



中华人民共和国国家标准

GB/T 38944—2020

无损检测 中子小角散射检测方法

Non-destructive testing—Testing method of small-angle neutron scattering

2020-06-02 发布

2020-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 符号 2

5 方法概要 2

6 检测系统和器材 3

7 谱仪准备 4

8 样品检测 5

9 数据处理 8

10 检测报告 11

附录 A（规范性附录） 探测器的校正 12

附录 B（规范性附录） 绝对散射强度校正 13

附录 C（规范性附录） 谱仪分辨率 14

附录 D（规范性附录） 误差分析 16

参考文献 17



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国无损检测标准化技术委员会(SAC/TC 56)提出并归口。

本标准起草单位:中国工程物理研究院核物理与化学研究所、中国科学院长春应用化学研究所、上海材料研究所、中国科学技术大学、中国科学院高能物理研究所、中国原子能科学研究院、上海交通大学、中国科学院金属研究所。

本标准主要起草人:闫冠云、陈杰、陈波、孙光爱、黄朝强、刘栋、钱达志、刘耀光、龚建、门永锋、丁杰、李良彬、程贺、王芳卫、李天富、钟圣怡、蔡桂喜。

引 言

中子小角散射是由样品中纳米到亚微米尺度结构不均匀性引起的、位于入射中子束附近(通常小于 10°)的相干散射。中子小角散射试验指利用中子小角散射谱仪测量入射中子束附近的相干散射信号,并进行数据处理与分析,以获得样品内部纳米到亚微米尺度结构信息的试验方法,典型可测量结构包含金属样品中的析出相、气泡,矿石样品中的孔洞,陶瓷、高分子、溶液样品中的聚集体等,为便于表述,本标准中用第二相粒子代指上述特征结构。中子小角散射试验可以给出第二相粒子的含量、尺寸分布、比表面积等信息,特定条件下,还可以分析第二相粒子的形状。随着我国大型中子散射科研设施的建设和发展,借助中子小角散射试验开展研究工作的用户群体将不断扩大,因此制定相关无损检测方法可为检测样品中第二相粒子提供技术规范。

中子小角散射试验获得的数据是倒易空间信息,通过数据反演分析可以给出实空间中样品第二相粒子的结构信息,其数据分析和解释经常和扫描电镜、透射电镜、原子力显微镜等其他观测方法结合使用。

无损检测 中子小角散射检测方法

警示——本标准不涉及任何安全问题,即使有任何这方面的内容,也是与其应用有关。使用的安全和健康行为规范由本标准的用户建立,并在使用本标准时加以遵守。

1 范围

本标准规定了基于反应堆中子源的中子小角散射试验检测样品内部第二相粒子(微孔洞、析出相、填料等)尺寸分布、含量和比表面积的方法。

本标准适用于第二相粒子尺寸在纳米到亚微米范围的统计各向同性的稀疏样品体系。本标准适用于金属、陶瓷、高分子、矿物等固体样品的检测,对于液体样品可参考执行,适宜的样品厚度约 0.5 mm~10 mm(例如,高分子样品约 0.5 mm~3 mm,陶瓷、矿物约 0.5 mm~5 mm,常用金属材料约 0.5 mm~10 mm)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 12604.8 无损检测 术语 中子检测
- GB/T 12604.11 无损检测 术语 X射线数字成像检测
- GB/T 26140 无损检测 测量残余应力的中子衍射方法
- GB/T 30705 微束分析 电子探针显微分析 波谱法实验参数测定导则
- GB/T 36053 X射线反射法测量薄膜的厚度、密度和界面宽度 仪器要求、准直和定位、数据采集、数据分析和报告

3 术语和定义

GB/T 12604.8、GB/T 26140、GB/T 12604.11、GB/T 36053、GB/T 30705 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

稀疏体系 dilute system

所包含的待测粒子浓度低(例如第二相体积比在 1% 以内的金属、高分子材料),粒子间相互作用可忽略不计的体系。

3.2

中子散射长度 neutron scattering length

中子被原子核散射的几率,具有长度量纲。

3.3

中子散射长度密度 neutron scattering length density

单位体积内所有原子与中子作用并发生散射的总几率,它等于单位体积内所有原子的中子散射长度之和。

3.4

衬度差 contrast

第二相粒子与基体之间散射长度密度的差值。

3.5

绝对散射强度 absolute intensity

中子与单位体积样品弹性散射作用的微分截面值。

注：又称宏观微分散射截面。

4 符号

表 1 中所列符号适用于本文件。

表 1 常用符号含义及单位

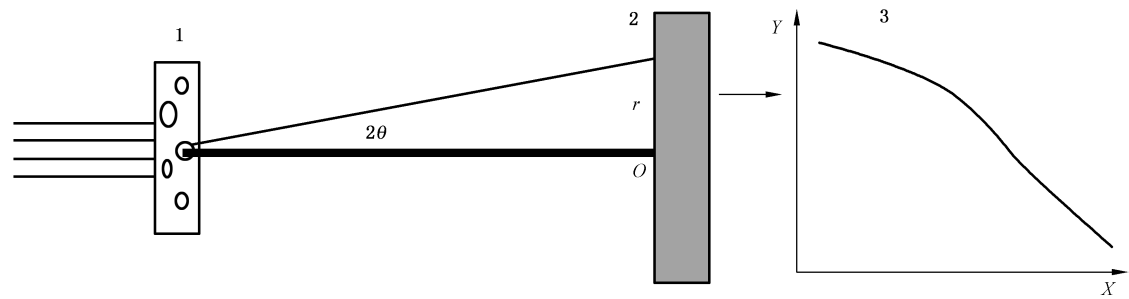
符号	含义	单位
I_{in}	入射中子束强度	s^{-1}
I_{out}	出射中子束强度	s^{-1}
2θ	散射角	rad
λ	中子波长	nm
q	散射矢量 ($q = 4\pi \sin\theta / \lambda$)	nm^{-1}
$I(q)$	散射强度	—
R_G	回旋半径	nm
T	透过率	—
V	粒子体积	nm^3
ρ	散射长度密度	cm^{-2}
$\Delta\rho$	衬度	cm^{-2}
$\frac{\text{d}\Sigma(q)}{\text{d}\Omega}$	绝对散射强度	cm^{-1}
$\text{d}\Omega$	空间立体角	sr

5 方法概要

中子小角散射是由样品中纳米到亚微米尺度结构不均匀性引起的、位于入射中子束附近(通常小于 10°)的相干散射。利用中子小角散射试验可以给出样品中第二相粒子的含量、尺寸分布、比表面积等信息。中子小角散射试验的基本原理如图 1 所示,当中子束照射到样品上时,部分中子会被样品散射,其中入射中子束附近的相干散射中子倒易空间(与真实空间相联系的傅里叶空间)分布与第二相粒子的形状和含量相关。中子小角散射谱仪利用二维位置灵敏探测器(简称二维位敏探测器)记录散射中子空间

分布,并通过角度换算给出散射强度 $I(q)$ 与散射矢量 q 的关系,然后对 $I(q)-q$ 数据进行分析即可推导样品第二相粒子的结构信息。

中子小角散射试验可以给出入射中子束照射范围内所有第二相粒子的统计信息。相对于 X 射线,中子对大部分的重元素具有深穿透优势,同时又对轻元素十分敏感,因此在金属、陶瓷、高分子、矿物等样品检测方面具有优势,而且样品不需要特殊处理,是一种无损检测的方法。中子小角散射试验获得的数据是倒易空间信息,通过数据反演分析可以给出实空间中样品第二相粒子的结构信息,其数据分析和解释经常和扫描电镜、透射电镜、原子力显微镜等其他观测方法结合使用。



说明:

1 —— 样品;

2 —— 二维位敏探测器;

3 —— $I-q$ 曲线;

2θ —— 散射角;

r —— 散射中子到束流中心的距离;

O —— 束流中心;

Y —— 散射强度 $I(q)$;

X —— 散射矢量 q 。

图 1 中子小角散射原理示意图

6 检测系统和器材

6.1 概述

检测系统主要由中子源、中子导管、中子小角散射谱仪构成。其中,中子小角散射谱仪包含速度选择器、监视器、准直器、样品台、二维位敏探测器等主要部件。测试需要样品盒、衰减片、中子强吸收材料等辅助器材。

6.2 中子源

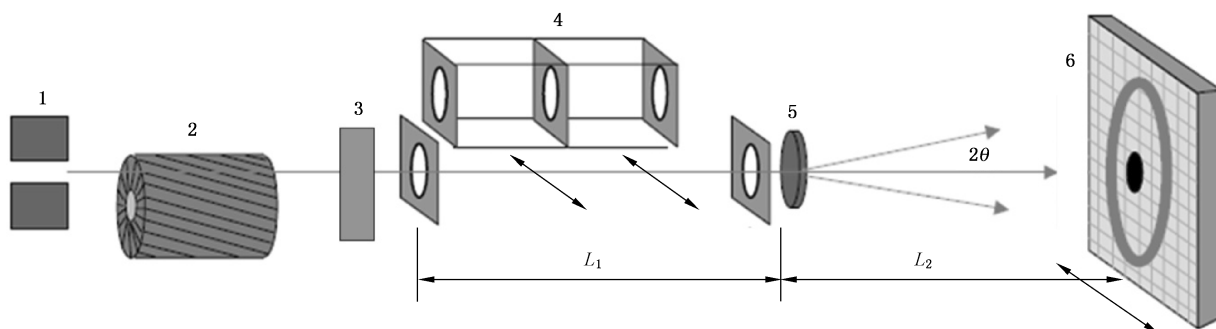
中子小角散射试验利用的中子源主要由裂变或散裂产生,前者见于稳态反应堆,后者属于加速器脉冲中子源。中子小角散射试验常用波长范围为 $0.2\text{ nm}\sim 2\text{ nm}$ 。在反应堆源上,通常利用速度选择器从多色中子束中选出特定波长的中子;在散裂源上,中子束由一系列含有不同波长中子的脉冲组成,可通过中子斩波器选出特定波长范围的中子。

6.3 中子小角散射谱仪

反应堆的中子小角散射谱仪由速度选择器、监视器、准直系统和探测器组成,如图 2 所示。图中 5 为样品台,样品的左侧为中子束流品质调节部件,用于获得特定波长和发散度的中子束;速度选择器(波

长分辨通常在 10%~30% 之间,可调节波长通常在 0.2 nm~2 nm)将多色中子束过滤成近单色中子束;监视器反馈中子束流强度的波动,它具有高中子透过率(透过率通常大于 98%)和低中子探测效率(约万分之一);准直系统限制中子束的发散度,准直系统的前后光阑尺寸、距离可调,距离越长、尺寸越小,中子发散度越小,但注量也越低,宜根据需要进行调节。

样品右侧通常为中子二维位敏探测器(有效测量范围通常为 $64 \times 64 \text{ cm}^2 \sim 100 \times 100 \text{ cm}^2$),为了降低空气及杂散中子的影响,二维位敏探测器安装在真空腔中(真空度约 10 Pa 以内),探测器可在真空腔中前后移动(部分探测器还可以左右移动)。探测器上配有束流阻挡器,它由中子强吸收材料组成,主要用于阻挡透射中子,防止其损伤探测器。



说明:

- 1 —— 冷中子源导管出口;
- 2 —— 速度选择器;
- 3 —— 监视器;
- 4 —— 准直器;
- 5 —— 样品台;
- 6 —— 二维位敏探测器;
- L_1 —— 准直距离;
- 2θ —— 散射角;
- L_2 —— 样品到探测器距离。

图 2 基于稳态中子源的中子小角散射谱仪结构示意图

6.4 检测器材

试验辅助器材通常包含样品盒、中子强吸收材料、衰减片等。粉末样品、液体样品检测时需要用到样品盒,样品盒常选用蓝宝石、石英、纯铝等材质,样品盒自身不能产生明显的散射信号,中子透过率通常要求 90% 以上。中子强吸收材料主要由镉、硼等高中子吸收截面元素构成,材料厚度要使得中子透过率接近 0。衰减片常用含氢量较高的树脂材料,它可以均匀地散射中子,在直穿束方向仅透过少量中子(如透过率 1%),树脂片厚度约 3 mm~5 mm。

7 谱仪准备

7.1 概述

试验开始前需要对装置及束线进行检查,以确保仪器状态及各项指标满足测试要求。通过反应堆运行组确认反应堆稳定运行(比如维持功率 20 MW),冷源(慢化中子的设备)正常,以保障在试验测试过程中中子源的稳定性。检查速度选择器、准直器、探测器腔真空度(通常 10 Pa 以下),确认各部件运行环境正常。开启监视器并启动速度选择器到达指定转速(对应特定中子波长),通过监视器计数率估

算中子注量率是否达到该设定下的额定值。开启探测器,测试待测布局下的探测器结构噪声以及空气散射计数率及均匀性,以检验谱仪是否正常运行。利用标准样品对谱仪散射矢量及探测器效率进行校正,以获得准确的散射强度分布曲线。

7.2 散射矢量校正

通常以山嵛酸银粉末样品来标定速度选择器在特定转速和倾角下选出的中子波长。如图 3 所示,山嵛酸银晶体(001)晶面间距 d 为 5.838 nm,根据 $q=2\pi/d$,可知计算出散射峰位 $q_{pk}=1.076\text{ nm}^{-1}$,进而标定出中子波长,见式(1):

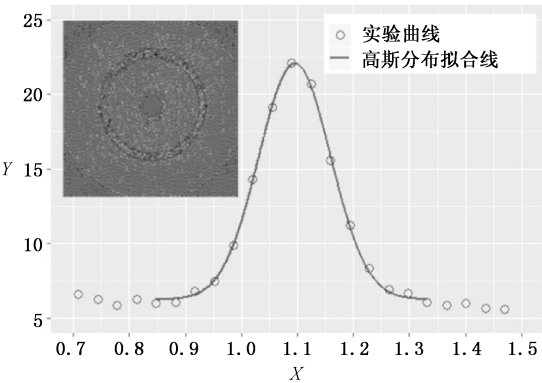
$$\lambda = \frac{4\pi\sin\theta}{q_{pk}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 λ ——中子波长;
 θ ——1/2 散射角;
 q_{pk} ——散射峰对应的散射矢量。

对于非常小的角度,式(1)中 $\sin\theta$ 可近似为 $(\sin2\theta)/2$,见式(2):

$$\sin\theta = \frac{r}{2 \times \sqrt{r^2 + L_2^2}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 r ——散射中子到束流中心的距离;
 L_2 ——样品到探测器距离。



说明:
 X ——散射矢量 q ;
 Y ——散射强度 $I(q)$ 。

图 3 山嵛酸银标准样品的试验与拟合数据

7.3 探测器效率校正

二维位敏探测器由像素点阵组成,不同像素点的中子计数效率并不完全一致,试验之前应对探测器效率进行校正,相关信息见附录 A。

8 样品检测

8.1 样品要求

试验样品不需要特殊处理,典型厚度在 0.5 mm~10 mm 之间。样品厚度宜使测量的散射强度最

大,它受透过率和散射截面影响。样品的透过率 T 见式(3):

$$T = \frac{I_{\text{out}}}{I_{\text{in}}} = \exp(-\sum_{\text{total}} d) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

\sum_{total} ——总作用截面,单位为每厘米(cm^{-1});

d ——样品厚度,单位为厘米(cm)。

式中总散射截面 \sum_{total} 包括相干散射截面、非相干散射截面以及吸收截面。当样品中的中子非相干散射截面或者吸收截面远大于相干散射截面时,最优的样品厚度 d_0 由式(4)给出:

$$d_0 = \frac{1}{\sum_{\text{total}}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

d_0 ——最优样品厚度,单位为厘米(cm)。

当 $d = d_0$ 的时候,透过率等于 37%,样品具有最大的散射强度。宜根据理论计算或试验测量,调控待测样品厚度接近最佳厚度。如果样品的中子相干散射截面远大于非相干散射截面和吸收截面,在透过率为 37% 的时候,会产生多重散射现象,此时应适当降低样品厚度,使透过率达到 90% 左右。

8.2 检测区间估算

在检测之前,首先根据样品中第二相粒子大致尺寸范围对需要测量的散射矢量区间进行估算。对完全未知的待测样品,宜先测量所有的 q 区间,根据测量曲线中散射特征分布位置决定后续检测 q 区间范围。当已知待测样品内部第二相粒子的尺寸分布范围时,散射矢量区间估算式见式(5):

$$\frac{\pi}{D_{\text{max}}} < q < \frac{4\pi}{D_{\text{min}}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

D_{max} ——最大粒子的直径,单位为纳米(nm);

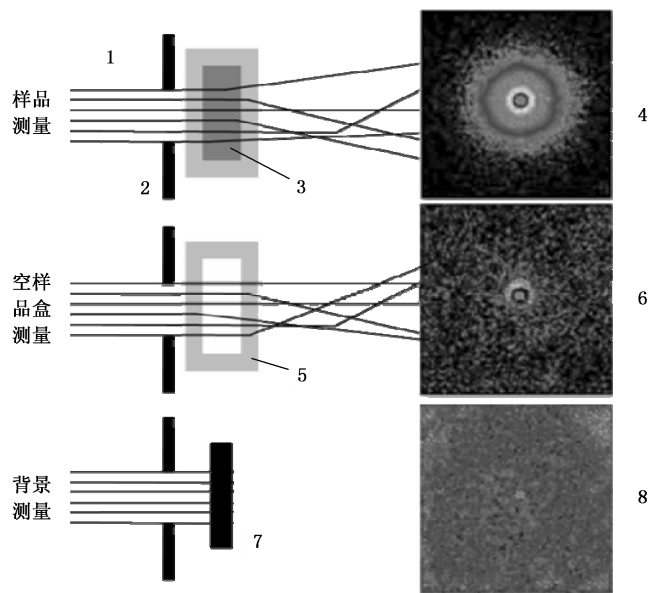
D_{min} ——最小粒子的直径,单位为纳米(nm)。

估算出待测样品的 q 区间后,利用图 1 的散射几何和式(1)、式(2)计算出最优的样品到探测器距离和中子波长。对于没有特殊要求的检测,宜使用相同的中子波长,通过改变样品到探测器距离来调节测量 q 区间。

8.3 测量步骤

8.3.1 概述

样品信号包含了样品盒、背景信号,为了获得仅与样品相关的中子小角散射试验数据,应分别对样品、样品盒以及背景进行测量,并获取相应的透过率数据,如图 4 所示。正式测试前,宜先对样品、样品盒、背景进行短扫(如进行 5 min 以内的快速测量)评估信噪比,根据样品信号强度设定测量时间。



说明：

1——入射中子束；

2——样品光阑；

3——样品；

4——样品散射信号；

5——样品盒；

6——空样品散射信号；

7——中子强吸收材料；

8——谱仪背景信号。

注：部分样品不需要使用样品盒,则样品盒数据指空气散射。

图 4 试验测量设置及测量信号示意图

8.3.2 样品测量

- 具体测量步骤如下：
- a) 移动束流阻挡器到中子束流中心,防止探测器被透射中子损伤；
 - b) 放置装有样品的样品盒到样品台上,打开束流闸门,用二维位敏探测器记录样品和样品盒总的散射中子信号；
 - c) 测量结束后,关闭束流闸门,取下试验样品。

8.3.3 空样品盒测量

- 具体测量步骤如下：
- a) 移动束流阻挡器到中子束流中心；
 - b) 放置空样品盒到样品台上,打开束流闸门,用二维位敏探测器记录样品盒的散射中子信号；
 - c) 测量结束后,关闭束流闸门,取下试验样品盒。

8.3.4 背景测量

- 背景数据主要测量环境中的杂散中子及探测器结构噪声。具体测量步骤如下：
- a) 移动束流阻挡器到中子束流中心；

- b) 放置中子强吸收材料到样品台上,打开束流闸门,用二维位敏探测器记录测量信号;
- c) 测量结束后,关闭束流闸门,取下中子强吸收材料。

8.3.5 透过率测量

具体测量步骤如下:

- a) 在样品台上放置衰减片;
- b) 束流阻挡器移动到探测器外;
- c) 样品台上不放置任何对象,打开束流闸门,用二维位敏探测器记录测量信号;
- d) 关闭束流闸门,装有样品的样品盒放置到样品台,打开束流闸门,用二维位敏探测器记录测量信号;
- e) 关闭束流闸门,替换空样品盒到样品台上,打开束流闸门,用二维位敏探测器记录测量信号;
- f) 测量结束后,关闭束流闸门,取下衰减片,束流阻挡器调回中子束流中心。

注: 若没有使用样品盒装载样品,则空样品散射是指空气散射。

9 数据处理

9.1 预处理

9.1.1 预处理概述

预处理是将测量的样品、样品盒、背景信号及相应透过率数据进行校正并转化为一维绝对散射强度曲线的过程,它包括死时间校正(见附录 A)、本底校正、探测器效率校正、绝对强度校正、坏点校正、一维数据转化等,其流程如图 5 所示。

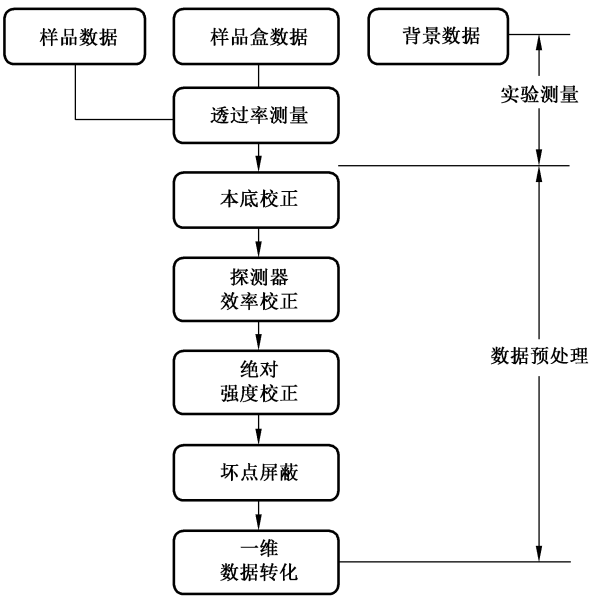


图 5 中子小角散射数据预处理流程

9.1.2 本底校正

本底校正是针对测试过程中不可避免的杂散中子和探测器结构噪声(背景数据)进行校正的过程,见式(6):

$$I_s = \frac{I_{s+bs} - I_{bg}}{T_{s+bs}} - \frac{I_{bs} - I_{bg}}{T_{bs}} \dots\dots\dots (6)$$

- 式中：
- I_s ——样品散射强度；
 - I_{s+bs} ——样品和样品盒散射强度；
 - T_{s+bs} ——样品和样品盒透过率；
 - I_{bs} ——空样品盒散射强度；
 - T_{bs} ——空样品盒透过率；
 - I_{bg} ——背景信号强度。

9.1.3 探测器效率校正

二维位敏探测器各像素单元对中子的测量效率不完全一致,探测器效率校正是对像素单元效率归一的步骤,具体方法是将本底校正后的数据除以探测器效率校正文件,即可对探测器各像素单元完成相对探测效率校正,见附录 A。

9.1.4 绝对散射强度校正

若需要获得第二相粒子的含量和界面面积的绝对数量,应进行绝对散射强度校正,常用的方法有两种,一是标准样品法,二是直穿束法,用户可根据实际条件自行选择,具体操作应符合附录 B 的规定。

9.1.5 坏点校正

利用软件剔除损坏的探测器像素点数据,然后保存校正后的数据文件。

9.1.6 一维数据转化

完成上述校正后,即可通过径向平均将二维矩阵数据转化为一维绝对散射强度数据,具体步骤如下：

- a) 选择束流中心,即确定直穿束的中心位置；
- b) 利用软件标出无效像素单元(例如探测器边缘和束流阻挡器位置),并在后续计算过程中忽略该单元的数据；
- c) 对于各向同性数据,全探测器的数据均可用于径向平均；
- d) 对于各向异性数据,通常选取不同方向的扇形作为有效数据区域,再进行径向平均。

注：径向平均是指以中子束流中心为原点,做等步长的圆环(或圆弧),将各个圆环(或圆弧)上每个像素点的散射强度求和再除以圆环(或圆弧)对应的立体角。圆环(或圆弧)的步长通常是一个像素点的距离。

9.2 数据分析

9.2.1 概述

利用模型对预处理后的数据进行拟合可以获得第二相粒子的尺寸、比表面积、含量和尺寸分布信息。每种模型都有成立条件,针对检测样品特征,选择适用的模型进行数据分析。

9.2.2 第二相粒子尺寸分析

检测样品中第二相粒子的尺寸可以通过 Guinier 公式给出,见式(7)：

$$\ln I(q) = \ln I_0 - \frac{1}{3} R_G^2 q^2 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

R_G ——回旋半径；

I_0 ——归一系数。

根据上述公式,通过线性函数对试验数据进行拟合,拟合给出的斜率值为 $R_G^2/3$ 。其中 R_G 即可用于评估粒子的尺寸,例如对均匀球形粒子,半径计算式见式(8)：

$$R = \sqrt{\frac{5}{3}} R_G \quad \dots\dots\dots (8)$$

式(7)成立条件:稀疏体系,拟合的 q 范围通常满足 $qR_G < 1$ 。

9.2.3 比表面积分析

当检测样品中粒子的表面光滑,散射长度密度不存在梯度差时,可以利用 Porod 定理给出粒子的比表面积 S_v 。其计算式见式(9)：



$$\frac{d\Sigma}{d\Omega}(q) = \frac{2\pi(\Delta\rho)^2 S_v}{q^4} \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

S_v ——单位体积内散射粒子与基体的界面面积。

式(9)成立条件:散射矢量 q 趋于无穷大,实际操作时宜选择 $qR > 5$ 的区域, R 为待分析粒子尺寸。

9.2.4 粒子尺寸分布分析

检测样品中粒子的尺寸分布和含量等信息可利用模型拟合进行分析,稀疏体系的拟合式见式(10)：

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega}(q) = (\Delta\rho)^2 \int_0^\infty \left(\frac{4}{3}\pi R^3\right)^2 n f(R) P(q, R) dR \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中：

n ——单位体积内的粒子数量；

R ——粒子半径；

$f(R)$ ——粒子的尺寸分布概率函数；

$p(q, R)$ ——粒子形状、尺寸共同决定的形状因子。

以球形粒子为例,其形状因子为式(11)：

$$P(q, R) = 9 \left[\frac{\sin(qR) - qR \cos(qR)}{(qR)^3} \right]^2 \quad \dots\dots\dots (11)$$

常用的尺寸分布函数包含对数正态分布和高斯分布。对数正态分布表达为式(12)：

$$f(R) = \frac{1}{\sigma R \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{(\ln R - \mu)^2}{2\sigma^2} \right] \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中：

σ —— R 的标准差；

μ ——中位半径对数值。

粒子的平均半径表达为式(13)：

$$R_0 = \exp \left(\mu + \frac{\sigma^2}{2} \right) \quad \dots\dots\dots (13)$$

高斯分布表达为式(14)：

$$f(R) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{(R - R_0)^2}{2\sigma^2} \right] \quad \dots\dots\dots (14)$$

注：其他规则粒子的形状因子和尺寸分布分析方法可参考相关文献。

9.2.5 谱仪分辨率对检测结果的影响

为了提高数据拟合结果的准确性,数据分析应当考虑谱仪分辨率的影响,数学表达为式(15):

$$I(\langle q \rangle) = \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{\sigma_q \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{(q - \langle q \rangle)^2}{2\sigma_q^2} \right] \frac{d\Sigma}{d\Omega}(q) dq \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

$I(\langle q \rangle)_{\text{exp}}$ ——受谱仪分辨率影响的绝对散射强度,即试验测量结果;

σ_q^2 ——散射矢量的方差。

σ_q^2 与谱仪的波长分辨和几何分辨有关。具体计算过程见附录 C。

注:第二相粒子尺寸的分布和谱仪分辨率会对散射信号造成相似的“模糊”效应,表现为尖锐的散射峰趋于平滑。

10 检测报告

10.1 概述



检测报告应包括谱仪信息、检测信息、样品信息、分析结果等。

10.2 谱仪信息

一般需要提供的装置参数如下:

- 谱仪名称与检测时间;
- 样品到探测器距离、准直距离;
- 源光阑半径、样品光阑半径;
- 探测器像素单元尺寸;
- 试验负责人。

10.3 检测信息

试验测量参数如下:

- 中子波长;
- 测量时间;
- 探测器、监视器计数;
- 样品、样品盒、背景的散射数据;
- 样品、样品盒、空气的直穿束数据。

10.4 样品信息

样品参数如下:

- 样品的物理状态、名称和厚度;
- 样品环境。

10.5 分析结果

使用的理论方法和最终分析结果应明确体现在报告中。检测结果的误差分析见附录 D。

附 录 A

(规范性附录)

探测器的校正

A.1 探测器死时间校正

二维位敏探测器在工作时,死时间的存在会导致部分中子信号“丢失”,使得探测器的测量计数率低于真实计数率。需要对测量数据进行死时间校正,校正式为式(A.1):

$$I_{\text{corrected}} = I_{\text{measured}} \times e^{I_{\text{measured}} \tau} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$I_{\text{corrected}}$ ——校正后的中子计数率,单位为每秒(s^{-1});

I_{measured} ——实测中子计数率,单位为每秒(s^{-1});

τ ——死时间,单位为秒(s)。

具体步骤如下:

- a) 针对测量数据的每一个像素单元,将计数除以测量时间,获得各像素单元实测计数率;
- b) 根据上述公式计算各像素单元校正后的中子计数率;
- c) 保存校正后的二维数据文件。

A.2 探测器效率校正

具有各向同性均匀散射的样品可用于二维位敏探测器效率校正,常用的校正样品有水和有机玻璃。探测器效率校正可有效排除由工艺和电子学系统引入的误差。

以水为例,校正步骤如下:

- a) 依据 8.3 的步骤对水样品(装在厚度 1 mm~2 mm 的样品盒中)进行测量;
- b) 依据 9.1 的步骤进行死时间和本底校正;
- c) 统计所有像素单元的总计数并除以像素单元数,获得平均计数;
- d) 将每个像素单元计数除以平均计数,获得各像素单元的相对探测效率,保存该二维探测器效率文件。



附 录 B
(规范性附录)
绝对散射强度校正

B.1 标准样品法

首先测量已知绝对散射强度的标准样品,然后将试验样品对标准样品数据进行校正,即可得到待测样品的绝对散射强度,按式(B.1)计算:

$$\left[\frac{d\Sigma(q)}{d\Omega} \right]_s = \left[\frac{I_s}{I(q=0)_{std}} \right] \left[\frac{d_{std}}{d_s} \right] \left[\frac{d\Sigma_{st}(q=0)}{d\Omega} \right]_{std} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- $\left[\frac{d\Sigma_{st}(q=0)}{d\Omega} \right]_{std}$ ——标准样品在 $q=0$ 处的绝对散射强度;
 d_s ——样品的厚度,单位为厘米(cm);
 d_{std} ——标准样品的厚度,单位为厘米(cm)。

以水为例,校正步骤如下:

- a) 依据 8.3 和 9.1 的步骤对水样品进行测量和预处理;
- b) 依据 8.3 和 9.1 的步骤对待测样品进行测量和预处理;
- c) 从水的实验曲线上截取 $q=0$ 的散射强度 $I(q=0)_{std}$;
- d) 根据式(B.1)计算待测样品的绝对散射强度曲线(水在 $q=0$ 处的绝对强度可查)。

注 1: 水作为标准样品的典型厚度为 1 mm,其散射曲线为近似恒定值, $q=0$ 处的散射强度可据此外推得到。
注 2: 按式(6)在计算样品和标准样品散射强度的时候,已对透过率进行了归一。
注 3: 严格来说,水是二级标样,可由一级标样(单晶钒、氘代/非氘代共混聚合物)校正。

B.2 直穿束法

直穿束法需要测量透过衰减片的直穿中子束强度,按式(B.2)计算:

$$\left[\frac{d\Sigma(q)}{d\Omega} \right]_s = \left(\frac{I_s}{I_{direct}} \right) \left(\frac{T_{atten}}{d_s} \right) \left(\frac{1}{\Delta\Omega} \right) \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

- T_{atten} ——衰减片的透过率;
 I_{direct} ——衰减后的直穿中子束强度。

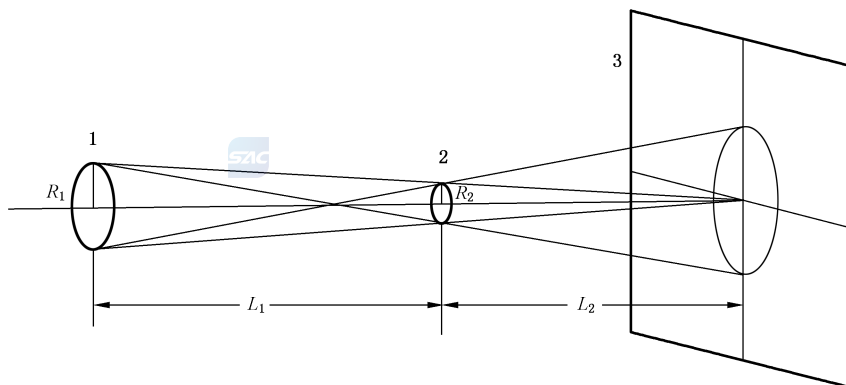
校正步骤如下:

- a) 依据 8.3 和 9.1 的步骤对待测样品进行测量和预处理;
- b) 利用软件对样品台空置状态下(直穿中子束)的透过率数据进行处理,标记直穿束区域并统计区域内所有像素单元的中子计数 I_{direct} ;
- c) 测量待测样品厚度 d_s ;
- d) 利用式(B.2)计算绝对强度曲线分布(T_{atten} 数据已知)。

注 1: I_s 已对透过率归一。
注 2: $\Delta\Omega$ 等于像素单元相对于样品位置所覆盖的空间立体角。

附 录 C
(规范性附录)
谱仪分辨率

中子小角散射谱仪的典型中子光路如图 C.1 所示。常见的源光阑半径(15 mm~25 mm),样品光阑半径(7.5 mm~12.5 mm),准直距离和样品到探测器距离通常保持一致,根据试验需求可在 1 m~20 m 调节。



说明:

- 1 ——源光阑;
- 2 ——样品光阑;
- 3 ——探测器;
- R_1 ——源光阑半径;
- L_1 ——准直距离;
- R_2 ——样品光阑半径;
- L_2 ——样品到探测器距离。

图 C.1 中子小角散射典型光路示意图

散射矢量的方差可表达为几何分辨与波长分辨方差之和见式(C.1):

$$\sigma_q^2 = [\sigma_q^2]_{\text{geo}} + [\sigma_q^2]_{\text{wav}} \quad \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

忽略重力对谱仪分辨的影响时,几何分辨表示为式(C.2):

$$[\sigma_q^2]_{\text{geo}} = \left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^2 \left[\frac{R_1^2}{2L_1^2} + \left(\frac{L_2 + L_1}{L_2 L_1}\right)^2 \frac{R_2^2}{2} + \frac{x_3^2}{6L_2^2} \right] = \left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^2 \sigma_\theta^2 \quad \dots\dots\dots (\text{C.2})$$

式中:

- R_1 ——源光阑半径;
- L_1 ——准直距离;
- L_2 ——样品到探测器距离;
- R_2 ——样品光阑半径;
- x_3 ——探测器单元分辨率;
- σ_θ ——散射角分布的标准差。

若速度选择器的波长分辨率是 $\Delta\lambda/\lambda$, $\Delta\lambda$ 是波长分布的半高宽。假定经过速度选择器的中子具有高斯分布,则 $\Delta\lambda$ 表示为式(C.3):

$$\Delta\lambda = 2\sqrt{2\ln 2} \sigma_\lambda \quad \dots\dots\dots (\text{C.3})$$

式中：
 σ_λ ——波长分布的标准差。

则波长分辨方差可表达为式(C.4)：

$$[\sigma_q^2]_{\text{wav}} = \frac{\sigma_\lambda^2}{\lambda^2} q^2 = \frac{1}{8 \ln 2} \left(\frac{\Delta \lambda}{\lambda} \right)^2 q^2 \dots\dots\dots (C.4)$$

最终谱仪分辨率表示为式(C.5)：

$$\sigma_q^2 = \left(\frac{2\pi}{\lambda} \right)^2 \sigma_\theta^2 + \frac{1}{8 \ln 2} \left(\frac{\Delta \lambda}{\lambda} \right)^2 q^2 \dots\dots\dots (C.5)$$



附 录 D

(规范性附录)

误 差 分 析

中子小角散射试验获得的绝对散射强度的不确定度计算包含两个方面：一是每个像素单元计数的统计误差，二是在数据处理过程中的误差传递。使用下标 ij 代表二维位敏探测器上的任意一个像素单元，则使用标准样品进行校正后的绝对散射强度表示为式(D.1)：

$$\left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)^{ij} = \left[\frac{(I_{s+bs} - I_{bg})/T_{s+bs} - (I_{bs} - I_{bg})/T_{bs}}{(I_{std+bs'} - I_{bg})/T_{s+bs'} - (I_{bs'} - I_{bg})/T_{bs'}} \right]^{ij} \left(\frac{d_{std}}{d_s}\right) \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

对于某个像素单元，其计数 I_k 符合泊松分布，因此统计误差可表示为式(D.2)：

$$\sigma_{I_k} = \sqrt{I_k} = \Delta I_k \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

因此，根据误差传递公式，绝对散射强度的误差表达为式(D.3)：

$$\begin{aligned} \Delta\left(\frac{d\Sigma}{d\Omega}\right)^{ij} &= \sqrt{\sum \left[\frac{\partial \frac{d\Sigma}{d\Omega}}{\partial I_k} \sigma^{ij}(I_k) \right]^2} \\ &= \sqrt{\left[\frac{\partial \frac{d\Sigma}{d\Omega}}{\partial I_{s+bs}} \Delta I_{s+bs}^{ij} \right]^2 + \left[\frac{\partial \frac{d\Sigma}{d\Omega}}{\partial I_{bs}} \Delta I_{bs}^{ij} \right]^2 + \left[\frac{\partial \frac{d\Sigma}{d\Omega}}{\partial I_{std+bs'}} \Delta I_{std+bs'}^{ij} \right]^2 + \left[\frac{\partial \frac{d\Sigma}{d\Omega}}{\partial I_{bs'}} \Delta I_{bs'}^{ij} \right]^2 + \left[\frac{\partial \frac{d\Sigma}{d\Omega}}{\partial I_{bg}} \Delta I_{bg}^{ij} \right]^2} \\ &\quad \dots\dots\dots (D.3) \end{aligned}$$



参 考 文 献

- [1] Allen A.J.Characterization of ceramics by X-ray and neutron small-angle scattering.J.Am.Ceram.Soc.2005,88,1367-1381.
 - [2] Bale H.D.,Schmidt P.W.Small-angle x-ray scattering investigation of submicroscopic porosity with fractal properties.Phys.Rev.Lett.1984,53,596-599.
 - [3] Beaucage G.,Kammler H.K.,Pratsinis S.E.Particle size distributions from small-angle scattering using global scattering functions.J.Appl.Cryst.2004,37,523-535.
 - [4] Calo J.M.,& Hall P.J.The application of small angle scattering techniques to porosity characterization in carbons.Carbon 2004,42,1299-1304.
 - [5] Feigin L A, & Svergun D I (1987) Structure analysis by small-angle X-ray and neutron scattering.Plenum Press.
 - [6] Gilles R.,Keiderling U.,Wiedenmann A.Silver behenate powder as a possible low-angle calibration standard for small-angle neutron scattering.J.Appl.Cryst.1998,31,957-959.
 - [7] Glatter O.,Kratky O.Small Angle X-ray Scattering.Academic Press,London,1982.
 - [8] Guinier A.,Fournet G.Small-Angle Scattering of X-rays.John Wiley,New York,1955.
 - [9] Ito Y.,Omote K.,Harada J.A.New small angle X-Ray scattering technique for determining nano scale pore/particle size distributions in thin film,Adv.X-ray Anal.2003,46,56-60.
 - [10] Lindner P.Water calibration at D11 verified with polymer samples.J.Appl.Cryst.2000,33,807-811.
 - [11] Lindner P.,Zemb T.ed.s.Neutrons,X-rays and light:Scattering methods applied to soft condensed matter.Elsevier,Amsterdam,2002.
 - [12] Porod G.In:Small-Angle X-ray Scattering.(Glatter O.,& Kratky O.ed.s.).Academic Press,London,1982,pp.17-51.
 - [13] Potton J.A.,Daniell G.J.,Rainford B.D.Particle size distribution from SANS data using the maximum entropy method.J.Appl.Cryst.1988,21,663-668.
 - [14] Russell T.P.,Lin J.S.,Spooner S.,Wignall G.D.Intercalibration of small-angle X-ray and neutron scattering data.J.Appl.Cryst.1988,21,629-638.
 - [15] Schmidt P.W.In:Modern Aspects of Small-Angle Scattering.(Brumberger H.ed.).Kluwer-Academic,Dordrecht,1995,pp.1.
 - [16] Seong B.S.,Shin E.,Choi S.H.,Choi Y.,Han Y.S.,Lee K.H.,Tomota Y.Quantitative analysis of fine nano-sized precipitates in low-carbon steels by small angle neutron scattering.Appl.Phys.A 2010,99,613-620.
 - [17] Wignall G.D.,Bates F.S.Absolute calibration of small-angle neutron scattering data.J.Appl.Cryst.1987,20,28-40.
 - [18] Zhang F.,Ilavsky J.,Long G.G.,Quintana J.,Allen A.J.,Jemian P.R.Glassy carbon as an absolute intensity calibration standard for small-angle scattering.Metall.Mater.Trans.,A Phys.Metall.Mater.Sci.2010,41,1151-1158.
 - [19] Zhang J.Y.,Liu C.L.,Chen Y.Stability of the dividing distribution function method for particlesize distribution analysis in SAXS.J.Iron Steel Res.Int.1996,3,51.
-