

УДК 539.1.07

ДИЗАЙН МОНОКРИСТАЛЬНОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ РЕАКТОРА ПИК

© 2019 г. А. А. Быков¹ *, О. П. Смирнов¹

¹Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова НИЦ “КИ”,
188300 Гатчина, Ленинградская область, Россия

*E-mail: redi87@bk.ru

Поступила в редакцию 25.11.2018 г.

После доработки 17.01.2019 г.

Принята к публикации 19.01.2019 г.

Предложена схема расположения четырехкружного дифрактометра на пучке тепловых нейтронов из канала ГЭК-9 реактора ПИК. Расчеты проводились с использованием аналитического и численного подходов. Оптимизировались параметры установки: разрешение, размеры фокусирующего монохроматора и его кривизна по вертикали и горизонтали, эффективность фильтров, плотность потока монохроматических нейтронов на образце, при которой достигается максимальная интенсивность в детекторе. Показано, что интенсивность пучка в позиции детектора является более важным параметром, чем интенсивность в позиции образца при оптимизации прибора. Полученные характеристики прибора позволят проводить исследование атомной и магнитной структуры широкого класса кристаллов.

Ключевые слова: дифракция, нейтронные инструменты, разрешение, mcstas.

DOI: 10.1134/S0207352819100081

ВВЕДЕНИЕ

Для понимания физических свойств кристаллов необходимо знать их атомную и магнитную структуры, а также изменение структуры при фазовых переходах, которое может сопровождаться двойникованием кристалла, возникновением в нем нескольких фаз и т.д. С этой целью используют дифракционные методы. Мощным методом в исследовании кристаллической структуры является рентгеновская дифракция. В сравнении с рентгеновской, нейтронная дифракция имеет ряд преимуществ. Амплитуда рассеяния для нейтронов не зависит регулярным образом от номера атома в периодической таблице, т.е. легкие атомы (например, водород) хорошо “видны” в кристаллической решетке из тяжелых атомов. Дифракция нейтронов является практически единственным прямым методом определения магнитной структуры кристаллов. Нейтроны имеют высокую проникающую способность, за исключением материалов, содержащих достаточное количество лишь нескольких изотопов с большим сечением поглощения [1].

В настоящее время предполагается, что к выходу реактора ПИК на проектную мощность пучки тепловых нейтронов можно будет получать из двух каналов ГЭК-9 и ГЭК-10. Размещение четы-

рехкружного дифрактометра планируется на пучке из канала ГЭК-9 [2].

Из опыта создания подобных дифрактометров в нейтронных исследовательских центрах [3–5] следует, что для достижения высокого инструментального разрешения нужны нейтроны с большой длиной волны, а для исследования большей области обратной решетки кристалла требуются нейтроны с как можно меньшей длиной волны. Чисто технически, получить монохроматические нейтроны с любой длиной волны λ , например, в диапазоне от 0.7 до 2.5 Å не сложно поворотом монохроматора. Однако их использованию препятствует то обстоятельство, что от монохроматора отражаются и нейтроны с длиной волны λ/n . Для подавления вклада высших порядков, т.е. λ/n , используют фильтры, которые мало поглощают (или выводят из пучка) нейтроны с основной длиной волны λ и существенно — с λ/n . Это важно при измерении интенсивности слабых дифракционных пиков. Хорошо известно, что выбор материалов, из которых изготавливаются фильтры для пучков тепловых нейтронов, и материалов, используемых в процессе получения монохроматоров, ограничен.

Разрешение прибора определяется не только выбором длины волны, но и устройствами, формирующими нейтронный пучок, а именно моно-

хроматором и коллиматорами [6]. От выбора параметров этих устройств, мозаичности монохроматора (а также его размеров и радиусов кривизны, если он фокусирующий) и расходимости коллиматоров зависит светосила прибора.

Для достижения успеха в конкретном исследовании, которое планируется провести на дифрактометре, необходимо найти компромисс между разрешением и светосилой. Оптимизацию ограничивают условия размещения дифрактометра, т.е. размеры радиационной защиты его монохроматора, геометрия зала и прибора, габаритов соседних установок и т.п.

Цель данной работы состоит в том, чтобы, определить физические параметры прибора для получения пучка нейтронов с желаемыми свойствами. Это позволит проводить на дифрактометре исследование атомной и магнитной структуры широкого класса кристаллов.

Для оптимизации параметров дифрактометра были использованы методы аналитического расчета и численного моделирования. Полвека назад, на ранних этапах развития дифракционной техники, например, в работах [6, 7] аналитический расчет разрешения и светосилы проводился для простых схем монокристалльных дифрактометров. Тем не менее, основные результаты анализа зависимости разрешения и светосилы прибора от расходимости коллиматоров и мозаичности монохроматора в целом справедливы и для современных приборов. Достижения в области экспериментальной техники нейтрон-дифракционного эксперимента, такие как монохроматоры с фокусировкой пучка по вертикали (и горизонтально), нейтронотводы (в том числе поляризующие) со сложной геометрией зеркал, устройства для создания псевдофокуса нейтронного источника, существенно расширили возможности приборов. С целью учесть в расчетах эти новые возможности и не ограничиваться упрощениями, принятыми в аналитических расчетах, были разработаны методы численного моделирования, например [8, 9]. Мы использовали оба метода (аналитический расчет и численное моделирование) при оптимизации параметров монокристалльного дифрактометра DC-1.

ОБЩАЯ КОНЦЕПЦИЯ ПРИБОРА

При размещении дифрактометра на пучке тепловых нейтронов из канала ГЭК-9 необходимо учитывать пространственные ограничения, обусловленные размерами радиационной защиты его монохроматора, а также геометрией и габаритами соседних установок. В принципе, пучок тепловых нейтронов можно получить и из других каналов реактора ПИК [9], но размещать дифрактометр там менее целесообразно. ГЭК-1 является

радиальным каналом, т.е. “смотрит” в центр активной зоны. Как следствие, для подавления мощного фона от разных видов излучения из ГЭК-1, необходимо изготовить длинный нейтронотвод и таким образом вынести прибор далеко за пределы главного экспериментального зала в одно из лабораторных помещений. На каналах ГЭК-2 и ГЭК-3 будет установлена нейтронотводная система для вывода нейтронов к экспериментальным установкам в нейтронотводном зале. В перспективе ГЭК-8 будет оборудован источником горячих нейтронов. В силу геометрических особенностей канала ГЭК-10, на нем всегда планировалось размещение трехосного спектрометра.

Канал ГЭК-9 имеет изменяющееся прямоугольное сечение от 60×180 мм на доньшке (то есть плоскости, которая помещена в расчетную позицию в активной зоне реактора, и на которой происходит проникновение нейтронов в канал) и до 180×180 мм на выходе канала из реактора перед шибером. По сравнению с другими каналами реактора ПИК, ГЭК-9 обладает наибольшей спектральной яркостью для тепловых нейтронов (2.1×10^{13} н/с · см² · ср) [9]. На канале планируется установка трех приборов, для этого поток разделяется на три пучка. Два из них формируются с помощью нейтронотводов, а третий (для дифрактометра DC-1) представляет собой “трубу” нужного сечения, выполненную из поглощающих нейтроны и другие виды излучения материалов, и размещенную в вакуумном коробе (рис. 1). Сечение этой “трубы” является одним из параметров для оптимизации. Излишне большое сечение приведет к увеличению фона, а излишне малое — к потере интенсивности пучка. Нейтронотводы, “труба” и монохроматор окружены радиационной защитой, толщина которой в настоящее время оценивается примерно в 1.5 м. Более точно значение толщины защиты можно получить в результате расчетов с помощью специализированной программы, позволяющей минимизировать толщину защиты благодаря использованию различных материалов, входящих в ее состав. При значении толщины защиты ~ 1.5 м угол выхода отраженного от монохроматора пучка ($2\theta_M$) невозможно сделать меньше 40° по двум причинам. Первая из них заключается в необходимости выбора фокусирующей геометрии дифрактометра, когда от монохроматора пучок отражается в одну сторону, а затем отражается от образца в противоположную сторону, как показано на рис. 1. В такой геометрии достигается более высокое разрешение. Вторая причина является следствием первой, т.е. детектор (D) с увеличением угла рассеяния на образце движется по окружности в сторону защиты, но не должен упереться в нее. Увеличению расстояния монохроматор — образец, что позволило бы уменьшать $2\theta_M$, препят-

ствуют соседние приборы, которые необходимо разместить за дифрактометром.

Чем ближе монохроматор к источнику нейтронов, т.е. к доньшку канала, тем выше интенсивность падающего на образец пучка. Расстояние от доньшка канала ГЭК-9 до коммуникаций, размещенных на внешней стенке реактора, составляет примерно 4.5 м. Это означает, что монохроматор не может располагаться ближе к доньшку, чем на ~5 м. Таким образом, минимальные базовые расстояния доньшко канала – монохроматор ($L_{BM} \sim 5$ м), монохроматор – образец ($L_{MO} \sim 4$ м) и образец – детектор ($L_{DO} \sim 1$ м) задаются габаритами реактора, толщиной радиационной защиты и размерами основных элементов установки (стол образца с гониометром и криорефрижератором, детектор).

Известно [6, 7], что наилучшее разрешение достигается при углах дифракции (2θ), близких к углу $2\theta_M$, поэтому для структурных исследований, где важно иметь хорошее разрешение в области больших 2θ , используют большие углы монохроматора. С другой стороны, с увеличением угла $2\theta_M$ уменьшается отражательная способность кристалла, т.е. прибор существенно проигрывает в интенсивности. Следовательно, для решения различных задач выгоднее использовать несколько углов $2\theta_M$ и иметь пучок нейтронов с несколькими фиксированными длинами волн. Кроме того, отражательная способность монохроматора зависит от длины волны λ примерно, как λ^2 [1], а значит, максимум спектра, умноженного на λ^2 , смещен в область больших длин волн. Это и показано на рис. 2 для теоретически рассчитанного спектра нейтронов из канала ГЭК-9. Здесь и далее экспериментальные ошибки на рисунках меньше размера символов на графиках. Выбор длин волн и углов $2\theta_M$, как уже было отмечено выше, ограничен набором фильтров и, как следствие, набором хорошо зарекомендовавших себя кристаллов-монохроматоров. Известно [10], что для монохроматора в геометрии “на отражение” светосила прибора выше, чем в геометрии “на просвет”. Кроме этого, изготовление фокусирующего монохроматора, который дает дополнительный выигрыш в интенсивности, в геометрии “на просвет” практически невозможно.

Исходя из вышеупомянутых ограничений и литературных данных для наборов монохроматор–фильтр, нами были выполнены расчеты для шести вариантов (табл. 1), которые позволяют решить широкий круг задач при проведении структурных исследований на дифрактометре DC-1. Три варианта для $2\theta_M = 94^\circ$ (табл. 1 и рис. 1) рассматриваются здесь лишь как потенциальная возможность, реализация которой зависит в основном от габаритов соседних экспериментальных

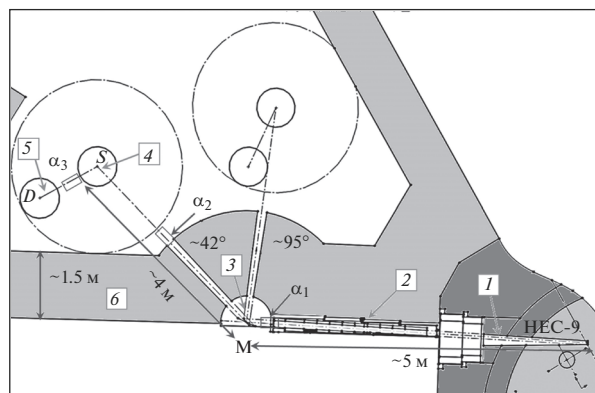


Рис. 1. Схема расположения дифрактометра DC-1 в экспериментальном зале реактора ПИК: 1 – канал ГЭК-9, 2 – вакуумный короб, 3 – монохроматор, 4 – стол образца, 5 – детектор, 6 – радиационная защита, $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ – коллиматоры.

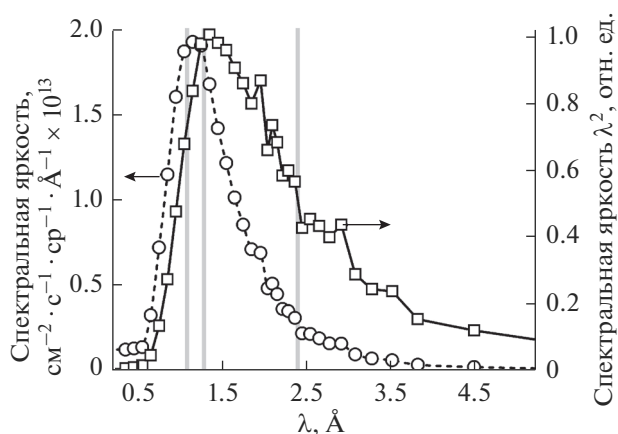


Рис. 2. Спектральная яркость доньшка канала ГЭК-9 как источника нейтронов и она же, умноженная на λ^2 . Вертикальными линиями отмечены рабочие длины волн.

установок и реальной толщины радиационной защиты.

Монохроматор из хорошо ориентированного пиролиитического графита (ПГ) обладает наибольшей отражательной способностью и используется для получения пучка нейтронов с большой длиной волны, т.е. при высокой интенсивности достигается хорошее разрешение. Вклад высших гармоник подавляется фильтром из пиролиитического графита. С помощью медного (Cu) монохроматора можно получить высокую интенсивность пучка нейтронов с короткой длиной волны ~ 0.9 Å, при этом доля гармоник $\lambda/2$ и $\lambda/3$ в пучке незначительна из-за их малости в спектре (рис. 2). С помощью плоскости отражения (113) германиевого (Ge) монохроматора предполагается получать нейтроны с $\lambda = 1.21$ Å, что соответствует мак-

Таблица 1. Выбранные для расчета варианты монохроматоров и фильтров

$2\theta_M$	Графит (002)	Cu (220)	Ge (113)
42°	2.4 Å, графит для λ/n	0.91 Å, Ег-фильтр для $\lambda/2$	1.21 Å, $\lambda/2$, запрещена, Ег-фильтр для $\lambda/3$
94°	4.9 Å, Ве-фильтр для λ/n	1.87 Å, Sm-фильтр для $\lambda/2$	2.3 Å, $\lambda/2$, запрещена, графит для $\lambda/3$

симуму кривой ($I \times \lambda^2$) на рис. 2. При этом вклад $\lambda/2$ отсутствует, поскольку отражение (226) запрещено.

АНАЛИТИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ

Численное моделирование и оптимизация параметров установки требует много времени для проведения вычислений даже на современных компьютерах. Поэтому целесообразно сначала провести аналитический расчет и получить ряд параметров, близких к их оптимальной величине, а затем уточнить в численных расчетах. Величину некоторых параметров можно оценить, исходя из базовых расстояний (L_{BM} , L_{MO} , L_{DO}). Например, естественная расходимость падающего на монохроматор пучка по горизонтали $\gamma = W_D/L_{BM} \sim 40'$, где $W_D = 60$ мм – ширина доньшка канала ГЭК-9. Это означает, что в каждую точку монохроматора нейтроны с доньшка канала прилетают в таком диапазоне углов ($\gamma \sim 40'$). Величина γ достаточно мала и близка к β_1 – мозаичности монохроматора, поэтому для первого коллиматора можно ограничиться расходимостью $\alpha_1 = 10'$ и $20'$. Использование любого из них, естественно, приведет к существенному уменьшению интенсивности. Что касается ширины пучка в том месте, где расположен монохроматор, ~ 70 мм, то она ограничивается с одной стороны линией, являющейся продолжением боковой стенки канала ГЭК-9, а с другой стороны – стенкой вакуумного кожуха, в котором находятся нейтронотводы (рис. 1). Чтобы монохроматор отражал нейтроны под углом $2\theta_M = 42^\circ$ и при этом перехватывал по горизонтали весь падающий на него пучок (70 мм), его ширина должна быть ~ 200 мм. В случае $2\theta_M = 94^\circ$ ширина монохроматора составляет ~ 100 мм. Высоту монохроматора при необходимости можно делать больше, чем высота канала ГЭК-9 (180 мм). Оптимальные размеры монохроматора по горизонтали и вертикали определяются в ходе численного моделирования, когда учитываются все факторы, в том числе мозаичность монохроматора и его кривизна, если он фокусирующий, т.е. собран из отдельных пластин. В зависимости от требований эксперимента можно изменять кривизну монохроматора по горизонтали и вертикали, т.е. менять определенным образом ориентацию каждой из пластин относительно исходной, когда монохроматор плоский, и тем самым увеличивать плотность потока нейтронов ($n/cm^2/c$) на образ-

це. В нашем случае базовые расстояния, доньшко канала – монохроматор и монохроматор – образец, отличаются незначительно, поэтому задавать кривизну более сложным способом, чем радиус окружности, на которой располагаются пластинки, нецелесообразно. Для простого случая, т.е. параллельного пучка лучей, радиус кривизны фокусирующего монохроматора может быть получен аналитически [11]. Поскольку в реальных установках падающий пучок расходящийся, то аналитическое значение необходимо уточнять при численном моделировании.

Соллеровские пленочные коллиматоры имеют большой коэффициент пропускания, поэтому именно они в основном и применяются для формирования нейтронного пучка. В дифрактометре существуют три позиции для их установки (рис. 1): 1 – между доньшком канала и монохроматором, 2 – между монохроматором и образцом, 3 – между образцом и детектором с расходимостью α_1 , α_2 , α_3 соответственно. Полученные аналитически в работе [6] выражения для светосилы L и полной ширины дифракционного пика на половине его высоты $FWHM$ можно рассматривать как систему уравнений. Если задать величины мозаичности монохроматора и образца, то из этой системы уравнений нетрудно найти расходимости коллиматоров, при которых L имеет максимум для требуемой $FWHM$ при углах дифракции $2\theta_M$ на монохроматоре и 2θ на образце. При проведении исследований могут возникать различные требования. В одних случаях нужна высокая светосила и приемлемое разрешение, а в других наоборот – хорошее разрешение и не слишком малая светосила. Для начала рассмотрим вариант, когда коллиматоры отсутствуют, т.е. расходимость пучка определяется базовыми расстояниями $L_{BM} = 5$ м, $L_{MO} = 3.9$ м, $L_{DO} = 1$ м и параметрами тракта пучка нейтронов (ширина доньшка канала – 60 мм и ширина пучка, перехваченного монохроматором – 70 мм). В этом случае естественная расходимость вдоль тракта пучка составит: $\Delta_1 \sim 40'$, $\Delta_2 \sim 60'$, а $\Delta_3 \sim \infty$, поскольку детектор регистрирует все нейтроны при брэгговском отражении от образца. На рис. 3 показана зависимость разрешения и светосилы от расходимости коллиматора α_3 для углов рассеяния $2\theta = 20^\circ$ и 65° при естественной расходимости пучка ($\Delta_1 \sim 40'$ и $\Delta_2 \sim 60'$) и типичных значениях мозаичности монохроматора ($\beta_1 = 30'$) и образца ($\beta_2 = 20'$). Такого разрешения

достаточно для проведения структурного исследования кристаллов с параметрами элементарной ячейки $\sim 20\text{--}30 \text{ \AA}$.

Аналитический расчет позволяет оптимизировать наборы коллиматоров, но с его помощью практически невозможно описать влияние фокусирующего монохроматора, который повышает светосилу, но одновременно увеличивает расходимость падающего на образец пучка. Поэтому для оптимизации параметров дифрактометра, т.е. улучшения разрешения с помощью коллиматоров в случае использования фокусирующего монохроматора, необходимо использовать численный расчет.

Теперь рассмотрим случай, когда требуется хорошее разрешение, как для измерений в режиме ω -сканирования, т.е. при повороте образца вокруг вертикальной оси, так и $\theta\text{--}2\theta$ -сканирования, т.е. вдоль прямой, проходящей через начало координат обратной решетки кристалла. Используя формулы (1) и (3), можно выразить α_3 через α_1 и α_2 и подставить α_3 в выражения (2) и (4) работы [6]). Тогда L будет зависеть только от α_1 и α_2 . На рис. 4 показана такая зависимость L для нескольких углов рассеяния 2θ при заданной величине $FWHM = 25'$ и типичных значениях мозаичности монохроматора $\beta_1 = 30'$ и образца $\beta_2 = 20'$. Из этой зависимости можно определить величину угловой расходимости коллиматоров, когда L имеет максимум, а $L = 0$ означает, что при данных α_1 и α_2 получить желаемое разрешение невозможно. Для примера в расчетах величина $FWHM$ выбрана равной $25'$ по той причине, что согласно [6] разрешение, т.е. ширина пика, не может быть менее β_2 при ω -сканировании. В случае $\theta\text{--}2\theta$ -сканирования ее можно сделать менее β_2 , но ценой значительного уменьшения светосилы.

В табл. 2 приведены оптимальные величины α_1 , α_2 и α_3 для $FWHM = 25'$ при максимальной светосиле L_{\max} для ω - и $\theta\text{--}2\theta$ -сканирования. Если $2\theta = 20^\circ$, то светосила максимальна, когда $\alpha_1 = 122'$, $\alpha_2 = 22'$, $\alpha_3 = 28'$ при ω -сканировании и $\alpha_1 = 57'$, $\alpha_2 = 67'$, $\alpha_3 = 11'$ при $\theta\text{--}2\theta$ -сканировании. Надо отметить, что максимум распределения может быть протяженным как вдоль одной оси, на-

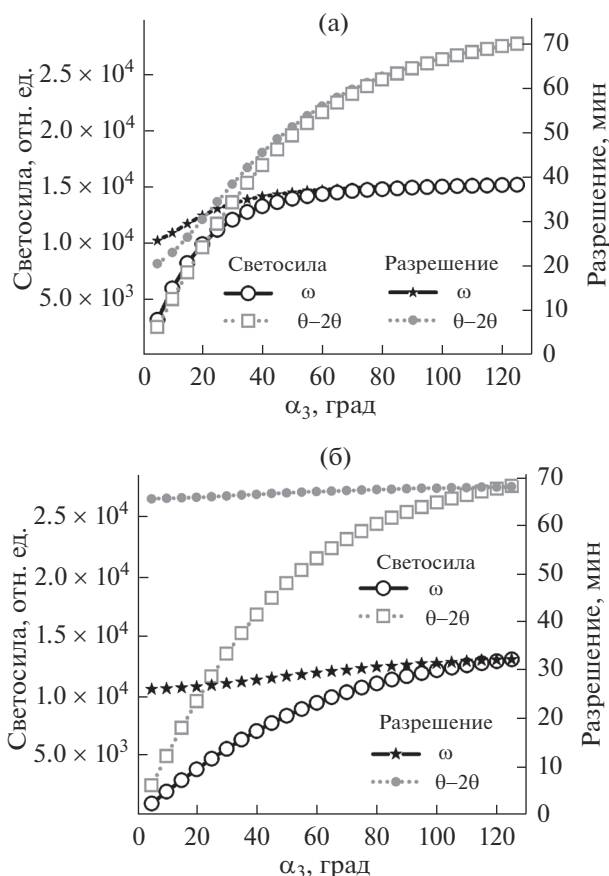


Рис. 3. Зависимость разрешения и светосилы от расходимости коллиматора α_3 (угл. мин) для углов рассеяния $2\theta = 20^\circ$ (а) и 65° (б) при естественной расходимости пучка $\Delta_1 \sim 40'$ и $\Delta_2 \sim 60'$.

пример, α_1 на рис. 4д или α_2 на рис. 4е, так и вдоль обеих, например, рис. 4г, т.е. его выбор достаточно условен, а в табл. 2 приведены расчетные значения. Для этих параметров и остальных заданных можно построить зависимость L и $FWHM$ от каждого из них, рис. 5 (а–г).

Из рис. 5 следует, что светосила и разрешение в основном определяются мозаичностью исследуемого кристалла, а на малых углах дифракции еще и величиной расходимости второго коллима-

Таблица 2. Оптимальная расходимость коллиматоров α_1 , α_2 и α_3 (в мин) для $FWHM = 25'$, при максимальной светосиле L_{\max} для ω - и $\theta\text{--}2\theta$ -сканирования

Сканирование	ω					$\theta\text{--}2\theta$						
	2θ , град		10	20	42	65	90	10	20	42	65	90
α_1 , мин	10	20	122	122	102	22	12	122	57	17	7	7
α_2 , мин	22	22	22	22	42	42	122	32	67	122	42	7
α_3 , мин	22	28	28	38	62	14	11	14	11	21	20	15
L_{\max} , отн. ед.	9090	8680	5100	4610	3430	8820	6890	5230	1690	330		

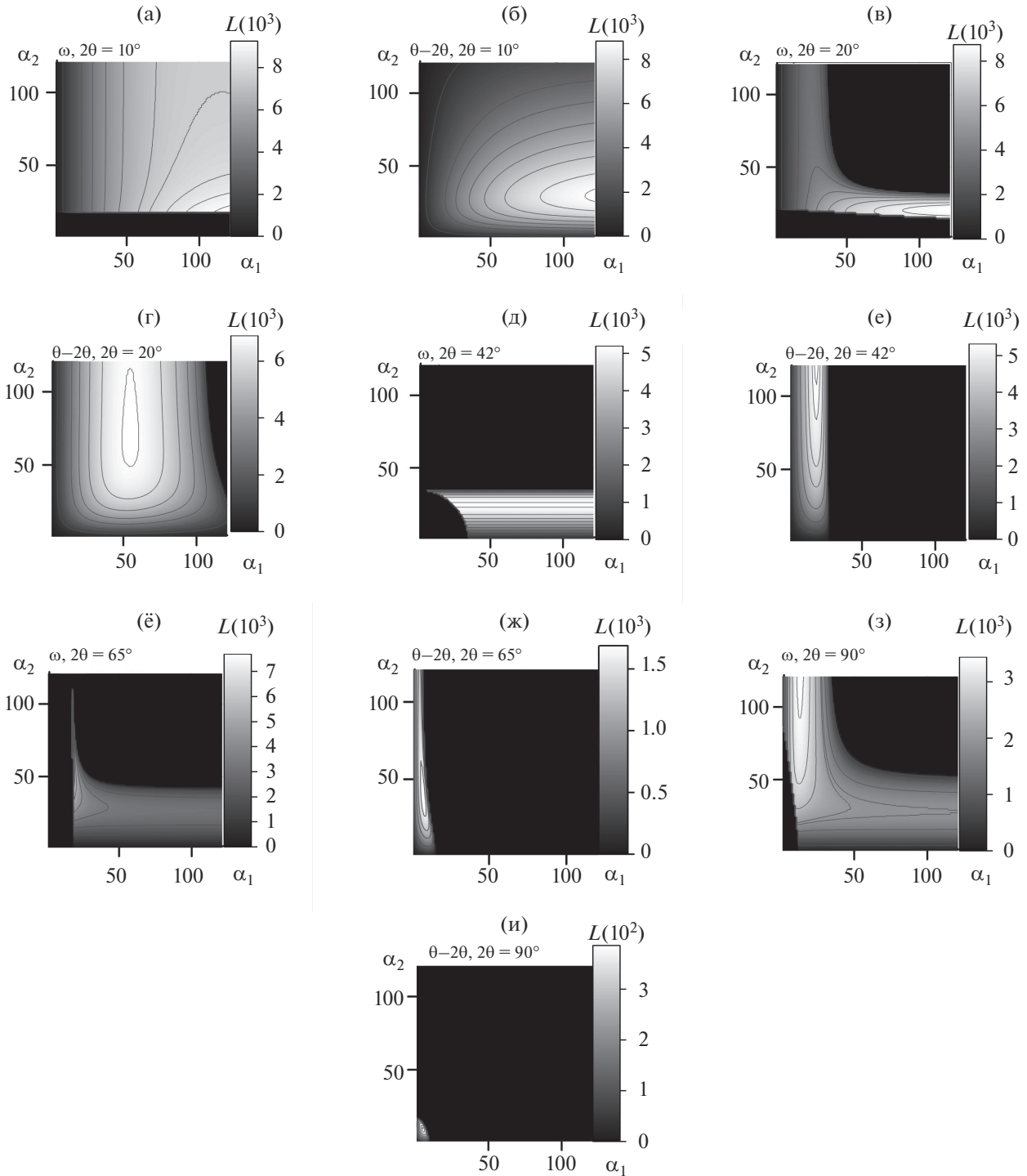


Рис. 4. Зависимость L от α_1 и α_2 (в угл. мин = \arcsin) при ω -сканировании (а, в, д, ё, з) и $\theta-2\theta$ -сканировании (б, г, е, ж, и). $L = 0$ означает, что при данных α_1 и α_2 получить желаемое разрешение невозможно.

тора пока $\alpha_2 < \Delta_2 \sim 60'$. Из рис. 4 и табл. 2 видно, что величина α_1 превосходит естественную расходимость $\Delta_1 \sim 40'$, т.е. первый коллиimator не требуется при ω -сканировании, когда $2\theta \leq 2\theta_M = 42^\circ$, и при $\theta-2\theta$ -сканировании, когда $2\theta < 20^\circ$, а разре-

шение в основном определяется расходимостью второго и третьего коллиimators. При углах $2\theta > 2\theta_M$ ситуация меняется на противоположную: основное влияние на разрешение оказывает первый коллиimator, а для $2\theta > 60^\circ$ желаемое разре-

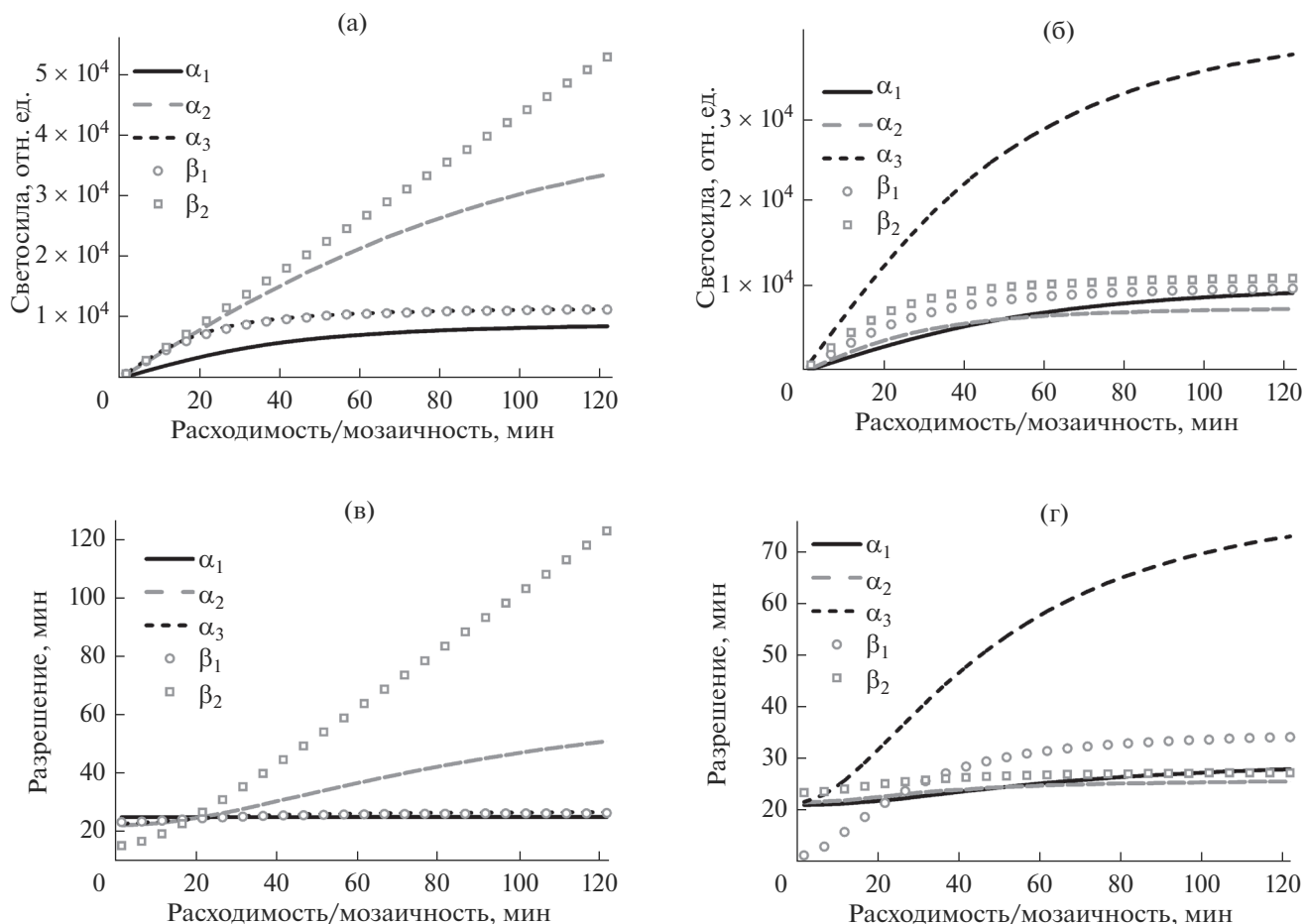


Рис. 5. Зависимость светосилы (а, б) и разрешения (в, г) от расходимости коллиматоров α_1 , α_2 и α_3 , мозаичности монокристалла β_1 и образца β_2 для ω -сканирования (а, в) $2\theta = 20^\circ$ и $\theta-2\theta$ -сканирования (б, г).

шение $FWHM = 25'$ достигается при малой расходимости всех трех коллиматоров. В итоге, после аналитической оптимизации для численных расчетов были выбраны два варианта коллимации: 1) без коллиматоров, поскольку из-за больших базовых расстояний естественная расходимость пучка невелика; 2) $\alpha_3 = 10'$, а первый и второй коллиматоры отсутствуют.

ЧИСЛЕННЫЙ РАСЧЕТ

Численный расчет проводили с помощью программного пакета Mc Stas [7, 8], основанном на методе Монте-Карло. Метаязык программирования, используемый в этом пакете, позволяет описать компоненты прибора и их геометрическое расположение относительно друг друга: доннышко канала, коллиматоры, монокристалл, образец, фильтр, детектор, и т.п. Из литературы получены отражательная способность кристаллов-монокристаллов [16, 17] и эффективности фильтров [14–16]. Одна из многих возможностей, которые реализованы в программе и делают проведение

расчетов очень удобным, заключается в том, что вдоль всего тракта нейтронного пучка от доннышка канала до детектора можно расставлять виртуальные мониторы и с их помощью контролировать параметры пучка. Эта возможность использована нами, например, при оптимизации размеров и кривизны фокусирующего монокристалла, когда с помощью виртуального монитора визуализировалось распределение нейтронов по сечению пучка. При оптимизации параметров дифрактометра было выяснено, что они заметно различаются для двух случаев: первого, когда ищется максимум плотности потока нейтронов на образце, и второго, когда достигается максимум интенсивности в детекторе после рассеяния нейтронов на образце. Именно второй случай и важен при проведении измерений.

На рис. 6а приведено типичное распределение интенсивности по сечению пучка на месте образца в зависимости от горизонтальной и вертикальной кривизны фокусирующего монокристалла. На рис. 6б показана зависимость интенсивности детектора от вертикальной кривизны монокристалла.

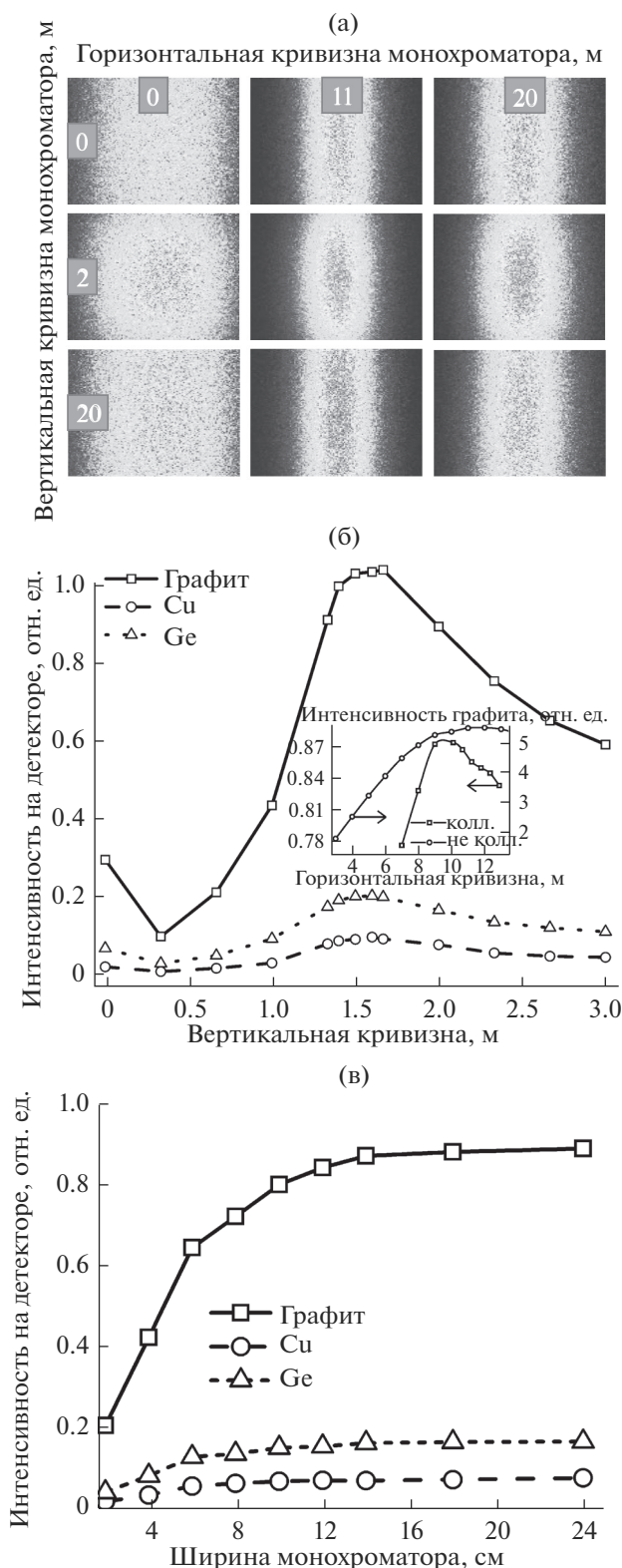


Рис. 6. Сечение пучка на месте образца от кривизны монохроматора (а). Зависимость интенсивности от вертикальной кривизны монохроматора, на вставке зависимость интенсивности в детекторе от горизонтальной кривизны монохроматора (б). Зависимость интенсивности в детекторе от горизонтального размера монохроматора (в).

тора, а рис. 6в – зависимость от горизонтального размера монохроматора. Зависимости от вертикального размера и горизонтальной кривизны монохроматора выглядят аналогично, поэтому здесь не приводятся. Видно, что кривые имеют максимум при радиусе кривизны ~ 1.6 м, выходят на насыщение при ширине монохроматора ~ 12 см, а оптимальные параметры примерно одинаковы для всех типов монохроматоров, поскольку в расчетах мозаичность для них задавалась одной и той же. Как уже отмечалось выше, фокусирующий монохроматор увеличивает светосилу дифрактометра и одновременно расходимость пучка, падающего на образец, поэтому в зависимости от расходимости коллиматоров необходимо оптимизировать радиус кривизны монохроматора и его размеры (вставка на графике в центре рис. 6). Именно таким образом были найдены оптимальные значения параметров монохроматоров. Для неколлимированного ($2\theta = 42^\circ$, $2\theta_M = 42^\circ$, $\beta_1 = 30'$, $\beta_2 = 20'$, $\Delta_1 = 40'$, $\Delta_2 = 60'$, $\Delta_3 = 999'$) и коллимированного пучков ($\Delta_3 \rightarrow \alpha_3 = 10'$), горизонтальная кривизна составила 12 и 10 м, а вертикальная кривизна – 1.6 и 2 м, горизонтальный размер – 120 и 140 см, вертикальный размер – 220 и 200 см соответственно. Что касается размера пластин, из которых состоит фокусирующий монохроматор, то чем меньше их размер, тем лучшей фокусировки пучка на образце можно достичь, поскольку его поверхность ближе к сферической. Однако с уменьшением размера пластин увеличивается количество щелей между ними, что ведет к потере интенсивности. Наши расчеты показали, что оптимальный размер пластин, когда достигается близкая к максимально возможной светосила, составляет $\sim 2 \times 2$ см. Примерно такого размера пластины обычно используются при изготовлении монохроматоров для уже действующих дифрактометров в нейтронных исследовательских центрах.

На рис. 7а представлена расчетная зависимость $FWHM$ от угла детектора 2θ в режиме θ – 2θ -сканировании при разной коллимации пучка для случая медного монохроматора. Аналогично выглядят графики и для других монохроматоров, то есть имеют вид параболы. Поскольку в качестве образца использовался монокристалл германия и, как следствие, на углах менее 25° разрешенных пиков нет, то построена лишь часть параболы. Оптимизированный для достижения максимума интенсивности в детекторе фокусирующий монохроматор не ухудшает разрешения по сравнению с плоским монохроматором. Это видно из того, что кривые для плоского и фокусирующего монохроматора практически совпадают. На рис. 7б показана зависимость интенсивности основной гармоники на образце площадью 1×1 см от толщины фильтра, а на вставке – зависимость пропускания основной длины волны фильтром и

его эффективности, т.е. отношение суммарной интенсивности паразитных гармоник λ/n к интенсивности основной гармоники λ . Видно, что при некотором значении толщины эффективность достигает разумного минимума, и дальнейшее ее увеличение уменьшает вклад гармоник несущественно, но значительно ослабляет поток полезных нейтронов. Аналогичные расчеты проведены для других фильтров и соответствующих длин волн нейтронов.

Считая приемлемой эффективность фильтра $\sim 0.1\%$, можно оценить плотность потока нейтронов на образце. Его расчетное значение, а так же разрешение приведены в табл. 3 для неколлимированного ($2\theta = 42^\circ$, $2\theta_M = 42^\circ$, $\beta_1 = 30'$, $\beta_2 = 20'$, $\Delta_1 = 40'$, $\Delta_2 = 60'$, $\Delta_3 = 999'$) коллимированного пучка ($\Delta_1 \rightarrow \alpha_1 = 40'$, $\Delta_2 \rightarrow \alpha_2 = 60'$, $\Delta_3 \rightarrow \alpha_3 = 10'$) при $\theta-2\theta$ -сканировании. Из-за рассеяния на воздухе поток тепловых нейтронов на каждом метре пути уменьшается примерно на 4% [17]. В нашем случае весь путь от доньшка канала ГЭК-9 до детектора составляет около 10 метров, но часть пути (~ 4 м) от шибера до монохроматора находится в вакууме, поэтому на оставшемся отрезке (~ 6 м) поток уменьшится примерно на 25%, что учтено в табл. 3. Из табл. 3 видно, что наилучшее разрешение достигается при использовании графитового монохроматора, наибольшая интенсивность – при использовании медного монохроматора, а вклад гармоник (λ/n) минимален при использовании германиевого монохроматора. Таким образом, на дифрактометре можно проводить исследования как в длинноволновой, так и в коротковолновой части теплового спектра нейтронов. Варьируя кривизну фокусирующего монохроматора поворотом составляющих его пластин, а расходимость пучка с помощью набора коллиматоров, можно получить оптимальные параметры дифрактометра, которые позволят решать широкий класс задач, связанных с изучением атомной и магнитной структур кристаллов. Для угла $2\theta_M = 94^\circ$ расчеты показали, что разрешение улучшается незначи-

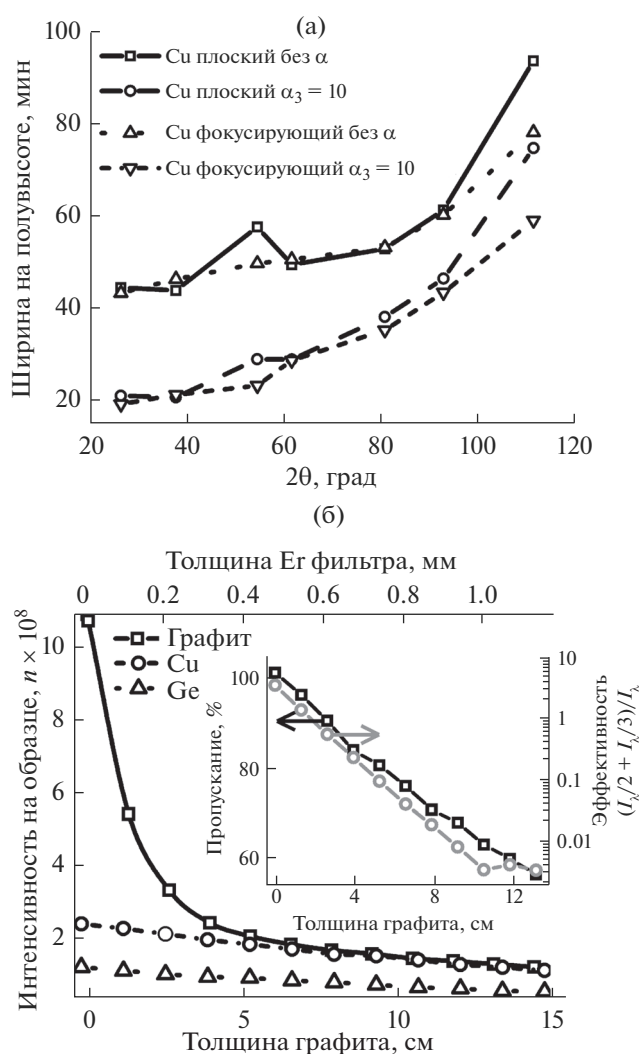


Рис. 7. Расчетная ширина пика на его полувысоте в зависимости от угла детектора 2θ при $\theta-2\theta$ -сканировании для разных вариантов коллимации пучка: монохроматор медный, образец – монокристалл германия (а). Зависимость интенсивности на образце от толщины фильтра. На вставке: пропускание графитового фильтра для нейтронов с основной длиной волны и эффективность в зависимости от его толщины (б).

Таблица 3. Интенсивность и разрешение для различных вариантов коллимации и длин волн при $\theta-2\theta$ -сканировании. Параметры приведены в тексте

Монохроматор	$I, n \times 10^7$	Фильтр			$\Delta d/d$, рад			
					без коллимаций		коллимация $\alpha_1 = 10'$	
		толщина, см	пропускание, %	эффективность, отн. ед.	плоский	фокусирующий	плоский	фокусирующий
Графит, 2.4 Å	9	НОРG, 15	55	0.3	0.0020(1)	0.0023(1)	0.0012(1)	0.0013(1)
Cu, 0.91 Å	14.2	Ег, 0.04	80	0.004	0.0131(2)	0.0128(2)	0.0060(1)	0.0057(1)
Ge, 1.21 Å	6.8	Ег, 0.04	72	1.5E-5	0.0091(2)	0.0106(2)	0.0093(3)	0.0108(3)

тельно и его можно получить при $2\theta_M = 42^\circ$ с использованием графитового монохроматора с разумной потерей интенсивности, в отличие от ее существенного уменьшения в случае $2\theta_M = 94^\circ$.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложена схема расположения четырехкрупного дифрактометра на пучке тепловых нейтронов из канала ГЭК-9 реактора ПИК, и с использованием аналитического и численного расчетов оптимизированы его параметры. Определены: три рабочие длины волны нейтронов и соответствующие им фильтры для подавления вклада гармоник (λ/n), материал для изготовления фокусирующих монохроматоров, их оптимальные размеры и радиусы кривизны, наборы коллиматоров α_j ($j = 1, 2, 3$). Проведенные расчеты показывают, что по светосиле и разрешению дифрактометр не уступает аналогам, имеющимся в других нейтронных центрах [3–5].

БЛАГОДАРНОСТИ

Выражаем благодарность М.С. Онегину за предоставленный спектр для канала ГЭК-9.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Нозик Ю.З., Озеров Р.П., Хениг К. Структурная нейтронография. Москва: Атомиздат, 1979. 344 р.
2. Ерыкалов А.Н., Кондуров И.А., Коноплев К.А. Экспериментальные возможности реактора ПИК // Препринт ЛИЯФ № 852, Ленинград. 2013. 23 р.
3. Bjørn Pedersen // J. Large-Scale Res. Facil. 2015. V. 1. № A4. P. 8.
4. Cicognani G. The ILL Yellow Book [Electronic resource]. 2008. P. 1–69. URL: https://www.ill.eu/fileadmin/users_files/Other_Sites/YellowBook2008CDRom/index.htm
5. Experimental facilities Laboratoire Léon Brillouin [Electronic resource]. 2002. P. 1–49. URL: <http://www-llb.cea.fr/fr-en/spectros-llb.pdf>
6. Caglioti G. // Acta Crystallogr. Sect. A. International Union of Crystallography. 1964. V. 17. № 10. P. 1202.
7. Cooper M.J., Nathans R. // Acta Crystallogr. Sect. A. International Union of Crystallography. 1968. V. 24. № 5. P. 481.
8. Lefmann K., Nielsen K. // Neutron News. 1999. V. 10. № 3. P. 20.
9. Vickery A., Udby L., Violini N., Voigt J., Deen P., Lefmann K. // J. Phys. Soc. Japan. 2013. V. 82. № Suppl. A. P. SA037.
10. Freund A.K. // Nucl. Instrum. Methods. Phys. Res. Sect. A. Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 1985. V. 238. № 2–3. P. 570.
11. Schober H. Neutron Applications in Earth, Energy and Environmental Sciences. Neutron Scattering Applications and Techniques. Springer US, 2009. P. 37.
12. Wagner V., Mikula P., Lukáš P., Scherm R., Sedláková L. // Phys. B Condens. Matter. 1992. V. 180–181. P. 978.
13. Alianelli L., Sanchez del Rio M., Felici R. // Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering. 2001. V. 4509. P. 135.
14. Freund A.K. // Nucl. Instrum. Methods. Phys. Res. A. 1983. V. 213. № 2. P. 495.
15. Lançon D., Ewings R., Stewart J., Jiménez-ruiz M., Rønnow H. // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. Elsevier. 2015. V. 780. P. 9.
16. Vorderwisch R., Stuhr U., Hautecler S. // J. Neutron Res. 1999. V. 7. № 2. P. 119.
17. Teitsma A. // Nucl. Instrum. Methods. 1980. V. 174. № 1. P. 325.

Design of the Single-Crystal Diffractometer at the PIK Reactor

A. A. Bykov, O. P. Smirnov

The scheme of a single-crystal four-circle diffractometer on a thermal-neutron channel HEC-9 at the PIK reactor (Gatchina, Russia) was designed by applying analytical and numerical approaches. We have obtained maximal intensity in detector, which is more important for experiment than maximal neutron flux on the sample position itself, at desired resolution by varying collimation as well as the size and curvature of the focusing monochromator. The three fixed wavelengths will allow studying the crystal and magnetic structure of a wide class of compounds.

Keywords: diffraction, neutron instrumentation, resolution, Mcstas, Monte Carlo simulation.