

СЗУУ. 11

Д-202

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

2411



ЛАБОРАТОРИЯ НЕЙТРОННОГО ОМИККИ

А.С. Даревский, Т.А. Мачехина, С. Набыванец,
И. Сосновска, Е. Сосновски

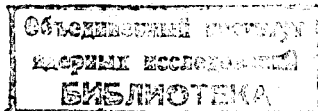
НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ПРИМЕНЕНИЯ
МЕТОДА ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА
К НЕЙТРОНОСТРУКТУРНЫМ ИССЛЕДОВАНИЯМ
НА ИМПУЛЬСНОМ ВЫСТРОМ РЕАКТОРЕ (ИБР)

1965

3219/2 чф

А.С. Даревский, Т.А. Мачехина, С. Набыванец,
И. Сосновска, Е. Сосновски

НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ПРИМЕНЕНИЯ
МЕТОДА ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА
К НЕЙТРОНОСТРУКТУРНЫМ ИССЛЕДОВАНИЯМ
НА ИМПУЛЬСНОМ БЫСТРОМ РЕАКТОРЕ (ИБР)



В в е д е н и е

Применение метода времени пролета для нейтроноструктурных исследований на импульсном быстром реакторе ^{/1-4/} не только дало возможность исследования структуры твердого тела, но также показало преимущества этого метода по сравнению с обычным ^{/5,6/}.

В связи с этим возникла необходимость дальнейшего усовершенствования эксперимента и обработки результатов, в частности, введения фактора Дебая-Валлера и поправки на зависимость поглощения нейтронов в образце от длины волны.

Кроме того, было необходимо значительно повысить светосилу спектрометра, что было достигнуто применением широкоугольного коллиматора ^{/7/}.

1. Аппаратура

Схема спектрометра показана на рис. 1. Плоский замедлитель (2) вплотную прижимает к активной зоне импульсного быстрого реактора (1). В качестве замедлителя применен водный раствор H_2O_3 ^{/3/}. Пучок медленных нейтронов проходит через стальной двадцатиминутный коллиматор (3) соллеровского типа, помещенный в стене зала реактора, вакуумную трубу (7), окно водяной защиты (11) и рассеивается на порошкообразном образце (8). Рассеянные на образце нейтроны (одновременно на углы 52° и 90°), проходя через коллиматоры (3), попадают на детекторы (5) ^{/8/}. Вторая, более светосильная установка для измерения рассеяния на 90° состоит из широкоугольного коллиматора (4) и детектора (8). Более подробно схема этой установки показана в верхнем углу рис. 1.

Здесь (1) - широкоугольный коллиматор, (2) - три детектора, (3) - водяная защита и (4) - тележка.

Широкоугольный коллиматор представляет собой коллиматор соллеровского типа с увеличенной высотой щели с одного конца. Передний конец коллиматора имеет окно площадью $115 \times 450 \text{ мм}^2$, задний конец - $115 \times 1500 \text{ мм}^2$. Длина коллиматора

1000 мм. Стенки и прокладки стальные. По горизонтали угол раствора составляет $20'$, по вертикали коллиматор охватывает угол 62° . Коллиматор помещен в водяную защиту (2), состоящую из двух боковых частей, имеющих выступы, которые позволяют защищать коллиматор сверху и снизу. Задняя часть защиты имеет выступы, в которых помещаются детекторы. Толщина слоя воды 250 мм. Коллиматор вместе с водяной защитой и детекторами стоит на передвижной тележке (4), позволяющей удобно юстировать коллиматор.

Применение широкоугольного коллиматора требует очень точной юстировки. Особенно важно установление его строго под углом 90° по отношению к прямому пучку. Это достигается с помощью теодолита, помещенного на оси прямого пучка, слесарная оптическая головка высокого класса служит подставкой. Таким образом, широкоугольный коллиматор был установлен под углом $90^\circ \pm 04'$ по отношению к направлению прямого пучка.

2. Детекторы для широкоугольного коллиматора

Широкоугольный коллиматор работает в сочетании с трехсекционным спцинтиляционным детектором, каждая секция которого представляет собой прямоугольный счетчик, построенный на базе 4-х фотоумножителей ФЭУ-24 по принципу работы^{/8/}. Рабочая площадь каждой секции $100 \times 500 \text{ мм}^2$. Передняя стенка детектора состоит из пластины Al толщиной 1 мм, и пластины прозрачного плексигласа толщиной 2 мм. Между ними находится порошковый светосостав $\text{ZnS}(\text{Ag}) + \text{B}_2\text{O}_3$, обогащенный B^{10} . Толщина слоя светосостава 1 мм, держится он при помощи дистанционных прокладок.

Блок-схема детектора представлена на рис. 2. Электрические импульсы с параллельно включенных фотоумножителей (по 4 в каждой секции) после суммирования и формирования подаются на многоканальный анализатор. Однородность чувствительности детектора по всей его площади достигалась путем подбора электрических параметров и расстояния между фотоумножителями и светочувствительным слоем. На рис. 3 представлена зависимость чувствительности отдельной секции детектора от места попадания узкого пучка нейтронов (сечение пучка $5 \times 5 \text{ мм}^2$). На осях отложены числа отсчетов и места попадания пучка. Как видно из рис. 3, однородность чувствительности детектора вполне удовлетворительная. Характеристики детектора и его чувствительность к тепловым нейтронам такие же, как в работах^{/8,9/}. \checkmark

На рис. 4 и 5 представлены нейтронограммы кремния для одного и того же образца. Как видно из рис. 4, применение широкоугольного коллиматора увеличивает светосилу спектрометра на порядок, сохраняя при этом хорошую разрешающую способность. Рис. 5 показывает, как изменение угла рассеяния позволяет перемещать интересующие нас максимумы в более удобные области длин волн.

Определение эффективного спектра

\checkmark В работе^{/10/} была получена формула для интенсивности брегговского максимума на порошковых образцах в методе времени пролета:

$$J_{hkl} = c (J_0 \lambda^4 j F^2)_{hkl} \quad (1)$$

С учетом тепловых колебаний и поглощения в образце (1) принимает вид:

$$J_{hkl} = c' (J_0 \lambda^4 j F'^2)_{hkl} A(\lambda), \quad (2)$$

где J_0 - интенсивность падающего спектра на единичный интервал длин волн, λ - длина волны нейтронов, j - фактор повторяемости, c - аппаратная константа, $J_0 \lambda^4$ - так называемый эффективный спектр, $F_{hkl} = \sum b_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}$ - структурный фактор, $F'_{hkl} = \sum b_j e^{-W_j} e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}$ - структурный фактор с учетом фактора Дебая-Валлера, $A(\lambda)$ - функция поглощения.

На рис. 6 приведены падающий спектр $J_0(\lambda)$ и эффективный спектр $J_0 \lambda^4(\lambda)$. Падающий спектр измерялся тем же детектором, что и нейтронограмма, помещенным на место образца. Измерения проводились при малой мощности реактора, при обработке результатов вводилась поправка на мертвое время анализатора. С целью проверки измеренного эффективного спектра несколько значений $J_0 \lambda^4$ были вычислены из нейтронограммы известной структуры кремния, причем в расчет вводился фактор Дебая-Валлера ($2\theta = 52^\circ$, $2\theta = 80^\circ$).

Вычисленный таким образом спектр нормировался на значение интенсивности эффективного спектра в точке $\lambda = 1,57 \text{ \AA}$. Как видно, результаты, полученные из структуры кремния, согласуются с результатами измерения прямого пучка. В области выше 4 \AA измерения прямого пучка из-за низких интенсивностей становятся затруднительными, в этом случае следует опираться на эффективный спектр, рассчитанный из известной структуры.

3. Учет тепловых колебаний атомов

В случае простых структур с известной температурой Дебая поправка на тепловые колебания вводится простым способом, известным из рентгеноструктурного анализа (например, ^{/10/}). Если ввести этот фактор в расчеты для кремния, то наблюдается понижение фактора расходимости

$$R = \frac{\sum_{hkl} |j F_{exp}^2 - j F_{calc}^2|}{\sum_{hkl} j F_{calc}^2}$$

В измерениях при $2\theta = 90^\circ$ и $T = -20^\circ\text{C}$ R понижается с 8 до 4%, а при $T = -350^\circ\text{C}$ - с 15 до 6%. Из этого следует, что в расчеты следует вводить фактор Дебая-Валлера. В случае сложных структур тепловой фактор нужно вводить как неизвестный параметр.

4. Учет поправок на поглощение нейтронов в образце

В обычном методе нейтроноструктурных исследований рассматривается зависимость поглощения в образце от угла θ . В методе времени пролета поглощение в образце является функцией длины волны. Для проведения эксперимента были выбраны Zn и W . Надежным методом определения зависимости коэффициента поглощения нейтронов в образце от длины волны является метод определения пропускания через исследуемый образец. Это измерение удобно проводить на белом пучке, рассеиваемом на монокристалле, так как измерения на прямом пучке затруднены из-за больших перегрузок детектора в средней части нейтронного спектра и больших ошибок в длинноволновой части. В нашем случае монокристалл Bi стоял на месте образца (8) в брегговском положении (см. рис. 1).

Нейтроны отражались от семейства плоскостей типа (hhh) , где $h = 1, \dots, 6$. Таким образом можно было измерять пропускание в широком диапазоне длин волн (от 1 \AA до $5,5 \text{ \AA}$). Исследуемый образец помещался между монокристаллом (8) и коллиматором (3) (см. рис. 1). Рис. 7 представляет собой нейтронограммы, полученные в случае образца Zn (I - с поглотителем и I_0 - без него). Аналогичные диаграммы были получены в случае вольфрама. Зависимость поглощения I_0/I от длины волны для Zn и W представлена на рис. 8 и 9 соответственно. Приведенная на рис. 10 нейтронограмма W была снята при угле рассеяния $2\theta = 90^\circ$. Образец помещался на пропускание, симметрично относительно падающего и отраженного пучков, размеры образца превышали размеры пучка нейтронов.

Формулы, учитывающие поглощение в образце в зависимости от геометрии образца - пучок, имеют вид ^{111/}:

$$\text{в случае прохождения } A(\lambda) = \text{const} (I/I_0)^{\frac{1}{\cos \theta}} ; \quad (3)$$

$$\text{в случае отражения. } A(\lambda) = \text{const} \frac{1}{\frac{I_n}{I_0}} [1 - (I/I_0)^{\frac{2}{\sin \theta}}] . \quad (4)$$

Нейтронограмма W была обработана по формулам (2) и (3). В таблице 1 представлены результаты расчетов для W с учетом поглощения и без него, а также приведены значения функции $A^{-1}(\lambda)$ для рассчитываемых максимумов.

Как видно, введение поправки на поглощение приводит к значительному уменьшению фактора расходимости. Сравнение экспериментальных результатов для I/I_0 с табличными сечениями не проводилось ввиду неоднородности толщины образца.

Л и т е р а т у р а

1. В.В.Нитц, З.Г.Папулова, И.Сосновска, Е.Сосновски. ФТТ 8, 1389 (1964).
2. В.В.Нитц, И.Сосновска, Е.Сосновски. Препринт ОИЯИ 1814, Дубна 1964.
3. В.В.Нитц, И.Сосновска, Е.Сосновски, Ф.Л.Шапиро. "Материалы рабочего совещания по неупругому рассеянию нейтронов в кристаллах и жидкостях" Препринт ОИЯИ, 2081, Дубна 1965.
4. В.В.Бурас, I.Leciejewicz, W.W.Nitc, I.Sosnowska, I.Sosnowski, F.L.Shapiro, "Third United Nations International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy", A (Conf 28/p/4 88).
5. И.Сосновска, Е.Сосновски, С.В.Киселев, Р.П.Озеров. Препринт ОИЯИ Р-1908, Дубна 1964.
6. Б.Бурас. Phys. Stat Sol., 4, 349 (1964).
7. В.В.Голиков и др. ПТЭ, 2, 59 (1963).
8. В.В.Голиков, Ф.Л.Шапиро, А.Шкатула, Е.Яник. Препринт ОИЯИ 1065, Дубна 1962.

?
10.
11. - ?
9. А.И.Китайгородский. Рентгеноструктурный анализ, 1950 г.

Рукопись поступила в издательский отдел
28 октября 1965 г.

hkl	λ	jF_{calc}^{i2}	jF_{exp}^{i2}	Δ	R	$A^{-1}(\lambda)$	jF_{aexp}^{i2}	Δ	R_a
110	3.170	10.22	4.49	-5.7	23%	0.155	9.03	-1.19	8%
200	2.241	5.00	3.66	-1.3		0.243	4.69	-0.31	
211	1.830	19.62	19.88	+0.3		0.312	19.88	+0.26	
220	1.585	9.61	9.54	-0.1		0.354	8.41	-1.20	
310	1.418	18.85	25.85	+7.0		0.380	21.21	+2.36	

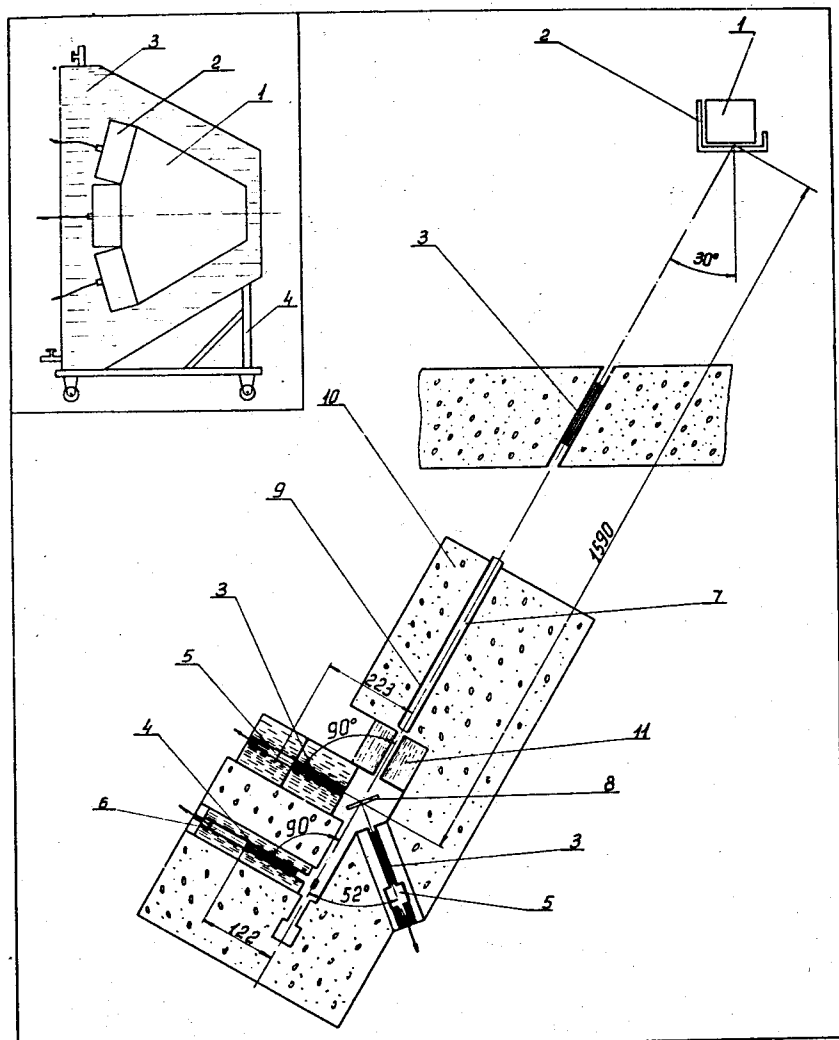


Рис. 1. Схема спектрометра.

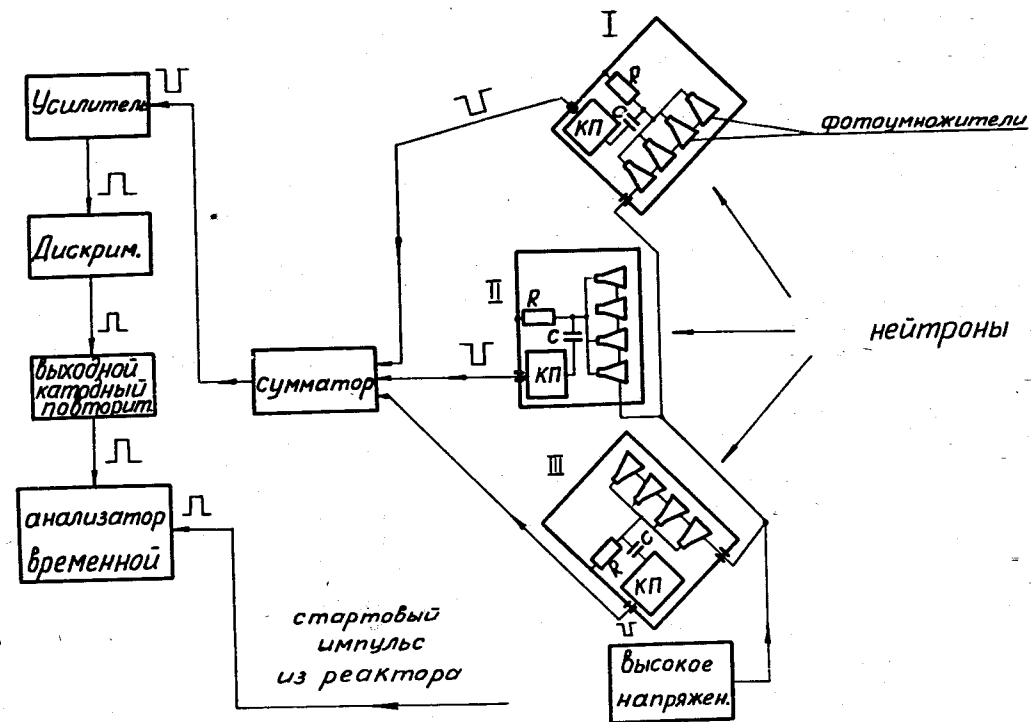


Рис. 2. Блок-схема детекторов для широкоугольного коллиматора.

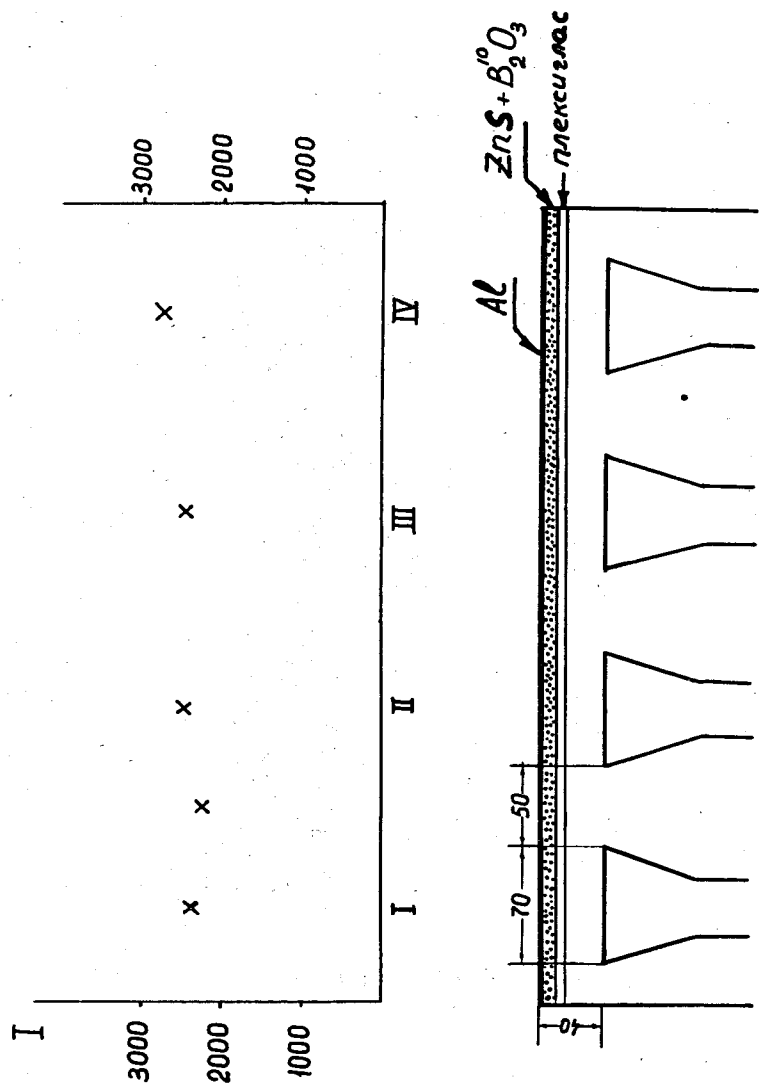


Рис. 3. Зависимость чувствительности отдельной секции детектора от места попадания пучка нейтронов.

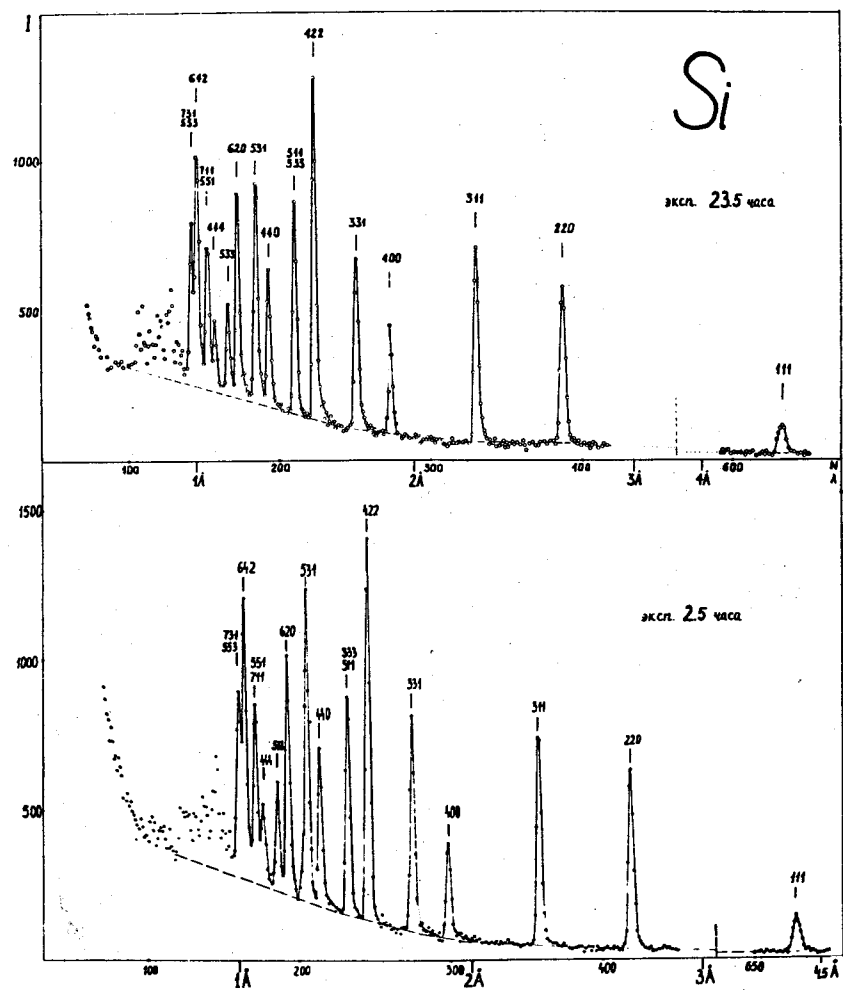


Рис. 4. Нейтронограмма Si для угла рассеяния $2\theta = 90^\circ$ (обычный и широкоугольный детектор).

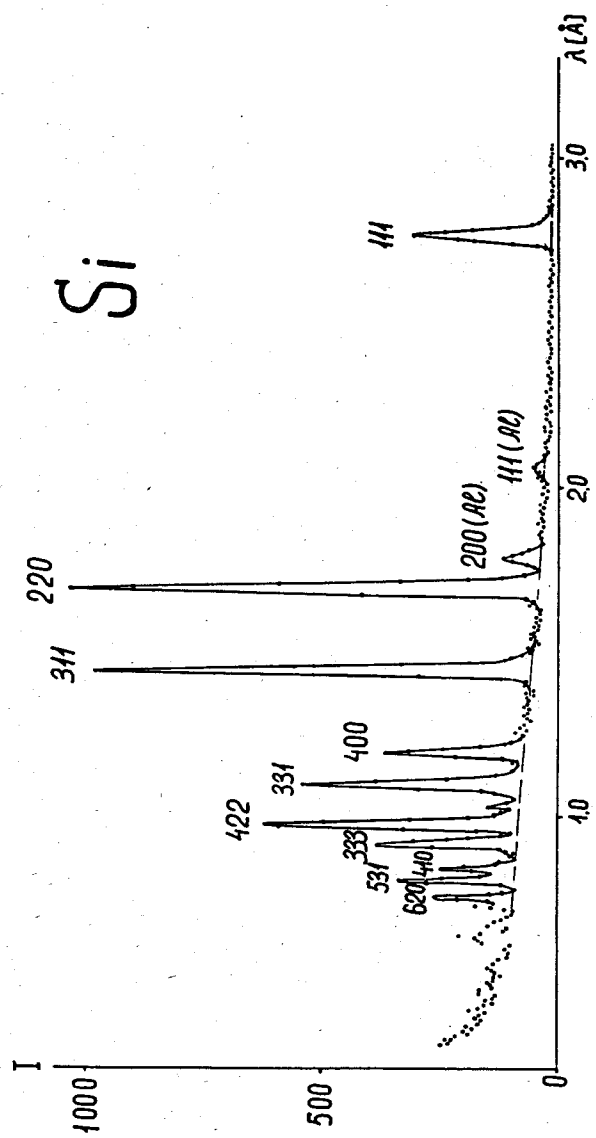


Рис. 5. Нейтронограмма Si для угла рассеяния $2\theta = 52^\circ$, $t = 21$ час.

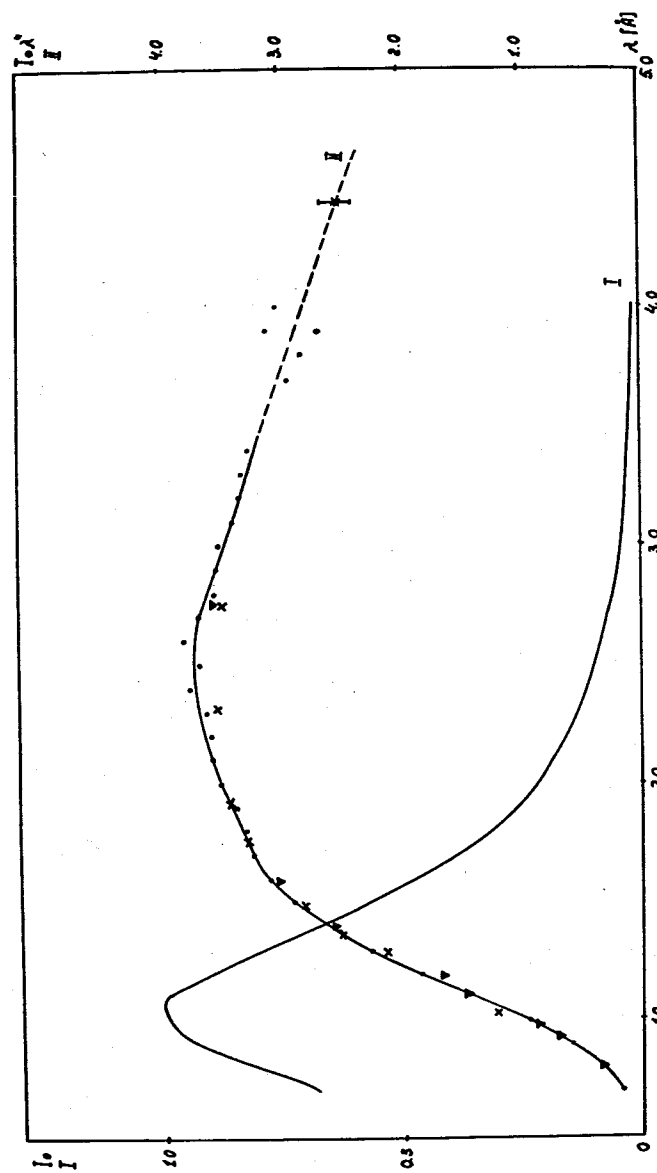


Рис. 6. Падющий (I) и эффективный (II) спектры нейтронов. Δ - Si $2\theta = 52^\circ$, o - $2\theta = 90^\circ$, o - прямой пучок.

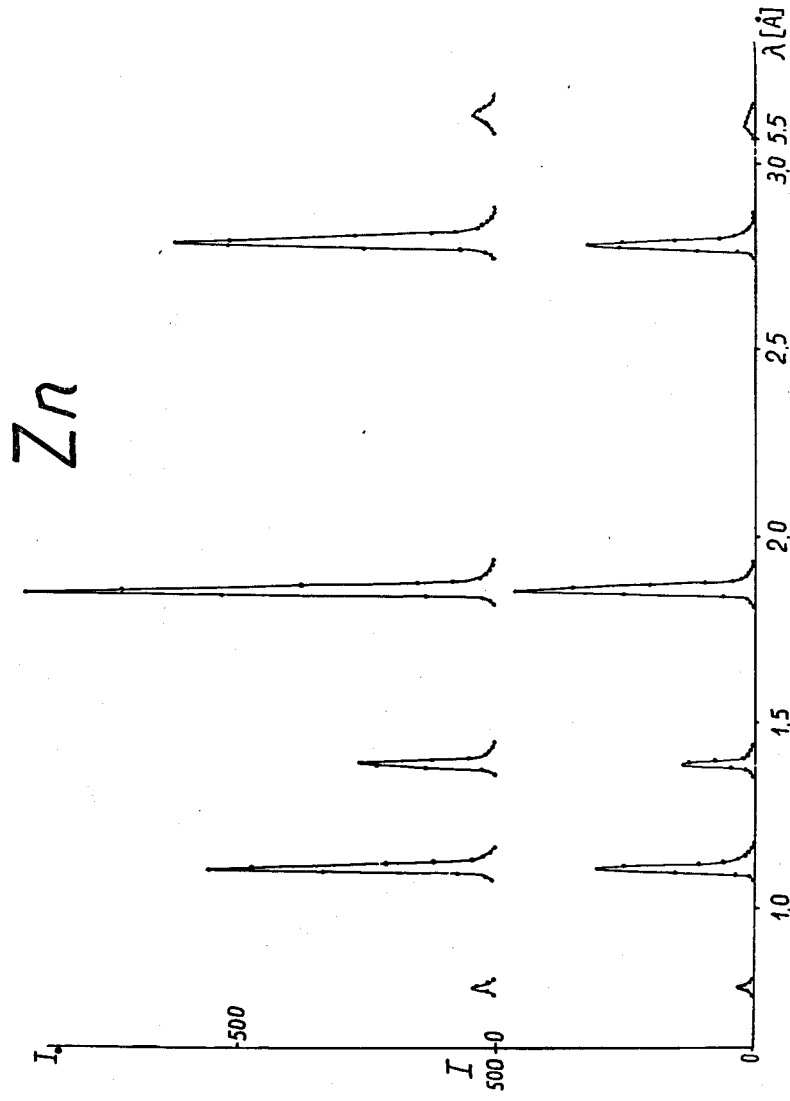


Рис. 7. Падающий на образец Zn и прошедший через него спектр нейтронов.

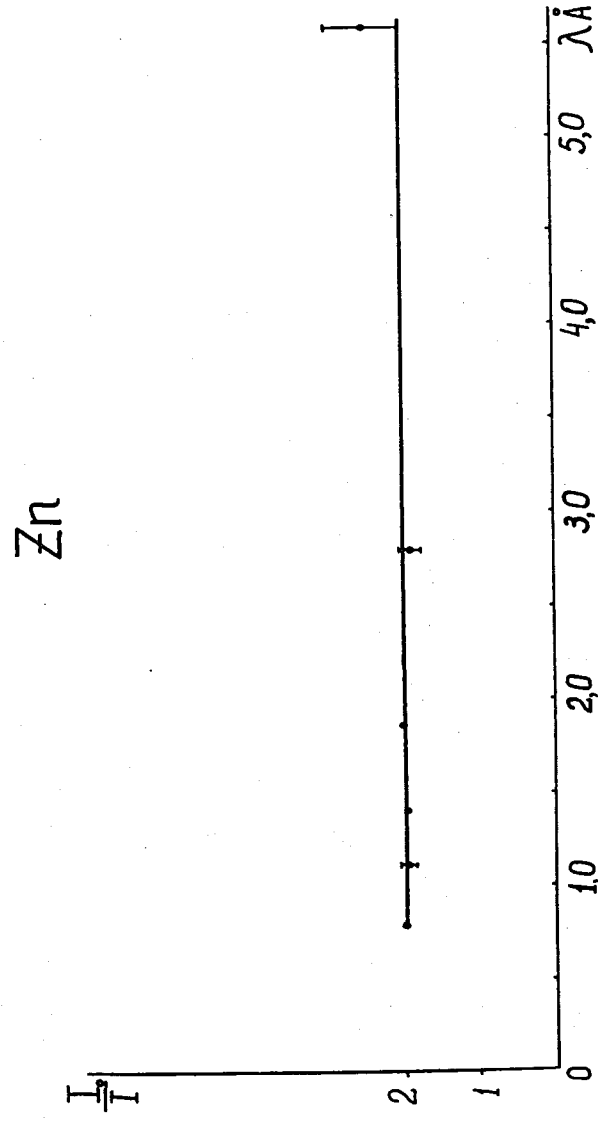


Рис. 8. Поглощение образца Zn

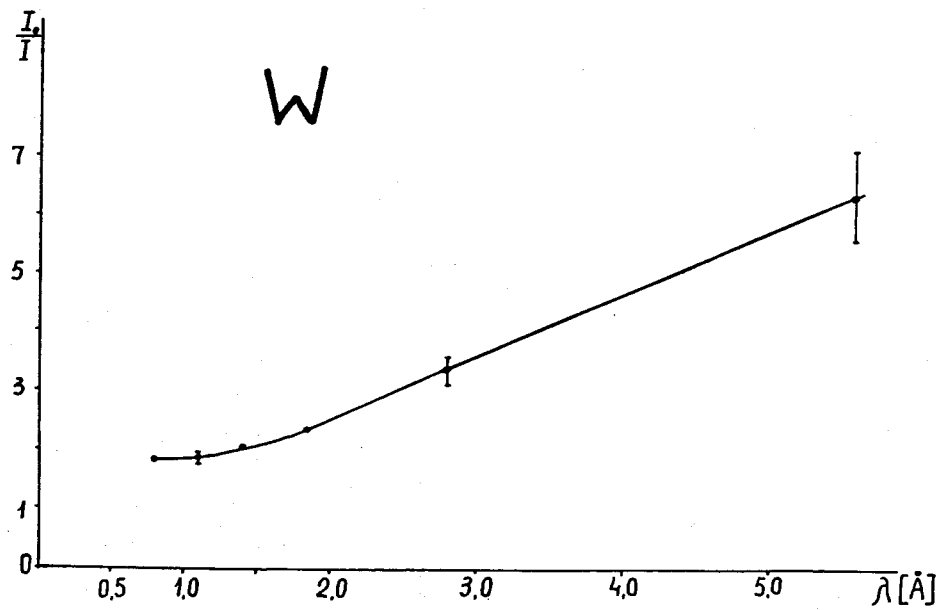


Рис. 9. Поглощение образца w.

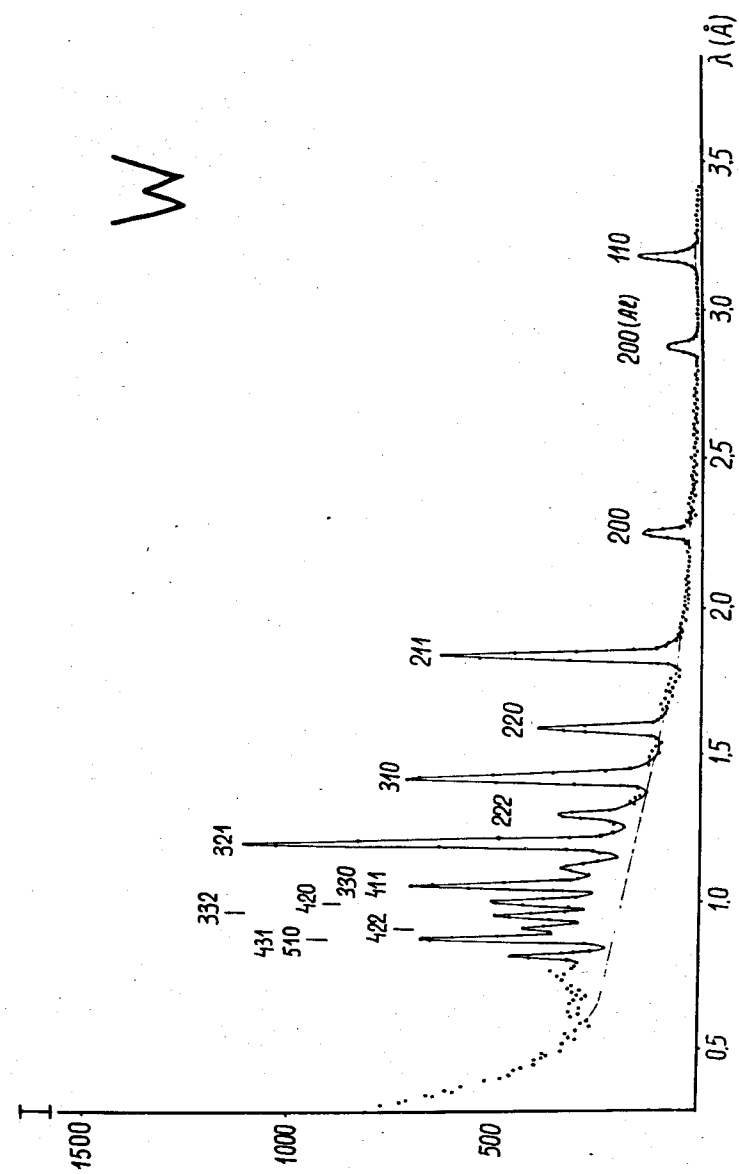


Рис. 10. Нейтронограмма W, $2\theta = 90^\circ$.