

## МНОГОСЕКЦИОННЫЙ КОЛЬЦЕВОЙ ДЕТЕКТОР ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИФРАКЦИИ НА МИКРООБРАЗЦАХ В АКСИАЛЬНОЙ ГЕОМЕТРИИ

*А. В. Белушкин<sup>а</sup>, А. А. Богдзель<sup>а</sup>, А. П. Буздавин<sup>а</sup>,  
Ст. И. Велешки<sup>а,б</sup>, А. И. Журавлев<sup>а</sup>, В. В. Журавлев<sup>а</sup>, С. Е. Кичанов<sup>а</sup>,  
Д. П. Козленко<sup>а</sup>, С. А. Куликов<sup>а</sup>, Ф. В. Левчановский<sup>а</sup>, Е. В. Лукин<sup>а</sup>,  
В. М. Милков<sup>а,б</sup>, С. М. Мурашкевич<sup>а</sup>, Ц. Ц. Пантелеев<sup>а</sup>,  
В. И. Приходько<sup>а</sup>, Б. Н. Савенко<sup>а</sup>, Л. Т. Цанков<sup>б</sup>*

<sup>а</sup> Объединенный институт ядерных исследований, Дубна

<sup>б</sup> Софийский университет им. Св. Климента Охридского, София

<sup>а</sup> Институт ядерных исследований и ядерной энергетики Болгарской академии наук, София

В Лаборатории нейтронной физики им. И. М. Франка Объединенного института ядерных исследований был сконструирован и изготовлен новый газовый кольцевой секционный детектор тепловых нейтронов для нового нейтронного дифрактометра на реакторе ИБР-2 для исследований образцов малого объема при высоких давлениях. Детектор состоит из 16 секций, каждая из которых разделена на шесть независимых детекторных элементов.

В работе представлены основные конструктивные особенности детектора, электроники регистрации, программы накопления и визуализации данных, программный комплекс управления экспериментом. Приведены результаты первых нейтронографических экспериментов, полученные с помощью этого детектора.

A new gas multisectional ring-shaped detector of thermal neutrons has been developed in the Frank Laboratory of Neutron Physics of the Joint Institute for Nuclear Research (Dubna) for the new neutron diffractometer at the IBR-2 nuclear reactor for the study of small volume samples at high pressures. The detector is divided into 16 sectors, each divided into 6 independent detector elements.

The paper presents the main design features of the detector, electronic data acquisition system, software for experiment management, and visualization. The first neutron diffraction spectra from experiments are presented.

PACS: 01.50.Pa; 61.12.Ld

### ВВЕДЕНИЕ

К одной из важнейших задач физики конденсированного состояния относятся: исследование новых функциональных материалов, прогнозирование их свойств и определение технологических перспектив через установление взаимосвязи между определенными физическими свойствами и структурой этих материалов [1]. Метод нейтронной дифракции позволяет эффективно исследовать структуру, магнитное упорядочение и микроскопические механизмы формирования физических свойств материалов [2]. Функциональные

материалы, как правило, характеризуются наличием нескольких конкурирующих взаимодействий и сильной корреляцией различных степеней свободы — спиновых, орбитальных, зарядовых и решеточных. Для разделения эффектов от различных взаимодействий проводятся исследования при изменении термодинамического параметра — высокого внешнего давления, что позволяет варьировать длины межатомных связей и значения валентных углов [3,4]. Однако из-за низкой интенсивности нейтронных источников проведение нейтронографических экспериментов, в которых образцы находятся под воздействием высокого давления до 10 ГПа, является очень сложно реализуемой задачей. Она успешно решена лишь в немногих мировых нейтронных центрах: на импульсном нейтронном источнике ISIS (Лаборатория Резерфорда–Эплтона, Великобритания) на дифрактометрах POLARIS и GEM [5, 6], в Лаборатории им. Л. Бриллюэна (Сакле, Франция) на дифрактометре G6.1 [7], в Научном исследовательском центре «Курчатовский институт» на дифрактометре ДИСК [8].

В Лаборатории нейтронной физики Объединенного института ядерных исследований на базе высокопоточного импульсного исследовательского реактора ИБР-2М успешно функционирует спектрометр ДН-12 [9], который по ряду параметров превосходит мировые аналоги. В настоящее время для увеличения потока нейтронов на образце, существенного сокращения времени экспозиции и расширения диапазона давлений в экспериментах на шестом канале реактора ИБР-2М ведутся работы по созданию нового светосильного нейтронного дифрактометра ДН-6 для исследований при высоких давлениях [10]. Важнейшим компонентом этого дифрактометра служит уникальная система регистрации рассеянных нейтронов — кольцевой газовый гелиевый детектор.

В представленной работе дается описание основных компонентов и частей этого кольцевого детектора, электроники регистрации, программы накопления и визуализации данных, а также приведены результаты тестирования детектора на пучке нейтронов.

## 1. КОНСТРУКЦИОННЫЕ ОСОБЕННОСТИ ДЕТЕКТОРНОЙ СИСТЕМЫ

Схема кольцевого газового детектора представлена на рис. 1. Детекторное кольцо разделено на 16 секторов, расположенных в общем газовом объеме. Внешний корпус детектора выполнен из алюминиевого сплава АМГ, он обеспечивает механическую прочность всей конструкции детектора. Внешний радиус детекторного кольца составил 800 мм, а внутренний — 637 мм. Каждый сектор детектора состоит из рамки с шестью анодными проволочками, которые разграничены миллиметровыми текстолитовыми пластинами, играющими роль катодов. Общее количество независимых детектирующих элементов в газовом кольце — 96. Форма одного детекторного элемента представляет собой параллелепипед размерами  $123 \times 40 \times 12$  мм. Телесный угол детекторного элемента  $\Delta\Omega_f = 0,054$  ср, а угловое соотношение ширины отдельного элемента с его расстоянием до центра кольца составляет  $\Delta\Omega_q = 0,005$  ср. При рабочем давлении  ${}^3\text{He}$  4 атм эффективность регистрации нейтрона с длиной волны  $1,8 \text{ \AA}$ , попавшего в объем детектора, составляет  $\sim 89\%$  (без учета поглощения в стенке детектора). Эта величина получена только путем расчетов на основании ядерных данных и может служить в качестве ориентировочных отправлений. Вопрос о реальном ее значении можно решить только при окончательной постановке экспериментов, что является первостепенной задачей в будущем. В рабочем режиме в детекторном кольце используется смешанное газовое наполнение:  $4 \text{ б } {}^3\text{He} + 500 \text{ мб Ag} + 30 \text{ мб CO}_2$ .

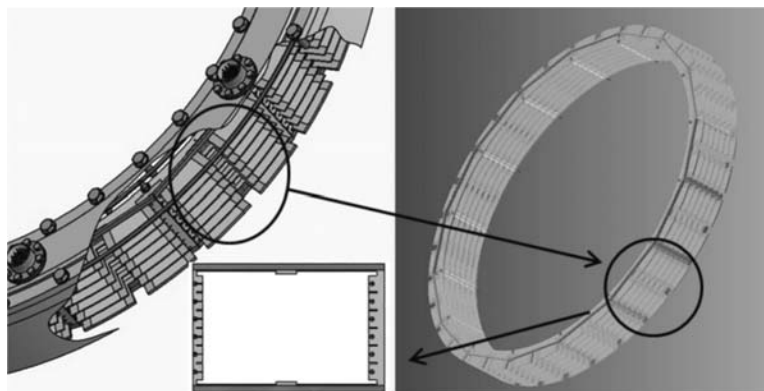


Рис. 1. Схема кольцевого газового детектора

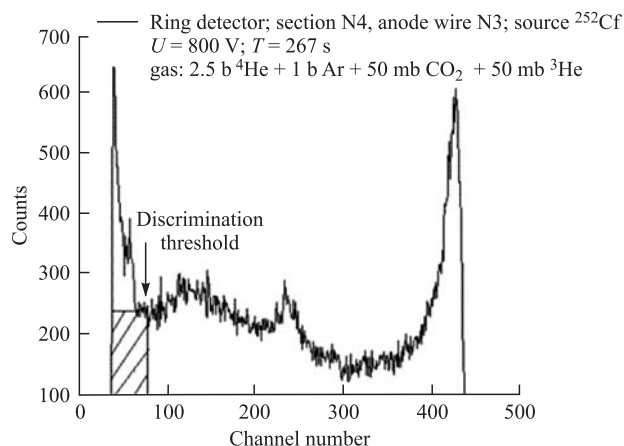


Рис. 2. Амплитудный спектр с одного счетчика кольцевого детектора

Основной причиной нестабильности работы детектора является утечка  $^3\text{He}$  сквозь вакуумное уплотнение (потери рабочего газа составляют  $\approx 3\%$  за более чем 6 месяцев).

Потери в регистрации нейтронных импульсов за счет установленных порогов можно оценить как отношение площади прямоугольника, полученного линией, параллельной оси абсцисс и проходящей через точки спектра нейтронов в месте порога, и пересечением с осью ординат (заштрихованная часть спектра к полной площади фигуры под спектральной кривой представлена на рис. 2).

Для оптимизации измерений в условиях мощных источников импульсных наводок и снижения уровня электронных шумов предусилители детекторных элементов расположены внутри газового объема, на рамке с анодными нитями. На рис. 3 представлены корпус, внутренняя часть детектора и рамка с анодными проволочками и предусилителями. Сигналы с предусилителей от двух парных секций поступают на герметичные многоконтактные выходные разъемы, к которым подключаются 12-канальные усилители-формирователи (рис. 3), закрепленные непосредственно на корпусе детектора.

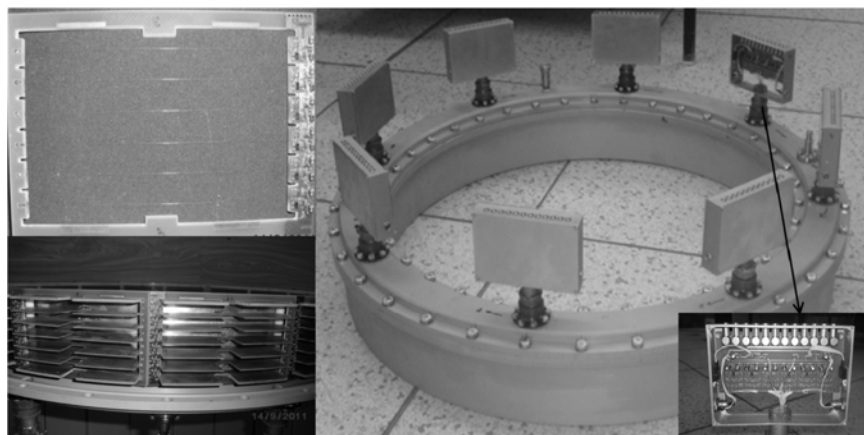


Рис. 3. Корпус (справа), внутренняя часть детектора (слева внизу), рамка с анодными проволочками (слева вверху) и усилитель-формирователь (вставка справа)

Для улучшения фоновых условий, обусловленных рассеянными нейтронами в окружении детектора, был спроектирован и изготовлен защитный полиэтиленовый кожух с добавлением бора.

## 2. ДЕТЕКТОРНАЯ ЭЛЕКТРОНИКА

Сигналы с предусилителей детектора поступают на входы усилителей-формирователей и далее на три 32-канальных блока дискриминаторов. Сбор и накопление данных производятся программируемым электронным блоком, который, принимая сигналы от детекторов, осуществляет их преобразование и предварительную обработку.

Все эти операции выполняются микропрограммами, «защитыми» в программируемые логические матрицы блока. Комплекс микропрограмм обеспечивает работу блока в двух основных режимах:

- в режиме накопления list-mode, когда все поступающие с детектора события запоминаются в промежуточной памяти электронного блока с последующей записью данных в память компьютера;
- в режиме накопления гистограмм по времяпролетной методике с заданными числом и шириной временных каналов.

Совместное использование одновременно двух режимов позволяет осуществить визуализацию накопленных данных в режиме on-line с целью контроля эксперимента. В электронику может встраиваться тестовый генератор, имитирующий работу системы накопления данных без подключения детекторных элементов. Это позволяет произвести быструю проверку работоспособности аппаратуры перед сеансом, а также ее автономную отладку. Передача данных между электроникой сбора данных и USB-интерфейсом персонального компьютера осуществляется через оптоволоконную линию связи со скоростью 1,25 Гбит/с, максимальная удаленность компьютера — до 100 м.

Блок-схема электроники накопления данных представлена на рис. 4 а ее основные параметры — в таблице.

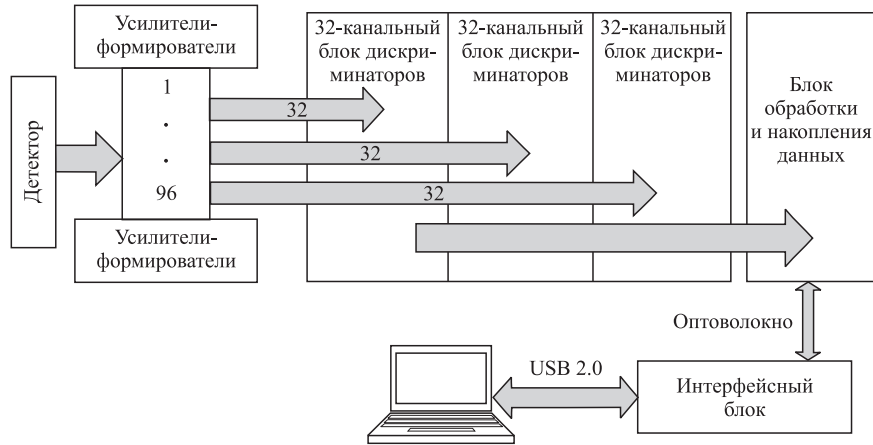


Рис. 4. Блок-схема электроники накопления данных

**Основные параметры электронной системы накопления данных кольцевого газового детектора**

<p>Блок обработки и накопления данных:                      частота временной дискретизации всех сигналов (детекторные, старт реактора и др.), МГц                      максимальная скорость регистрации</p> <p>интерфейс персонального компьютера                      внутренняя гистограммная память, Мбайт                      максимальная задержка регистрации относительно вспышки реактора, с                      точность установки ширины канала для гистограммной памяти и длительности временного окна, нс</p>	<p>Максимум 62,5  <math>5 \cdot 10^6</math> соб./с (<math>\sim 5 \cdot 10^4</math> на один детекторный элемент)</p> <p>USB 2.0                      64</p> <p>0,268</p> <p>16</p>
<p>3 × 32-канальных блока дискриминаторов:                      конструктив                      полярность выходного сигнала                      входные разъемы                      установка порогов</p>	<p>NIM единичной ширины                      TTL                      LEMO                      Программно по шине 12С</p>
<p>Предусилители и усилители-формирователи:                      тип предусилителей                      питание, В                      коэффициент усиления                      время формирования, мкс                      полярность выходного сигнала                      разъемы                      высокое напряжение, В</p>	<p>Зарядочувствительные  <math>\pm 12</math>                      40                      1                      Положительная                      LEMO                      1000</p>

### 3. ПРОГРАММНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ УПРАВЛЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОМ, НАКОПЛЕНИЯ И ВИЗУАЛИЗАЦИИ ДАННЫХ

Управление экспериментом и визуализация нейтронных данных осуществляются в едином пользовательском интерфейсе (рис. 5) программного пакета, основанного на программно-инструментальном комплексе Sonix+ [11] вместе со специализированным графическим интерфейсом, разработанным с помощью PyQt [12] и Matplotlib [13].

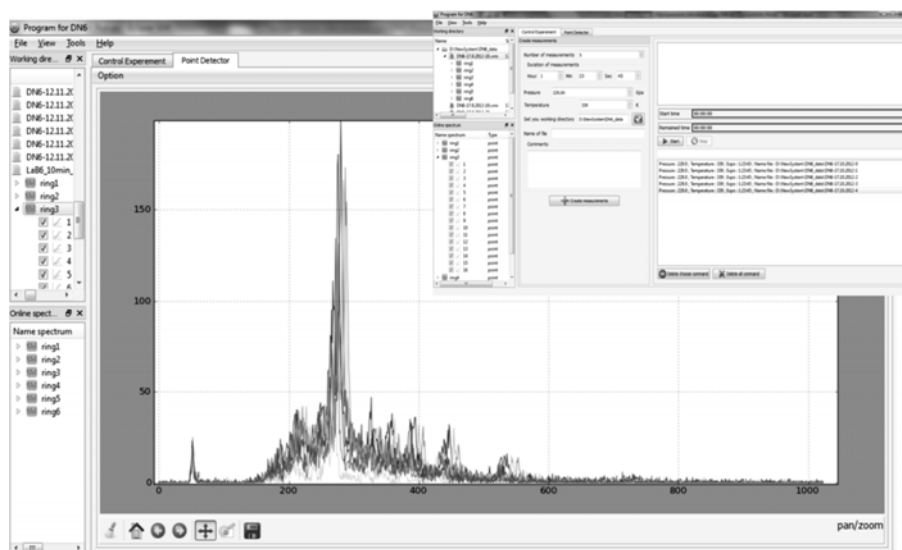


Рис. 5. Главное окно программы для дифрактометра ДН-6

Программный пакет включает в себя модули управления экспериментом (запуск, остановка, запуск последовательности экспериментов), модуль визуализации накопленных данных, модуль ввода информации об эксперименте или серии экспериментов и дополнительные программы для суммирования данных по различным сериям и отдельным кольцам газового детектора, преобразования исходных данных в текстовые данные ASCII-формата.

Модуль управления экспериментами позволяет запускать измерения с определенной экспозицией, серии последовательных экспериментов, останавливать текущие измерения. Параметры экспериментов: время экспозиции, количество серий измерений, имя выходного файла, информация о давлении и температуре, пользовательские комментарии — задаются в модуле ввода информации об эксперименте. В пользовательском интерфейсе присутствует информация о текущем эксперименте: имя файла данных, оставшееся время до завершения эксперимента, информация о следующих измерениях в серии экспериментов. Информация о параметрах определенного эксперимента записывается в отдельный файл журнала — лог-файл.

Модуль визуализации данных позволяет просмотреть накопленные данные в памяти блока накопления или из определенного файла. Он включает в себя простейший файловый менеджер, отображающий файлы уже измеренных данных или данные из внутренней памяти блока накопления данных для просмотра текущего измерения в режиме on-line.

Нейтронные данные отображаются в виде массива дифракционных спектров от каждого детекторного элемента.

Программа суммирования спектров по отдельным кольцам позволяет проинтегрировать данные с разных детекторных элементов в зависимости от угла рассеяния (шесть детекторных колец, отличающихся углом рассеяния). На выходе программы получается текстовый файл ASCII с расширением csv, который включает в себя семь колонок: колонку временных каналов и шесть колонок, соответствующих данным от разных детекторных колец. Полученный текстовый файл csv без труда открывается в ряде популярных программ для обработки данных: Microcal Origin© или Microsoft Excel©.

#### 4. РЕЗУЛЬТАТЫ НЕЙТРОННЫХ ДИФРАКЦИОННЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ, ПОЛУЧЕННЫЕ С ПОМОЩЬЮ КОЛЬЦЕВОГО ГАЗОВОГО ДЕТЕКТОРА

Тестирование работы кольцевого детектора было проведено на шестом канале реактора ИБР-2М.

Для определения функции разрешения дифрактометра ДН-6 проводились эксперименты со стандартными образцами: оксидом алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и гексаборатом лантана  $\text{LaB}_6$  [14]. Полученные спектры, нормированные на спектр ванадия, представлены на рис. 6. Объем образцов  $\text{LaB}_6$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  составлял  $\sim 50 \text{ мм}^3$ , время экспозиции — 12 мин. Анализ экспериментальных данных осуществлялся с помощью программного пакета Fullprof [15] стандартным методом Ритвельда [16]. Полученные структурные параме-

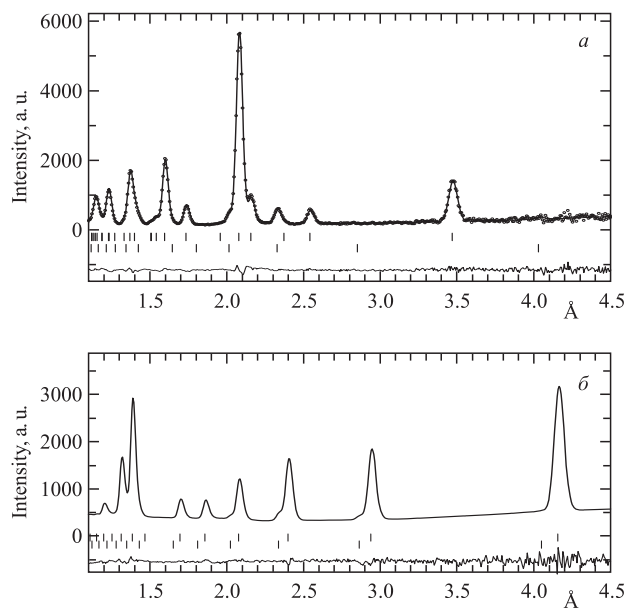


Рис. 6. Нейтронные спектры  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (а) и  $\text{LaB}_6$  (б), полученные на спектрометре ДН-6 и обработанные по методу Ритвельда. Показаны исходные спектры (точки), рассчитанные профили (кривая) и разностная функция. Штрихами обозначены положения пиков  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{LaB}_6$

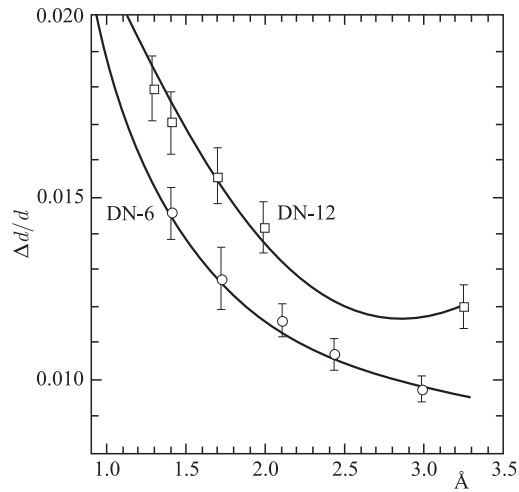


Рис. 7. Функции разрешения спектрометров ДН-6 и ДН-12 при  $\theta = 45^\circ$  в зависимости от межплоскостного расстояния. Для ДН-6 приведены экспериментальные точки, определенные по рассеянию на  $\text{LaV}_6$ , и теоретически рассчитанная кривая

тры элементарной ячейки гексабората лантана  $\text{LaV}_6$ :  $a = 4,156(2)$  Å и  $x(B) = 0,199(3)$  находятся в очень хорошем согласии со стандартными табличными данными [14]. Параметры элементарной ячейки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  составили:  $a = 4,762(3)$  и  $c = 12,992(4)$  Å, что также хорошо согласуется со стандартными значениями.

На основе нейтронных дифракционных данных была построена функция разрешения кольцевого детектора (рис. 7). Видно, что процесс интеграции спектров от различных колец детектора не вносит ухудшений в разрешение детектора, а разрешающая способность кольцевого детектора сравнима с разрешением детекторной системы на существующем дифрактометре ДН-12 [9].

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработан, изготовлен и испытан многосекционный кольцевой детектор тепловых нейтронов для исследования дифракции на микрообразцах в аксиальной геометрии с использованием метода времени пролета.

Результаты тестовых экспериментов с газовым кольцевым детектором указывают на возможность получения достоверных нейтронных данных от образцов с малыми объемами  $V \sim 1$  мм<sup>3</sup> за короткие времена экспозиции:  $\sim 2$  ч. Это открывает возможности исследований с помощью камер высокого давления с алмазными наковальнями при сверхвысоких давлениях до 50 ГПа, что является рекордным значением для нейтронных экспериментов.

Проект выполнен в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ в рамках Протокола о сотрудничестве между ИЯФ (Ржеж, Чехия) и ОИЯИ.

В заключение авторы выражают благодарность А. С. Кирилову за разработку программного обеспечения и участие в испытаниях детекторной системы, А. Н. Черникову и А. В. Чуракову за помощь в работе и полезные обсуждения.



СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Planes A., Mañosa L., Saxena A.* Magnetism and Structure in Functional Materials. Springer, 2006. P. 260.
2. *Белушкин А. В., Козленко Д. П., Рогачев А. В.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2011. №9. С. 18–46.
3. *Kozlenko D. P. et al.* Neutron Scattering Investigations of Structure and Dynamics of Materials under High Pressure at IBR-2 Pulsed Reactor // Neutron News. 2005. V. 16, No. 3. P. 13–15.
4. *Hochheimer H. D., Eppers R. E.* Frontiers of High Pressure Research. Springer, 1992. P. 512.
5. *Hull S. et al.* // Physica B. 1992. V. 180–181. P. 1000–1002.
6. *Day P. et al.* // Neutron News. 2004. V. 15. P. 19.
7. *Goncharenko I. N.* // High Press. Res. 2004. V. 24. P. 193.
8. *Glazkov V. P., Naumov I. V., Shilshtein S. Sh.* // Nucl. Instr. Meth. A. 1988. V. 264. P. 367.
9. *Aksenov V. L. et al.* // Physica B. 1999. V. 265. P. 258.
10. *Савенко Б. Н. и др.* // Тез. докл. на XXII Совещ. по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния. Гатчина, Россия, 15–19 окт. 2012 г. С. 56.
11. [http://sonix.jinr.ru/docs/Sonix/sonix\\_index.htm](http://sonix.jinr.ru/docs/Sonix/sonix_index.htm)
12. [www.riverbankcomputing.co.uk/software/pyqt/intro](http://www.riverbankcomputing.co.uk/software/pyqt/intro)
13. [www.matplotlib.sourceforge.net](http://www.matplotlib.sourceforge.net)
14. *Cline J. P. et al.* NIST Certificate SRM 660a. NIST, Gaithersburg, MD, 2000.
15. *Rogriguez-Carvajal J.* // Physica B. 1993. V. 192. P. 55.
16. *Rietveld H. M.* // J. Appl. Crystallogr. 1969. V. 2(2). P. 65–71.

Получено 20 декабря 2012 г.