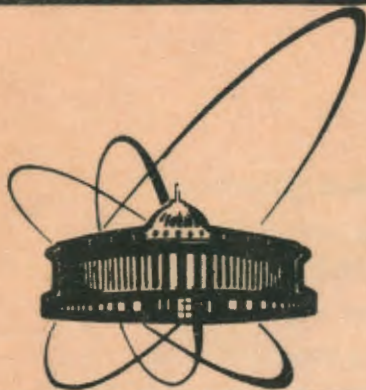


89-517



СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА

A 64

P13-89-517

Б.Н.Ананьев, А.В.Андросов, Г.А.Вареник,
Б.И.Воронов, Д.Георгиев, Г.Ф.Жиронкин,
В.Н.Замрий, Ким Чир Сен, С.Кубиак,
В.М.Назаров, С.Низиол, В.В.Нитц, А.Б.Роганов,
А.П.Сиротин, В.Г.Тишин, В.К.Широков,
В.В.Щетинкина, А.А.Яковлев

ДИФРАКТОМЕТР ДЛЯ НЕЙТРОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
С ИМПУЛЬСНЫМ МАГНИТНЫМ ПОЛЕМ НА ИБР-2

1989

Дифрактометр НД-3 входит в состав спектрометра СНИМ-2, который предназначен для изучения структуры фазовых состояний, индуцированных импульсным магнитным полем, и кинетики магнитных фазовых переходов в монокристаллических образцах.

В техническом отношении прототипом НД-3 является нейтронный спектрометр, используемый для решения аналогичных задач на реакторе ИБР-30 [1]. В данной работе представлено описание НД-3 и его основные характеристики.

1. Формирование первичного пучка нейтронов

НД-3 расположен на шестом канале реактора ИБР-2 на расстоянии 30м от активной зоны. Используется гребенчатый водяной замедлитель [2], помещенный около активной зоны, и один из двух зеркальных нейтронородов (ЗН), установленных на канале.

Нейтронород, изготовленный из стекла с никелевым покрытием внутренних поверхностей [3], составлен из прямолинейных секций длиной 0,75м с внутренним сечением 15х170мм. Начало ЗН - на расстоянии 3,5м от поверхности замедлителя, его конец - на расстоянии 0,45м от центра НД-3. Радиус искривления ЗН около 2000м. На время работы он заполняется аргоном. Плотность потока нейтронов на выходе ЗН около $4 \cdot 10^6$ н/см²с.

На рис.1 показан спектр первичного пучка нейтронов, полученный измерением некогерентного рассеяния на ванадии и дифракционного рассеяния на поликристалле $Fe(CN)_6K_3$ (для длинноволновой части спектра). Граничная длина волны спектра нейтронов около 0,85Å, при этом возможна работа в диапазоне длин волн, по крайней мере, до 15Å.

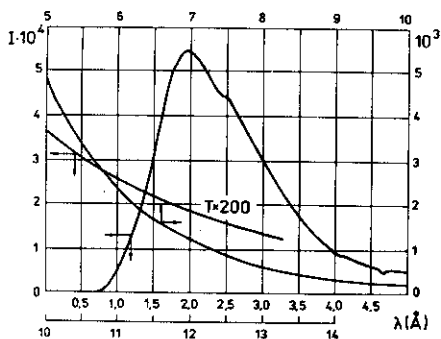


Рис. I. Спектр первичного пучка нейтронов (на выходе ЗН).

2. Механическая система НЦ-3

Дифрактометр (см. рис. 2), в состав которого входит часть основных узлов спектрометра ВКСН-300 [4], содержит центральный стол, два больших плеча, которые могут поворачиваться вокруг центральной оси, и два малых плеча с осями вращения, проходящими через центры столиков, которые расположены на больших плечах. На малых плечах размещены в защите детекторы нейтронов. Расстояние между центральной осью и боковыми осями вращения равно 1,6 м, между боковыми осями и поверхностью детекторов — 0,55 м. Большие плечи можно устанавливать под любым углом относительно первичного пучка нейтронов в диапазоне $0 + 170^\circ$. Малые плечи с детекторами допускают повороты в диапазоне $\pm 90^\circ$.

Дифрактометр содержит трёхосевой гониометр ГКС-100 с диапазонами вращения $\pm 180^\circ$ относительно вертикальной оси и $\pm 25^\circ$ относительно двух горизонтальных осей и два двухосевых гониометра ГК-40 с диапазонами вращения $\pm 20^\circ$ относительно горизонтальных осей. ГКС-100 предназначен для установки на

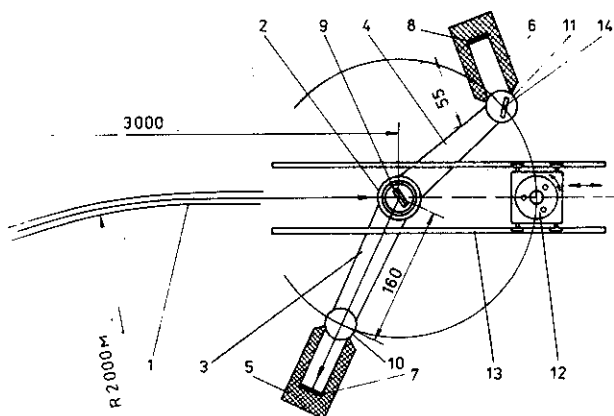


Рис.2. Схема дифрактометра: I - зеркальный нейтронпровод; 2 - центральный стол; 3,4 - большие плечи; 5,6 - малые плечи; 7,8 - детекторы нейтронов; 9 - образец с импульсным магнитом; 10,11 - боковые столики; 12 - гелиевый криостат с механизмом точного поворота вокруг вертикальной оси; 13 - рельсы для тележки гелиевого криостата; 14 - кристалл-монохроматор.

центральный стол, гониометры ГК-40 с кристаллическими монохроматорами могут быть помещены на боковые столики (на оси вращения малых плеч).

На рельсах, размещенных над дифрактометром параллельно первичному пучку, находится тележка с гелиевым криостатом и механизмом точного поворота криостата вокруг вертикальной оси. Криостат с помещенным в него образцом можно опускать в два рабочих состояния: в центр дифрактометра или на оси одного из малых плеч, устанавливая при этом соответствующее большое плечо в нулевое положение.

При работе с азотным криостатом используется специальный стол с устройством для крепления импульсного магнита и механизмом точного поворота криостата с образцом вокруг вертикальной оси.

Импульсный магнит представляет собой двухсекционную катушку с диэлектрическим зазором между секциями, в котором имеются каналы для нейтронных пучков и для ввода в магнит конца криостата с образцом. Магнит можно устанавливать на центральный стол НД-3 или на боковой столик, расположенный в этом случае на оси первичного пучка. Допускается установка магнита с вертикальным или с горизонтальным направлением магнитного поля.

Механизмы поворота больших плеч, гелиевого и азотного криостатов и ГКС-100 снабжены шаговыми двигателями типа *FDS/A51* и ДШИ-200-3-1. При этом большие плечи и механизм гелиевого криостата имеют датчики углового положения. Этим обеспечивается дистанционное управление угловыми положениями соответствующих устройств, а также автоматическая, по заданной программе, ориентация монокристалла по интенсивности дифракционного рассеяния и автоматическое измерение зависимости интенсивности дифракционных пиков от угла Брегга. Точность угловых положений по всем осям вращения находится в пределах $5 \cdot 10^{-4}$ рад.

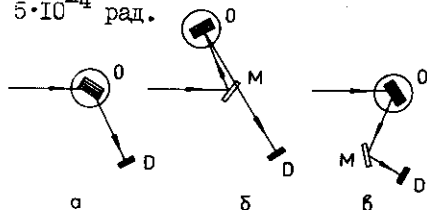


Рис.3. Возможные геометрии экспериментов на НД-3. О - монокристаллический образец, Д - детектор, М - монохроматор.

На рис.3 показаны возможные геометрии измерений на НД-3. В случае горизонтального направления магнитного поля конструкция магнита допускает углы рассеяния 2θ на образце в диапазонах: $165^\circ + 180^\circ$, $80^\circ + 100^\circ$. Для вертикального направления магнитного поля угол рассеяния определяется каналом в импульсном магните и может быть любым в пределах $0 + 180^\circ$.

3. Криогенная система

Гелиевый и азотный криостаты должны обеспечивать получение заданной температуры на монокристалле, вводимом в узкий (диаметром $15 + 17$ мм) канал импульсного магнита. Не допускается использование металла для нижних частей криостата, необходимо обеспечить хорошее пропускание нейтронов через стенки контейнера, окружающего образец.

Верхние части криостатов традиционны по конструкции: азотный сосуд и сочетание гелиевого сосуда с азотным для соответствующих криостатов, а также внешние кожухи изготовлены из нержавеющей стали. Гелиевый сосуд окружен медным экраном.

Нижняя часть гелиевого криостата представлена на рис.4. Монокристаллический образец приклеивается к концу тепловода — стержня диаметром 7мм, длиной около 100мм, изготовленного из алунда (Al_2O_3). Тепловод при помощи металлического штуцера крепится к концу патрубка, соединенного с объемом гелиевого сосуда. На нижнем конце тепловода находится нагреватель — несколько витков нихромового провода (сопротивление около 10 Ом). Теплоизоляция тепловода обеспечивается стеклотканью и металлизированным лавсаном общей толщиной около 0,1см. Измерение температуры образца осуществляется термопарами медь-константан

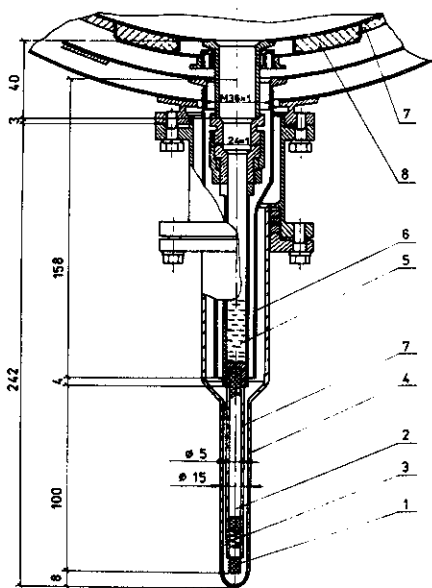


Рис.4. Нижняя часть криостата с монокристаллическим образцом: 1 - монокристаллы, 2 - алундовый тепловод, 3 - нагреватель, 4 - контейнер из безборного стекла, 5 - жидкий гелий, 6 - медный экран, 7 - теплоизоляция, 8 - активированный уголь.

при $T > 80\text{K}$ и монокристаллическим термосопротивлением для более низких температур. Образец с тепловодом окружены колбой из безборного стекла, герметически соединенной с металлическим кожухом криостата.

Минимальная температура образца в гелиевом криостате около 20K . Разность температур между верхним и нижним концами образца при его высоте $l_{\text{см}}$ не превышает 1K .

Нижняя часть азотного криостата устроена аналогичным образом.

4. Детекторы нейтронов

Дифрактометр снабжен двумя газонаполненными нейтронными детекторами ДМН-92/20, что позволяет, при необходимости, регистрировать рассеяние одновременно от двух кристаллогра-

фических плоскостей. Рабочий объем детектора ДМН – цилиндр диаметром 9,2см и толщиной 2см (в рабочем положении ось цилиндра параллельна пучку регистрируемых нейтронов). Анодом служат семь нитей толщиной 50мкм, натянутых параллельно друг другу в средней плоскости газового объема. Состав газовой смеси: ${}^3\text{He}$ – 500кПа, Ar – 200кПа, CO_2 – 4кПа. Напряжение равно 2,5кВ. Эффективность регистрации нейтронов с длиной волны 2\AA около 90%.

На одно из плеч дифрактометра может быть помещена нейтронная камера, которая позволит, кроме временной зависимости, определять угловое распределение рассеянных нейтронов в угловом диапазоне $4,5^\circ$ с угловым разрешением $3 \cdot 10^{-3}$ рад.

Мониторирование первичного пучка производится низкоэффективным газовым счётчиком, установленным в разрыве ЗН.

5. Электронная аппаратура

Тракты регистрации детекторных импульсов состоят из предусилителей (коэффициент усиления около 400), размещенных в корпусах детекторов, восьмиканального усилителя – формирователя УФ-8, программируемого временного кодировщика ВКП-4 [5] и буферного запоминающего устройства ОЗУ16Кх16бит [6]. Эффективное мертвое время при регистрации нейтронов около 3мкс.

Блок – схема электронной системы спектрометра СНИМ-2 представлена на рис.5. Вся система подключена к микро – ЭВМ типа MIRA – 60 через крейт-контроллер КК. После накопления в ОЗУ спектрометрическая информация записывается на гибкие магнитные диски.

Блок управления БУЩ-3, выполненный на основе микропроцессора К1801ВМ1Б, обеспечивает управление всеми подвижными

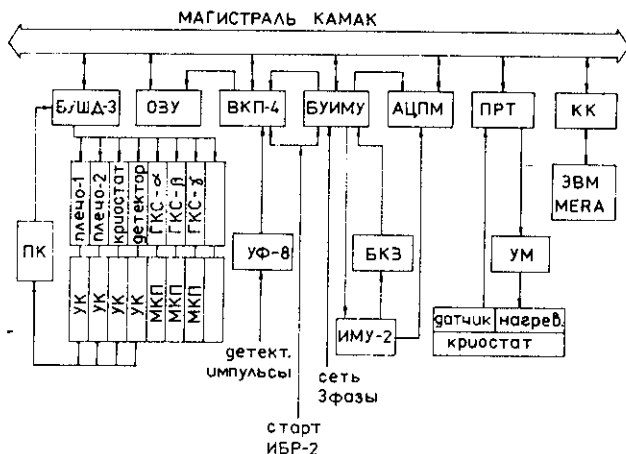


Рис.5. Блок-схема электронной системы спектрометра СММ-2.

Б.у.д.-3 - блок управления шаговыми двигателями,
 ПРТ - программируемый регулятор температуры,
 ВКП-4 - временной кодировщик, ОЗУ - оперативное запо-
 минающее устройство, БУИМУ - блок управления магнит-
 ной установки, АЦПМ - блок измерения формы импульсов
 магнитного поля, КК - кредит-контроллер, УМ - усилитель
 мощности нагревателя образца, Б.к.з. - блок контроля и
 защиты магнитной установки, У.к. - угловой конвертер,
 МКП - микронереклопачатель, ПК - преобразователь кода.

частями дифрактометра. Автоматический контроль текущих
 положений осуществляется конвертерами-оптическими преобразова-
 телями угла, а для гониометра ГКС-100 и механизма поворота
 азотного криостата - программно, пересчетом выполненных шагов
 двигателей. Кроме того, для координации по каждой оси предназ-
 начены концевые выключатели, играющие роль датчиков исходных

положений. Действие конвертера основано на прохождении света на фотодиоды через окна двух оптических кодовых дисков, которые механически связаны между собой (редукция 1:10) и с соответствующим поворотным устройством. Все конвертеры соединены с блоком ПК, в котором сигналы с фотодиодов преобразуются в двоично-десятичный код. В таком виде информация об угловых положениях поступает в БУЩД-3, а также в блок визуальной индикации, где представляется на цифровом табло. В первом диске содержится 1000 окон, во втором - 10. Таким образом, всему измеряемому конвертером угловому диапазону соответствуют 10000 различных положений. Во всех случаях использования конвертеров (два плеча, повороты детектора и гелиевого кристата) это соответствует повороту на 360° , т.е. дискретность измерения угла равна $2,16'$.

Программируемый регулятор температуры ПРТ также, аналогично БУЩД-3, содержит микропроцессор К1801ВМ1Б и основан на сопряжении шины КАМАК с шиной 0. Усилитель мощности (УМ) обеспечивает работу нагревателя образца с мощностью до 10Вт. Температура стабилизируется с точностью 1%.

6. Характеристики НД-3

На рис.6 показаны распределения интенсивности для различных длин волн нейтронов по сечению первичного пучка в горизонтальном направлении в центре дифрактометра, полученные с помощью детектора с входной щелью шириной 1 мм.

Угловые распределения первичного пучка в вертикальной плоскости, показанные на рис.7, получены с помощью монокристалла $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, имеющего размеры около 2мм, мозаичность около

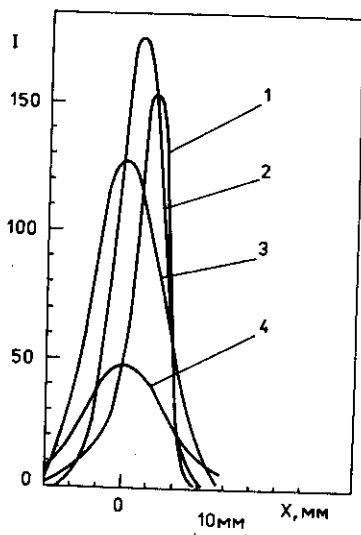


Рис.6. Распределение интенсивности нейтронов по сечению первичного пучка:
 1 - I для $\lambda = 0,85 \div 1,0 \text{ \AA}$,
 2 - $1,5 \cdot 10^{-3}$ для $\lambda = 2 \div 3 \text{ \AA}$,
 3 - $1,2 \cdot 10^{-2}$ для $\lambda = 5 \div 6 \text{ \AA}$,
 4 - $1,2 \cdot 10^{-2}$ для $\lambda = 7 \div 8 \text{ \AA}$.

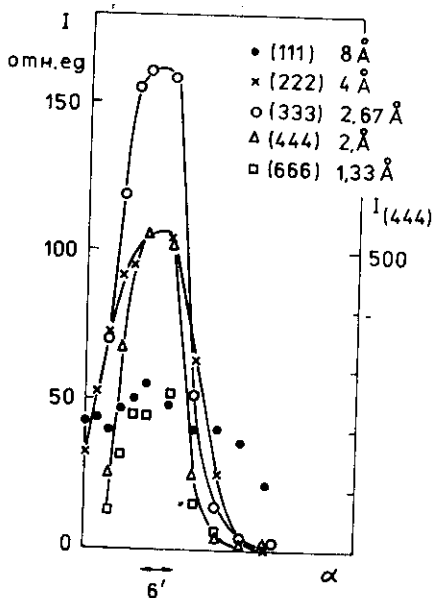


Рис.7. Угловые распределения первичного пучка в вертикальной плоскости для нескольких значений длины волны нейтронов.

4 угл.мин., установленного на ГКС-100 в центре НД-3. При этом детектор, установленный под углом 120° к первичному пучку, был задиафрагмирован горизонтальной щелью в кадмии шириной 3мм. Образец вращался вокруг горизонтальной оси, проходящей через отражающую плоскость. Угол α поворота вокруг этой оси связан с изменением направления α_0 первичного пучка в вертикальной плоскости соотношением $\alpha_0 = \alpha \cdot \sin \theta$ (θ - угол Брэгга). Ширина углового распределения по α_0 (рис.7) обусловлена, главным образом, вертикальным размером

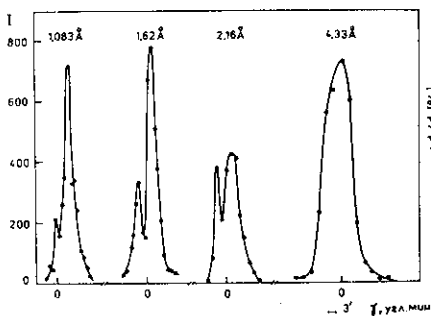


Рис.8. Угловые распределения первичного пучка в горизонтальной плоскости (соотношение между направлением первичного пучка γ_0 и углом γ : $\gamma_0 = \gamma/2$).

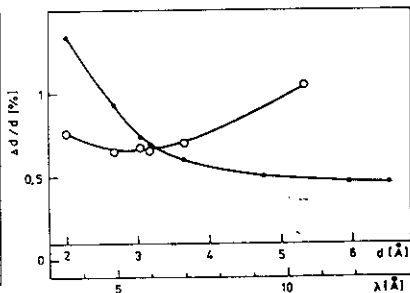


Рис.9. Зависимость разрешающей способности НД-3 от длины волны. Для сравнения представлена аналогичная зависимость (o) от межплоскостного расстояния d для $\text{Cu}_{0,1}\text{Zn}_{0,9}\text{O}_{2,5}\text{Se}_4$, полученная на реакторе SILOE (Гренобль).

видимой части замедлителя, а резкое увеличение ширины распределения при увеличении длины волны нейтронов связано с тем, что угол падения нейтронов на горизонтальные плоскости Zn становится при этом меньше критического угла полного отражения.

Угловые распределения в горизонтальной плоскости, показанные на рис.8, получены аналогичным образом, но с вертикальным положением диафрагмы на детекторе и вращением монокристалла вокруг вертикальной оси γ . Полученные распределения, в основном, согласуются с критическими углами полного отражения от поверхности никеля для соответствующих длин волн. Раздвоение распределений на величину около 5° связано с особенностями зеркального нейтронвода.

На рис.9 представлена зависимость разрешающей способности $\Delta d/d$ дифрактометра от длины волны нейтронов, полученная дифракцией от поликристаллов $\text{Cu}_{0,1}\text{Zn}_{0,9}\text{Cr}_2\text{Se}_4$ и $\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_3$ при $\theta_0 = 70^\circ$. При этом детектор был задиафрагмирован вертикальной щелью шириной 5мм и использовалось соотношение $\Delta d/d = \Delta T/T$ (T - время пролета нейтронов, ΔT - ширина на половине высоты соответствующего пика). Для сравнения показана разрешающая способность, полученная с $\text{Cu}_{0,1}\text{Zn}_{0,9}\text{Cr}_2\text{Se}_4$ на спектрометре БАНАН (реактор SILOE, Гренобль). Следует, однако, заметить, что нейтроноструктурные исследования с поликристаллическими образцами на НД-3 связаны с существенным ограничением размеров образца из-за малой ширины первичного пучка нейтронов и неоднородности его спектра (рис.6).

Импульсы магнитного поля, получаемые на импульсной магнитной установке, имеют форму, близкую к форме полупериода синусоиды. Длительность импульса $T_n/2$ обычно близка к 1000мкс, т.е. сравнима с шириной дифракционных пиков. Поэтому принципиальное значение имеет временное разрешение дифрактометра, определяющее в конечном счете разрешение по величине магнитного поля. Временное разрешение связано с неопределенностью при переносе нейтронами информации о состоянии монокристаллического образца к детектору и может быть выражено в виде

$$\Delta t = 253 \cdot \lambda_0 \sqrt{\left(L_2 \frac{\Delta \theta_k}{\text{tg} \theta_0}\right)^2 + (\Delta L_2)^2}.$$

Здесь L_2 - расстояние от образца до детектора [м],

λ_0 - длина волны [Å], $\Delta \theta_k$ - неопределенность в величине угла Брэгга, связанная с мозаичностью образца или с коллимацией пучков, ΔL_2 - неопределенность пролётного

расстояния, связанная с размерами образца и с толщиной рабочего объема детектора. В настоящее время, как следует из приведенных параметров дифрактометра, величина Δt определяется, главным образом, вторым членом, обусловленным размерами детектора (диафрагмированием детектора первый член может быть уменьшен до величины, по крайней мере на порядок меньшей, чем второй).

Для синусоидальных импульсов магнитного поля с амплитудой H_0 относительное разрешение равно

$$\frac{\Delta H}{H_0} = \frac{2\pi}{T_H} \cdot \Delta t \left| \cos 2\pi \frac{t}{T_H} \right|.$$

Например, при $\lambda_0 = 2\text{Å}$ величина $\Delta t \approx 5$ мкс (эффективное значение $\Delta L_2 \approx 0,01\text{м}$) и тогда величина $\Delta H/H_0$ имеет максимальное значение, равное $\sim 2\%$ (при $t = 0$ или $T_H/2$), уменьшаясь до значений, определяемых другими факторами (например, неоднородность магнитного поля, нестабильности) в области максимума импульса поля (сейчас практически не больше 1%).

Кроме исследований изменения магнитной структуры, установка позволяет проводить изучение динамических свойств магнитной системы в магнитном поле по неупругому когерентному рассеянию — в соответствии с геометрией, показанной на рис.3в. При этом направление первичного пучка должно совпадать с выбранным направлением (угол γ) квазиимпульса q магнтона (см.рис.10), а угол рассеяния ν на образце и импульс вторичных нейтронов P_2 , определяемый рассеянием на монохроматоре, должны быть связаны соотношением $P_2 = \tau \cdot \sin \gamma / \sin \nu$.

Переданная энергия и, следовательно, величины квазиимпульса и энергий магнона определяются положением на нейтронограмме соответствующего магнонного пика. Импульс магнитного поля необходимо синхронизировать с этим пиком.

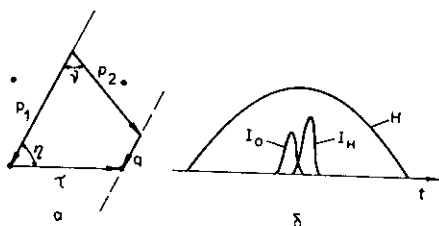


Рис.10. а - Диаграмма измерения неупругого когерентного рассеяния с заданным направлением квазиимпульса q .
 б - Смещение магнитного пика при действии магнитного поля.

7. Заключение

Значительно более мощный импульсный реактор и использование зеркального нейтронвода позволили получить поток нейтронов в центре дифрактометра при $\lambda > 0,85 \text{ \AA}$ приблизительно в 10^2 раз больше, чем на ИБР-30. В области холодных нейтронов выигрыш ещё более значительный. Если при работе на ИБР-30 постоянно сказывался дефицит нейтронов, то на новом дифрактометре содержательная нейтронограмма, например с магнитным полем до 120 кЭ, получается за 10-15 мин. Существенное развитие радиоэлектронного оборудования обеспечивает качественный скачок в автоматизации измерений

и в обработке спектрометрической информации. Значительно расширены криогенные возможности спектрометра, а также автоматизация подготовительных процедур, выполняемых с образцом: ориентация монокристалла, смена отражающих плоскостей, измерение температурной зависимости интенсивности отражений. В некоторых случаях существенное значение имеет возможность одновременного измерения двумя детекторами рассеяния от двух кристаллографических плоскостей, в частности, при изучении переходных процессов в образце. Возможно, в дальнейшем будут проводиться измерения неупругого когерентного рассеяния нейтронов с импульсным магнитным полем.

Авторы благодарят сотрудников Лаборатории нейтронной физики за участие в создании дифрактометра, подготовке различного оборудования и многочисленные полезные обсуждения.

Литература

1. Андросов А.В. и др. ОИЯИ, Р13-11559, Дубна, 1978.
2. Гундорин Н.А., Назаров В.М. ОИЯИ, Р3-80-721, Дубна, 1980.
3. Корнилов В.В., Назаров В.М., Сысоев В.П., Шамчук В.П.
Материалы 5-й Всесоюзной конференции по нейтронной физике, часть 4, Киев, ИЯФ АН УССР, 1980 г., стр.158;
Корнилов В.В. и др. ОИЯИ, Р13-80-496, Дубна, 1980.
4. Maliszewski E., Nietz V., Sosnowska I., Sosnowski J.
IAEA Symposium on Inelastic Scattering of Neutrons in

Solids and Liquids, Copenhagen (Denmark), 20-24 may 1968,
SM-104/131.

5. Барабаш И.П. и др. ОИЯИ, IO-84-I58, Дубна, 1984.
6. Ермаков В.А. и др. ОИЯИ, IO-83-I94, Дубна, 1983.

Рукопись поступила в издательский отдел
7 июля 1989 года.