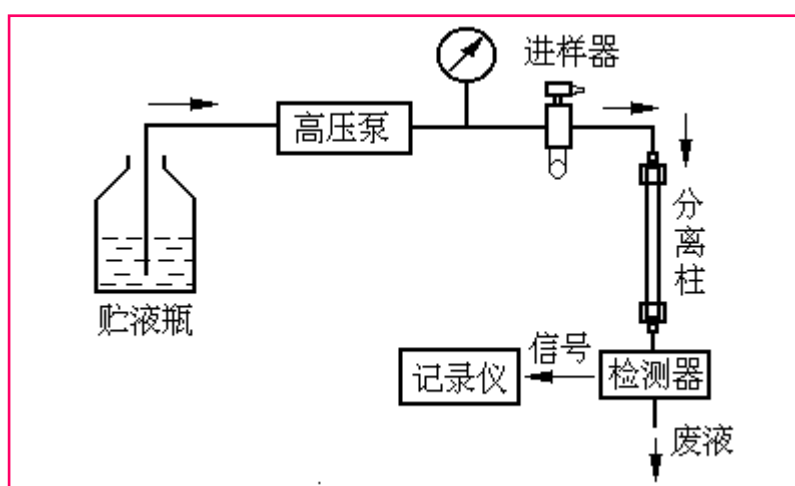


图 1-1 高效液相原理图

泵的构造和性能

1、输液系统

输液泵是 HPLC 系统中最重要部件之一。泵的性能好坏直接影响到整个系统的质量和实验结果的可靠性。输液泵应具备如下性能：①流量稳定，其 RSD 应 $< 0.5\%$ ，这对定性定量的准确性至关重要；②流量范围宽，分析型应在 $0.1 \sim 10 \text{ ml/min}$ 范围内连续可调，制备型应能达到 100 ml/min ；③输出压力高，一般应能达到 $150 \sim 300 \text{ kg/cm}^2$ ；④液缸容积小；⑤密封性能好，耐腐蚀。

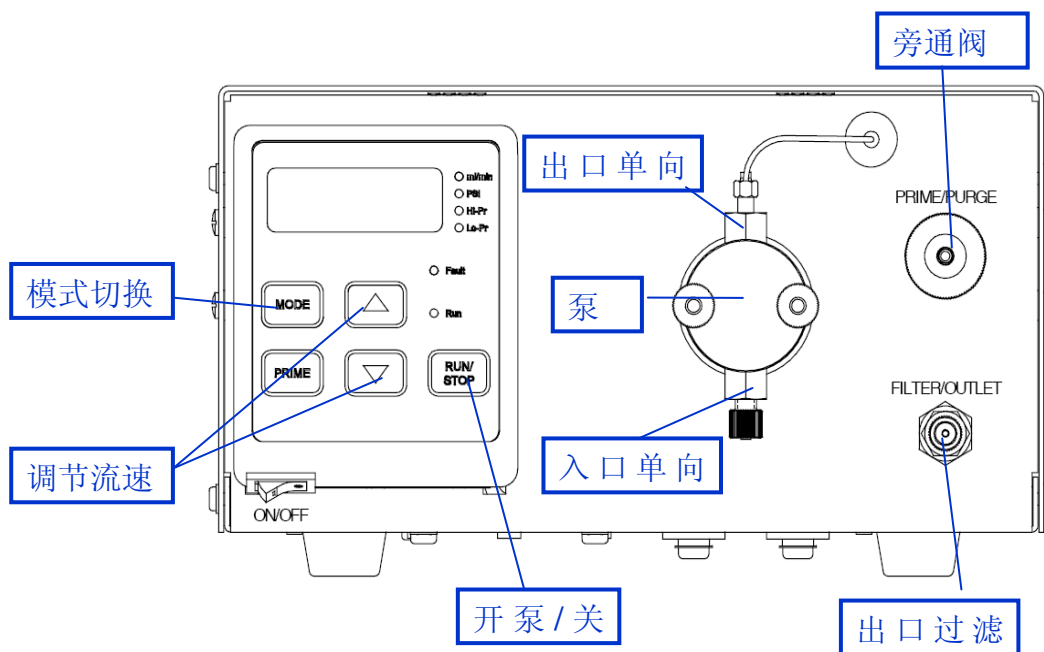


图 2 高压泵示意图

模式切换（PSI，流速，最高压力，最低压力）：用流速调节键来调节其大小。

泵上装有入口单向阀、自清洗单向阀。自清洗：因低压溶剂蒸发出结晶盐，损伤密封圈，系统配有自清洗装置，避免盐结晶，提高泵的寿命。自清洗液中可加入甲醇，避免长菌。夏季一个月更换一次，冬季为一个半月。

旁通阀：用于抽出流动相中的气体，避免气体进入，以不漏为目的，不可拧太紧。

2、进样系统

早期使用隔膜和停流进样器，装在色谱柱入口处。现在大都使用六通进样阀或自动进样器。进样装置要求：密封性好，死体积小，重复性好，保证中心进样，进样时对色谱系统的压力、流量影响小。

一般 HPLC 分析常用六通进样阀，其关键部件由圆形密封垫（转子）和固定底座（定子）组成。由于阀接头和连接管死体积的存在，柱效率低于隔膜进样（约下降 5~10%左右），但耐高压（35~40MPa），进样量准确，重复性好（0.5%），操作方便。

六通阀的进样方式有部分装液法和完全装液法两种。

①用部分装液法进样时，进样量应不大于定量环体积的 50%（最多 75%），并要求每次进样体积准确、相同。此法进样的准确度和重复性决定于注射器取样的熟练程度，而且易产生由进样引起的峰展宽。

②用完全装液法进样时，进样量应不小于定量环体积的 5~10 倍（最少 3 倍），这样才能完全置换定量环内的流动相，消除管壁效应，确保进样的准确度和重复性。

六通阀使用和维护注意事项：

①样品溶液进样前必须用 0.45 μm 滤膜过滤，以减少微粒对进样阀的磨损。

②转动阀芯时不能太慢，更不能停留在中间位置，否则流动相受阻，使泵内压力剧增，甚至超过泵的最大压力；再转到进样位时，过高的压力将使柱头损坏。

③为防止缓冲盐和样品残留在进样阀中，每次分析结束后应冲洗进样阀。通常可用水冲洗，或先用能溶解样品的溶剂冲洗，再用水冲洗。

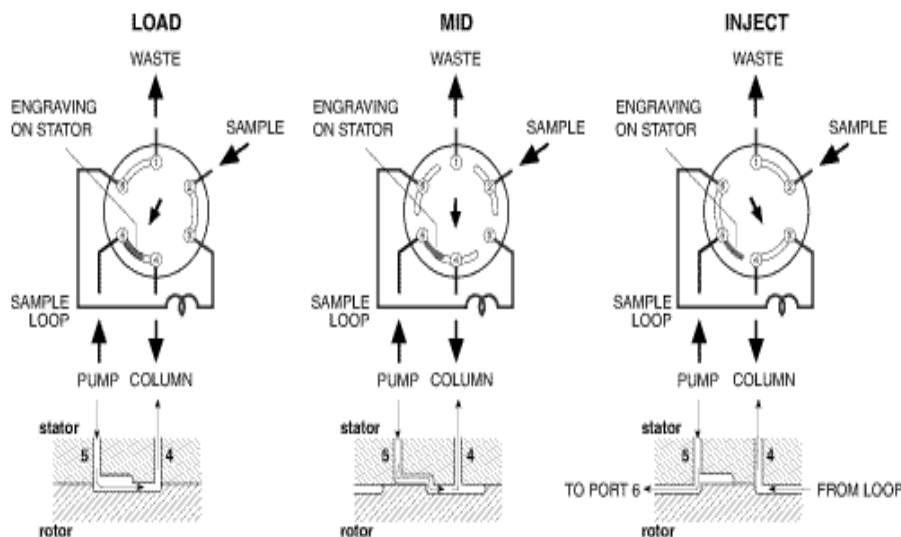


图 3 六通阀原理示意图

3、分离系统

色谱是一种分离分析手段，分离是核心，因此担负分离作用的色谱柱是色谱系统的核心。对色谱柱的要求是柱效高、选择性好，分析速度快等。市售的用于 HPLC 的各种微粒填料如多孔硅胶以及以硅胶为基质的键合相、氧化铝、有机聚合物微球（包括离子交换树脂）、多孔碳等，其粒度一般为 3, 5, 7, 10 μm 等，柱效理论值可达 $5 \sim 16$ 万/米。对于一般的分析只需 5000 塔板数的柱效；对于同系物分析，只要 500 即可；对于较难分离物质对则可采用高达 2 万的柱子，因此一般 10~30cm 左右的柱长就能满足复杂混合物分析的需要。

色谱柱按用途可分为分析型和制备型两类，尺寸规格也不同：①常规分析柱（常量柱），内径 2~5mm（常用 4.6mm，国内有 4mm 和 5mm），柱长 10~30cm；②窄径柱（narrow bore，又称细管径柱、半微柱 semi-microcolumn），内径 1~2mm，柱长 10~20cm；③毛细管柱（又称微柱 microcolumn），内径 0.2~0.5mm；④半制备柱，内径 >5mm；⑤实验室制备柱，内径 20~40mm，柱长 10~30cm；⑥生产制备柱内径可达几十厘米。柱内径一般是根据柱长、填料粒径和折合流速来确定，目的是为了避开管壁效应。

4、检测系统

检测器是 HPLC 仪的三大关键部件之一。其作用是把洗脱液中组分的量转变为电信号。HPLC 的检测器要求灵敏度高、噪音低（即对温度、流量等外界变化不敏感）、线性范围宽、重复性好和适用范围广。

I 紫外（UV）检测器

UV 检测器是 HPLC 中应用最广泛的检测器，当检测波长范围包括可见光时，又称为紫外-可见检测器。它灵敏度高，噪音低，线性范围宽，对流速和温度均不敏感，可于制备色谱。由于灵敏度高，因此即使是那些光吸收小、消光系数低的物质也可用 UV 检测器进行微量分析。但要注意流动相中各种溶剂的紫外吸收截止波长。如果溶剂中含有吸光杂质，则会提高背景噪音，降低灵敏度（实际是提高检测限）。此外，梯度洗脱时，还会产生漂移。

UV 检测器的工作原理是 Lambert-Beer 定律，即当一束单色光透过流动池时，若流动相不吸收光，则吸收度 A 与吸光组分的浓度 C 和流动池的光径长度 L 成正比。 $A=kCL$ 。

- 优点：1) 灵敏度高
- 2) 对温度和流速不敏感
- 3) 可用于梯度洗脱
- 缺点：仅适用于测定有紫外吸收的物质

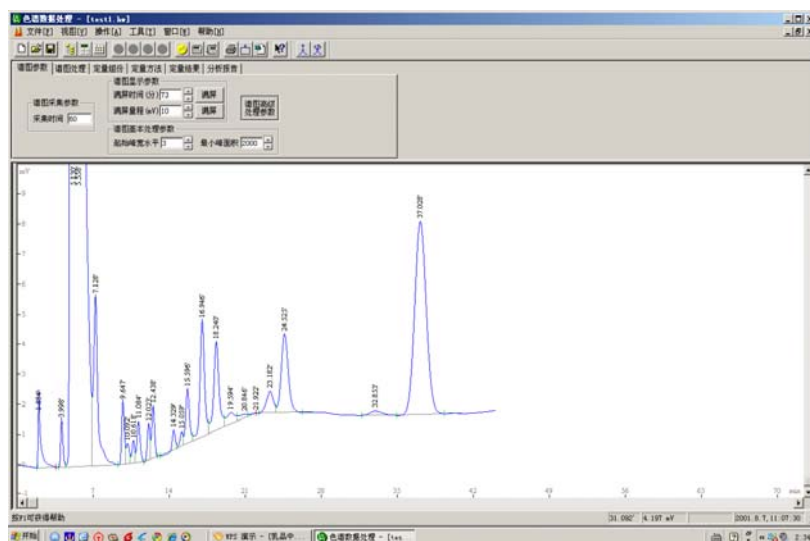
II 示差折光检测器

原理：连续测定流通池中溶液折射率来测定试样中各组分浓度的检测器。由于溶有待测组分的流动相与参比流动相之间折射率的差值，与待测组分在流动相中的浓度成正比，故可根据折射率的改变来测定待测组分的含量。

- 优点：通用型检测器，
- 缺点：1) 对温度变化敏感
- 2) 对溶剂组成变化敏感，不能用于梯度检测
- 3) 属于中等灵敏度的检测器

五、数据处理系统

1) 工作站界面图



2) 采集步骤设定方法

打开工作站在主界面中设置 “谱图采集参数” --> 设置 “采集时间”选项

3) 数据处理-设定积分参数

1. 打开标样谱图点击“文件”-->打开命令，在弹出的对话框中选择标样的谱图文件

2. 在打开的谱图最前端点击右键。在弹出的对话框中选 “自动生成谱图处理表项” --> “开始禁止判峰（删除起点）”

3. 在我们需要的峰的前面点击自动生成谱图处理表项-->开始 “峰分离处理（谷点改终点）”

4. “谱图处理”表项中已自动填入参数。完成时，我们所需要的峰已积分。

4) 数据处理-设定组分表

1. 在峰的内部点击右键选择 “自动填写定量组份表中时间-->套峰时间

2. 此时套峰时间中会自动填入峰的保留时间

3. 填入组分名称，浓度值

4. 点击”定量方法“表项，选择”计算校正因子“

5. 点击定量计算按钮

6. 计算结果将显示在上图中。点击”当前表存档。即保存了当前的数据。

7. 不断重复上述过程，将不同浓度的标样全部处理过后，进入存档。

8. 点击“定量方法”表项,选择“工作曲线” -->计算按钮

9. 点击显示,即可显示出工作曲线。

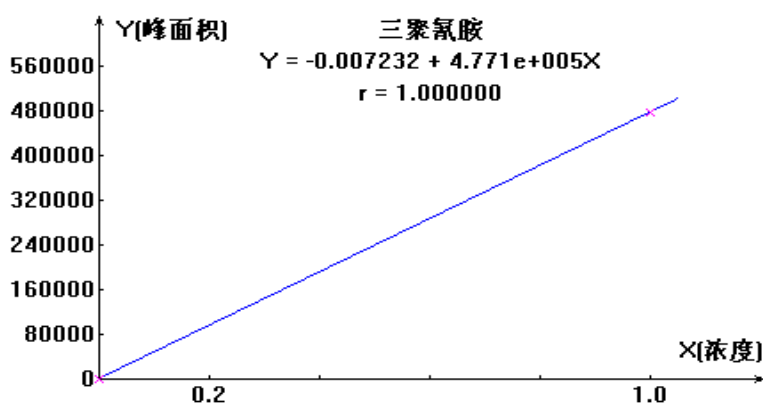


图5 标准曲线图

【实验内容及步骤】

I、充分了解样品

1) 所用样品对应检测器的参数设置，例如，使用紫外检测器对波长进行设置；

2) 泵的流速设置;

3) 分离系统中柱子的选择

4) 过滤: 用 0.45 μm 的滤膜, 过滤样品, 以免杂质堵塞柱子。

II、HPLC 用水 (不管采用何种途径, 配制流动相应用新鲜水):

1) 专门的纯水机或超纯水机: 理想的 HPLC 用水应为 18.2M Ω 的超纯水, 并通过 0.22 μm 的滤膜, 除去热源、有机物、

2) 无机离子等。

3) 去离子水重蒸;

4) 二次或三次重蒸水;

IV、流动相前处理

1) 过滤: 0.45 μm 或更小孔径滤膜

目的: 除去溶剂中的微小颗粒, 避免堵塞色谱柱, 尤其是使用无机盐配制的缓冲液时。

2) 脱气: 除去流动相中溶解或因混合而产生的气泡

气泡对测定的影响:

泵中气泡使液流波动, 改变保留时间和峰面积

柱中气泡使流动相绕流, 峰变形

检测器中的气泡产生基线波动

3) 配制好流动相后, 在溶液瓶贴上对应的标签, 标明所配溶液组分。

4) 更换流动相时, 必须停泵操作。

VI、自清洗液:

1) 甲醇: 水=20:80 (V:V) 或 10-20% 异丙醇水;

2) 1~2 周更换一次;

3) 启动泵后就会进行自清洗, 所以配制的自清洗液应保证实验所用量。

进样针清洗: 根据样品中的溶剂选择清洗针的清洗液, 反复推拉针杆, 多次清洗, 避免交叉污染, 清洗结束后, 用滤纸擦拭针尖 (滤纸撕开, 毛面擦拭)。

VII、实验流程:

实验前准备事项: 流动相需过滤器过滤, 过滤时应先过滤水相再过滤有机相, 注意区分有机膜与水系膜。过滤之后再行配制溶液, 然后超声脱气 30min。

1. 开机: 依次打开泵、检测器、柱温箱、工作站电源, 在电脑上双击工作站图标进入工作站主界面。

2. 稍等两分钟后, 在紫外检测器上设定吸收波长。

3. 打开软件后进入如图视图，在“基本控制”里面进行参数设置：

①仪器配置：检测器-com1；泵 A, B-com3；型号：0.01-9.99ml

②基本控制：选择所要使用的泵、设定流速、最高压力、最低压力或在泵的控制面板上直接设置，使显示屏最终显示当前的实时压力。

③时间程序：进行梯度脱洗时设置，包括时间，流速，A、B 泵的使用百分比。

4. 排气：通过泵头右面的旁通阀排出管道里的气体，首先将针管插入旁通阀上的排气口，轻轻地逆时针转动旁通阀，然后拉针管活塞，进行排气，直到管道中没有气体为止，然后顺时针旋紧旁通阀。

5. 开泵：点击基本控制中的“启动”按钮，启动泵。

6. 待泵压稳定后，点击深绿色按钮，进行基线扫描。观察基线是否平稳，signal 在 0 左右波动，若不稳定，点击检测器上的“zero”按钮清 0，直到基线平稳为止。

7. 基线平稳后，点击软件界面上的红色按钮，停止基线扫描，

8. 进样，用微量进样器吸取过滤好的样品 20 μ L 姜黄素，将进样阀逆时针旋转至常压状态，开始进样，待滴液 2-3 滴即可，进样完毕后迅速将阀再顺时针旋转至原位。系统将会自动进行样品采集。

9. 采样结束时点击红色按钮暂停采集，保存图谱。

10. 实验结束时应用流动相冲洗柱子半小时，若是含盐流动相用低浓度有机溶剂冲洗二十分钟，再用甲醇冲洗 20min；若流动相中不含盐，直接用甲醇冲洗 20min。

11. 关检测器、泵、柱温箱以及软件。

【实验思考与讨论】

1、用高效液相色谱分离物质的效果为什么比普通液相色谱好？

2、根据标准品的峰高或峰面积确定标准品中姜黄素的含量。

实验二 气相色谱技术

色谱法首创于 1903 年，是俄国植物学家茨维特发现植物叶子的色素通过装填有吸附剂（碳酸钙）的柱子时，各种色素以不同的速率流动后形成不同的色带而被分开，由此得名为“色谱法”（Chromatography）。色谱法又称色谱分析法、层析法，是一种分离、纯化和鉴定有机化合物的方法，特别适用于复杂组分的分离、分析，在分析化学、有机化学、生物化学等领域有着非常广泛的应用。色谱法是利用不同物质在不同相态的选择性分配，以流动相对固定相中的混合物进行洗脱，混合物中不同的物质会以不同的速度沿固定相移动，最终达到分离的效果。

气相色谱法是二十世纪五十年代出现的一项重大科学技术成就。这是一种新的多组份混合物的分离、分析技术，主要利用物质的物理性质对混合物进行分离并测定各分离组份，在有对照品的条件下，可再对各组份进行定量、定性分析。气相色谱可分为气固色谱和气液色谱。气固色谱的流动相是气体，固定相是固体物质，例如活性炭、硅胶等；气液色谱的流动相是气体，固定相是液体，例如可以分离、测定纯乙烯中的微量甲烷、乙炔等杂质。由于样品在气相中传递速度快，因此样品组分在流动相和固定相之间可以瞬间地达到平衡，加上可选作固定相的物质很多，所以气相色谱法是一个分析速度快和分离效率高的分离分析方法。近年来采用高灵敏选择性检测器，使得它又具有分析灵敏度高、应用范围广等优点，在工业、农业、国防、建设、科学研究中都得到了广泛应用。

【实验目的】

- 1、掌握气相色谱仪的组成、操作及特点；
- 2、理解色谱法的基本原理和塔板原理；
- 3、熟练掌握用气相色谱仪对样品组分的分离鉴定；
- 4、了解色谱法的定量分析；

【实验仪器、试剂与材料】

实验仪器：气瓶（He、N₂、H₂、空气），TRACE 1300 气相色谱仪， TH-100 超声波清洗机， Dell 电脑

试剂：八氟萘

色谱条件：气相毛细管色谱柱（TR-5MS：柱长 30m，直径 0.25mm，膜厚 0.25，最大承受温度 350℃）

【实验原理】

一、 色谱分离原理（如图 1）

气相色谱(GC)是以气体为流动相的色谱方法，利用试样中各组份在流动相（气相）和固定相（液相或固相）间的分配或吸附系数不同，当汽化后的多组分混合物进入色谱柱后，组份在其中两相间进行反复

多次分配，由于吸附剂对每个组分的吸附力不同，经过一定时间后，各组分在色谱柱中的运行速度也就不同。吸附力弱的组分容易被解吸下来，最先离开色谱柱进入检测器，而吸附力最强的组分最不容易被解吸下来，因此最后离开色谱柱，各组分在色谱柱中彼此分离，顺次进入检测器中被检测和记录。

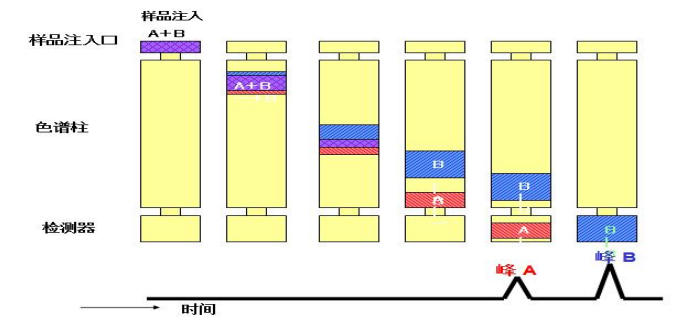


图 1 色谱分离原理图

二、气质 (GC) 系统

气相 (GC) 系统，如图 2，由载气系统、进样系统、分离系统、温控系统、检测系统、工作站六大系统组成。气相色谱仪的主要部件：进样口、色谱柱、检测器等。

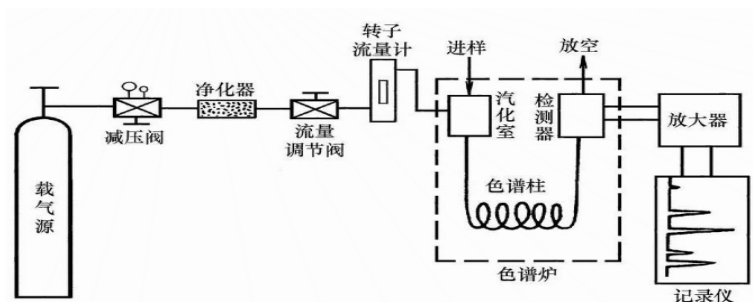


图 2 气相色谱仪原理示意图

色谱柱起样品制备的作用分离试样中的各组分；接口把气相色谱流出的各组分送入质谱仪进行检测，起适配器的作用；质谱仪作为检测器将接口依次进入的各组分进行分析；计算机系统控制气相色谱、接口和质谱仪，进行数据采集和处理；由此获得色谱和质谱数据，对复杂试样中的组分进行定量和定性分析。

1、进样口

对于气相色谱，进样部分为进样口；对于质谱和气质联用，进样组件常为进样口和直接进样杆；图 3 为分流式进样口的结构图。进样口一般常用的有分流进样口；不分流进样口；冷柱头直接进样口；程序升温进样口 (PTV) 和填充柱进样口等，日常接触的进样口部件为进样垫和衬管。在进样口端，有载气流入进气口，两路出气口分别为隔垫吹扫和分流管路。

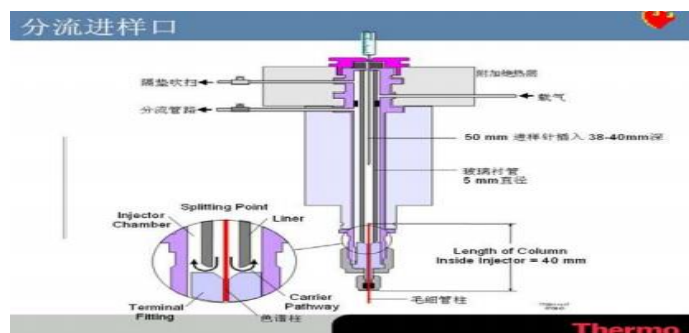


图 3 分流式进样口结构图

2、色谱柱

气相色谱毛细管柱具有高分离能力、高灵敏度、高分析速度等优点，相比填充柱具有更高的理论及有效塔板数；对于几乎所有的样品，毛细管柱效更高，从而大大改善了峰的分离度，分离能力的提高使许多分析能够在短时间内用短的色谱柱来完成。决定色谱柱容量（最小检出量）的主要因素是内径和膜厚，决定柱效的是内径，决定保留时间的是相比。

毛细管色谱柱由管身和固定相组成，管身为熔融二氧化硅或不锈钢作为基本材质；固定相种类较多，大部分固定相是液体或胶状的高分子量，具有高热稳定性的聚合物，最常用的是聚硅氧烷（有时误称为硅氧烷）和聚乙二醇，另外还有一类是小的多孔粒子组成的聚合物或沸石（例如氧化铝、分子筛等）。

色谱柱程序升温条件：

程序升温条件是影响样品分离度的最主要因素，可根据样品的挥发性来改变。

（1）程序升温速率慢可改善分离效果，但会增加分析的时间，柱温不能高于固定液的最高使用温度，否则固定液挥发流失；

（2）程序升温速率快会加快载气流速，也会使载气携带组分过快流出，导致保留值相近的组分难以完全分离；

（3）柱温太高，会使各组分的挥发靠拢，不利于分离；

（4）柱温太低，被测组分在两相间扩散速率大为减小，分配不能迅速达到平衡，峰形变宽，柱效下降，并延长了分析时间。

3. FID 检测器

在氢氧焰的高温作用下，许多分子将分裂为碎片，并有自由基和激态分子产生，从而在氢焰中形成高能粒子所组成的高能区，当有机分子进入此高能区时，就会被电离，从而在外电路中输出离子电流信号（如图 4）。

特点：体积小，灵敏度高，死体积小，应答时间快，但对部分物质如 H₂、O₂、N₂、CO、CO₂、NO、NO₂、CS₂、H₂O 等无响应。

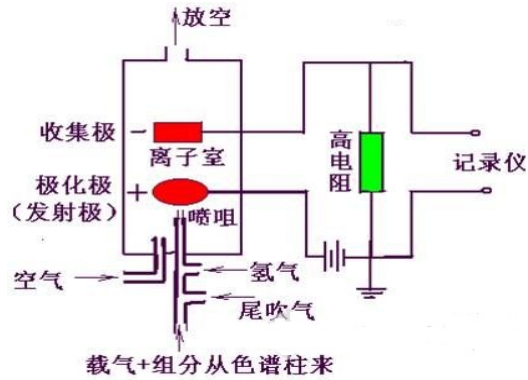


图 4 FID 检测器原理图

三. 数据处理

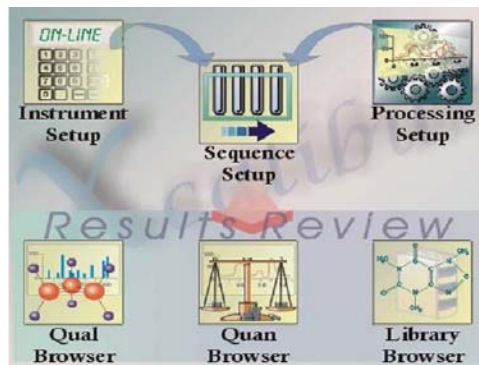


图 5 Xcalibur 操作平台

Xcalibur 软件是对 GC 进行准确控制的直观显示操作平台，如图 5，围绕一个主界面可直接进入 Xcalibur 的六个主要功能界面：仪器方法设置、进样列表设置、数据处理方法设置、定性浏览器、定量浏览器和谱库检索数据浏览器。

谱图分析

定量分析：分析组份的峰面积或峰的高度，定量方法有面积归一化法、外标法、内标法 (internal standard method)。

A 面积归一化法：

各组分浓度以面积百分率表示，该结果可以确认大概的浓度，但有误差。要求所有物质都出峰，各物质响应因子比较接近，且主要物质含量足够大，各峰型都比较尖锐且对称；峰高只要不超过检测的线性范围最大值的一半就行。

优点：无需做校正，简便，快速；进样量不严格要求；

缺点：所有组分都流出且被检测到；所有组分的检测灵敏度都相同

B 外标法

外标法是目前应用最广泛的方法之一，不是把标准物质加入到被测样品中，而是在与被测样品相同的色谱条件下单独测定，把得到的色谱峰面积与被测组分的色谱峰面积进行比较求得被测组分的含量。外标物与被测组分同为一种物质但要求它有一定的纯度，分析时外标物的浓度应与被测物浓度相接近，以利于定量分析的准确性。其误差主要是进样误差，因此分析前应进样重复性实验。

优点：不需所有峰都流出或被检测到；只对所测组分作校正；

缺点：进样量必须准确；仪器必须有良好的稳定性；

C 内标法

内标法是色谱分析中一种比较准确的定量方法，尤其在无标准物对照时更显优越。内标法是将一定重量的纯物质作为内标物加到一定量的被分析样品混合物中，然后对含有内标物的样品进行色谱分析，分别测定内标物和待测组分的峰面积（或峰高）及相对校正因子，求出被测组分在样品中的百分含量，对组分进行定量。能减少进样误差对定量结果的影响。

优点：进样量不严格要求；只对所测组分作校正；

缺点：必须在样品中加一内标组分；操作较为繁琐；选择内标物困难；

内标物的选择原则：

(1) 内标物的峰与试样中的所有成分的峰完全分离；

(2) 内标物的峰与目标成分的峰保留时间不应差太远；

(3) 内标物具有与分析目标成分类似的化学性质；

(4) 加入等体积等浓度的内标物后，在每个待测样品中加入等体积的内标溶液，需要称重以确保加入相同量的纯内标物；

(5) 加入相同量的内标是指加入后各对照液内标的浓度相等；

(6) ppm 用溶质质量占全部溶液质量的百万分比来表示浓度，也称百万分比浓度。

【实验内容及步骤】

气质联用操作流程：

1. 安装 TR-5MS 气相毛细管色谱柱（注意反正）；

2. 打开钢瓶气源（He、N₂、H₂、空气），设定载气流速，保证有载气通过色谱柱，使输出压力约在 0.5 Mpa 处；

3. 打开气相色谱仪开关，等待 GC 自检直到仪器显示面板上出现最终版本号。

4. 打开电脑及软件，点击 Xcalibur 查看气相状态，General—column setup 设置色谱柱型号（每次换柱后均需修改）。

5. 设置气相色谱仪的运行方法：

(1) 点击 Xcalibur 软件中的 Instrument Setup 进入仪器方法编辑界面：


点击 trace1300 series GC 设定气相方法：

- A 点击 oven 设定程序升温过程；
- B 点击 s/s1 设置分流模式以及各流速（此处应注意选择恒流模式，气相柱流速设为 2）；
- C 点击 FID 选项设定检测器：
 - a Flame on 选中（即设置点火）；
 - b 设置汽化室温度；
 - c 设置各载气流速；

以上设定好之后点击 trace1300 选择 send method to GC，使仪器开始准备，然后保存此方法。

(2) 点击 Xcalibur 软件中的 sequence setup 编序列

在 file name 输入文件名；path 中选择存放路径；Inst meth 双击打开之前设定及保存好的方法。

序列设置好之后点击  发送序列（可同时设置及发送多个序列）；点击 change instruments 选择所使用的仪器（此时两个都选）。次面板中 priority sequence 为优先执行，点击 OK。

6. 当 GC 状态变为 Waiting for contact closure 时进样。

7. 用 20 μ L 微量进样器进样：微量进样器反复抽取八氟萘溶液润洗至吸取的溶液中无气泡，将针头抽真空防止针尖样品先气化出峰，将微量进样器插入等待 2s 再快速注样，等待 2s 抽出微量进样器；按下 Start 按钮开始扫描。

8. 数据处理

定量分析（内标法和外标法）：

在 Xcalibur 主菜单中点击 Processing Setup，编辑定量分析方法（按照实验内容选择内标法或者外标法）

a 内标法

打开图谱，设置内标物和目标化合物，修改谱图，保存方法；

编序列，定量计算，保存序列；

b 外标法

打开质谱图，设置外标物，根据外标物浓度的不同得到标准曲线，保存方法；

编序列，定量计算，保存序列；

双击 Quan Browser，打开计算所得结果打印报告。

9. 关机：

a 把 GC 上面的所有温度，包括：柱温箱、进样口温度都 OFF，等待降温。

b GC 降温后，关闭 GC 总电源，关闭气路。

10. 用防尘布盖好仪器，打扫实验室卫生。

注意事项：

a 老化柱子：分段老化。按温度从低到高分段；程序升温老化。老化柱子时载气必须充足。

b 进样口用红色或灰色隔垫，可减少隔垫流失。

c 色谱柱接口处必须用 vesper 垫圈，注意安装方向。

d 新柱子安装时无方向性；但一旦使用过，便不要改变方向。

e 保存柱子时注意将两端密封好，避免水和空气破坏柱子内涂层。

f 分流进样时为了保证分流比，样品（溶剂+被分析物）必须与载气充分混合形成均匀的混合物。如果进样量过大，溶剂会膨胀，致使进样口衬管过载，其结果必将导致样品从吹扫出口流出而造成损失，同时也会造成载气输入管路的污染。

【实验思考与讨论】

1. 如何选用合适的气相色谱柱？应注意哪几个方面？
2. 气相色谱适用于哪些物质的检测？
3. 根据实验原理及你对仪器的学习设计一个可行的实验方案。

实验三 质谱技术

质谱分析法 (mass spectrometry) 是将化合物形成离子和碎片离子, 按质荷比 (m/z) 的不同进行分离测定, 来进行成分和结构分析的一种方法。所得结果用质谱图 (亦称质谱, Mass Spectrum) 表示。根据质谱图提供的信息可以进行多种有机物及无机物的定性和定量分析、生物大分子的结构分析、样品中各种同位素比的测定及固体表面的结构和组成分析等。

生物质谱 (Bio-mass spectrometry, Bio-MS) 是用于生物分子分析的质谱技术。随着电喷雾电离 (ESI) 和基质辅助激光解吸电离 (MALDI) 技术的完善和成熟, 生物大分子的质谱分析才得以实现。创造这两项技术的美国人约翰·芬恩 (John B. Fenn) 和日本人田中耕一 (Koichi Tanaka) 为此获得了 2002 年诺贝尔化学奖。近年来, 随着人类基因组计划的实施和“组学”研究日益受到重视, 生物质谱在生物分子的分析方面取得了突破性的进展, 其技术水平不断提高, 应用面不断扩大, 为生命科学等领域提供了一种强有力的分析测试手段。本章主要讨论用于生物样品分析的质谱基本理论及其在生命科学中的应用。

【实验目的】

- 1、通过学习和实验, 掌握质谱仪的基本原理
- 2、熟悉仪器软件操作界面
- 3、掌握使用实验设备的技能技巧和程序的调试方法

【实验原理】

使所研究的混合物或单体形成离子, 然后使形成的离子按质荷比 (mass-charge ratio) m/z 进行分离。质谱分析法是按照离子的质核比 (m/z) 大小对离子进行分离和测定从而对样品进行定性和定量分析的一种方法。

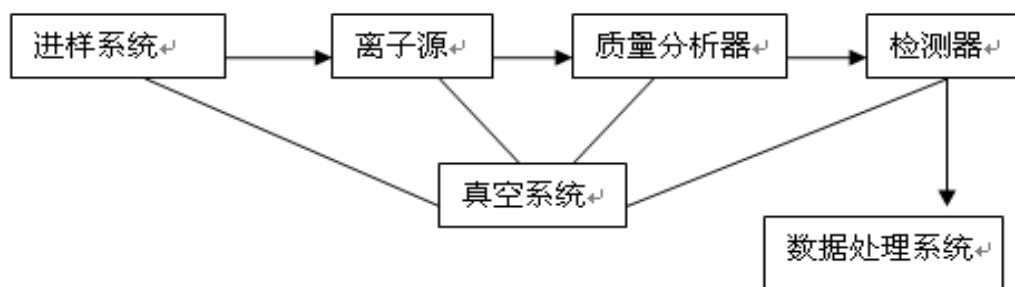


图 1 质谱结构示意图

质谱仪的离子源、质量分析器和检测器必须在高真空状态下工作, 以减少本底的干扰, 避免发生不必要的分子-离子反应。离子源的作用是将被分析的样品分子电离成带电的离子, 并使这些离子在离子光学系统的作用下, 汇聚成有一定几何形状和一定能量的离子束, 然后进入质量分析器被分离, 当气体或蒸汽分子 (原子) 进入离子源时, 受到电子轰击而形成各种类型的离子, 如分子离子, 碎片离子, 离子分子等。因而可以在所得的质谱图中出现分子离子峰、同位素离子峰、碎片离子峰、重排离子峰、二价离子峰

等。由此可对被测化合物进行分析，确定其相对分子质量及其它信息，本次实验采用 ESI 离子源。质量分析器是质谱仪的核心，它将离子源产生的离子按质荷比 (m/z) 的不同, 在空间位置、时间的先后或轨道的稳定与否进行分离，以得到按质荷比大小顺序排列的质谱图。以四极质量分析器（四极杆滤质器）为质量分析器的质谱仪称为四极杆质谱。检测器的作用是将来自质量分析器的离子束进行放大并进行检测，电子倍增检测器是色谱—质谱联用仪中最常用的检测器。计算机控制与数据处理系统（工作站）的功能是快速准确地采集和处理数据；监控质谱及色谱各单元的工作状态；对化合物进行自动的定性定量分析；自动生成分析报告。

质谱仪是利用电磁学原理，使带电的样品离子按质荷比进行分离的装置。离子电离后经加速进入磁场中，其动能与加速电压及电荷 z 有关，即

$$m/z = 2U/v^2 \quad (1)$$

其中 z 为离子的电荷， U 为加速电压， m 为离子的质量， v 为离子初加速后的运动速度。具有速度 v 的带电粒子进入质谱分析器的电磁场中，根据所选择的分离方式，最终各种离子按质荷比 (m/z) 的不同实现分离。

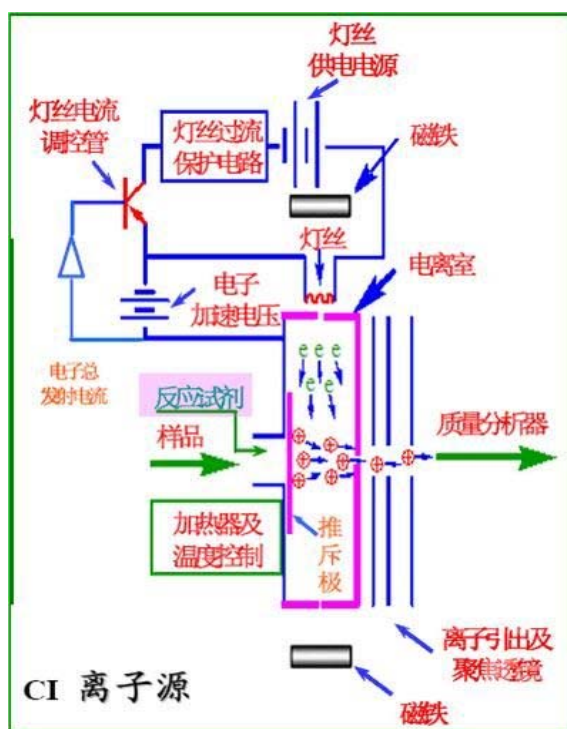


图 2 离子源工作原理示意图

【实验仪器、试剂与材料】

仪器: Thermo ISQ 质谱仪

试剂: 八氟萘、甲醇

真空系统: 质谱仪的离子产生及经过系统必须处于高真空状态(离子源真空度应达 $1.3 \times 10^{-4} - 3 \times 10^{-5}$)

pa, 质量分析器中应达 1.3×10^{-6} pa)。若真空度过低, 则会造成离子源灯丝损坏、本底增高、副反应过多, 从而使图谱复杂化、干扰离子源的调节、加速极放电等问题。一般质谱仪都采用机械泵预抽真空后, 再用高效率扩散泵连续地运行以保持真空。

进样系统: 进样系统的目的是高效重复地将样品引入到离子源中并且不能造成真空度的降低, 而将样品导入离子源的方法决定于样品的物理性质, 如熔点、蒸气压等。

电离源: 质谱仪中产生离子的装置称为离子源(ion source)。电离源的功能是将进样系统引入的气态样品分子转化成离子。由于离子化所需要的能量随分子不同差异很大, 因此, 对于不同的分子应选择不同的离解方法。通常称能给样品较大能量的电离方法为硬电离方法, 而给样品较小能量的电离方法为软电离方法。

【实验内容及步骤】

1. 打开仪器电源, 开电脑进入操作系统、打开软件。
2. 设定参数。
3. 配置八氟萘样品溶液。
4. 用微量进样器吸取 $1.0 \mu\text{L}$ 。
5. 进样, 手动调谐, 在正离子或负离子模式下对样品进行分析。
6. 每次调整完之后等待 10min 左右, 观察图谱, 直到获得接近高斯分布的峰型为止。
7. 采集图谱。
8. 用甲醇清洗微型取样器, 再重复步骤 3 至步骤 7。
9. 保存数据。
10. 实验结束, 停止仪器, 关闭软件, 关闭电脑

【实验思考】

1. 为什么要对仪器进行调谐?
2. 为什么整个质谱仪要处在一个正空的环境下工作。
3. 从质谱图中能够得到哪些信息。
4. 质谱仪能够检测什么样的物质。