

中子小角散射讲座

第二讲 中子小角散射装置及实验技术

张志友

(烟台大学物理系)

自从 Krishnamurti (1930) 和 Warren (1934) 首先对碳黑及其它一些物质观察到小角散射现象后, 立即吸引了科学家们的注意, 把精力投入基本原理和 X 射线谱仪的更新工作中去. 在用 X 射线对溶液、纤维和蛋白质研究的同时, 又推动了光和热中子小角散射研究的发展, 确认小角散射技术能够广泛应用于冶金学、生物大分子、聚合物及物理化学等各种领域. 1955 年法国著名物理学家 Guinier 和 Fournet 合写的“Small Angle Scattering of X-Rays”这一经典著作问世后, 热中子小角散射的研究自此稳定地开展起来.

第一届和第二届小角散射国际会议分别在美国的 Syracuse 和奥地利的 Graz 举行的. 1973 年在法国的 Grenoble 召开的第三届小角散射国际会议, 标志着中子小角散射在其发展史上有了历史性的转变^[1]. 这主要归功于高通量中子反应堆的建成, 冷中子源的安放, 中子导管尤其是二维位置灵敏探测器的使用.

本文主要讲述两方面的内容: 中子小角散射装置以及实验技术. 前者仅是一般的介绍,

后者力图结合实际, 谈谈如何准备实验及如何做好实验.

一、中子小角散射装置

多数中子小角散射谱仪, 通常可分成四个主要部分: 冷中子源及弯曲中子导管, 速度选择器及准直器, 探测系统和数据处理系统(如图 1 所示).

1. 冷中子源和弯曲中子导管

(1) 冷中子源

小角散射技术需要使用一种长波长中子 ($\lambda > 2 \text{ \AA}$), 即低能量的中子(称为冷中子). 而在环境温度 300K 的慢化介质中, 慢化得到的热中子谱中仅含有百分之几的这种冷中子. 要想大幅度提高冷中子通量的百分比, 需要在反应堆的反射层中放入一种极低温度的慢化剂. 根据理论上的推算, 一无穷大、无吸收的慢化剂的冷中子增益, 是与冷源温度的平方成反比. 然而事实上, 冷源慢化剂的尺寸总是有限的, 并且或多或少地吸收中子, 所以实际增益要比理论

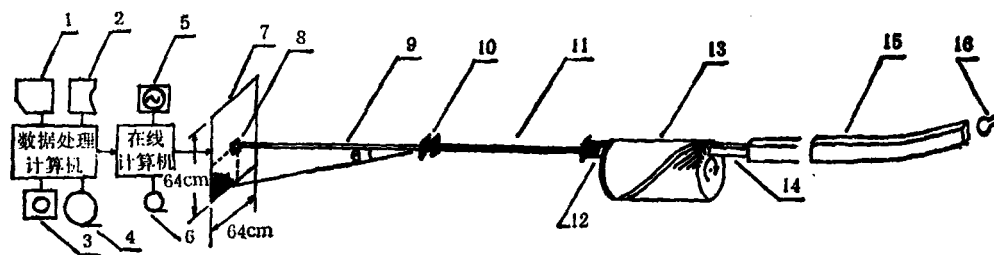


图 1 中子小角散射实验装置示意图

1. 卡片输入装置; 2. 打印机; 3. 软盘; 4. 磁带; 5. 荧光屏; 6. 磁带; 7. 二维探测器(4096个探测元); 8. 中子捕捉器; 9. 真空探测腔; 10. 样品装置; 11. 准直器; 12. 单色中子束; 13. 机械速度选择器; 14. “白”中子束(来自冷源); 15. 弯曲中子导管; 16. 冷中子源

估算的小得多。

从高剂量辐照下的容器承受能力和热量排放考虑,最简单的冷源便是将液氢或液氘贮存在圆球状的铝质容器中,从垂直或从水平孔道安放在反应堆的反射层中。这样,核燃料元素释放出来的中子用重水来慢化,进一步冷却中子则是采用贮存在铝球(容积从几百到 25000 cm³)中的液氢或液氘实现的。得到的冷中子依靠弯曲中子导管从反应堆的水平孔道引出供实验用。目前,不少反应堆都有冷中子源装置。

(2) 弯曲中子导管

反应堆周围的空间有限,只能安置少量的实验谱仪。采用中子导管将中子引导到较远的实验大厅内,不仅可以增加实验空间,还可以大大减少快中子和 γ 射线的干扰,起着降低本底、提高信噪比的作用。这对那些计数率不高的中子小角散射实验说来是至关重要的。

中子导管是利用中子的几何光学(折射和反射)来传输中子的^[2]。中子的几何光学与普通光的几何光学相似。

波长为 λ 的冷中子,在介质中的折射率 n 可用下式表示:

$$n = 1 - \lambda^2 \frac{Na_{\text{相干}}}{2\pi}, \quad (1)$$

式中 N 为折射介质的原子密度, $a_{\text{相干}}$ 为其相干散射振幅。可以看出, $n \leq 1$ 。折射率为 n 的介质的反射率 R 为

$$R = \left[\frac{(n^2 - \cos^2 \gamma)^{\frac{1}{2}} - \sin \gamma}{(n^2 - \cos^2 \gamma)^{\frac{1}{2}} + \sin \gamma} \right]^2, \quad (2)$$

式中 γ 为入射线与入射面之间的夹角, $n = \cos \gamma_c$,当 $\gamma \leq \gamma_c$ 时, $R = 1$,即发生全反射,此时 γ_c 就称为全反射的临界角。中子导管就是利用全反射原理,损失很小地将中子传送到目的地。

中子导管是由厚平板玻璃制成的空心矩形管构成,它的高宽比是根据反应堆的中子通量、冷源铝容器的大小及同一中子束的分配使用等因素而定。一般情形下,宽为 1.5—3.0 cm,高为宽的 1.0—1.7 倍。由于冷中子的能量低,

速度慢,在传输过程中与导管内壁的表面性质关系较大,所以中子导管内壁表面都有厚度为 1000 Å 左右的镀镍层,以保证得到较大的临界角。中子导管一般都加工成 0.5m 或 1m 长的直导管。事实上,弯曲导管是由一节节直导管组成的。使用弯曲导管后,只有大于某一波长 λ^* 的中子传送到实验设备上去,滤去小于这个波长的中子。所以,弯曲导管传送的中子强度除与 γ_c (临界角)有关,还与该导管的特征角 γ^* 有关。相应于 $\gamma_c = \gamma^*$ 的中子束波长,叫做导管的特征波长 λ^* 。

2. 第一飞行路线的实验装置

主要包括机械速度选择器、准直器、样品台及其环境。

(1) 机械速度选择器

机械速度选择器是一个圆柱型中空的金属鼓状物。鼓的轴与中子束平行,螺旋槽刻在鼓的圆周上,这些槽被固定在需要的速度的中子参照系中,允许这些中子在需要的相同的时间内通过该鼓。这样,只要调节鼓的旋转速度,即可得到实验者所需要的“单色化”了的中子。因为该单色器不同于普通晶体单色器,它依靠机械速度的改变来选择“单色”中子,因此称为机械速度选择器。

鼓与同步马达相连,转动是用可变频率的交流电来驱动,旋转速度不应偏离预选值的三千分之一^[3],所以运转过程十分平稳。低分辨率的机械速度选择器的鼓长为 400 mm,72 个等距螺旋槽,几何截面如图 2 所示。最可几波长和转速之间没有一个简单的换算关系,且波长的分布十分敏感于鼓轴与中子束轴平行调节时的微小偏差。

经机械速度选择后的“单色”中子的入射通量是由一个低响应的裂变室所监视。通常此监视器安装在准直器的入口窗户处。光电元件组成的转速计安装在机械速度选择器和准直器的交接处,转速计读数为中子波长的计算提供了原始数据。

(2) 准直器、样品台及其环境

准直器是由可移动的中子导管及固定光阑

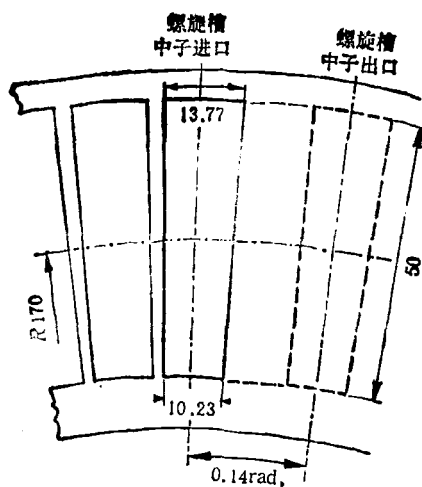


图2 机械速度选择器剖面图

所组成的一真空系统。每节导管接头处装有光阑。准直器的作用是依照实验要求，来选择中子束的发散度。

样品台的合理设计对于扩大实验范围有着极为重要的意义。一个综合考虑的样品台应能安放一些辅助装置，如低温杜瓦、磁铁、高温炉以及断流设备等。

为保证实验顺利连续地进行，为了实验人员的安全，样品台周围的环境应有色彩显明的灯泡以示实验正在进行。有条件时，可安装光控报警安全装置。

3. 第二飞行路线的实验装置

如果我们将机械速度选择器到样品的这段距离称作中子的第一飞行路线，那么样品至探测系统的这段距离称为第二飞行路线。这部分的实验装置主要包括真空探测腔，二维位置灵敏探测器及数据采集和处理系统设备。

(1) 真空探测腔

被样品散射的中子中有一部分进入了真空探测腔。真空探测腔是由钢板加工成的圆柱形长筒或者横放啤酒瓶式的空腔构成。它们的内表面一般都衬有1—2 cm厚的碳化硼或含硼聚乙烯屏蔽材料。横放啤酒瓶式空腔的内外壁夹层中应灌注石蜡。真空探测腔有下列四个作用：为中子提供真空飞行路线；屏蔽外来快中子和吸收杂散热中子；为二维位置灵敏探测器

提供不同探测位置；安放数据采集系统的电子学有关部件。

真空探测腔依照设计的功能长短不一。如法国 ILL 的 D_{11} 小角散射谱仪的探测腔长达 40 m，直径为 1 m 左右，可以在 2 m，5 m，10 m，20 m 及 40 m 处提供五个探测位置。 D_{17} 小角谱仪 (ILL) 的探测腔体只有 4 m 的长度，但是也可以根据实验要求在 0.7 m，1.5 m 等三个距离上测量。而且探测器还可以绕样品台轴转动，作大角度衍射实验。

(2) 二维位置灵敏探测器^[4]

该探测器外表是一个直径为 1 m 的圆形挂钟状物体。从样品散射出的中子经探测腔飞行后，首先穿越探测器的 5 mm 厚的铝质窗户，经过压力平衡区，最后进入含有 90% ^{10}B 的 BF_3 气体的灵敏区。厚度约 2 cm， BF_3 的气体压力为 1.6 atm。灵敏区内依直角坐标排布着 64×64 个探测元，每个探测元的面积为 $(10 \times 10) \text{ mm}^2$ 。分布在四个角上的 304 个探测元不灵敏，因而 4096 个元中只有 3792 个单元是有效的。现在，中国科学院物理研究所和中国原子能科学研究院的小角实验装置中使用的便是这种规格的、世界先进水平的二维位置灵敏探测器。

该探测器工作在正比区。灵敏区中间平面的正比导线夹在 64 块水平排列的阴极带和与之垂直排列的另外 64 块阴极带之间，形成阴极带—正比线(阳极线)—阴极带的上中下三层平行排布，好象夹心面包。正比线上有一个正的高电压，中子通过 $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ 反应产生的 α 粒子在灵敏区中初次电离出的电荷，在此高电场的作用下，第二次电离并被放大。因此，这相当强的电荷脉冲感应到排布在阳极线两侧的 64 根水平阴极带和 64 根垂直阴极带上。若第 x_i 根水平阴极带与第 y_j 根垂直阴极带上感应出的最大脉冲信号(正比于立体角)相一致，则该信号便能打开探测单元 (x_i, y_j) 的门电路，于是便创生出该中子事件的地址。

二维位置灵敏探测器有下面几个优点：第一，分辨能力强。很好地准直的中子束的位置

能在探测元的范围内以 1mm 左右的精度被测定出来;第二,稳定性好。经过大约 12 小时的测量,能够观察到高于背景 1% 的那些峰;第三,设备本身噪声低。在反应堆停止运行期间,探测器本身和电子设备引起的噪声约为 $\left(\frac{1 \text{ 个计数}}{\text{h} \cdot \text{cm}^2}\right)$, 随机分布在探测器的整个面积上。

(3) 数据采集和数据处理设备

二维位置灵敏探测器上的 128 个电极中的每一个都连接有预放、放大和甄别器,它们安装在探测器附近的探测真空腔的末端。

用于脉冲形成、地址创建的一些组件以及将脉冲转换到在线计算机上的电子组件都是些相应的标准 CAMAC 系统。

在线计算机或个人用的微处理机在小角散射装置中必不可少,这是因为它有三种作用:整个实验过程中,计算机自动控制着仪器;为监视数据采集过程,能在荧屏上显示出每个探测单元的探测中子数目的多少(即显示出探测单元的强度);在线计算机能够将原始数据(每个探测单元探测到的中子数)储存在磁带上,以便传输到数据处理系统中去。由于小角散射的数据处理较繁杂,通常都得在一个大型的计算机上处理数据。

二、实验技术

有关中子小角散射的实验技术,已有不少实验工作者作过论述^[5,6]。这里,我们力图结合实际,谈谈如何准备实验及如何做好实验。

1. 实验的准备阶段

实验开始前,首先必须与在线计算机或个人用的微处理机进行“对话”,检查实验前的准备工作。例如,当探测真空腔还没有抽成真空时,计算机打印出“真空破坏”等字样,于是人们便想起去启动真空按钮或者去检查真空密封情况。

2. 实验的基本测量

小角散射实验中,假设中子束的几何截面为 F , 样品厚度为 D , 那么中子束辐照的样品

体积是 $V = FD$ 。如果忽略散射过程中的多次散射,那么探测器探测的中子数 Z 可用下式表示:

$$Z = I_0 F D \exp(-n_n \sigma_s D) n_n \left\{ \frac{d\sigma_{\text{coh}}}{d\Omega} + \frac{d\sigma_{\text{inc}}}{4\pi} \right\} \Delta\Omega \varepsilon_d, \quad (3)$$

式中 I_0 为单位面积内入射中子数目,它由显示器的读数直接给出; n_n 为样品的平均核密度, $n_n = \frac{N}{V}$; ε_d 为探测器的效率(一般情形下与波长有关); σ_s 为全截面,它包括相干散射、非相干散射和吸收三种截面。

现以下式定义宏观截面(截面密度):

$$\Sigma_\nu = \sigma_\nu n_n, \quad (4)$$

式中 ν 表示吸收、相干或非相干散射。

将(4)式代入(3)式,得到

$$Z = I_0 F D T_D \left(\frac{d\sigma_{\text{coh}}}{d\Omega} + \frac{\Sigma_{\text{inc}}}{4\pi} \right) \Delta\Omega \varepsilon_d, \quad (5)$$

式中 $T_D = \exp(-\Sigma_s D)$, 称为样品的透射率。

我们在小角散射实验测量中,总是在样品大小确定后,千方百计想得到大的 Z 值。

实验的测量次序是这样:

(1) 样品透射率 T_D 的测量。透射率与物质的成分及厚度有关, T_D 值不宜太大或过分地小,一般为 0.7—0.8 左右,可多次重复测量取其平均值。

(2) 测量样品的散射计数。一组样品可依次在同一条件下连续测量,以便数据处理时好作对比。计数率低的样品除增加测量时间外,还可以多测几次取其平均值。

(3) 定标样品钒 (V) 谱的测量: 保持测量样品时的实验条件不变,换上适当厚度的钒测量。由于钒的非相干散射截面较大,可酌情衰减入射中子束的强度,以避免过多的计数。

(4) 测量镉 (Cd) 谱。镉与钒的性能不同,它吸收中子的本领特别强,只要几个毫米厚的样品放置在样品架上,便可捕获由准直器出来的中子束。所以,镉谱的测量是为下一步计算中的电子学噪声背景的修正作准备的。

(5) 测量空样品支架、容器谱。上述步骤

完成后,保留样品支架原位不动,在准直器入口处加上衰减片,减少入射中子强度进行测量。

需要指出的是,(3)式中的 ϵ_d 是在设计探测器时由选用 ^3He 或 BF_3 气体所决定的,但每个探测元的效率也不尽完全相同。有时,由于电子学故障,使得某行或某列的探测元失去效能,这时应测量高散射截面的水或有机玻璃的散射谱,以便对每个探测元的效率进行校正。

3. 实验数据的计算

散射进入到立体角元 $\Delta\Omega$ 中去的中子,一般都不分析它们的能量。换言之,在一固定的散射角中,弹性、准弹性及非弹性散射的中子都被计数,然后转换成作为散射矢量 Q 的函数 $\frac{d\Sigma}{d\Omega}$ 。

但是,由二维位置灵敏探测器的每个探测元得到的原始数据 $Z(Q)$,可以先不考虑背景的修正,而直接检查其散射图型的对称性及其与 Q 的依赖关系。如果图型明显地是各向同性的,那么在探测器平面上围绕主束的径向平均 $Z(Q)$ 可以计算出来,并可作一些近似的应用和解释。如果图型不呈现各向同性,可依据实际情况作扇形或条状探测器单元组合的平均,

从而确定出不同条件下的 $Z-Q$ 的依赖关系。

一个完整的实验数据的计算,需要对探测器的每一探测单元或者它们的适当的组合,以绝对标度定出 $d\Sigma_{\text{coh}}/d\Omega$ 与 Q 的关系。具体做法是:(1)对散射谱作背景修正;(2)与标准样品散射谱作比较。

上述的计算过程相当烦琐,冗长。幸运的是我们已经有了专门的数据处理程序^[7],将给广大实验工作者带来不少方便,节省大量的人力和时间。

中国科学院物理研究所中子组和中国原子能科学研究院中子衍射室的同志们曾给与本人不少帮助,在此特向他们表示谢意。

- [1] J. Schelten et al., *J. Appl. Cryst.*, 11(1978), 297.
- [2] B. Farnoux et al., *Neutron Inelastic Scattering IAEA, Vienna*, (1968), 353.
- [3] K. Ibel, *J. Appl. Cryst.*, 9(1976), 296.
- [4] R. Allemann et al., *Nucl. Instr. Meth.*, 128(1975), 29.
- [5] W. Schmatz, et al., *J. Appl. Cryst.*, 7(1974), 96.
- [6] M. Roth, *Introduction à la Spectrométrie Neutronique*, CEN, Saclay, (1974), 75.
- [7] R. E. Ghosh, *A. Computing Guide for D11A*, ILL, Grenoble, (1976), 1.

(上接第70页)

星系的角动量;5.星系的类型与环境;
6.星系分布的相关函数;7.星系对速度;
8.偏袒现象;9.条状结构;10.巨洞结构;
11.富团丰富度;12.星系与星系团的相关函数;
13.星系团分布相关函数;14.大尺度流动现象;
15.大尺度偶极分布;16.类星体的成团的演化;
17.吸收云的成团;18.星系盘的年龄;
19.星族的变化;20.星系形成时间;
21.3 K 背景辐射的各向异性;22.红外背景辐射;
23.引力波背

景。

上述罗列的课题,目前的观测精度在许多方面还是很差或较差的,因此尚不足以用来鉴别真空涨落和宇宙弦两种模型的优劣。正因为如此,这些课题都是观测宇宙学和理论宇宙学中的热点。

- [1] L. Z. Fang, *Origin, evolution and Structure of Galaxies*, World Scientific, Singapore, (1988).
- [2] A. Zee, L. Z. Fang, *Particle Physics and Cosmology*, Gordon and Breach, London, (1989).