

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

ДУБНА



ЛЯП

13 - 11113

A-64

1196/4-78

Б.Н.Ананьев, А.М.Балагуров, И.П.Барабаш,
З.Георгиу, В.Д.Шибяев

НЕЙТРОННЫЙ ДИФРАКТОМЕТР
ПО ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ

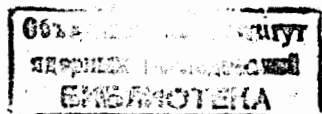
1977

13 - 11113

Б.Н.Ананьев, А.М.Балагуров, И.П.Барабаш,
З.Георгиу, В.Д.Шибает

НЕЙТРОННЫЙ ДИФРАКТОМЕТР
ПО ВРЕМЕНИ ПРОЛЕТА
ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Направлено в ПТЭ



Ананьев Е.Н. и др.

13 - 11113

Нейтронный дифрактометр по времени пролета для исследования монокристаллов

Дано описание нейтронного дифрактометра по времени пролета на импульсном источнике нейтронов. Дифрактометр предназначен для проведения структурных исследований монокристаллов. Установка включает в себя механическую часть, позволяющую изменять угол рассеяния, и электронные системы управления и регистрации. Изменение угла рассеяния возможно в пределах $-30 + 210^\circ$, точность отсчета угла - около 2 угловых минут. В качестве гониометрического устройства используется GKS-100 с приставкой ГП-3. Управляющая часть электронной аппаратуры состоит из пульта гониометра и блока управления поворотной платформой дифрактометра. Регистрирующая аппаратура состоит из стандартных спектрометрических блоков, временного кодировщика и многоканального анализатора. Приведены формулы для интенсивностей, положений и ширин измеряемых дифракционных пиков.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1977

В связи с созданием в последние годы достаточно мощных импульсных источников нейтронов^{/1/} актуальным становится вопрос о применимости нейтронного дифрактометра по времени пролета к структурным исследованиям монокристаллов^{/2,3/}. В экспериментах по методу времени пролета переход от измеренных интенсивностей дифракционных максимумов к структурным факторам требует введения нескольких существенных поправок, зависящих от длины волны нейтрона. Однако сочетание высокой светосилы и хорошей разрешающей способности с простотой анализа измеренных спектров выгодно отличают дифрактометр по времени пролета от обычного двухосного дифрактометра и появившихся новых методик^{/4,5/}. В настоящей работе приведены характеристики установки, работающей в ЛНФ ОИЯИ на импульсном реакторе ИБР-30, средняя мощность которого в настоящее время составляет 20 кВт.

Дифрактометр расположен на одном из пучков реактора в 56 м от активной зоны (рис. 1). Механическая часть состоит из массивного основания с расположенными на нем трехосным гониометром GKS-100 и поворотной платформой с коллиматором и детектором. Вращение платформы позволяет менять угол рассеяния от -30° до 210° . Управление вращением платформы дистанционное. Отсчет угла производится 14-разрядным датчиком, расположенным на оси поворота. Точность отсчета угла около 2'. Большая часть пролетной базы вакуумирована, технологические разрывы заполнены нейтроноводами с аргоном. Детектор, состоящий из ³Ne счетчика в массивной защите с окном 3x5 см,

расположен на тележке, перемещаемой вдоль платформы в пределах $0,5+2$ м от образца. Гониометр польского производства GKS -100 позволяет осуществлять вращение образца в пределах $0^\circ+360^\circ$ вокруг оси Z и $\pm 20^\circ$ вокруг осей x и y. Для расширения диапазона поворотов на GKS -100 установлена гониометрическая головка ГП-3, имеющая оси $\chi(0^\circ+90^\circ)$ и $\phi(0^\circ+360^\circ)$.

Управляющая часть электронной аппаратуры состоит из пульта гониометра и блока управления поворотной платформой дифрактометра. Функциональная схема блока управления приведена на рис.2. Информация о по-

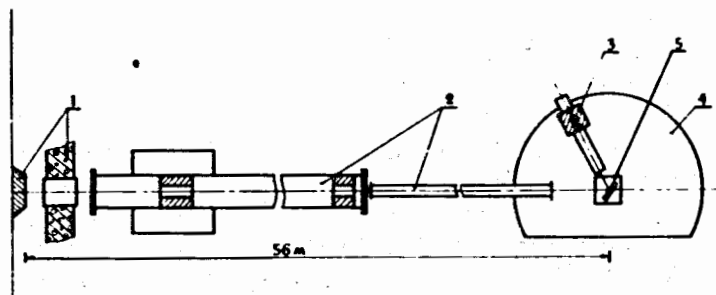


Рис.1. Схема дифрактометра. 1 - активная зона реактора и биологическая защита; 2 - вакуумные и аргонные нейтронотводы; 3 - детектор в защите на поворотной платформе; 4 - основание дифрактометра; 5 - гониометр с образцом.

ложению платформы выдается датчиком (1) в виде параллельного 14-разрядного двоичного кода, поступающего в преобразователь (2), где формируется последовательный код для передачи по кабелю в Измерительный центр. Одновременно с кодом по другому кабелю передаются тактовые импульсы. Эти две последовательности

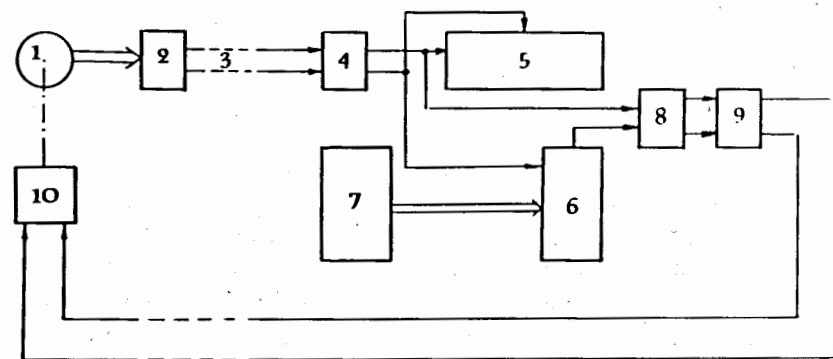


Рис.2. Функциональная схема блока управления поворотной платформой дифрактометра.

импульсов поступают в схему формирования управляющих сигналов (4). В начале кодовой комбинации формируются сигнал сброса сдвиговых регистров положения (5) и задатчика (6) и сигнал переноса информации с тумблеров (7) на регистр задатчика (6). После этого с периодом тактовых импульсов на входы одноразрядной схемы сравнения (8) начинают поступать сигналы сравниваемых кодов: кода положения платформы дифрактометра и кода задатчика. Сравнение происходит поразрядно, начиная со старших разрядов. При поступлении на выходы схемы сравнения разных значений соответствующих разрядов сравнение блокируется, и схемой управления исполнительным механизмом (9) вырабатывается сигнал "Направо" или "Налево" в зависимости от соотношения сравниваемых разрядов. Эти сигналы подаются на исполнительный механизм (10), двигатель которого производит соответствующую обработку. В случае равенства кодов сигналы управления отсутствуют. Одновременно сигналы последовательного кода положения заносятся на сдвиговый регистр положения (5), являющийся преобразователем последовательного кода

в параллельный для передачи в ЭВМ и для индикации. Блок выполнен в стандарте КАМАК и занимает 4 станции.

Регистрирующая аппаратура состоит из стандартных спектрометрических блоков, временного кодировщика ВК-5^{/6/} и многоканального анализатора АИ-4096. При необходимости увеличения диапазона регистрируемых энергий нейтронов применяется временной кодировщик с переменной шириной канала^{/7/}. Информация с анализатора через ЭВМ БЭСМ-4 записывается на магнитную ленту для хранения и последующей обработки.

Для выяснения точности определения основных характеристик дифракционных максимумов (интенсивности, положения и ширины), а также отработки методики их получения из дифракционных спектров на дифрактометре проведены тестовые эксперименты с образцами, структурные свойства которых хорошо известны^{/8/}. Показано, что в интервале длин волн 0,8 - 6,0 Å интенсивности максимумов хорошо описываются формулой

$$I_{hkl} = \Phi(\lambda) \cdot \lambda^4 \cdot F_{hkl}^2 \cdot A(\lambda) Y(\lambda), \quad (1)$$

где $\Phi(\lambda)$ - эффективный спектр, F_{hkl} - структурный фактор отражения (hkl), $A(\lambda)$ и $Y(\lambda)$ - поправки на поглощение и экстинкцию нейтронов в образце. Эффективный спектр удобно представлять в виде параметрической функции^{/8/}, часть параметров которой определяется в экспериментах по рассеянию нейтронов на ванадии и поликристалле, а остальные уточняются при окончательной обработке данных от исследуемого монокристалла. Положения дифракционных максимумов на временной шкале соответствуют

$$P_{hkl} = C_1/r + C_2 + f(r), \quad (2)$$

где $C_1 = 2(m/h)L \sin \Theta$, m - масса нейтрона, L - полное пролетное расстояние, Θ - угол Брэгга, C_2 - временной сдвиг между запуском анализатора и импульсом мощности реактора, r_{hkl} - вектор обратной решетки,

$f(r)$ - малая добавка, связанная с зависимостью времени вылета нейтронов из замедлителя от длины волны. Систематическая погрешность в определении r , связанная с неточным знанием пролетного расстояния, угла рассеяния и функции $f(r)$, не превышает 0,1% при $r < 0,3 \text{ \AA}^{-1}$. Временная дисперсия дифракционных максимумов в первом приближении описывается формулой

$$D(t) = D_r + D_m + D_\Theta \cdot t^2 / \text{tg}^2 \Theta, \quad (3)$$

где $D_r \approx (30 \text{ мкс})^2$ - дисперсия импульса быстрых нейтронов, D_m - дисперсия, связанная с временем замедления нейтронов, D_Θ - дисперсия, связанная с угловыми неопределенностями в рассеянии, t - полное время пролета. Значение отношения $\sqrt{D(t)}/t$, характеризующее разрешающую способность дифрактометра, составляет 0,5% при $\Theta = 45^\circ$ и $\lambda = 1 \text{ \AA}$ и монотонно уменьшается с ростом Θ и λ , составляя 0,15% при $\Theta = 70^\circ$ и $\lambda = 4 \text{ \AA}$.

Результаты тестовых экспериментов, а также структурный эксперимент с кристаллом лантан-магниевого нитрата $\text{La}_2\text{Mg}_3(\text{NO}_3)_{12} \cdot 24\text{D}_2\text{O}$ ^{/9/} показывают, что созданный дифрактометр позволяет проводить исследования монокристаллов с достаточно высокой точностью. В дальнейшем для увеличения скорости набора экспериментальной информации дифрактометр будет оборудован многократным двумерным детектором площадью 256 см².

Авторы благодарят Б.И.Воронова, Г.П.Жукова и Ю.М.Останевича за поддержку и ряд ценных советов, М.Длоугу и Б.Н.Савенко - за помощь в работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шабалин Е.П. Импульсные реакторы на быстрых нейтронах , М., Атомизат, 1976.
2. Day D.H., Sinclair R.N., Acta Cryst., 1970, B26, 2079.
3. Niimura N., Muto M. Nucl.Instr. & Methods, 1975, 126, 87.
4. Hubbard C.R., Quicksall C.O., Jacobson R.A., 1972, Acta Cryst., A28, 236.
5. Venkatesh A.H., Rao K.R., Pramana, 1977, 8, 184.
6. Барабаш И.П. и др. ОИЯИ, 11-8522, Дубна, 1975.
7. Балагуров А.М., Барабаш И.П., Шibaев В.Д. ПТЭ, 1977, 2, 79.
8. Балагуров А.М. и др. Кристаллография, 1977, 22, 718.
9. Балагуров А.М. и др. ОИЯИ, P14-10383, Дубна, 1977.

Рукопись поступила в издательский отдел
29 ноября 1977 года.