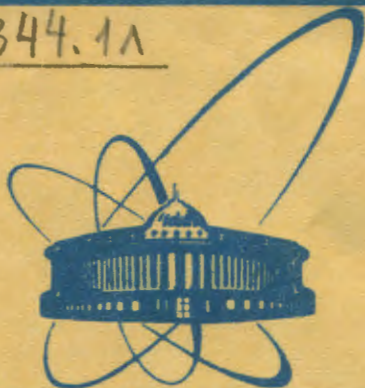


80-440

С 344.1А



сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
Дубна

5240 / 1-80

ЭКЗ. ЧИТ. ЗАЛА

P13-80-440

А.М.Балагуров, В.И.Горделий, М.З.Ишмухаметов,
В.Е.Новожилов, Ю.М.Останевич, Б.Н.Савенко,
В.Д.Шибает

НЕЙТРОННЫЙ ДИФРАКТОМЕТР
ПО ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА
С ОДНОКООРДИНАТНЫМ
ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫМ ДЕТЕКТОРОМ

1980

1. ВВЕДЕНИЕ

Основной целью применения позиционно-чувствительных детекторов в нейтронографии является увеличение телесного угла, в котором регистрируются рассеянные на образце нейтроны, с одновременным сохранением разрешающей способности. Дифрактометр, оборудованный таким детектором, обладает, по крайней мере, двумя достоинствами. Во-первых, он позволяет существенно уменьшить требуемую продолжительность эксперимента. Например, в дифрактометрии кристаллов белков или при исследовании малогоугольного рассеяния скорость набора информации может быть увеличена в 100 и более раз ^{/1/}. Во-вторых, с помощью описываемого дифрактометра достигается одновременность наблюдения различных точек обратного пространства кристалла без каких-либо изменений в геометрии эксперимента.

В последнее время в качестве нейтронных позиционно-чувствительных детекторов /ПЧД/ широкое распространение получили газовые пропорциональные $^{10}\text{BF}_3$ или ^3He счетчики с высокоомным анодом ^{/2-4/}. Их достоинствами являются: простота изготовления, компактность, хорошие пространственное разрешение и линейность характеристики позиционной чувствительности. Примером нейтронного дифрактометра, использующего монохроматическое излучение и два BF_3 счетчика, каждый из которых перекрывает угол рассеяния 23° , является установка, описанная в работе ^{/5/}. На этом дифрактометре регистрируются одномерные - с разверткой по углу рассеяния - дифракционные спектры, что позволяет эффективно исследовать поликристаллические и аморфные вещества.

Мы применили детектор с высокоомным анодом в нейтронном дифрактометре по времени пролета, что дало возможность регистрировать двумерные дифрактограммы с разверткой по углу рассеяния и по длине волны. В данной работе описаны разработанные для этой цели способ регистрации двумерных спектров и цифровая электроника для определения координаты события в детекторе, а также представлены результаты испытаний детектора и некоторых физических измерений.

2. ПРИНЦИП ОПРЕДЕЛЕНИЯ КООРДИНАТЫ СОБЫТИЯ В СЧЕТЧИКЕ С ВЫСОКОМНЫМ АНОДОМ

Существуют два основных метода определения места попадания нейтрона в счетчик с высокоомным анодом. Один основан на ана-

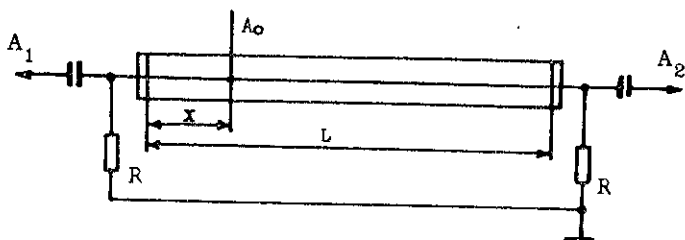


Рис.1. Схема включения детектора с высокоомным анодом при анализе амплитуд сигналов A_1 и A_2 .

лизе временных характеристик сигналов со счетчика ^{6/}, в другом анализируются амплитуды сигналов, получаемых с концов высокоомного электрода ^{7/}. На рис.1 приведена схема включения счетчика при анализе амплитуд сигналов, из которой следует, что

$$A_1 = A_0 R / (R + \frac{x}{L} R_a), \quad /1/$$

$$A_2 = A_0 R / (R + (1 - \frac{x}{L}) R_a),$$

где A_0 - амплитуда сигнала в точке регистрации, L - длина и R_a - полное сопротивление анодной нити, R - сопротивление нагрузки. Решая эту систему уравнений относительно x/L , получаем

$$x/L = (A_2 + \frac{R}{R_a} (A_2 - A_1)) / (A_1 + A_2). \quad /2/$$

При выполнении вычислений по формуле /2/ либо используются аналоговые устройства ^{5,7/}, которые, однако, имеют определенные недостатки ^{8/}, либо амплитуды сигналов A_1 и A_2 преобразуются в цифровой код с помощью аналого-цифровых преобразователей /АЦП/, а для вычислений используется цифровая техника: ЭВМ, микропроцессор или специальные вычислительные схемы ^{8/}.

В последнем случае точность определения x/L зависит от диапазона изменения сигналов A_1 и A_2 , т.е. от выбора соотношения между R и R_a , и от точности проведения преобразований сигналов в АЦП и вычислений по формуле /2/. Оказывается, что в середине счетчика /при $x/L = 0,5$ / абсолютная ошибка определения координаты события минимальна, если $k = R/R_a = 2$. Выбор $k = 2$ удобен еще и тем, что упрощаются вычисления по формуле /2/ /см. раздел 4.2/. Число градаций АЦП, необходимое для обеспечения заданной точности преобразования, выбирается исходя из

неопределенности координаты места регистрации, вносимой собственнo счетчиком. Согласно /2/ пространственное разрешение ^3He счетчика составляет около 1 см при наполнении ^3He - 2 атм, Kr - 0,8 атм. Неопределенность Δx координаты, вносимая конечной шириной канала АЦП, не превышает 0,2 см при полной длине анодной нити 20 см, если используются 1024-канальные АЦП и диапазон анализируемых сигналов составляет 0,25÷5 В.

3. РЕГИСТРАЦИЯ ДВУМЕРНЫХ СПЕКТРОВ

Нейтронный дифрактометр по времени пролета, оборудованный однокоординатным ПЧД, позволяет получать информацию сразу о некотором сечении обратного пространства. Площадь этого сечения

$$S = \int N dN d\theta \approx (\theta_2 - \theta_1) \cdot N_{\max}^2 / 2, \quad /3/$$

где $(\theta_2 - \theta_1)$ - интервал углов Брэгга, охватываемый детектором, $N_{\max} = 2/\lambda_{\min} \cdot \sin \theta_0$ - максимальный наблюдаемый радиус-вектор в обратном пространстве кристалла, λ_{\min} - минимальная используемая длина волны, θ_0 - средний угол Брэгга. Для сравнения площади /3/ и "элемента" ΔS сечения обратного пространства, наблюдаемого на дифрактометре с монохроматическим излучением и "точечным" детектором, необходимо учитывать разрешающую способность обоих методов. При $\lambda_{\min} = 0,7 \text{ \AA}$ и $(\theta_2 - \theta_1) = 6^\circ$ отношение $S/\Delta S$ достигает нескольких сотен.

На рис.2 приведена блок-схема электронной аппаратуры, которую мы использовали для регистрации двумерных спектров. Сигналы с детектора после усиления поступают на схему суммирования и на 1024-канальные АЦП. Сумма амплитуд $A_1 + A_2$ слабо зависит от координаты /при $R_a/R = 2$ $(A_1 + A_2)_{\max} / (A_1 + A_2)_{\min} = 4/3$ / и используется для дискриминации от шумов. Сформированный дискриминатором сигнал служит для запуска АЦП и для получения кода во временном кодировщике ВК, который запускается сигналом "Старт", синхронно с импульсом мощности источника нейтронов. Цифровые коды с АЦП-1 и АЦП-2 поступают на блок спецпроцессора для выполнения вычислений по формуле /2/. В блоке коммутации из цифровых кодов ВК и спецпроцессора формируется слово, являющееся адресом ячейки магнитного запоминающего устройства МЗУ, в которой производится регистрация события, т.е. содержимое ячейки увеличивается на единицу. Старшие разряды адреса определяют номер позиционной группы, младшие - номер временного канала.

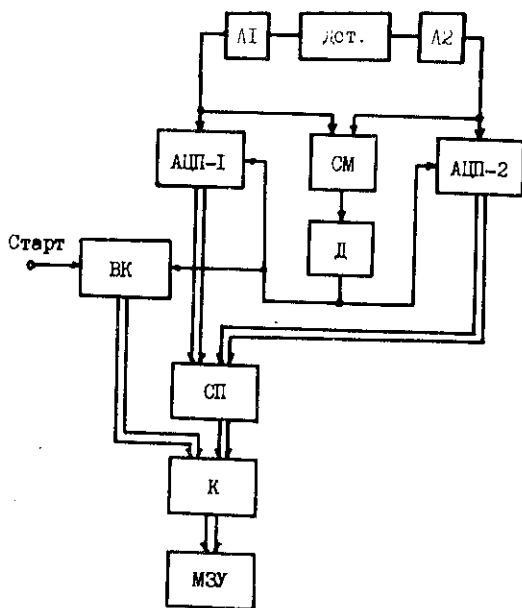


Рис. 2. Блок-схема электронной аппаратуры: А1 и А2 - усилители, АЦП-1 и АЦП-2 - амплитудно-цифровые преобразователи, СМ - схема суммирования, Д - дискриминатор, ВК - временной кодировщик, СП - спецпроцессор, К - коммутатор, МЗУ - магнитное запоминающее устройство.

дает возможность вводить 64 позиционные группы, т.е. угловая ширина одной группы составляет около $10'$ при расстоянии 1 м от образца до детектора.

4.2. Спецпроцессор

Вычисление x/L по формуле /2/ и определение адресного кода МЗУ для данного события производится в спецпроцессоре /СП/, совмещенном с контроллером каркаса КАМАК. Функциональная схема СП представлена на рис. 3. После окончания преобразования сигналов в обоих АЦП происходит перезапись полученных кодов

4. ДЕТЕКТОР И ЭЛЕКТРОНИКА

4.1. Детектор

Однокоординатный ПЧД выполнен на основе стандартного счетчика нейтронов СНМ-41 с заменой анода на нихромовую нить Х20Н80 ϕ 20 мкм. Цилиндрический корпус счетчика имеет диаметр 3 см и длину 20 см, длина позиционно-чувствительного участка около 15 см, полное сопротивление анодной нити $\sim 700 \text{ Ом}$. Наполнение счетчика комбинированное: 7 атм ^3He , 3 атм Ag и 0,5 атм CO_2 . Счетчик помещен в массивную защиту из полиэстера с карбидом бора, входное окно коллиматора перед защитой конусообразное с изменяемой апертурой. Детектор располагается на поворотной платформе нейтронного дифрактометра для исследования монокристаллов $^{\circ}$. Вращение платформы позволяет изменять средний угол рассеяния в пределах от -30° до 210° . Электронная аппаратура детектора

A_1 и A_2 вместе с временным кодом В в соответствующие регистры /P2, P3 и P1/ с помощью команд NA(0)F(0), NA(1)F(0). Арифметические действия производятся в арифметическо-логическом устройстве /АЛУ/ за четыре такта, задаваемые с помощью устройства управления /УУ/. В первом такте вычисляется сумма $A_2 + A_1$ и результат заносится в P4. Во втором такте вычисляется разность $A_2 - A_1$ с занесением результата в P2. В третьем такте вычисляется $A_2 + \frac{1}{2}(A_2 - A_1)$, т.к. мы используем $R_a/R = 2$. Операция деления на два разности $A_2 - A_1$ производится сдвигом этого числа на один разряд в сторону младших разрядов. В четвертом такте вычисляется x/L . Эта операция выполняется в блоке деления /Д/, на входы которого поступают код $A_2 + \frac{1}{2}(A_2 - A_1)$ из P2 /делимое/ и код $A_2 + A_1$ из P4 /делитель/. Результат деления /код позиции/ записывается вместе с временным кодом через коммутатор К2 в выходной регистр P5.

Спецпроцессор может работать с МЗУ емкостью 4К или 32К. В последнем случае на P5 выдается 15-разрядный адресный код. Распределение разрядов в адресном коде между номерами позиционной группы и временного канала может изменяться с помощью коммутатора. Детектор может быть разделен на 2^n , $n=1,2,\dots,6$, позиционные группы. Из заданного числа групп с помощью коммутатора можно выбрать 2^m , $m=1,2,\dots,6$, групп, начиная с любой. При этом число временных каналов в каждой группе определяется емкостью МЗУ. Например, при МЗУ емкостью 32К можно разделить детектор на 64 группы, выбрать из них 16 групп, представляющих интерес, и иметь по 2048 временных каналов в каждой группе.

При реализации спецпроцессора были разработаны и изготовлены два блока деления, отличающиеся скоростью выполнения операций. Их использование определяется быстродействием применяемых в системе АЦП.

4.2.1. Схема быстрого деления

Функциональная схема устройства быстрого деления показана на рис. 4. Оно содержит блок умножения УМ матричного типа /10/, схему сравнения СС /типа больше-меньше-равно/, устройство управления УУ, блок формирования псевдодробного ФЧ и регистр псевдодробного P4, входные шины делимого А и делителя В. Процесс деления основан на принципе поразрядного "взвешивания" частного и сравнения произведения псевдодробного С и делителя В с делимым А. Нахождение частного по шагам i описывается следующим соотношением:

$$C_{i+1} = C_i + \alpha \cdot 2^{n-i+1}, \quad /4/$$

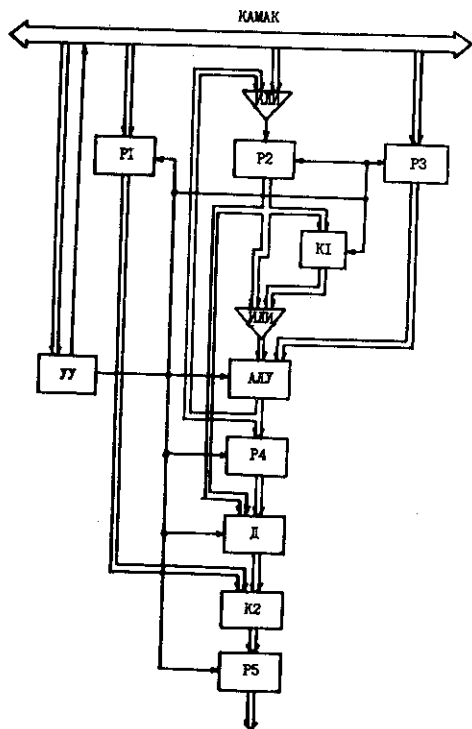
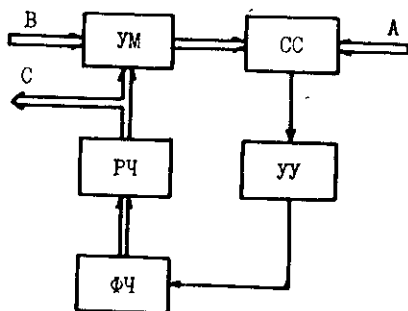


Рис. 3. Блок-схема спецпроцессора. Пояснения в тексте.

Рис. 4. Блок-схема устройства быстрого деления. Пояснения в тексте.



где $a=1$ при $A \geq C_{i+1} \cdot B$ и $a=0$ при $A < C_{i+1} \cdot B$, n - число разрядов псевдодробного. На каждом шаге i определяется очередная значащая цифра частного путем умножения псевдодробного на делитель и сравнения результата с делимым. Процесс вычисления занимает не более чем n шагов.

После установки кодов делимого и делителя на шинах A и B в старший разряд регистра псевдодробного заносится "1". С выхода блока умножения произведение $C_{i+1} \cdot B$ подается на схему сравнения. При $A > C_{i+1} \cdot B$ в 2^{n-i+1} разряде регистра $P4$ остается "1" и заносится "1" в следующий разряд. При $A < C_{i+1} \cdot B$ происходит сброс в "0" в 2^{n-i+1} разряде и запись "1" в следующий разряд. При $A = C_{i+1} \cdot B$ происходит остановка процесса деления, при этом на регистре $P4$ находится точное значение частного. При $n=6$ максимальное время вычисления частного равно 1,2 мкс.

4.2.2. Схема медленного деления

Функциональная схема устройства медленного деления представлена на рис. 5. В регистр P записывается делимое в обратном

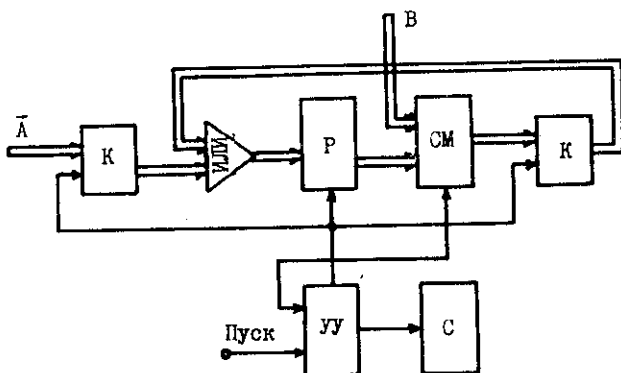


Рис.5. Блок-схема устройства медленного деления.
Пояснения в тексте.

коде, затем происходит последовательное суммирование содержимого регистра Р с делителем и запись результата в Р. При переполнении сумматора СМ устройство останавливается, а число суммирований /частное/ фиксируется в счетчике С. Время выполнения деления с 6-разрядным частным равно 12,8 мкс, но количество микросхем для изготовления этого устройства уменьшается в 2,5 раза по сравнению с устройством быстрого деления.

Время преобразования сигнала в используемых АЦП составляет около 50 мкс, это позволяет применить в спецпроцессоре схему медленного деления.

5. ПРОВЕРКА ЭЛЕКТРОННОЙ АППАРАТУРЫ И ДЕТЕКТОРА

Представляют интерес линейность характеристики позиционной чувствительности электронной аппаратуры, а также вклад, который вносит электронная аппаратура в конечную позиционную разрешающую способность детектора.

На рис.6 представлена полученная с помощью имитатора детектора в виде делителя на сопротивлениях характеристика $k = f(n)$, где k - истинный, а n - определяемый номера позиционной группы / k - в произвольных единицах/. Видно, что при наличии 64 групп дифференциальные отклонения характеристики от линейной не превышают 1 группы за исключением крайних участков длиной около 5 групп. Вклад электронной аппаратуры в разрешающую способность, связанный в основном с нелинейностью и нетождественностью характеристик АЦП, определялся при подаче на вход обоих АЦП одного и того же сигнала. В слу-

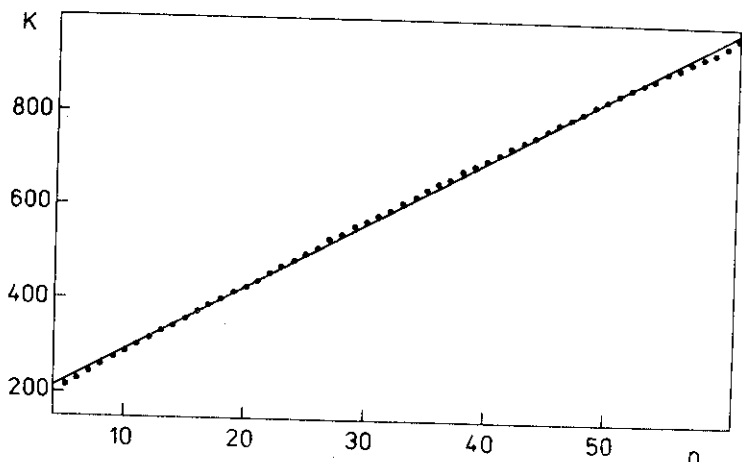


Рис.6. Характеристика позиционной чувствительности электронной аппаратуры.

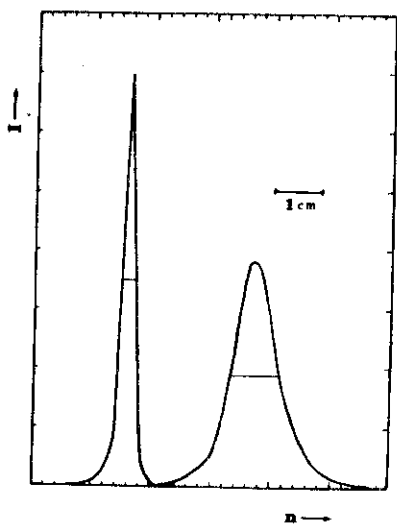


Рис.7. Распределение интенсивности по группам при регистрации пучка нейтронов шириной 0,5 см. Узкий пик получен при подаче на вход обоих АЦП сигналов с одного выхода детектора, широкий пик - при нормальном режиме работы.

чае сигнала от генератора с передним фронтом не менее 0,3 мкс и с амплитудой в пределах 0,5÷5 В распределение числа событий по позиционным группам является δ -образным. Аналогичное распределение, полученное при подаче на входы обоих АЦП одного и того же реального сигнала с детектора при $A_1 + A_2 > 1$ В и разбиении последнего на 64 группы представлено на рис.7 /узкий пик/. Ширина этого распределения не превышает 2 групп, эмпирическая дисперсия $\bar{n}^2 - \bar{n}^2 \approx 0,6$.

Аналогичные проверки проведены для всей системы - детектор + электронная аппаратура - с помощью узкого /шириной 0,5 см/ пучка мономатрических нейтронов. Отклонения характеристики по-

зиционной чувствительности от линейной для центральной части детектора длиной 15 см не превышали величин, связанных с ошибками в установке детектора относительно пучка. Измеренное при некотором положении детектора относительно пучка нейтронов распределение интенсивности по группам представлено на рис. 7 /широкий пик/. Полная ширина распределения на половине высоты равна 1,2 см, и, следовательно, вклад детектора составляет около 1 см.

Зависимость эффективности регистрации нейтронов от координаты пучка на детекторе является обычной для такого типа счетчиков /см., напр., 11 /. Наблюдаемые отклонения эффективности от константы не превышают 5% для центральной части детектора длиной 10 см.

6. НЕКОТОРЫЕ ПРИМЕНЕНИЯ

На дифрактометре с ПЧД проводились исследования доменной структуры, возникающей при переходе некоторых сегнетоэлектриков в низкосимметричную фазу. Особенностью этих исследований /12/ является необходимость измерения двумерных сечений узлов обратной решетки кристалла, которые в общем случае занимают значительную площадь. На рис. 8 приведен аппаратный спектр, измеренный при дифракции нейтронов на монокристалле KD_2PO_4 (DKDP) при разбиении МЗУ на 64 позиционные группы по 64 временных канала в каждой. Видно, что отражение 440 DKDP состоит из двух разделенных по углу рассеяния компонент, каждая из которых разделена еще и по времени пролета. Перевод полученных данных в обратное пространство позволяет наглядно видеть расщепление этого узла обратной решетки на 4 компоненты /рис. 9/. В данном случае применение ПЧД позволило нам провести эксперимент в 20 раз быстрее, чем с обычным детектором, и примерно в 1000 раз быстрее, чем при возможной постановке аналогичных исследований на дифрактометре с монохроматическим пучком нейтронов и обычным детектором.

7. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Дифрактометр по времени пролета, оборудованный позиционно-чувствительным детектором сравнительно небольших размеров, позволяет существенно сократить время и улучшить качество дифракционных экспериментов. Особенно это относится к исследованиям, в которых измеряется интенсивность рассеянных нейтронов в протяженных областях обратного пространства. К таким экспериментам относятся изучение дифракции на поликристаллах и аморф-

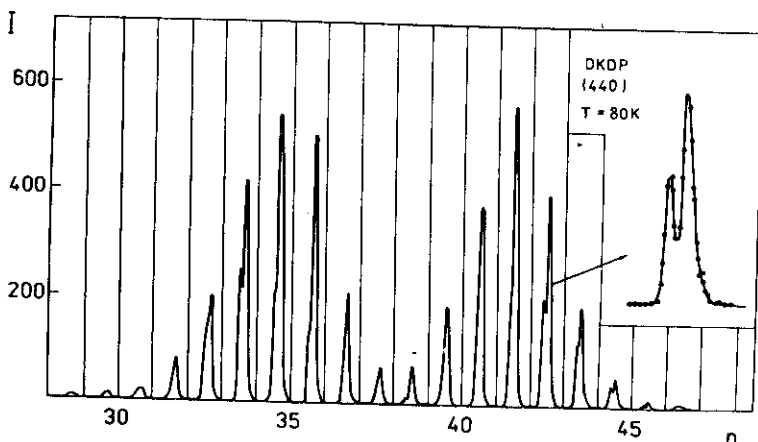


Рис.8. Аппаратурный спектр при дифракции нейтронов на кристалле KD_2PO_4 . $T = 80$ К. Угловая ширина позиционной группы - 10 мин. Каждая группа содержит 64 временных канала.

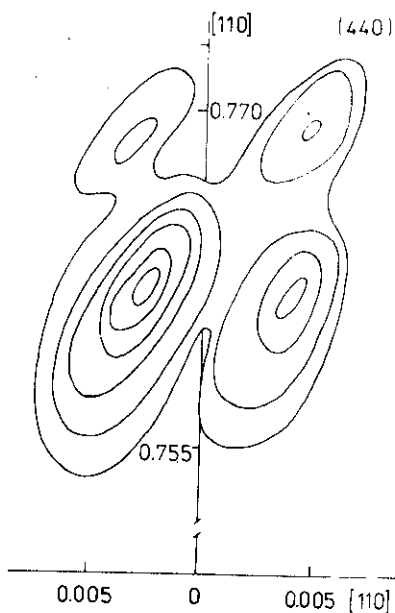


Рис.9. Сечение узла 440 обратной решетки KD_2PO_4 , полученное на основе данных, приведенных на рис.8.

ных веществах, на кристаллах с доменной структурой, в том числе текстурах, изучение профиля дифракционного пика, структурные исследования кристаллов с большими (> 20 Å) размерами элементарной ячейки и т.д. Предложенный способ регистрации двумерных спектров и разработанная электроника показали свою работоспособность и при исследовании доменной структуры KD_2PO_4 позволили увеличить скорость эксперимента в 20 раз.

ЛИТЕРАТУРА

1. Хейкер Д.М. Кристаллография, 1978, 23, с.1288-1302.
2. Meardon B.H., Salter D.C. RHEL/R, 1972, p.262.

3. Деме Ш., Пепельшев Ю.Н. ПТЭ, 1973, 2, с.7-15.
4. Hendricks R.W. Trans.Amer.Cryst.Assoc., 1976, 12, p.103-146.
5. Eder O.J., Kunsch B., Westphal G.P. Nucl.Instr. and Meth., 1977, 141, p.533-538.
6. Borkowski C.J., Kopp M.K. Rev.Sci.Instr., 1966, 39, p.1515.
7. Kulman W.R. et al. Nucl.Instr. and Meth., 1966, 40, p.118-120.
8. Fischer B.E. Nucl.Instr. and Meth., 1977, 141, p.173-181.
9. Ананьев Б.Н. и др. ПТЭ, 1979, 2, с.55-57; ОИЯИ, 13-11113, Дубна, 1977.
10. Соловьев Г.Н. Арифметические устройства ЭВМ. "Энергия", М., 1978.
11. Bartunik H.D., Jakobe V. RCN-234. Proc. of the Neutron Diffraction Conference, Petten, 1975.
12. Balagurov A.M. et al. phys.stat.sol.(a), 1979, 51, p.367-374.

Рукопись поступила в издательский отдел
25 июня 1980 года.