

## 二轴中子粉末衍射谱仪探测系统改进

薛艳杰<sup>1</sup>, 郭立平<sup>1</sup>, 陈东风<sup>1</sup>, 张百生<sup>1</sup>, 陈娜<sup>1</sup>, 张莉<sup>1</sup>, 孙凯<sup>1</sup>, 肖红文<sup>1</sup>,  
张凌飞<sup>1</sup>, 王洪立<sup>1</sup>, 李峻宏<sup>1</sup>, 吴尔冬<sup>2</sup>, 苑学众<sup>2</sup>

(1. 中国原子能科学研究院核物理研究所, 北京 102413;

2. 中国科学院金属研究所沈阳国家材料科学联合实验室, 辽宁 沈阳 110016)

**摘要:**通过将探测器的数目由1个增加到4个、用水平发散角为20°的Soller准直器取代30°的单缝准直器,对中国原子能科学研究院重水研究堆旁的二轴中子粉末衍射谱仪进行了改进。铁粉的衍射实验结果表明:改进后的谱仪在同等中子计数强度条件下,计数速率提高了2.3倍,因而缩短了测量时间,同时也提高了谱仪的分辨率。

**关键词:**中子粉末衍射谱仪;探测系统;分辨率;强度

**中图分类号:** O571.56

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1000-6931(2005)03-0263-03

### Improvement of Detector System of the Two-axis Neutron Powder Diffractometer

XUE Yan-jie<sup>1</sup>, GUO Li-ping<sup>1</sup>, CHEN Dong-feng<sup>1</sup>, ZHANG Bai-sheng<sup>1</sup>,  
CHEN Na<sup>1</sup>, ZHANG Li<sup>1</sup>, SUN Kai<sup>1</sup>, XIAO Hong-wen<sup>1</sup>, ZHANG Ling-fei<sup>1</sup>,  
WANG Hong-li<sup>1</sup>, LI Jun-hong<sup>1</sup>, WU Er-dong<sup>2</sup>, YUAN Xue-zhong<sup>2</sup>

(1. China Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275-30, Beijing 102413, China;

2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

**Abstract:** The detector system of the two-axis neutron powder diffractometer at the Heavy Water Research Reactor of China Institute of Atomic Energy was improved by increasing the number of detectors from one to four and by installing the third Soller collimators with horizontal divergence of 20°. The measurements of Fe powder diffraction patterns show that the counting rate of the diffractometer is increased by a factor of 2.3 and the resolution is also improved at the lower and mediate scattering angle region.

**Key words:** neutron powder diffractometer; detector system; resolution; intensity

中子粉末衍射谱仪是专门用于研究凝聚态物质微观晶体结构和磁结构的实验设备。分辨率和中子计数强度是谱仪的两个最基本、最重

要而又互相冲突的指标。谱仪的分辨率取决于第1、第2、第3准直器的水平发散角、单色器晶体的镶嵌宽度及起飞角。减小准直器的水平发

收稿日期:2003-11-10;修回日期:2004-04-01

作者简介:薛艳杰(1968—),女(满族),辽宁义县人,副研究员,中子散射专业

散角和单色器晶体的嵌镶宽度以及选用大的单色器起飞角可提高谱仪的分辨率,但与此同时,在给定的反应堆中子源强下,中子的计数强度却以大于分辨率提高倍数平方的关系降低。因此,必须根据具体的中子源强及实验要求在分辨率和强度之间寻求折中,进行优化。

中国原子能科学研究院重水研究堆旁的二轴中子粉末衍射谱仪建造于20世纪80年代初,是目前国内惟一可用于中子衍射实验的设备。它只有1个 $^3\text{He}$ 探测器,受到反应堆中子源强的限制,中子计数速率较低,在达到计数统计要求的前提下,一般测量1个样品平均大约需要5 d的时间。即使在这样低的计数速率下,由于谱仪所用第3准直器的水平发散角较大(约30°),分辨率较差,已不能满足科研工作的需求,因此,急需对其进行适当的改进。原中子粉末衍射谱仪采用铜单晶单色器,受屏蔽体限制,谱仪的起飞角较小(约54°),因而从根本上限制了谱仪的分辨率。而改变谱仪的起飞角涉及到整个单色器屏蔽体及单色器的变更,工程量大,投资高。因此,选择不改变单色器屏蔽体与单色器的情况下,只对谱仪的探测系统进行改进,这样利用较少的投资与工作量亦可成倍地提高中子的计数速率,缩短测量时间,同时又可适当地提高谱仪的分辨率。

## 1 改进方案

在反应堆功率一定的情况下,增加探测器的数目是增加中子的总体计数强度、缩短测量时间最有效的方法之一。为此,将 $^3\text{He}$ 探测器由1个增加到4个。 $^3\text{He}$ 探测器和第3准直器均放置在探测系统的屏蔽体内,作为整体在步进电机的驱动下绕样品台轴心转动步进扫描。准直器/探测器的数目越多,总体计数强度越大,计数速率越高,但屏蔽体也越大、越重。因此,能够增加的准直器/探测器数目受到谱仪承重和步进电机驱动能力的限制。设计计算表明,谱仪的承重和驱动能力可承受由4路准直器/探测器及其相应屏蔽体组成的探测系统,相邻两个探测器之间的夹角设定为3°。准直器/探测器屏蔽体采用聚四氟乙烯制作,为减少本底中子进入探测器,每个探测器探测窗口以外

部分填充了 $\text{B}_4\text{C}$ 材料。在实验中每个探测器单独测量1个衍射谱,对数据修正后进行叠加,达到提高计数强度、缩短测量时间的目的。

谱仪的探测器数目增加到4个后,在准直器水平发散角和单色器嵌镶宽度不变的情况下,总体计数强度将接近原来的4倍,这样便可通过牺牲一点强度、减小准直器的发散角使谱仪的分辨率得到适当提高。第1准直器在反应堆水平孔道内,较难更换且其水平发散角已足够小(约20°);第2准直器对分辨率的影响较小;在单色器的嵌镶宽度和起飞角受条件限制又都较难改变的情况下,减小第3准直器的水平发散角是提高谱仪分辨率最实际可行的办法。为此,在每个 $^3\text{He}$ 探测器前安装了水平发散角为20°的Soller准直器,以取代原来约30°的单缝准直器,使分辨率在中低角度区间得到改善。

## 2 改进后的性能

为了检验谱仪改进后的性能,利用铁粉进行了实验测试,单色器选用铜(220)面,入射中子的波长为0.1159 nm,散射角范围为25°~105°,步距0.1°,采用固定入射中子计数的方式记录4个探测器的衍射谱,每步监视器计数为10 000,平均所用时间为2.75 min。考虑到核散射和磁散射对强度的贡献,利用Rietveld峰形精修方法<sup>[1]</sup>对每个探测器记录的中子衍射强度数据进行拟合,根据铁晶体的精确晶格参数,得到了每个探测器的位置、强度计数、标度因子。在得到4个探测器的精确位置、标度因子后,对4个探测器记录的数据进行修正,将修正后的数据进行叠加,得到总的计数强度,用Rietveld峰形精修方法对叠加后的强度数据进行拟合,拟合曲线示于图1a,得到谱仪改进后的半宽参数、各衍射峰的积分中子计数强度等。

为了比较谱仪在改进前后的性能,对谱仪改进前的铁粉衍射谱进行了拟合,图1b为改进前的曲线。在改进前后测量铁粉的衍射谱时,反应堆的功率和样品量相同。表1列出了谱仪改进前后铁粉各衍射峰的积分核散射强度。

在改进前测量图1b中一个数据点平均所用时间为7.5 min,而在改进后测量图1a中每

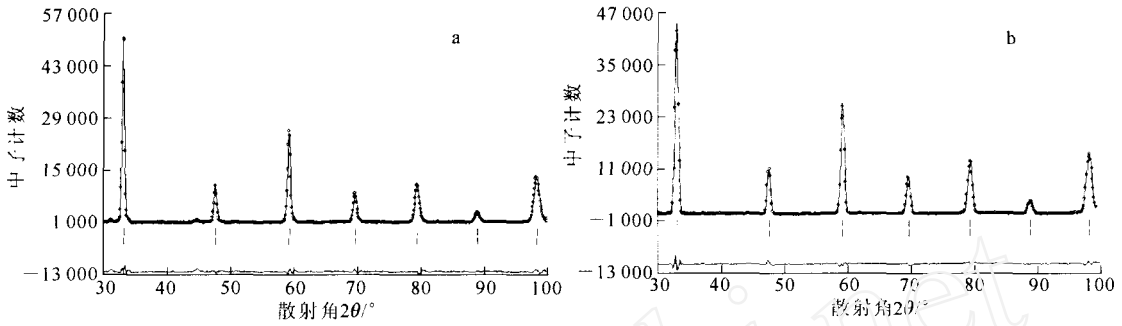


图1 谱仪改进前后铁粉的中子衍射曲线

Fig.1 Neutron diffraction patterns of Fe powder  
a——改进后;b——改进前  
°——实验值;实线——计算值;|——Bragg 峰位置

表1 谱仪改进前后铁粉各衍射峰的积分核散射强度 I

Table 1 Integrated nuclear scattering intensity of Fe powder

	$I_{110}$	$I_{200}$	$I_{211}$	$I_{220}$	$I_{310}$	$I_{222}$	$I_{321}$
改进前	28 699	7 138	17 782	6 428	10 843	2 735	15 274
改进后	23 042	5 932	15 133	5 644	9 251	2 436	13 838

注:表中  $I_{hkl}$  的下标“ $hkl$ ”为晶面的密勒指数

个数据点平均所用时间为 2.75 min,根据表 1 的实验结果可知,达到相同的积分计数强度,改进后测量 1 个数据点平均所用时间为 3.2 min,即改进后测量 1 个数据点所用时间是改进前的 1/2.3。由此可见,谱仪改进后大大地缩短了测量时间,从而提高了测量效率。

利用拟合得到的半宽参数,根据谱仪角分辨半高全宽的公式<sup>[2]</sup> $FWHM^2 = U \tan^2 + V \tan + W$ ,计算了谱仪改进前后的角分辨曲线(式中的  $U$ 、 $V$ 、 $W$  为谱仪的半宽参数,为散射角的一半)。

图 2 为谱仪改进前后的角分辨曲线,从图 2 可知,改进后在散射角  $2\theta$  小于 70° 以前,分辨率有了明显的提高。根据计算,在散射角  $2\theta$  为 40° 时,改进后谱仪的分辨率为 0.012 7,而改进前的为 0.014 7,分辨率约提高了 14%。但由于受到单色器起飞角的限制,在散射角  $2\theta$  大于 70° 以后,分辨率提高得较小。

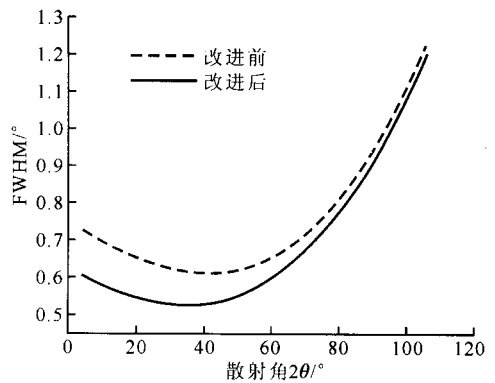


图2 谱仪改进前后的角分辨曲线

Fig.2 Angular resolution of the diffractometer

参考文献:

[1] Rietveld HM. A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structure [J]. J Appl Cryst, 1969, 2:65~71.  
[2] Caglioti G, Paoletti A, Ricci FP. Choice of Collimators for Crystal Spectrometer for Neutron Diffraction[J]. Nucl Instrum, 1958, 3:223~228.