



Institute of High Energy Physics
Chinese Academy of Sciences

CSNS

高分辨中子衍射仪(TREND) 简明介绍

谢武, 谭振宏, 季文海, 缪平*

散裂中子源科学中心
中国科学院高能物理研究所

2024年11月22日

高分辨中子衍射仪团队



缪平老师

季文海老师

谭振宏老师

报告提纲



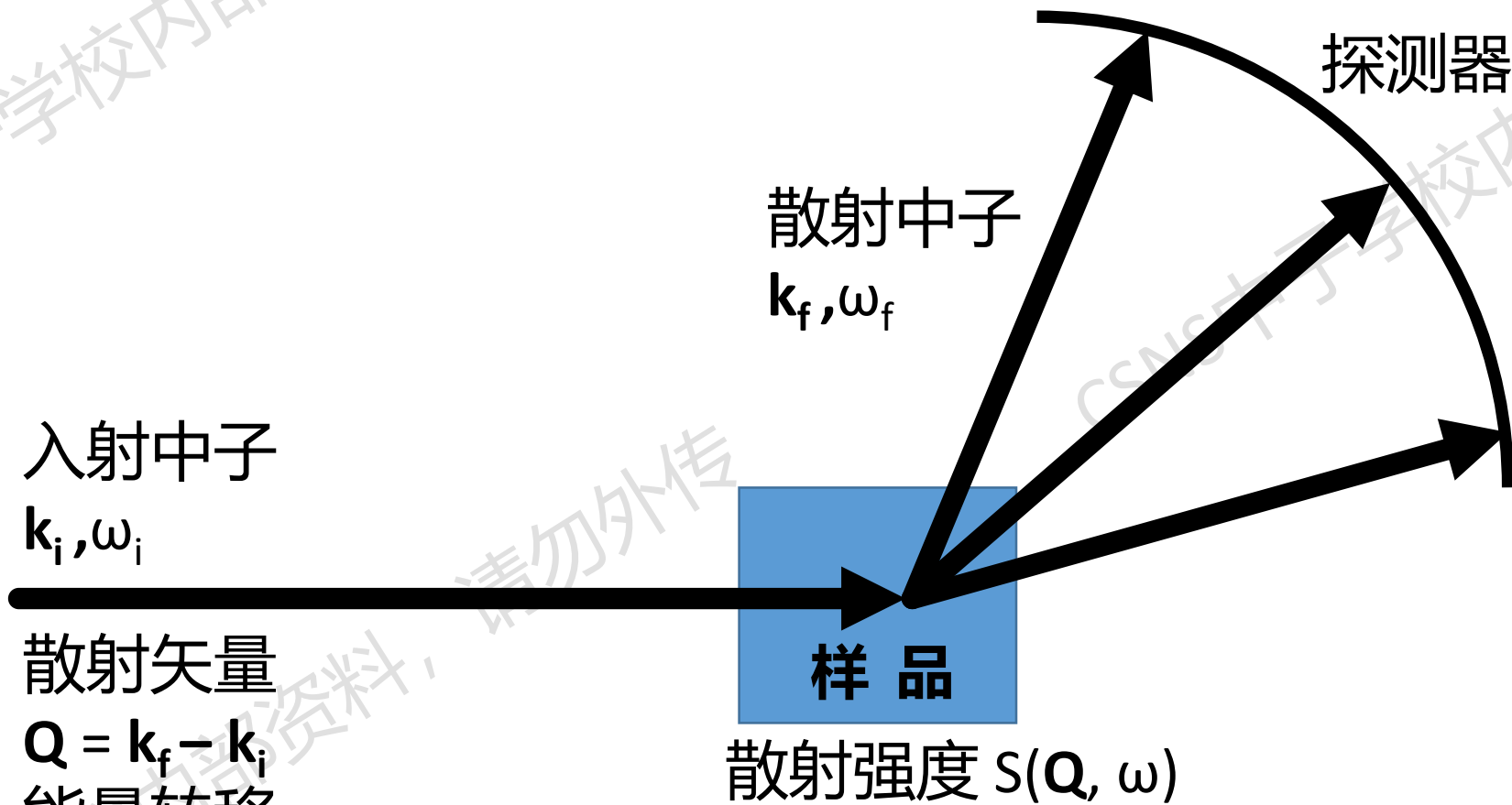
- 1. 谱仪特征参量**
- 2. 基本构造**
- 3. 样品环境**
- 4. 应用及其实例**
- 5. 总结**

报告提纲



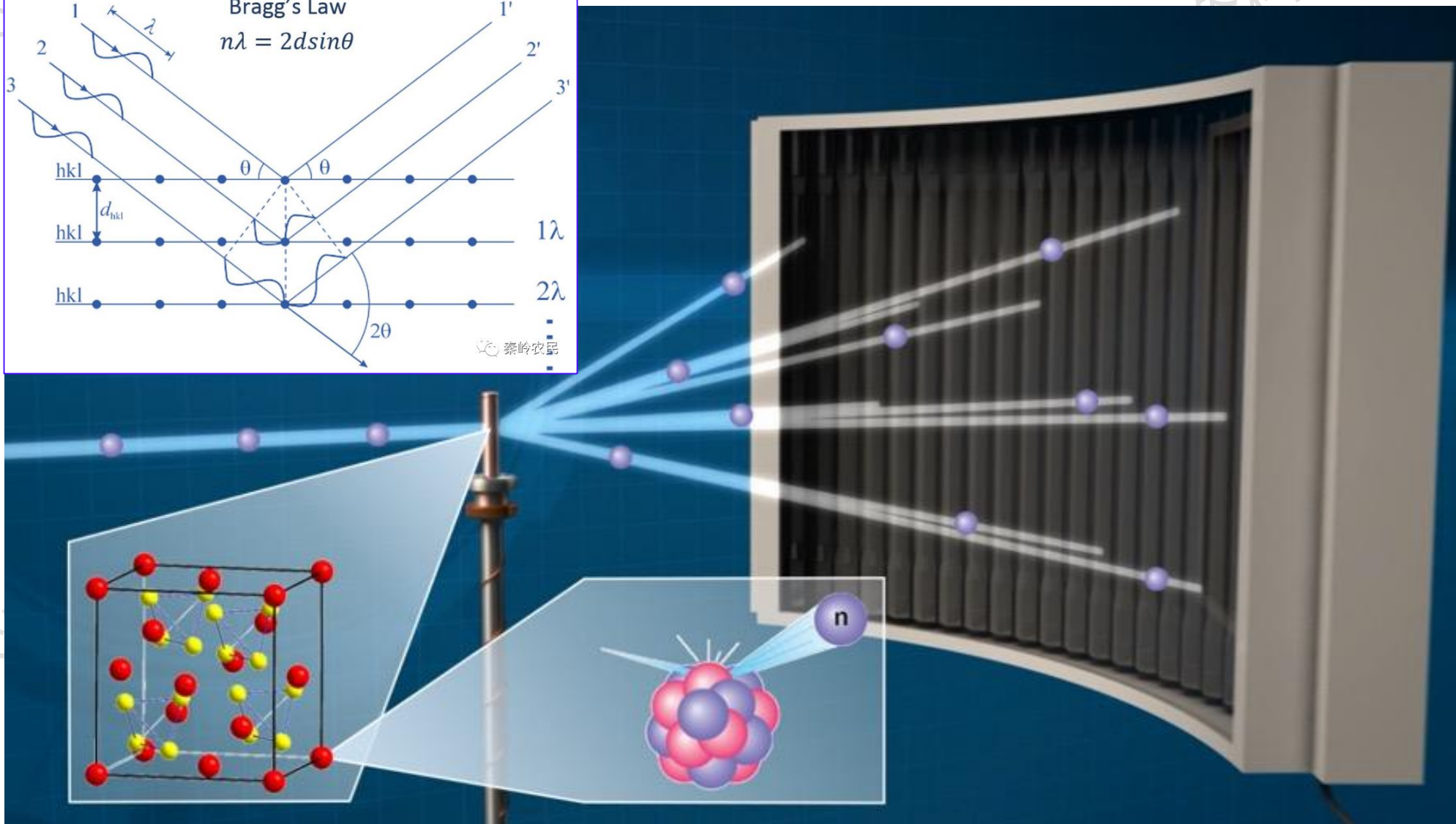
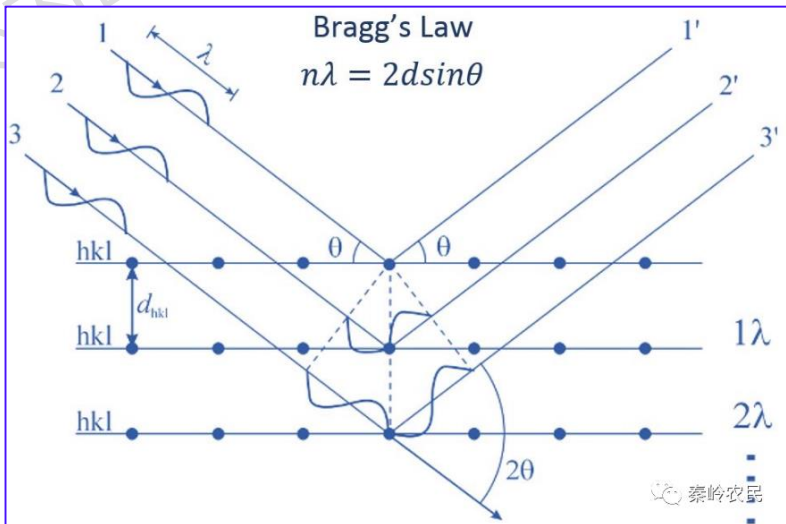
- 1. 谱仪特征参量**
- 2. 基本构造**
- 3. 样品环境**
- 4. 应用及其实例**
- 5. 总结**

中子散射技术



通过考察中子与物质相互作用前后的状态，来得到待测样品内部的微观结构及其动力学性质！

中子衍射实验



Brief Story about Data structure in the TOF Method:

Here we say 'Neutron Event': production – fly – scattered – detected

Neutron Event **中子事件**: 中子从产生到被样品散射到被探测器探测这样一个全过程



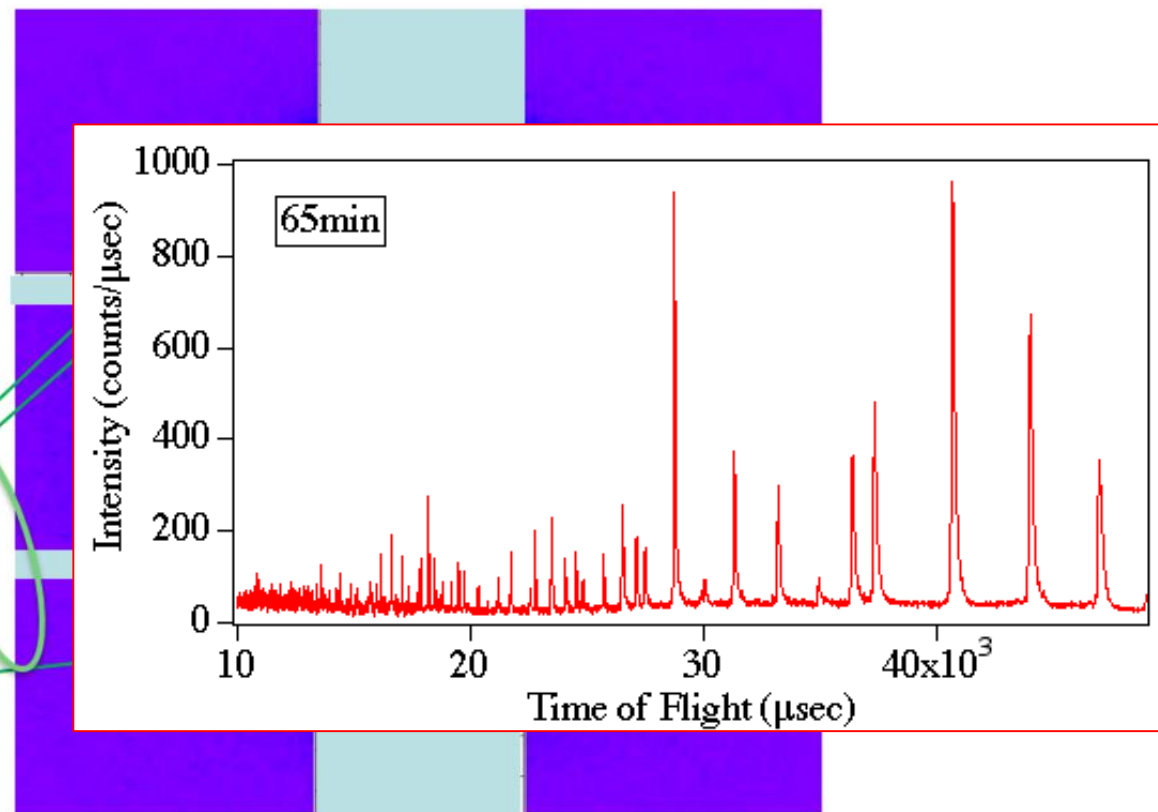
Event Data: 事件数据
time0, detector position (x, y, z), time



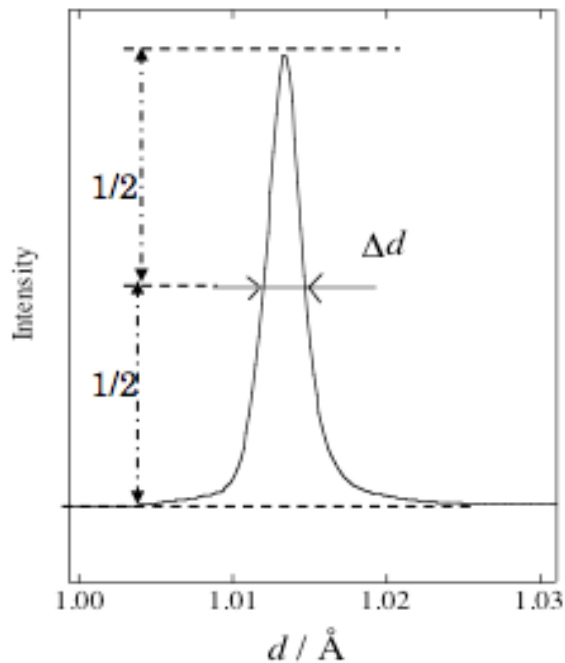
We can make 1D histogram data 直方数据

$$\text{TOF} = c_0 + c_1 d + c_2 d^2 + \dots$$

直方数据: 统计某个pixel每个时间区间内的中子数

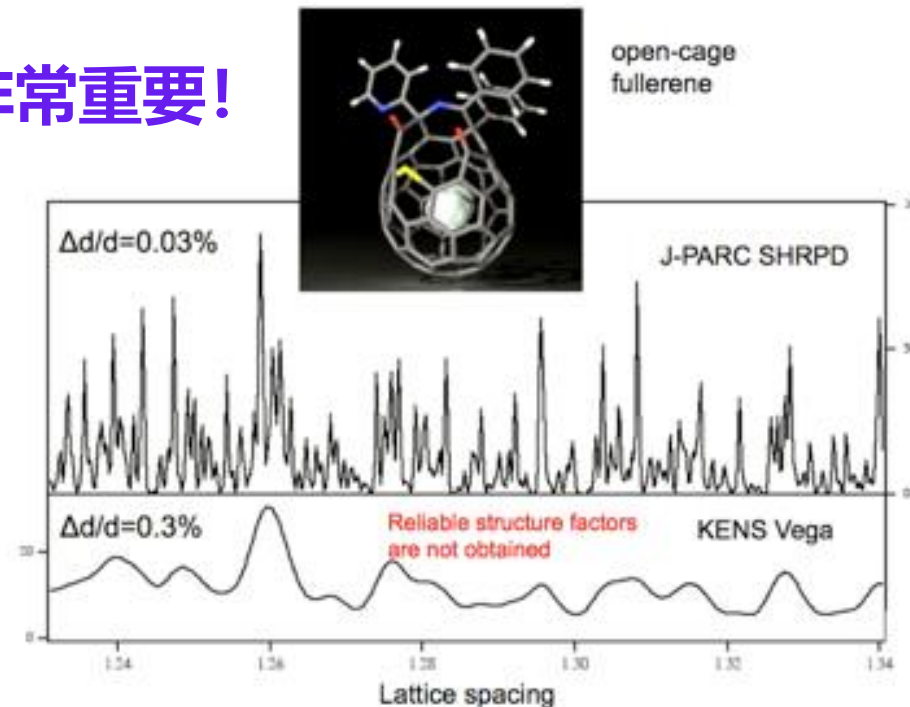


高分辨谱仪特征参量--分辨率



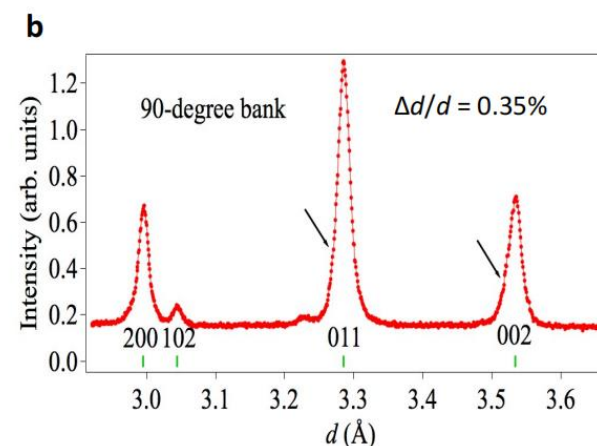
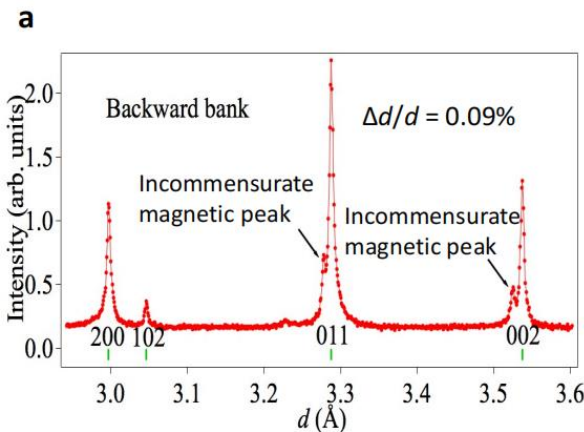
空间分辨率 $\Delta d/d$

衍射峰的宽度(分辨率)非常重要!



Resolution of TOF diffractometer

$$\frac{\Delta d}{d} = \left| \frac{\Delta t}{t} \right| + \sqrt{\left(\frac{\Delta L}{L} \right)^2 + \cot^2 \theta \Delta \theta^2}$$



怎么提高分辨率?



How to improve the resolution (make resolution smaller) of the TOF diffractometer

$$t = 2mLd\sin\theta/h$$

$$\frac{\Delta d}{d} = \left| \frac{\Delta t}{t} \right| + \sqrt{\left(\frac{\Delta L}{L} \right)^2 + \cot^2 \theta \Delta \theta^2}$$

$T, L \rightarrow$ larger

$\Delta t \rightarrow$ smaller (how?)

$L \rightarrow$ larger

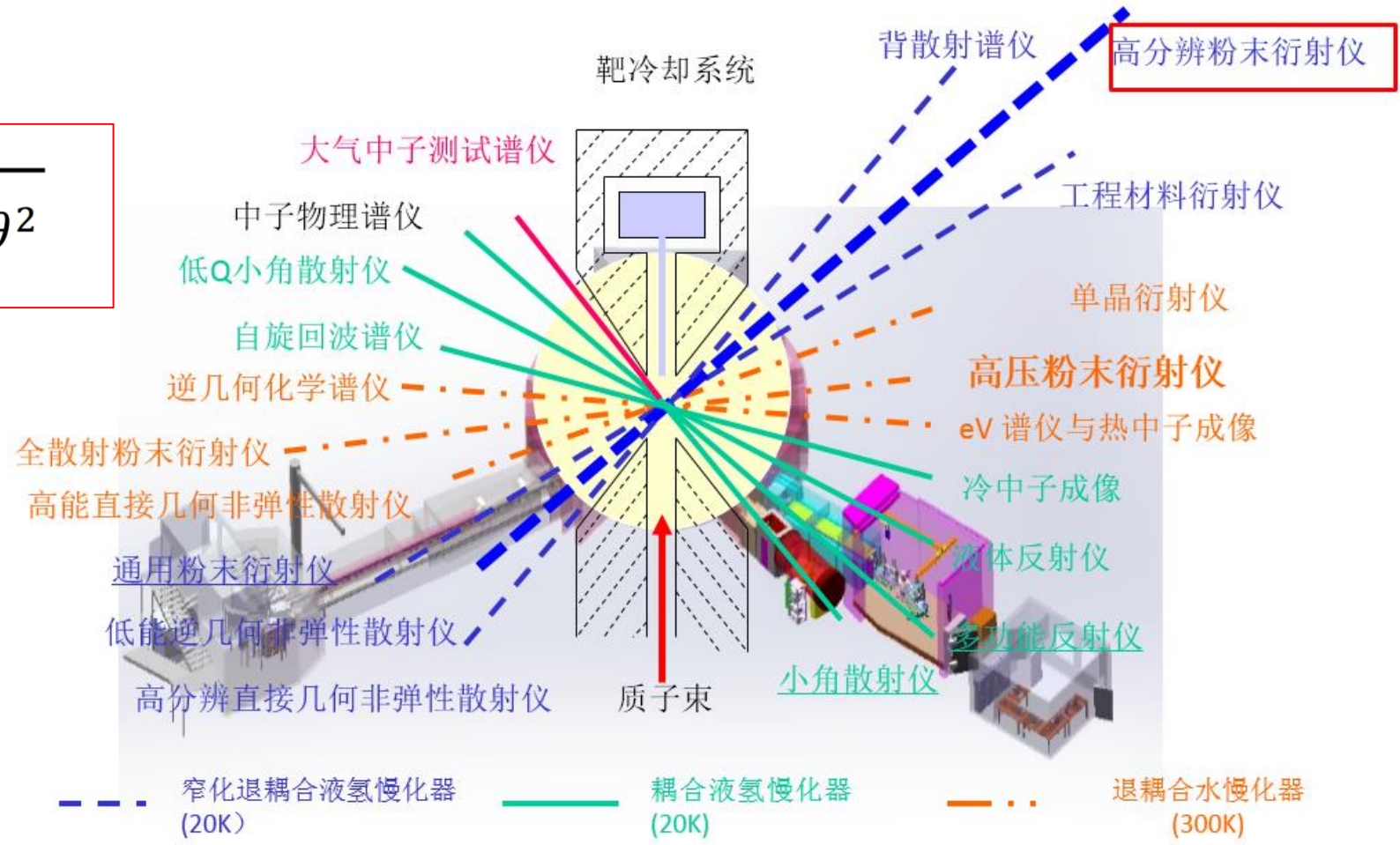
$\theta \rightarrow 90^\circ$

怎么提高分辨率？采用退耦合窄化氢慢化器



➤ 法线方向，较窄的中子脉冲宽度，具有高分辨的优势

$$\frac{\Delta d}{d} = \left| \frac{\Delta t}{t} \right| + \sqrt{\left(\frac{\Delta L}{L} \right)^2 + \cot^2 \theta \Delta \theta^2}$$

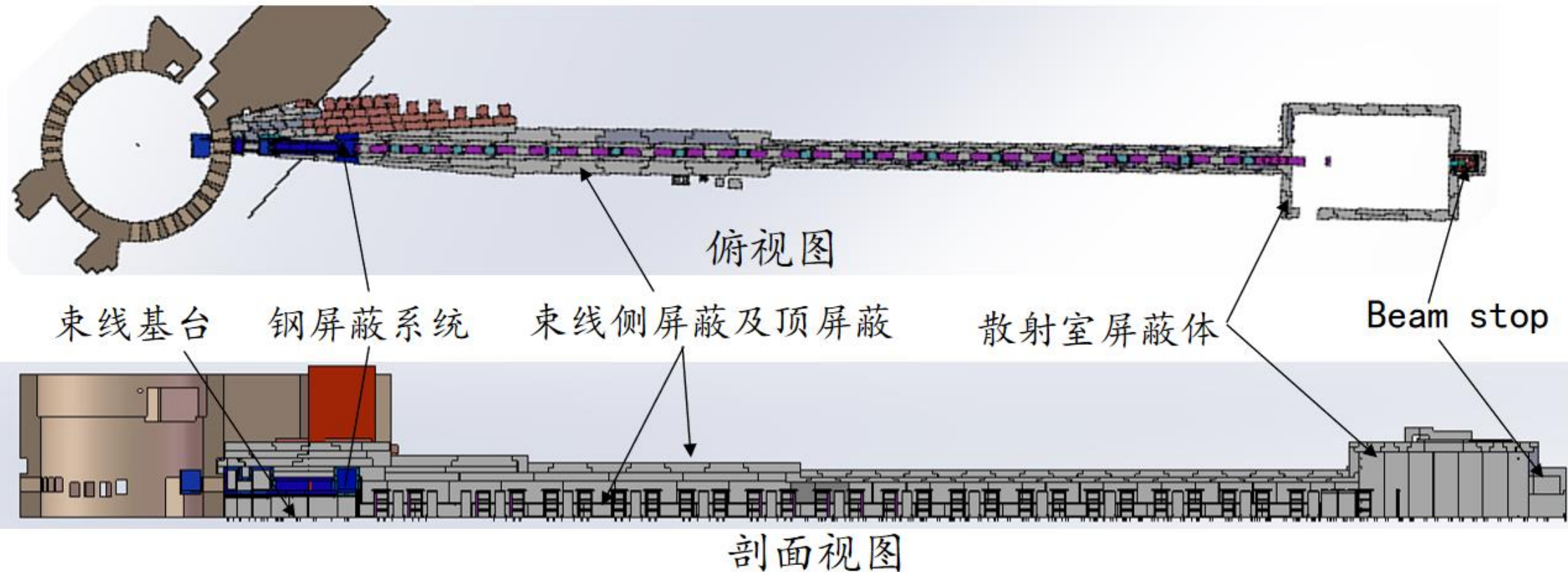


报告提纲



1. 谱仪特征参量
2. 基本构造
3. 样品环境
4. 应用及其实例
5. 总结

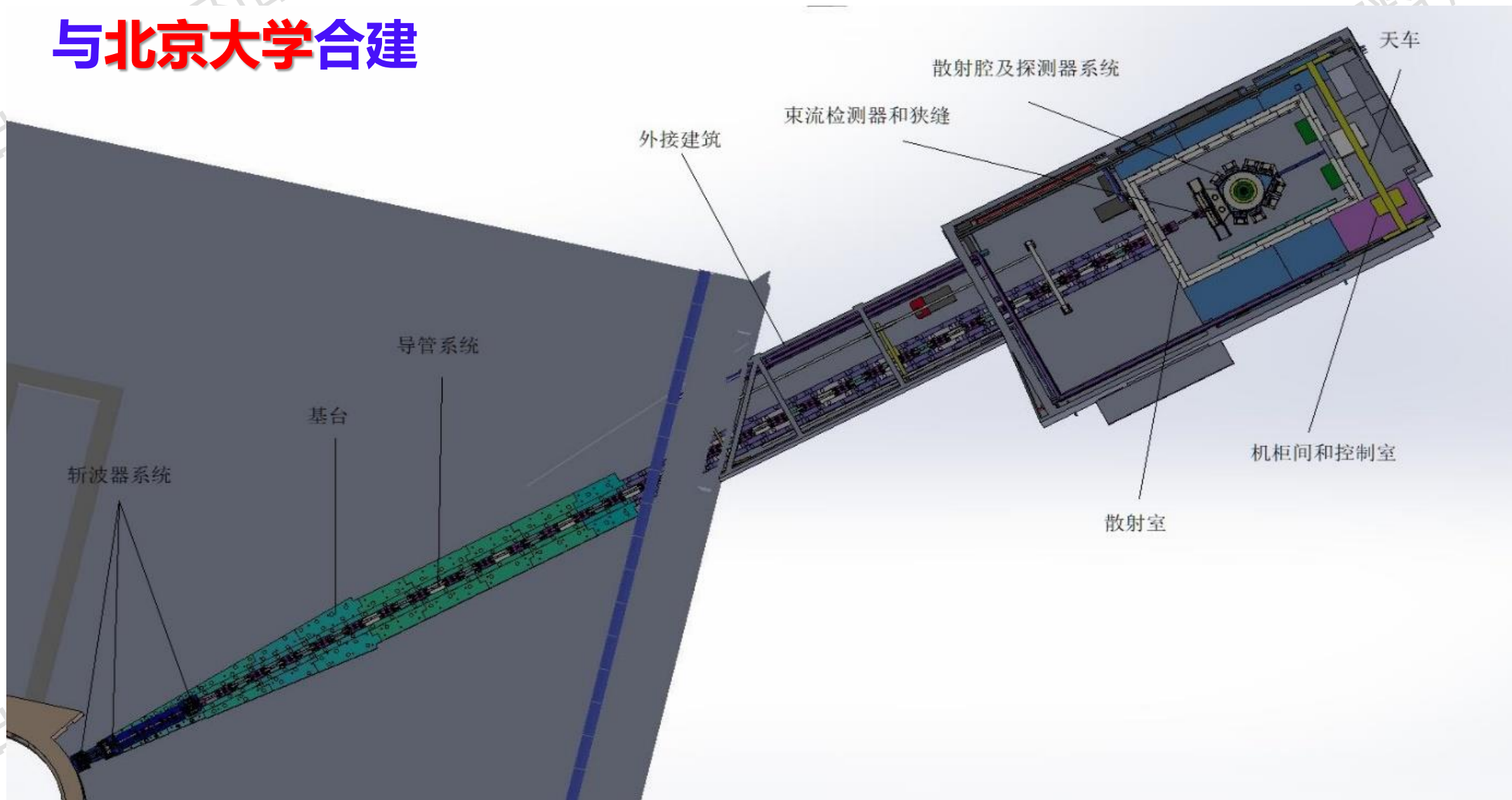
TREND谱仪构造:



TREND谱仪构造:



与北京大学合建



报告提纲



- 1. 谱仪特征参量**
- 2. 基本构造**
- 3. 样品环境**
- 4. 应用及其实例**
- 5. 总结**

TREND样品环境总览:



- 常温自动换样器;
- 高温炉;
- 低温恒温器;
- 磁体;
- 原位电池充放电装置
- 原位气体吸附和催化装置

高温炉:

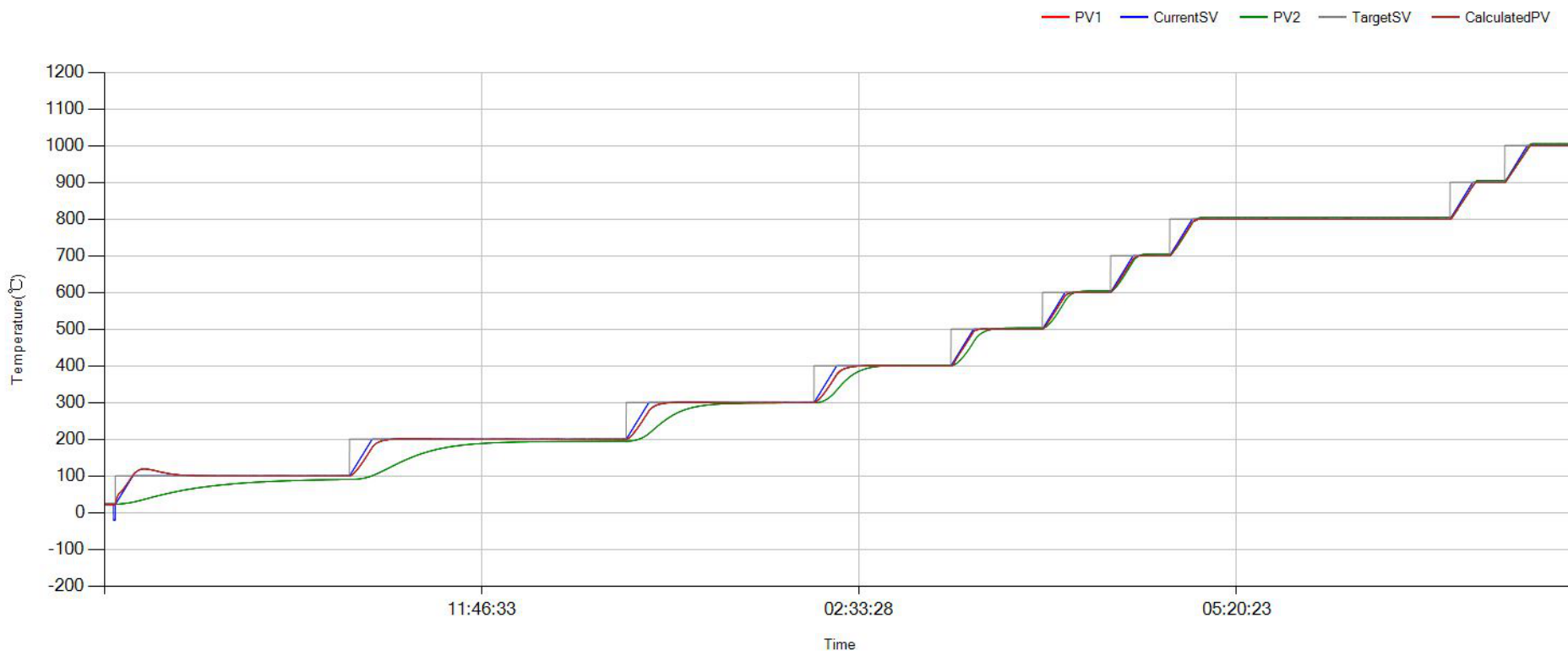


已加工
待上线

- 室温到1000°C, 可长时间维持1000°C温度;
- 水平接近360°全方位散射角的中子束窗, 纵向具备水平基准面 $\pm 31^\circ$ 以上的散射角;
- 温度标定后测量精度达到 $\pm 1.5^\circ\text{C}$, 40mm高度的样品匀温区。



温度-时间曲线 显示

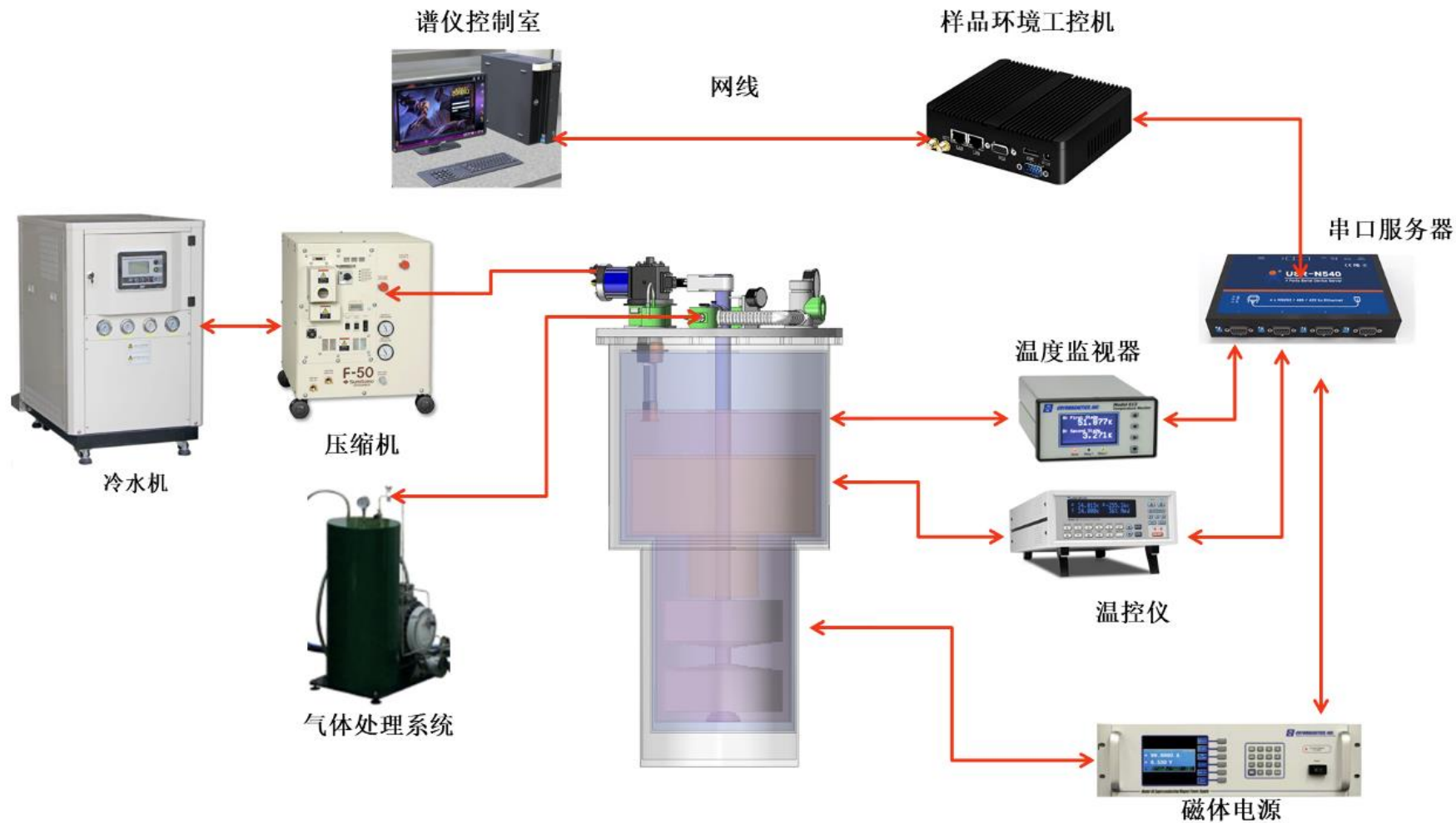


14T超导磁体（可配备稀释制冷）：



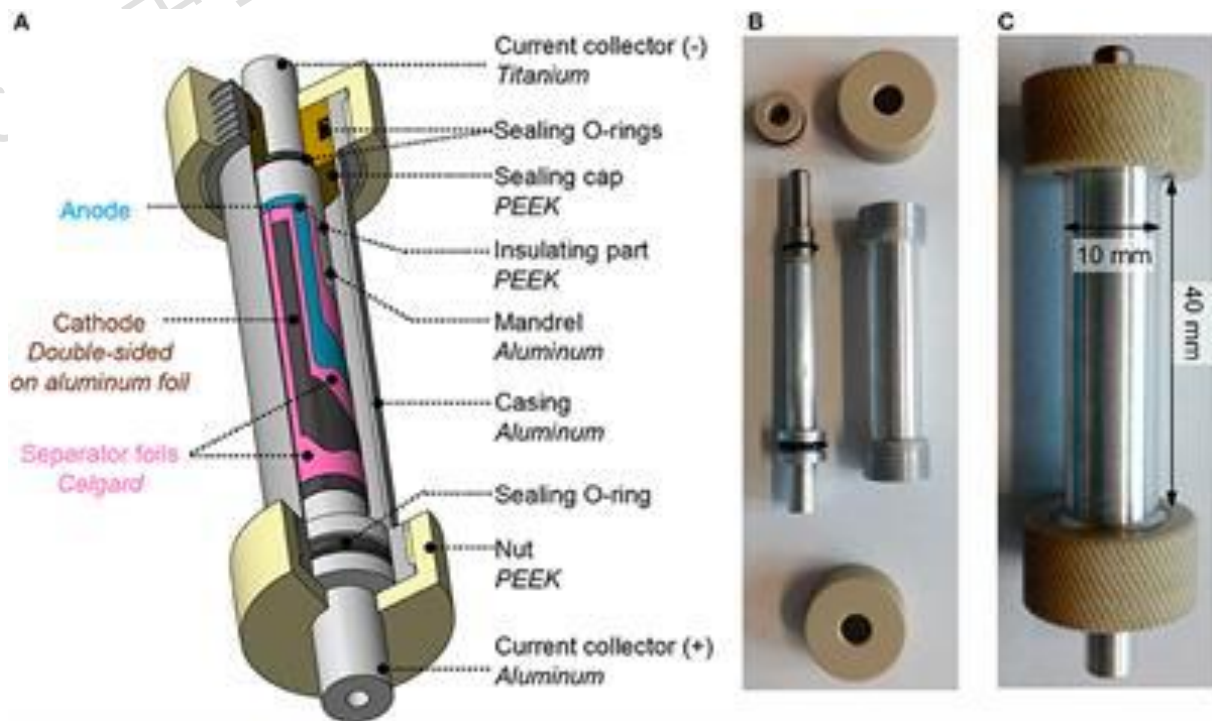
➤ 超导磁体：14T，2K~300K；稀释制冷机：40mK。

已采购
正加工

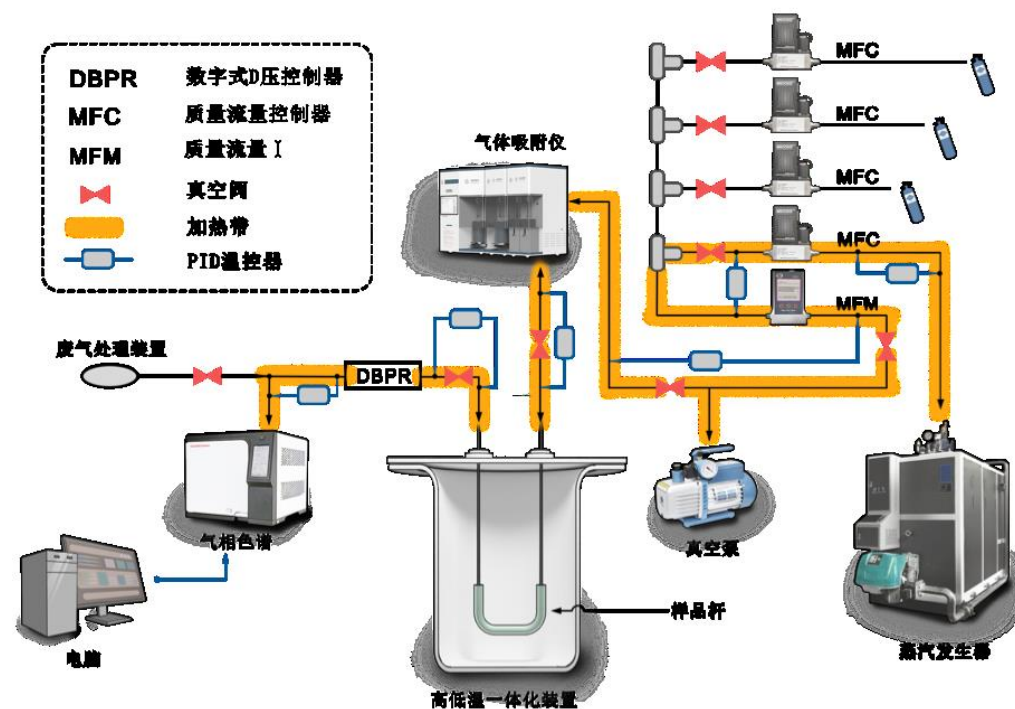


原位样品环境 (发展中)

原位电池充放电装置



原位气体吸附和催化装置



报告提纲



1. 谱仪特征参量
2. 基本构造
3. 样品环境
4. 应用及其实例
5. 总结

TREND应用方面:



- 凝聚态物理领域里细微结构变化引发的物性变化以及临界行为
- 精确解析功能材料复杂晶体结构
- 功能材料原位实验高精度测量结构变化、及其对性能的影响。
- 金属材料的晶粒和晶格微应力测量。
- 晶体学方法学研究，比如非公度晶体结构、非公度磁结构等。

新能源材料

锂电池
燃料电池

磁性功能材料

硬磁、软磁材料
磁信息存取材料
分子磁体
多铁材料

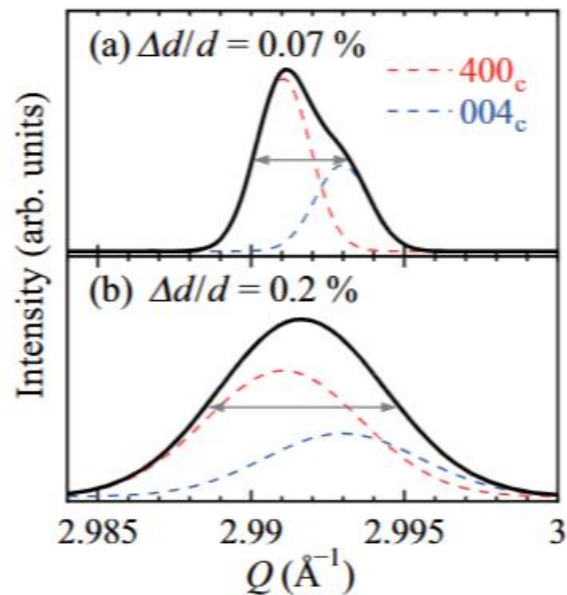
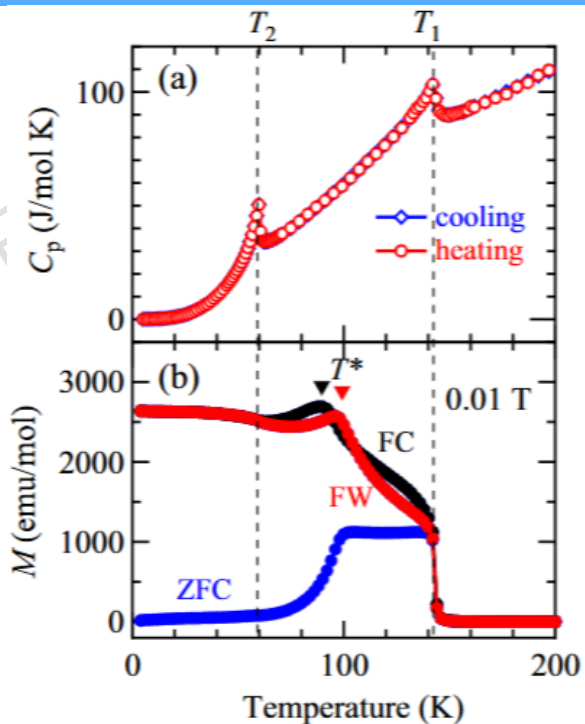
多孔材料

金属有机框架结构
沸石分子筛材料

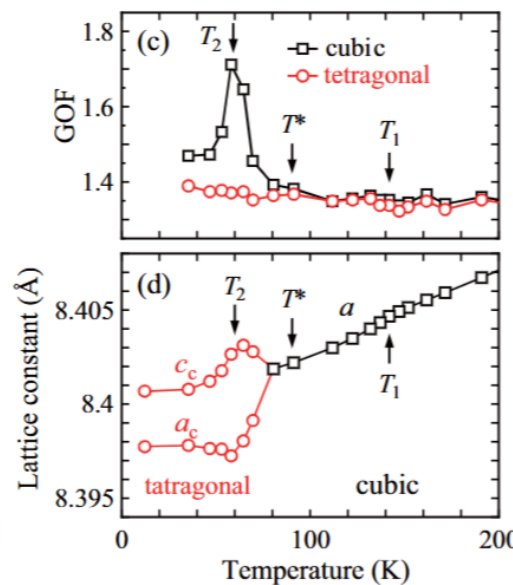
生物医药材料

蛋白质基因
药物小分子

国际上高分辨谱仪应用实例:

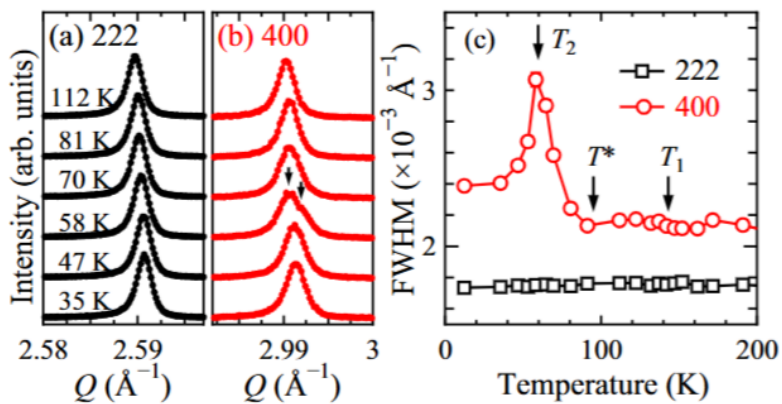


$c/a = 0.99936$



GOF: goodness of fit

- T_1 : PM to C-FM;
- T^* : structural transition and C-FM to NC-FM;
- T_2 : space group change.

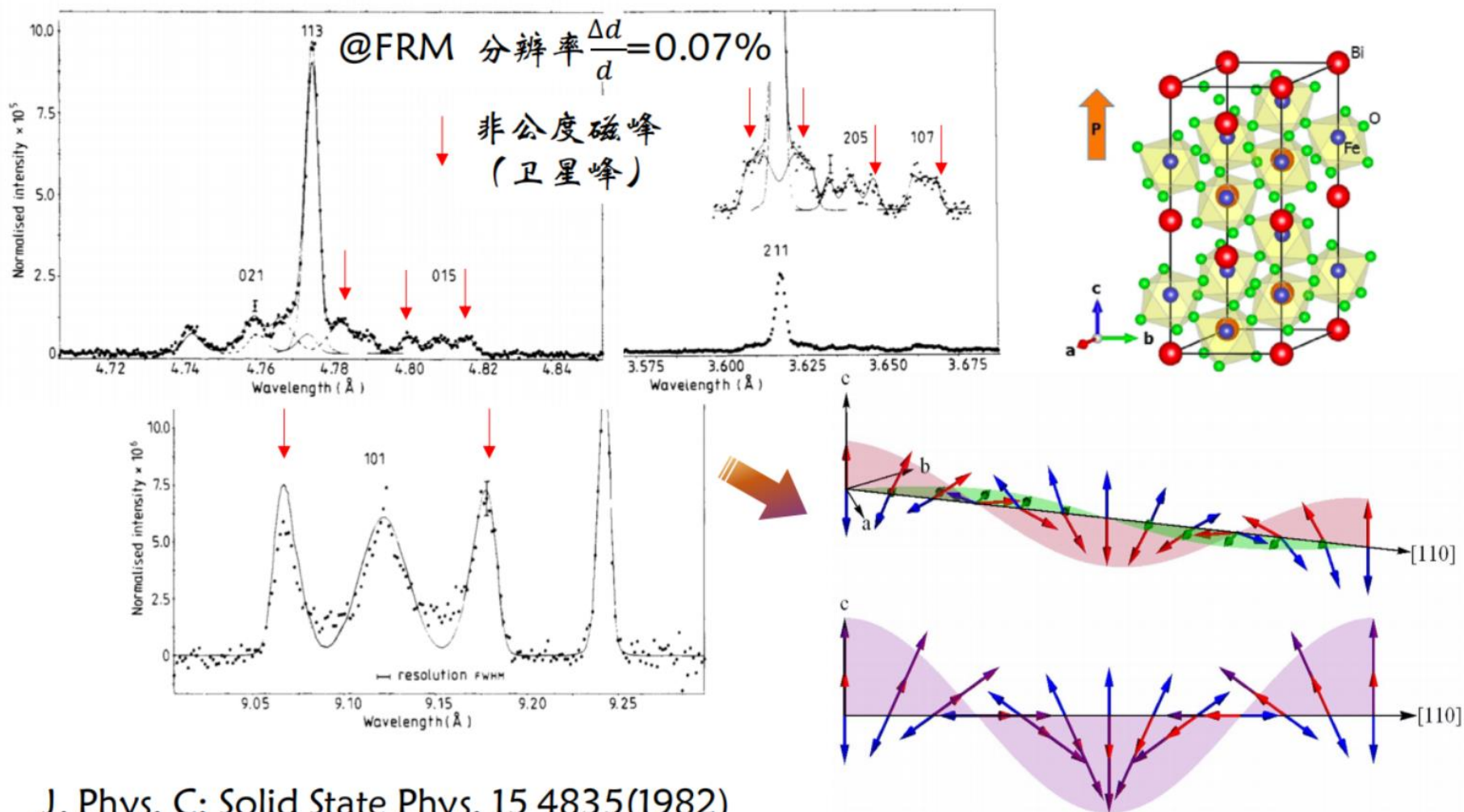


尖晶石 CoV_2O_4 中的微晶格畸变

Extremely small crystal distortion from cubic to tetragonal phase ($1 - c/a < 0.06\%$) was observed using the **high-resolution neutron diffraction measurement** below $T^* \sim 95$ K.

国际上高分辨谱仪应用实例：

- 首次发现多铁材料BiFeO₃螺旋磁结构 (1982)



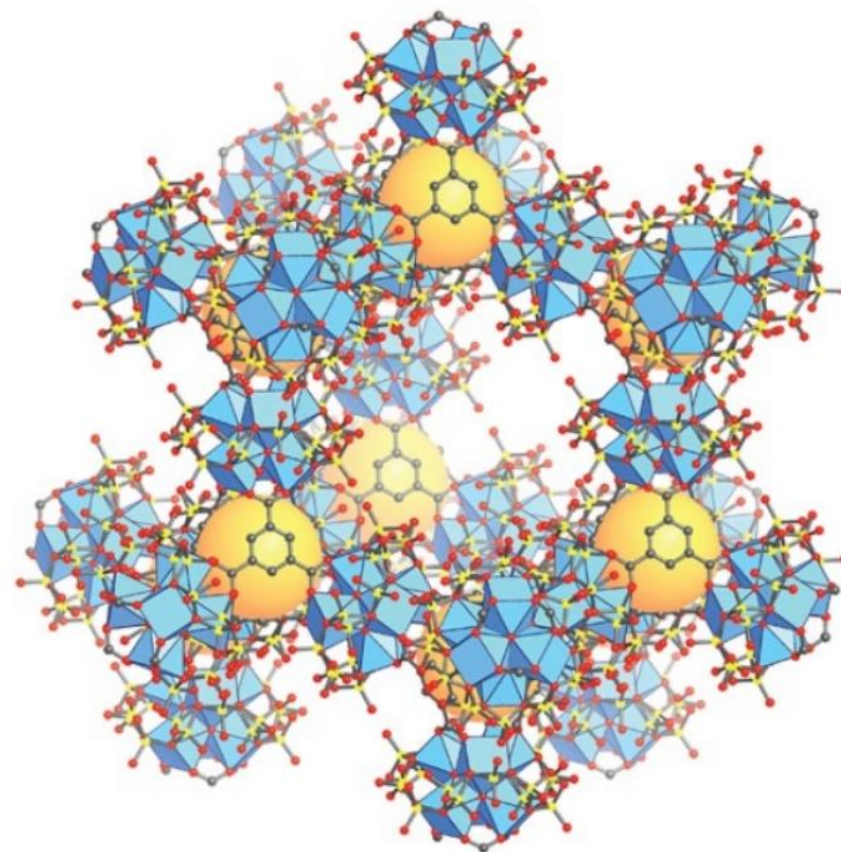
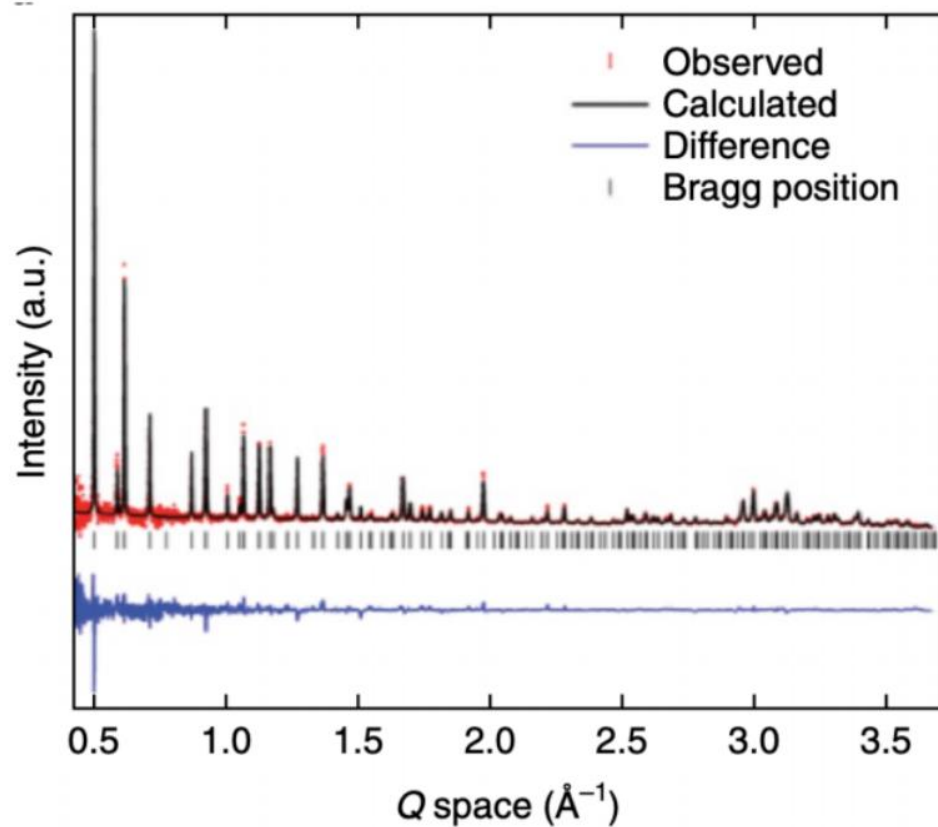
J. Phys. C: Solid State Phys. 15 4835(1982)

引用次数: 1930 “50 most influential publications in Journal of Physics (IOP)”

国际上高分辨谱仪应用实例：



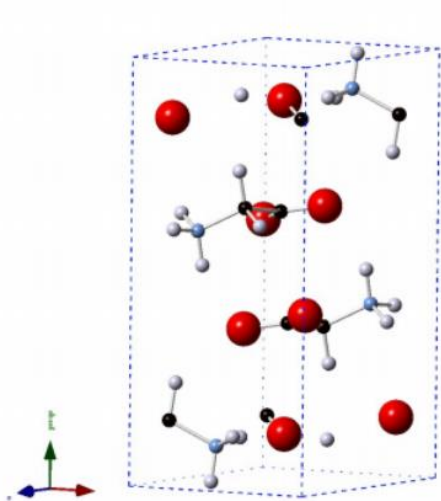
复杂晶体结构解析——多孔材料MOF-808-SO₄



Nature Chemistry 11, 170–176 (2019)

国际上高分辨谱仪应用实例：

复杂晶体结构解析——生物小分子氨基酸 α -glycine



晶体结构

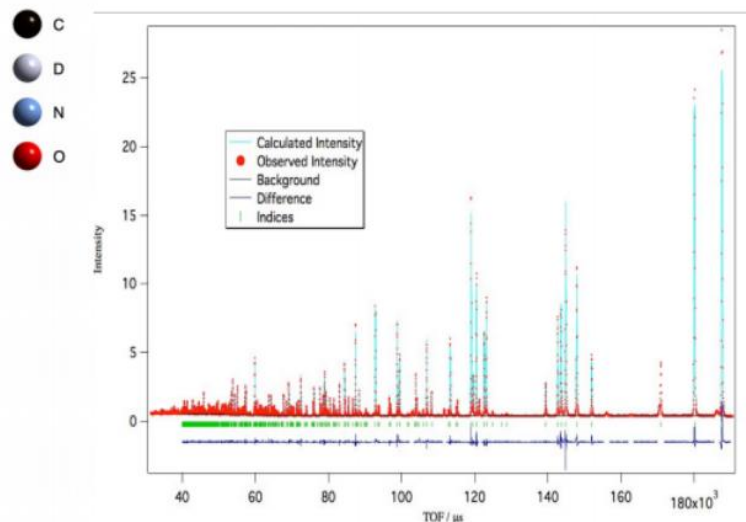
单斜晶系 :P21/n

$a = 5.103494$

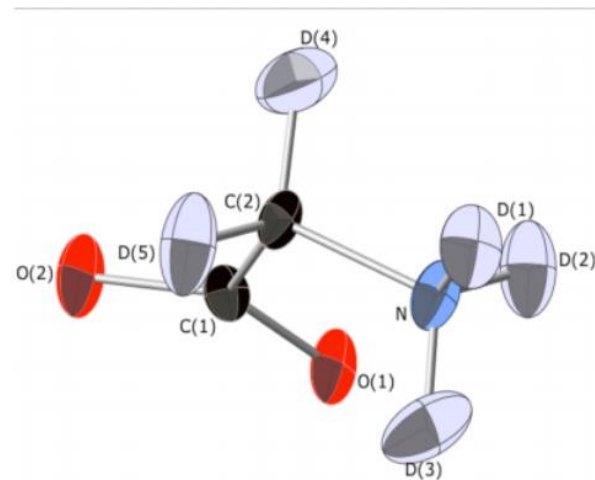
$b = 11.948140$

$c = 5.466384$

$\beta = 111.73497^\circ$



高分辨中子粉末衍射图

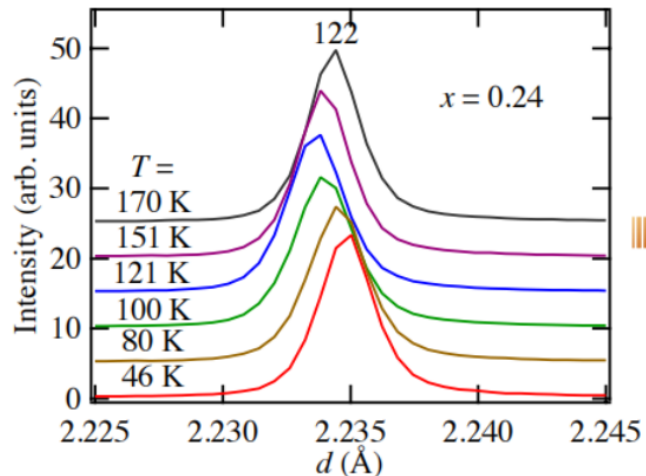


解析出的分子结构

J. Phys.: Conf. Ser. 502, 012055 (2014)

国际上高分辨谱仪应用实例：

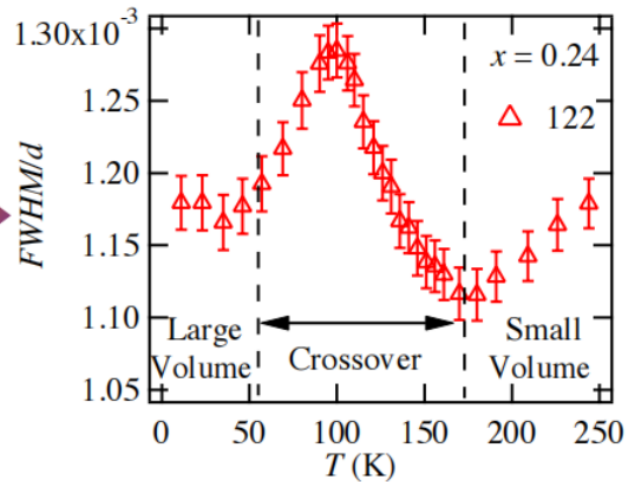
相变机制——负热膨胀体系钙钛矿 $\text{PrBaCo}_2\text{O}_{5.5+x}$



不同温度下行射峰

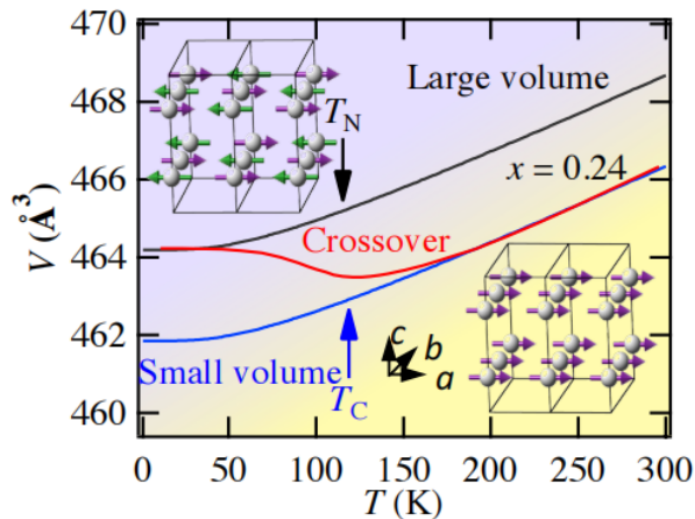
二级相变？

Phys.Rev.B 103, 094302 (2021)



不同温度下
衍射峰宽

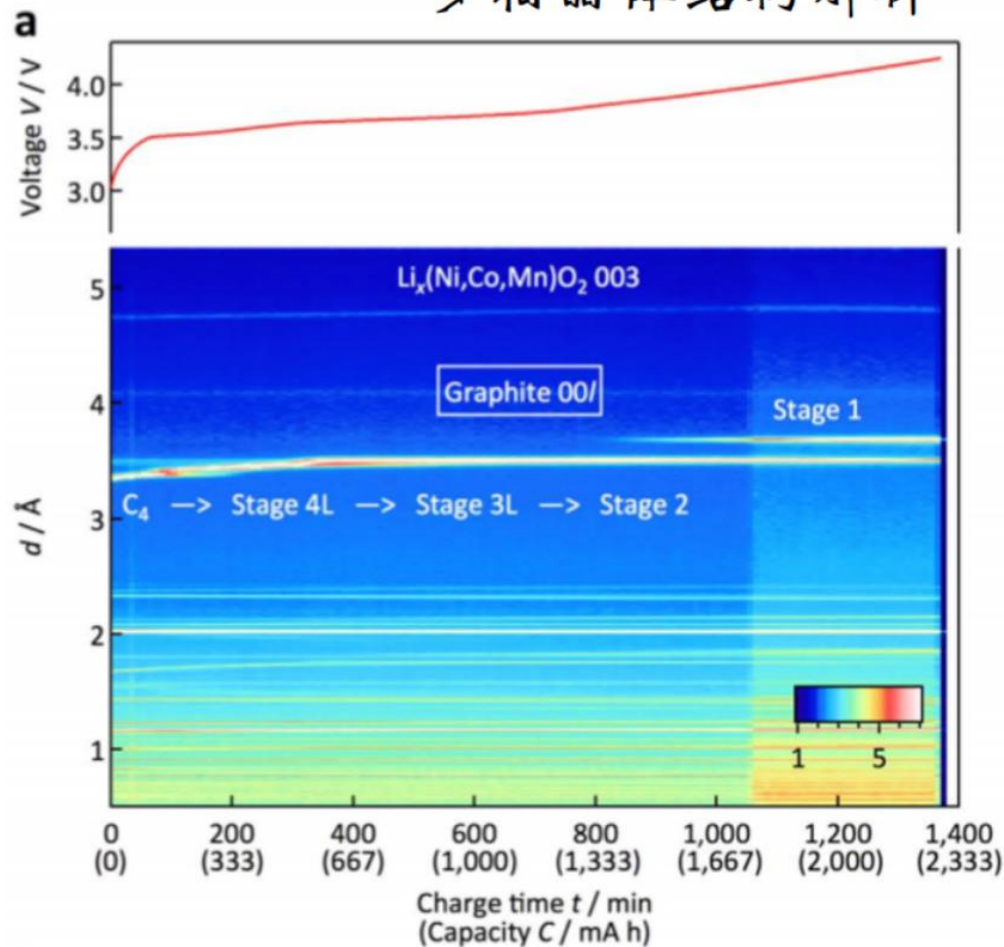
一级相变！



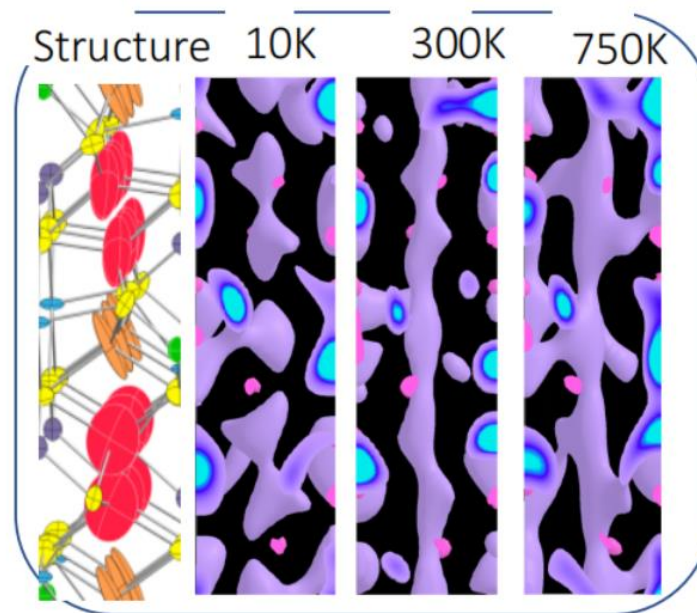
负热膨胀
微观机制

国际上高分辨谱仪应用实例:

多相晶体结构解析——新能源电池



18650型锂电池原位充放电研究
Scientific Reports 6, 28843(2016)



利用最大熵方法显示固体电解质
Li₁₀GeP₂S₁₂锂离子导电路径

Nature Materials 10, 682–686 (2011)

报告提纲



1. 谱仪特征参量
2. 基本构造
3. 样品环境
4. 应用及其实例
5. 总结

Poor man's summary on TREND



- 1. 高分辨率牺牲了一定的中子通量;**
- 2. 背底很干净;**
- 3. 探测器覆盖面积大;**
- 4. 样品环境较为齐全;**
- 5. 应用关键词: 精细、复杂、高精度、非公度**
- 6. 7月份刚出束, 还有许多优化和发展空间**

欢迎各位联系申请课题实验!

