

# X 射线干涉技术

沈乃敬 施汉谦

范海福

(中国计量科学研究院)

(中国科学院物理研究所)

X 射线干涉技术是在用 X 射线研究晶体缺陷的过程中发展起来的一门新技术。虽然,很早以前就已观察到 X 射线的干涉现象,但只是在大而近乎完整的人造单晶出现之后,才有可能实现 X 射线干涉技术。1965 年, U. Bonse 和 M. Hart 制成了第一台 X 射线干涉仪<sup>[1]</sup>。至今, X 射线干涉技术的面貌有了相当大的变化<sup>[2-4]</sup>, 在理论描述<sup>[5,6]</sup>和在方案设计<sup>[7-11]</sup>上都有了新的进展,在实际应用上也远超出了观察晶体缺陷的范围。在物质研究方面,它可应用于测定物质对 X 射线的折射率、物质的厚度,测定绝对单位的结构因子,实现 X 射线的全息照相术,这些对于物质结构的理论研究将具有重要的意义;它还可能应用于生物物质的研究,对轻元素分析也将是很灵敏的;在计量上,它将成为 X 射线波长范围内的次级长度标准,可用来精密测定阿伏伽德罗常数,也可能在探索质量自然基准中作出有价值的贡献。

## 一、X 射线干涉仪的原理

Bonse 和 Hart<sup>[1]</sup>以及 Kuriyama<sup>[6]</sup>已根据 X 射线衍射理论详细地讨论了 X 射线干涉仪的原理,此处只作一个粗略的几何解释。

X 射线干涉仪是由称作分束器(S)、镜子(M)和分析器(A)的晶片所组成(见图1)。入射的 X 射线束通过分束器 S 被分解成两束相干的 X 射线,然后通过镜子 M 又相会合,在分析器 A 前面相互叠加形成原子尺度的驻波图样。分析器将原子尺度的驻波图样,转变成可分辨和观察的 X 射线强度分布或干涉条纹(这种干涉条纹相当于原子尺度的驻波图样和分析器的原子平面的光学影象一起叠加成的“莫尔”条纹),这种强度分布或干涉条纹可以在出射束中用适当的探测装置进行观察和记录。由于干涉仪的 S、M 和 A 所用的晶片本身总会存在一定的缺陷,并且也不可能完全对准,因此每台 X 射线干涉仪总会有它自己的本底干涉条纹。

如果改变 A 同 S、M 的相对取向或沿衍射平面的法线方向改变 A 同 S、M 的相对位置,就会改变 A 前面的驻波图样同 A 本身产生的驻波图样之间的关系,从而产生附加的干涉条纹。此外,如果在 S 和 M 或 M 和 A 之间任一光束的光程中插入一试样,就会产生附加

的光程差,从而改变 A 前面的驻波图样,因而也就产生附加的干涉条纹。利用这些附加的干涉条纹就可以对物质进行各种研究或进行精密测量。

根据上述原理,目前已设计出各种型式的 X 射线干涉仪,下面作一简单介绍。

## 1. 劳厄情况

在劳厄情况,入射束和衍射束分处晶片的两侧。当晶体表面与布喇格平面严格垂直时,则称为对称劳厄情况。此时,当入射束以严格的布喇格角( $\theta_B$ )入射,只要晶片有足够的厚度,由于 X 射线的反常透射效应,在晶片后面就会产生强度大体相等的两束 X 射线,一束与入射束方向相同,称为透射束,另一束称为衍射束,它位于透射束相对于原子平面的对称位置(对称劳厄情况,见图2)。射透束和衍射束所形成的驻波图样的波腹平面对准原子平面的中线。这样的晶片就是一个分束器。同样,适当地选择晶片的厚度,可以制成劳厄情况下的镜子和分析器。

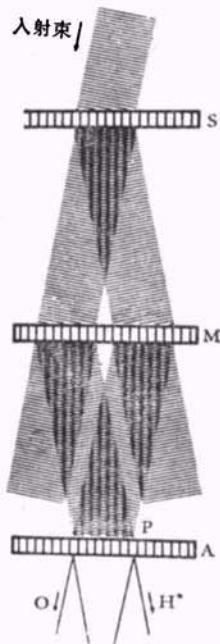


图1 劳厄型干涉仪

在分束器 S 和镜子 M 处继续形成了相位相干束,结果在分析器晶体前面的 P 点上形成了原子尺度的驻波场

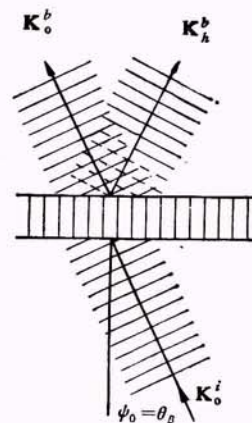
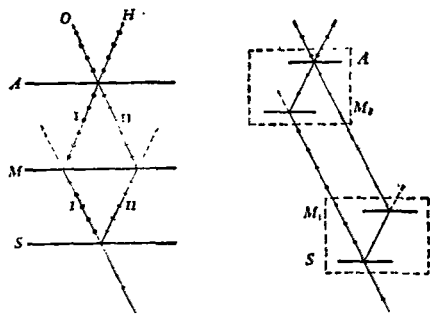


图2 对称劳厄情况的入射波、透射波和衍射波的位置。 $\psi_0 = \theta_B$  为入射的布喇格角

分束器、镜子和分析器均采用劳厄型衍射(一般用对称劳厄衍射)制成的X射线干涉仪,称为L-L-L型干涉仪(见图3)。图3(a)为对称<sup>1)</sup>的L-L-L型干涉仪,(b)为非对称的L-L-L型干涉仪,这是应用比较广泛的一种型式。



(a) 对称的L-L-L型干涉仪 (b) 非对称的L-L-L型干涉仪

图 3

## 2. 布喇格情况

在布喇格情况,入射束和衍射束分处晶片表面同一侧。这时,透射束在晶片的后面,而衍射束在晶片的前面(见图4)。通常由于沿着晶体内部方向的吸收,透射束的强度会小于衍射束的强度。

分束器、镜子和分析器均采用布喇格型衍射制成的X射线干涉仪,称为B-B-B型干涉仪(见图5)。它的制作比L-L-L型干涉仪要困难一些。

此外,若分束器和分析器采用劳厄型衍射,而镜子采用布喇格型衍射,便可作成L-B-B-L型干涉仪(见图6)。

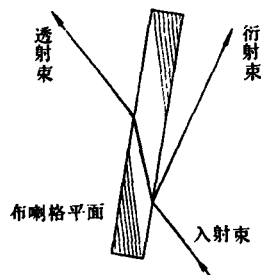


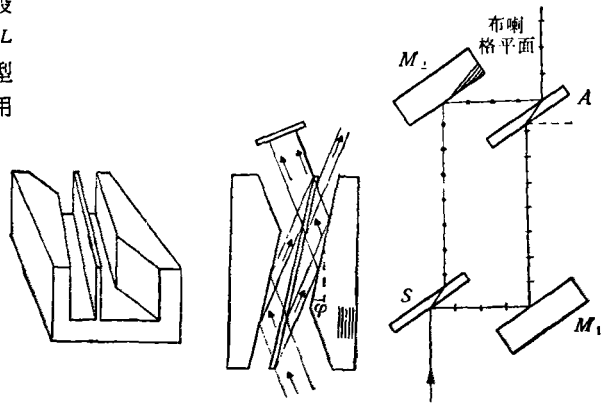
图 4 布喇格情况衍射产生的射线束

## 二、X射线干涉技术在物质研究方面的应用

X射线干涉技术可以应用于物质的各种研究。这里仅介绍L-L-L型干涉仪应用的几个方面。

### 1. 晶体缺陷的观察

晶体的生长和加工条件以及微量杂质的存在都会引起晶格的微小畸变,而这种畸变对晶体的某些性能可能有重要影响。如何观察和测量这种微小的晶格畸变,是材料科学研究中的一个重要课题。X射线干涉



(a) 对称的B-B-B型干涉仪 (b) 非对称的B-B-B型干涉仪

图 5

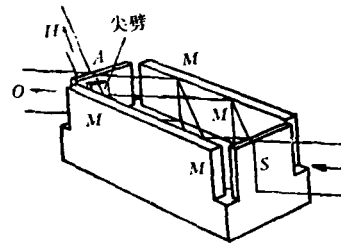


图 6 单晶L-B-B-L型干涉仪

技术提供了目前最灵敏的观察手段。

同两个光栅的影像互相重叠时的情况相仿,如果P和A的周期d完全相同而互相有一个很小的夹角 $\phi$ ,就会产生垂直于原子平面、间距为 $D = d/\phi$ 的莫尔条纹。反之,如果P和A取向完全相同而周期相差 $\delta d$ ,则将产生垂直于原子平面、间距为 $D = d^2/\delta d$ 的莫尔条纹。在实验上直至2厘米间距的莫尔条纹仍然可以观察得到,这意味着对于2 Å间距的原子平面簇,其取向出现 $\phi = 10^{-8}$ 弧度的偏转或者其周期出现 $\delta d/d = 10^{-8}$ 的伸缩都能够被发现。因此这种方法可用于观察一些近乎完整的晶体中极微小的缺陷以及研究微量(百万分之一乃至千万分之一)杂质或其他因素引起的晶格极细微的变化<sup>[6,16,17]</sup>。

### 2. 测定物质对X射线的折射率

同可见光的情况完全相仿,用X射线干涉仪可以测定物质对X射线的折射率。Bonse和Hellkötter<sup>[18]</sup>用这种方法测定了2-甲基丙烯酸、铍、氟化锂、氟化钠等晶体对X射线的折射率,准确度约0.1%,比其他方法高一个数量级。由于提高了准确度,甚至在X射线

1) 对称是指S、M和A晶片排列的几何对称,而不是对称衍射。L-L-L型一般采用对称衍射,使得透射束和衍射束强度相同。

波长远离被测物质吸收限的情况下,仍然可以从折射率的理论值和测量值之差求出原子散射因子的反常校正量  $\Delta f'$ ,而这个物理量在以前只能从理论上粗略地计算。

### 3. 精确测定结构因子

精确测定晶体中的电子密度分布对于物质结构的理论研究有重要意义。要得到精确的电子密度分布需要有精确的、绝对单位的结构因子。到目前为止的全部晶体结构分析工作都通过测量衍射强度获得结构因子。但是这种方法要引进各种经验校正因子,就很难使误差小于1%。因此,更直接、更精确地测定绝对单位的结构因子,对进一步显示电子密度分布的细节有着重要的作用<sup>[19,20]</sup>。用X射线干涉方法,只要有合适的样品,不但可以直接测出绝对单位的结构因子,而且还可以把准确度提高一个数量级,达到0.1%。

干涉法测量绝对结构因子,现仍限于硅、锗、水晶等极个别样品的少数低指数衍射。原因是还没有找到足够方便和普遍适用的实验方法。因此,要全面利用干涉法测定的结构因子来进行晶体结构分析还要克服许多困难。但是目前已经有可能利用这种方法来测定一些元素的原子散射因子。这使我们可以得到比理论计算更准确的数据,另外还有助于判别和改善理论假设的正确程度。无疑,X射线干涉技术的发展,将进一步促进用干涉法测定结构因子的工作成熟和推广。

### 4. X射线全息显微术

由一个物体衍射所产生的场,可以表示为物体上所有散射点分布的傅里叶变换,如果用这个场再衍射一次,就得到傅里叶变换的傅里叶变换,也就是物体上所有散射质点分布的像。这样所成的像,其分辨本领主要取决于第一次衍射所用的波长;其放大倍数则为第二次衍射所用波长和透镜焦距的乘积同第一次衍射所用波长和透镜焦距的乘积之比。即

$$M = \lambda_2 D_2 / \lambda_1 D_1$$

若用X射线产生第一次衍射(此时 $D_1$ 为物体至记录衍射图的底片之间的距离),然后再用可见光产生第二次衍射,原则上可获得数十万倍的放大率和零点几埃的分辨本领。所谓双波长显微术,就是用上述成像方法来实现放大目的。早在1939年,Bragg<sup>[21]</sup>和Buerger<sup>[22]</sup>就提出用双波长显微术使可见光通过晶体的X射线衍射照片以重现晶胞中原子分布图像的设计,实际上就是全息照相术的雏型。由于X射线衍射照片缺少了有关衍射相角的信息,这个设想未能实现。他们为此而进行的一些工作后来演化为傅里叶变换的一种光学模拟计算方法。随着激光的出现,以及可见光全息照相术的迅速发展,旨在获得高分辨率和高放大倍数的X射线全息显微术,又引起了人们的注意。这就

是用全息照相的办法,记录物体对X射线衍射的全部信息(包括衍射波的振幅和相角),然后将所得的X射线全息照片用可见光来再现。实现X射线全息照相要解决两个问题:一是相干光源;二是高分辨率记录手段。当然X射线激光是比较理想的相干光源,但目前尚未实现。不过X射线干涉技术已提供了可用的相干光源。X射线干涉仪的结构可以保证两束光的几何程差远小于 $1 \text{ \AA}$ ,而X射线对物质的折射率均很接近于1,因此在干涉仪光程中插入1—2厘米厚的物质不会破坏两束光的相干性。由于要充分利用X射线全息显微术的放大潜力,需有原子水平的高分辨记录手段,目前尚无法解决。虽然已有利用干涉仪作全息照相的设计<sup>[23-26]</sup>,分辨率最高可达 $100 \text{ \AA}$ 左右。也有利用它作“全息单晶体衍射图”<sup>[27]</sup>。后者无需高分辨率记录手段,但对试样要求极严,不适于普遍使用。上述情况说明,X射线干涉技术为X射线全息显微术的发展提供了有利条件。尽管目前尚处于开始阶段,但有很大的发展前途。尤其是将来出现X射线激光后,X射线干涉技术对于全息显微术,无疑会有更大的作用。

## 三、X射线干涉技术在计量上的应用

L-L-L型干涉仪的一个重要应用,是在计量学和基本物理常数的精密测量方面,因为它可以精密测量绝对晶格常数。

关于用传统的晶体衍射法测量晶格常数(或称点阵常数),最近在本刊上已做了比较详尽的介绍<sup>[28]</sup>,这种方法的缺点,是要借助于非米制单位——X单位或 $\text{\AA}$ 单位,而这两个单位与米单位(或 $\text{\AA}$ 单位, $1 \text{ \AA} = 10^{-10}$ 米)之间的换算因子 $A$ 或 $A^*$ 的误差可达20ppm,这就给需要用绝对单位定值的工作(例如,基本物理常数的定值),带来很大的困难。在Taylor等人<sup>[29]</sup>1969年所作的基本常数平差中,由于X射线测量的基本常数误差较大(均在 $10^{-5}$ 量级),因此数据被全部放弃。解决上述问题的根本办法,是在X射线领域内,建立起一个与米单位一致的次级标准单位,X射线干涉仪为实现上述目标,提供了现实的途径。

### 1. 绝对测量晶格常数

绝对测量晶格常数的装置是由一台L-L-L型X射线干涉仪和一台激光干涉仪组合而成。当X射线干涉仪中的 $S$ 和 $M$ 保持静止,而分析器 $A$ 垂直于其布喇格平面平移时, $A$ 每移动一个晶面间距 $d$ ,在 $A$ 后面的计数器上可记录到一个对应于一条莫尔条纹的脉冲。因此,计数器上脉冲的计数,就是对 $A$ 移动距离为 $d$ 的倍数的计数。这时同时用一激光干涉仪测定 $A$ 移动距离 $\Delta S$ ,若计数器脉冲计数为 $n$ ,则有 $d = \Delta S/n$ 。激光干涉仪所测量的 $\Delta S$ 是由米单位表示的,因此这种

方法所测出的晶格常数  $d$  就可由米单位直接表示, 从而可使阿伏伽德罗数  $N$  等的测量中, 均不再出现诸如换算因子  $A$  之类的数值。

目前, 国外已应用这种方法进行了晶格常数的绝对测量<sup>[34]</sup>, X 射线干涉仪的结构为应用弹性扫描式的, 即其  $S$ 、 $M$  和  $A$  用一块单晶体做成, 而不需作准直调整; 或应用双晶扫描式的, 即其  $S$  和  $M$  用一块单晶体做成, 而  $A$  用另一块单晶体, 两者通过多次布喇格反射的辅助 X 射线来进行准直调整。激光干涉仪采用稳定在兰姆下限的氦氖  $6328 \text{ \AA}$  激光器作光源, 应用测定小位移的干涉仪测量分析器  $A$  的位移量, 其测量准确度已达  $0.1-0.2 \text{ \AA}$  左右。有人认为, 将这种装置加以改进后, 有可能将晶格常数绝对测量的准确度提高到  $10^{-7}$  或  $10^{-8}$  的数量级<sup>[34]</sup>。

## 2. 在精密测量阿伏伽德罗数及探索质量自然基准方面的意义

阿伏伽德罗数  $N$  是物理学和化学中联系微观量与宏观量的一个重要基本常数。

$N$  的定义是一个摩尔<sup>1)</sup>体积内含有的分子数 (或原子数), 根据 1961 年新的原子量定标,  $N$  就是在 12 克  $^{12}\text{C}$  中所含有的原子数。

根据上述定义可得, 一个原子的质量  $m$  和一个摩尔内原子的总质量  $M$  之间的关系为

$$M = Nm$$

因此,  $N$  是联系微观质量和宏观质量的一个常数。目前, 宏观质量是以国际公斤原器为基准, 而微观质量 (即各种原子和基本粒子的质量) 是以  $^{12}\text{C}$  的质量为基准, 把  $^{12}\text{C}$  质量的  $1/12$  定为一个原子质量单位。虽然目前宏观质量与微观质量各自比对的精度都已达到或超过  $10^{-8}$  量级, 但它们测量方法的基础完全不同, 基准也各自独立, 互不相关, 联系它们之间量值的系数就是阿伏伽德罗数  $N$ 。遗憾的是,  $N$  的测量精度却远低于  $10^{-8}$ , 因而不能使它们之间的联系达到它们各自比对的精度, 因而还不能使它们精确地统一起来。在长度、时间、电学等基本单位中已相继建立或正在建立基于原子或量子现象的自然基准, 使宏观量与微观量统一起来, 质量单位是目前尚未能建立起自然基准的唯一的基本单位。如果我们把  $N$  的精确度提高到  $10^{-8}$  量级, 则就有可能建立以原子质量为标准的质量自然基准。例如, 可用一块完整的硅晶体作为未来的质量基准, 硅原子的质量可根据它的原子量  $M$  和准确的  $N$  值中计算出来。若能精确地测出硅晶体每边的长度, 根据硅的晶格常数的绝对测量的准确数值, 就可得到硅晶体中含有的硅原子数, 从而计算出硅晶体的宏观质量。

用 X 射线干涉技术测量的阿伏伽德罗数  $N$ , 准确度虽比传统方法提高了近 20 倍, 但还只能达到  $1 \times$

$10^{-6}$  的水平, 与建立质量自然基准的要求  $10^{-8}-10^{-9}$  量级还有相当的距离, 目前还正在努力之中。可以认为它仍是探索建立质量自然基准中较有希望的方案之一。

X 射线干涉仪的出现, 开辟了 X 射线分析和测量的一个新领域。在某些应用上, 它已经显示出 X 射线衍射方法所不具备的特点。X 射线干涉技术从 X 射线干涉仪的出现算起, 至今只有八、九年, 它目前所达到的完善程度当然比不上衍射法。但也正因如此, 它将会有广阔的前景。

## 参 考 文 献

- [1] U. Bonse and M. Hart, *Appl. Phys. Letters*, **6** (1965), 155.
- [2] 细谷资明, 《固体物理》**4** (1969), 416.
- [3] M. Hart and A. D. Milne, *J. Phys.*, **2E**, **2** (1969), 646.
- [4] M. Hart and U. Bonse, *Phys. Today*, **23-8** (1970), 26.
- [5] U. Bonse and M. Hart, *Z. Phys.*, **188** (1965), 154.
- [6] M. Kuriyama, *Acta Cryst.*, **A27** (1971), 273.
- [7] U. Bonse and M. Hart, *Appl. Phys. Letters*, **7** (1965), 99.
- [8] U. Bonse and M. Hart, *Appl. Phys. Letters*, **7** (1965), 238.
- [9] U. Bonse and M. Hart, *Z. Phys.*, **194** (1966), 1.
- [10] U. Bonse and M. Hart, *Acta Cryst.*, **A24** (1968), 240.
- [11] U. Bonse, *X-ray Optics and Microanalysis* (G. Möllenstedt, K. H. Gaukler, eds.) Springer-Verlag, New York (1969).
- [12] U. Bonse and E. te Kaat, *Z. Phys.*, **214** (1968), 16.
- [13] M. Hart, *J. Phys.*, **D**, **1** (1968), 1405.
- [14] M. Hart, *Proc. Roy. Soc.*, **A**, **309** (1969), 281.
- [15] R. D. Deslattes, *Appl. Phys. Letters*, **15** (1969), 386.
- [16] U. Bonse and M. Hart, *Z. Phys.*, **190** (1966), 455.
- [17] M. Hart, *Sci. Prog. Oxf.*, **56** (1968), 429.
- [18] U. Bonse und H. Hellkötter, *Z. Krist.*, **223** (1966), 345.
- [19] B. Dawson, *Proc. Roy. Soc.*, **298** (1967), 379.
- [20] B. Dawson, *Acta Cryst.*, **A25** (1969), 12.
- [21] N. Kato and A. R. Lang, *Acta Cryst.*, **12** (1959), 787.
- [22] M. Hart and A. D. Milne, *Acta Cryst.*, **A25** (1969), 134.
- [23] M. Hart and A. D. Milne, *Acta Cryst.*, **A26** (1970), 223.
- [24] N. Kato and S. Tanemura, *Phys. Rev. Letters*, **19** (1967), 22.

1) 摩尔是 1971 年第十四届国际权度大会通过的第七个基本单位, 摩尔的定义是: 物系中所包含的结构粒子数目与  $0.012$  公斤  $^{12}\text{C}$  的原子数相同的物质的量。

- [25] S. Tanemura and N. Kato, *Acta Cryst.*, **A28** (1972), 69.
- [26] W. L. Bragg, *Nature* **143** (1939), 678.
- [27] M. G. Buerger, *Proc. Nat. Acad. Sci.*, **25** (1939), 383.
- [28] N. Spielberg, *U. S. Patent* **3,393** (1968), 314.
- [29] G. A. Armstrong, *U. S. Patent* **3,407** (1968), 296.
- [30] N. Spielberg, G. Monsey, *U. S. Patent* **3,439** (1969), 164.
- [31] W. Lesslauer, G. K. Blasié, *Acta Cryst.*, **A27** (1971) 456.
- [32] 许顺生、姜小龙, 《物理》, **3**, (1974), 108.
- [33] B. N. Taylor, W. H. Parker and D. N. Langenberg *Rev. Mod. Phys.*, **41** (1969), 375.
- [34] D. N. Langenberg and B. N. Taylor (Washington: NBS), *Precision Measurement and Fundamental Constants ed.*, (1971), 251—295.

# 磁化水试验与测试

磁化水试验小组

(第二研究设计院)

**编者按:** 近来磁化水在工业上的应用日益广泛,在农业和医疗上的应用也正在积极进行研究和探索,有的已经取得初步成果。磁化水为什么能有这么广泛的应用效果,它的作用机理是什么?搞清楚这个问题对于磁化水应用的推广,对于磁水器的设计、生产和使用都有重要的实际意义。这里发表第二研究设计院磁化水试验小组写的《磁化水的试验与测试》一文,为探索磁化水机理提供了一些有意义的实际资料。我们热情欢迎大家就磁化水的应用和机理问题积极进行研究和探索,并在本刊展开讨论。

利用磁场处理水(简称“磁化水”),以达到防止锅炉结垢,这一技术的应用,在我国已有十多年的历史了。经过无产阶级文化大革命,这一技术的试验和推广又有较快的进展,应用范围正在扩大,不仅在防止锅炉结垢上取得了良好效果,而且在循环冷却水的处理上也取得了良好效果。在农业、医疗等方面的应用,都在进行试验研究,有的获得了初步成果。

利用磁场处理水的方法,研究较早的是比利时、苏联及美国。其中,苏联在这方面的论文较多,应用较为广泛。比利时称他们的“CEPI”磁处理装置有几个国家的专利权,目前已有十万台在世界各地应用。日本、美国等国家都对磁场处理水都在进行研究。

但是,磁化水的应用还处于试验研究阶段,磁化水的机理尚未成熟,这些仍是需要解决的课题。

为解决直流式冷却水系统结垢问题,我院同交通部上海船舶运输科所、上海市计量局等单位组成“磁化水试验小组”,在上海、北京许多兄弟单位协助下,从1973年初开始,在上海进行了两年多的试验和测试分析,认为磁化水是可以防止结垢的,现将试验及分析结果叙述如下。

## 一、磁化水的试验

磁化水的制备,就是使水流以一定流速垂直磁力线方向通过磁场而制成。其主要参数有:

磁场强度——即磁感应强度,单位为奥斯特。

流速——水流通过磁场的速度。

通过次数——水流通过磁场时切割磁力线的次数。

磁程——水流通过磁场时流经的距离,一般指磁极的长度。

防垢效果——未磁化水和磁化水生成水垢的数量差与未用磁化水而生成水垢数量的比值,以百分数计,本文按水垢厚度比较计算。

本试验的主要目的,就是寻找在防垢效果最好条件下的磁化参数,即最佳磁化参数。为磁水器(磁场处理水的装置)的设计、制造和应用提供数据。

## 1. 实验装置

小型蒸汽-水快速加热器 4—5 台,蒸汽管分碳钢及不锈钢两种材料,是用蒸汽将冷水加热的装置,从蒸汽管加热面考察结垢情况(见图1),热交换器是平放安装。

磁水器——处理水的装置,立式安装,试验中采用了六台,其中三台磁极间隙可以调节,以获得不同强度的磁场。磁水器的形式分别如图2、图3、图4、图5、图6所示。

磁性过滤器——防止水中混有铁磁性物质如铁屑等堵塞磁水器的过滤装置,装在磁水器前的进水管道上,由磁环及不锈钢盒组成(见图7)。