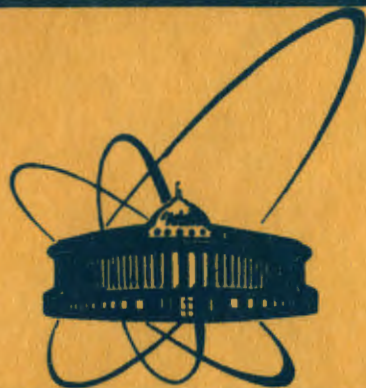


83-655

26/XII-83



сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна

6745/83

P14-83-655

Л.П.Дрекслер, К.Клейнштюк*,
И.Тобиш*, К.Фельдманн

ПОПРАВКИ НА ПОГЛОЩЕНИЕ
ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО
ТЕКСТУРНОГО АНАЛИЗА
НА ОСНОВЕ МЕТОДА ВРЕМЕНИ
ПРОЛЕТА НЕЙТРОНОВ

* Технический университет, Дрезден, ГДР

1983

1. ВВЕДЕНИЕ

Цель предлагаемой работы состояла в определении оптимальных геометрических условий для количественного текстурного анализа методом времени пролета нейтронов на ИБР-2 в Дубне. На основе заданного размера входного окна счетчика определен максимально допустимый размер падающего пучка как функции размеров образца и держателя для образцов. С учетом поправок на поглощение получены ограничения на допустимую область измерения углов полюсной фигуры в схеме на пропускание и отражение. Подобная работа была выполнена для текстурного гониометра на стационарном реакторе в ЦИЯИ АН ГДР^{1,2}. В данной работе рассматриваются геометрические условия при использовании сферического образца.

2. ПОПРАВКИ НА ПОГЛОЩЕНИЕ

Для измерения полной полюсной фигуры листа необходимо вращать образец относительно трех взаимно перпендикулярных осей I (Ω), II (ψ), III (ϕ)/рис.1./ . При этом площадь облучаемой поверхности и пути, проходимые падающим и отраженным пучками, связаны с изменением угла α /рис.2/, что приводит к необходимости введения поправок, зависящих от α . Для количественного текстурного анализа поправки на поглощение можно определить либо экспериментально, используя поликристаллический бестектурный образец, либо

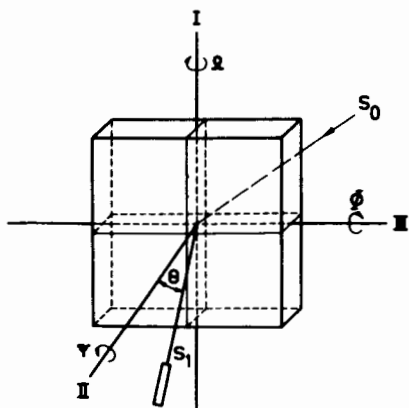
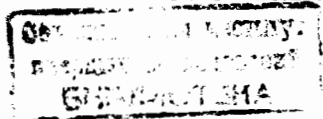


Рис.1. Оси гониометра для измерения полной полюсной фигуры листа.



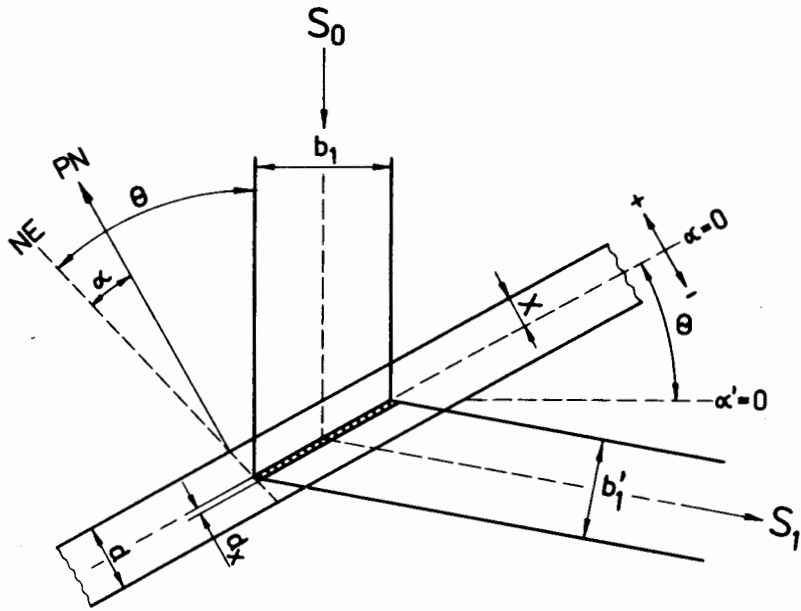


Рис.2. Геометрия пучка при съемке на пропускание для образца в форме листа.

аналитически, используя приведенные в литературе формулы. Изготовление эталонных образцов, совершенно свободных от текстуры, представляет собой технически сложную задачу, поэтому обычно пользуются аналитическими поправками. Соответственно двум различным геометрическим условиям /съемка на пропускание или съемка на отражение/ соответствующие поправки определяются различно.

На рис.2 показана геометрия съемки на пропускание. Первичный пучок /размер b_1 / падает на образец в форме листа, толщиной d , под углом θ к кристаллической плоскости NE. Угол между кристаллической плоскостью NE и нормалью к поверхности образца PN есть α , который в эксперименте можно менять, например, вращением образца вокруг оси $I(\Omega)$. Вращение может осуществляться как в направлении $(+\alpha)$, так и в $(-\alpha)$. При последующем изложении предполагается, что образец поворачивают в направлении $(-\alpha)$, так как в этом случае эффекты дефокусировки минимальны.

Интенсивность каждой измеряемой точки есть функция углов ψ и α . Если полюсная фигура измеряется по концентрическим окружностям, то поправки для каждой окружности постоянны и изменяются только от окружности к окружности, то есть зависимость от ψ пропадает. На практике удобно переходить от абсолютной интенсивности к относительной, сравнивая интенсивность, измеренную при $\alpha \neq 0^\circ$,

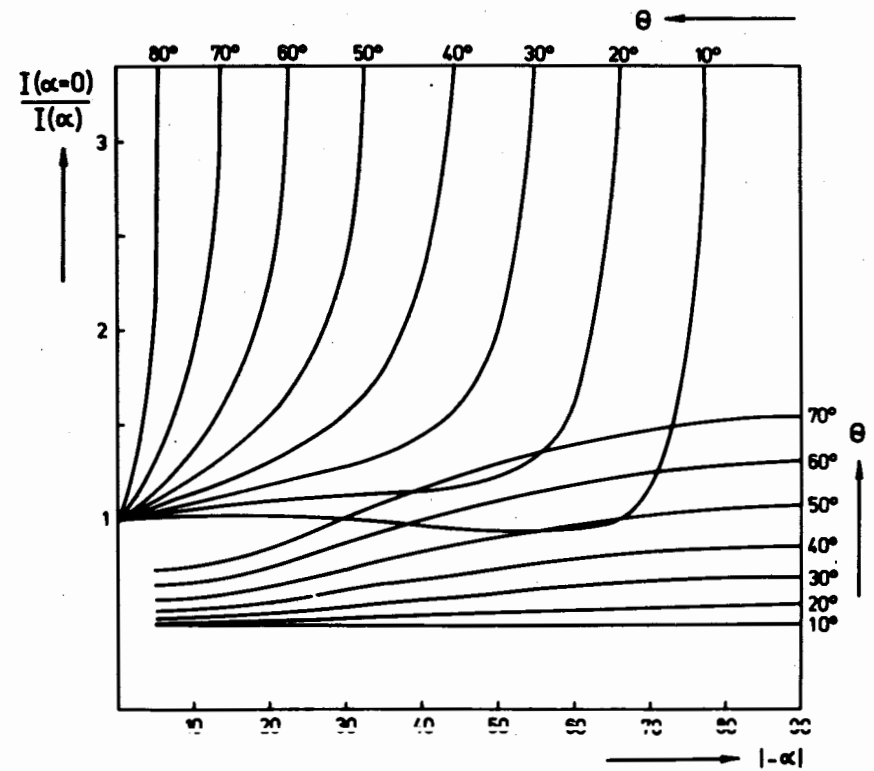


Рис.3. Вычисленные поправки для образца в форме листа при $\mu d = 0,3$ в зависимости от угла поворота α .

с интенсивностью экватора полюсной фигуры $\alpha = 0^\circ$ /PN лежит в кристаллической плоскости NE/.

В случае съемки на пропускание поправка имеет вид^{/3/}:

$$K_D = \frac{I(\alpha = 0^\circ)}{I(-\alpha)} = \frac{\mu d}{\cos \theta} \exp\left[\frac{-\mu d}{\cos \theta}\right] \frac{[\cos(\theta \pm \alpha) / \cos(\theta \mp \alpha)] - 1}{\exp\left[-\frac{\mu d}{\cos(\theta \pm \alpha)}\right] - \exp\left[-\frac{\mu d}{\cos(\theta \mp \alpha)}\right]}, \quad /1/$$

аналогично для съемки на отражение^{/4/}:

$$K_R = \frac{I(\alpha = 0^\circ)}{I(-\alpha)} = \frac{2 \mu d}{\cos \theta} \frac{\exp\left[-\frac{\mu d}{\cos \theta}\right]}{1 - \exp\left[-\frac{2 \mu d}{\sin \theta \sin \alpha}\right]} \quad /2/$$

Изменение угла α в съемке на отражение осуществляется путем вращения образца вокруг оси III (ϕ).

В формуле обозначены через: $I(\alpha = 0^\circ)$ - интенсивность измеряемой точки на экваторе полюсной фигуры для бестекстурного образца; $I(-\alpha)$ - интенсивность измеряемой точки на окружности полюсной фигуры, повернутой относительно экватора на угол $(-\alpha)$ для бестекстурного образца; μ - линейный коэффициент поглощения; d - толщина образца; θ - угол Брэгга. В случае отражения

$$|-\alpha| = 90^\circ - \phi. \quad /3/$$

Для обоих съемок имеет место формула:

$$I_{D,R}^{\text{поправ.}} = I_{D,R}^{\text{изм.}} K_{D,R}. \quad /4/$$

В данной работе рассчитаны поправки в зависимости от угла $|-\alpha|$ для различных брэгговских углов θ при μd в интервале от 0,1 до 1,1. На рис.3 показана одна из таких аналитических поправок для $\mu d = 0,3$. Во избежание больших систематических ошибок необходимо использовать малые по величине поправки ($K_{D,R} \leq 2$), что /как видно из рис.3/ приводит к ограничению для угла α , который в случае пропускания для $\theta = 45^\circ$ и $\mu d = 0,3$, не должен превышать $\alpha_{\max} \approx 35^\circ$. Второе ограничение для угла поворота α вытекает из геометрических соображений $\alpha_{\max} < 90^\circ - \theta$, так как в противном случае образец перекрывает либо падающий, либо отраженный пучок.

3. ВЫБОР РАЗМЕРОВ ЩЕЛИ ДЛЯ ПАДАЮЩЕГО ПУЧКА

При выводе формул поглощения предполагалось, что все падающее излучение регистрируется счетчиком. Чтобы это условие было выполнено, нужно при выборе размера первичного пучка, то есть при выборе щели учесть следующие параметры: размер образца, размер входного окна счетчика, размер держателя для образцов.

3.1. Выбор щели при использовании сферических образцов

Если вместо образца в форме листа использовать сферический образец, то поправками можно пренебречь. В этом случае выбор параметров для падающего пучка прост и нагляден, так как геометрические соотношения при вращении образца не меняются и, соответственно, размеры падающего и отраженного пучков остаются постоянными. Нужно только следить, чтобы держатель для образцов не попал в пучок и не исказил измерений. Чтобы весь отраженный пучок был фиксирован детектором /как видно из рис.4/, нужно, чтобы диаметр образца $2R$ не превышал $2R_z$ - размера входного окна

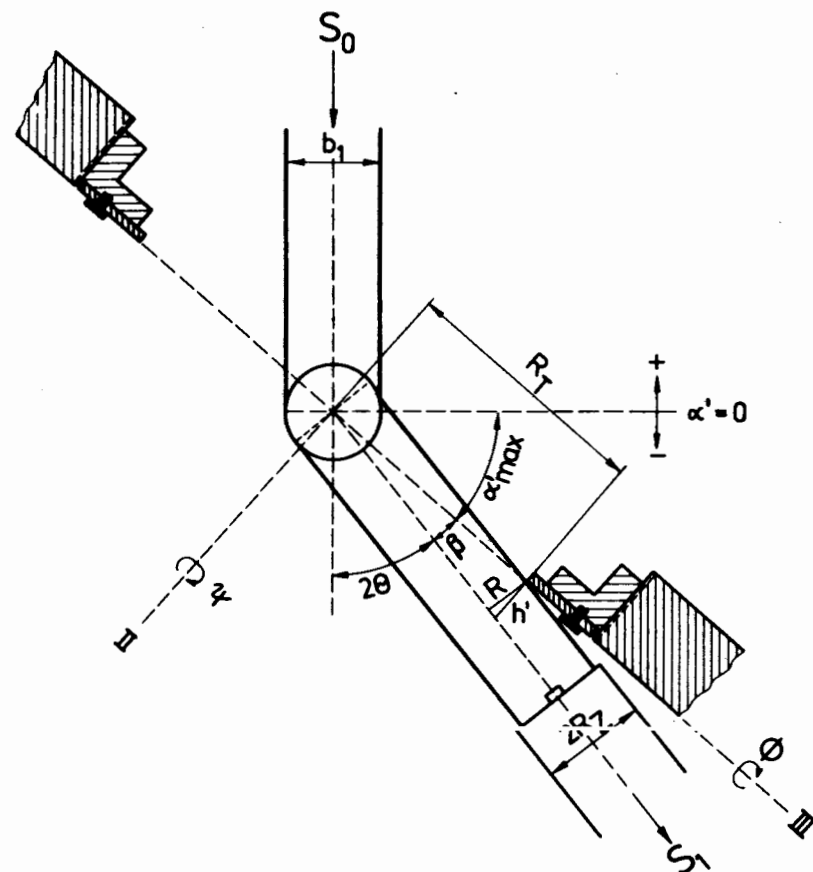


Рис.4. Геометрия съемки на пропускание с использованием сферического образца.

счетчика. С другой стороны, чтобы образец полностью "омывался" нейтронным пучком, нужно $b_1 > 2R$.

3.1.1. Съемка на пропускание с использованием сферического образца

Максимально допустимый угол $|-\alpha|_{\max}$ при измерении полюсной фигуры съемкой на пропускание /см.рис.2/ должен быть равен:

$$|-\alpha|_{\max} = (\Sigma \Delta \Omega)_{\max} = |-\alpha'|_{\max} + \theta = 90^\circ - \theta - \beta, \quad /5/$$

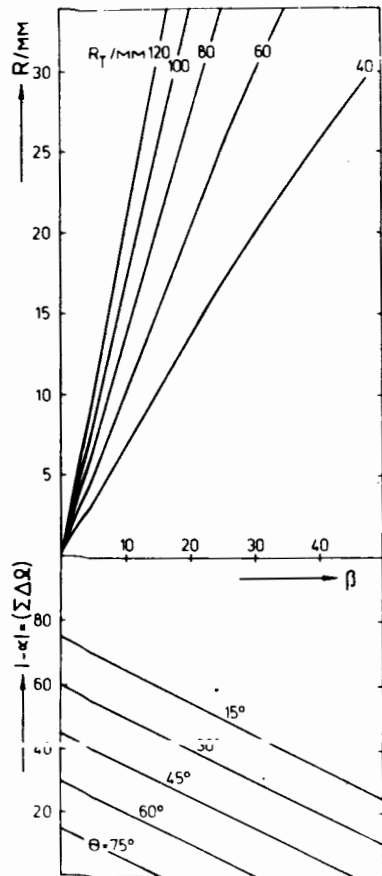


Рис.5. Номограмма для определения максимальной области углов измерения полюсной фигуры в съемке на пропускание для сферического образца.

с учетом того, что /как видно из рис.4/:

$$|\alpha'_{\max}| = 90^\circ - 2\theta - \beta, \quad /6/$$

где $\Delta\Omega$ - шаг поворота гониометра вокруг оси $I(\Omega)$.

Угол β зависит от радиуса образца R , от расстояния R_T между центром образца и ближайшей точкой держателя образцов. Если образец закреплен, как показано на рис.4, то есть поверхность образца, закрепленного в держателе, находится точно в точке пересечения $I(\Omega)$ и $III(\phi)$ осей, то из соотношений: $\operatorname{tg} \beta = h'/R_T$, $\cos \beta = R/h'$ определяется

$$h' = R \cdot R_T / \sqrt{R_T^2 - R^2}. \quad /7/$$

Далее вычисляется угол β и $|\alpha'_{\max}|$ в зависимости от R и R_T . Полученные результаты представлены в виде номограммы на рис.5, по которой можно

определить область углов измерения для полюсной фигуры съемкой на пропускание для сферического образца.

3.1.2. Съемка на отражение с использованием сферического образца

В геометрии на отражение в положении $\phi = 0^\circ$ луч, делящий первичный пучок пополам, падает под углом $\beta = \theta$ на кристаллическую плоскость, лежащую на поверхности держателя для образцов. При этом измеряется центр полюсной фигуры. Для измерения областей, лежащих за этим центром, нужно вращать образец вокруг оси $III(\phi)$, при этом угол β уменьшается. Видно /см.рис.6/, что существует минимальный угол β_{\min} , при котором пучок нейтронов без искажений на держателе образцов регистрируется счетчиком. Этот

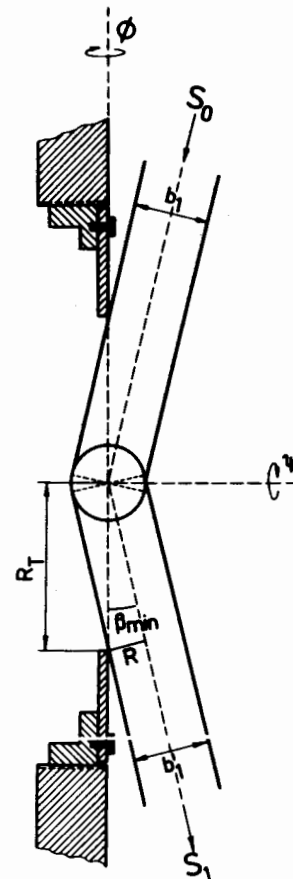
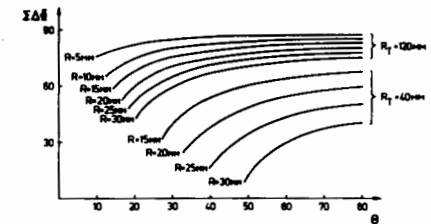


Рис.6. Геометрия съемки на отражение при использовании сферического образца.

Рис.7. Номограмма для определения максимальной области углов измерения полюсной фигуры в съемке на отражение при использовании сферического образца.



граничный угол определяется из соотношения:

$$\sin \beta_{\min} = R/R_T. \quad /8/$$

Между углами β и ϕ при заданном брэгговском угле θ существует связь:

$$\sin \beta = \sin \theta \cdot \cos \phi. \quad /9/$$

Из существования граничного угла β_{\min} можно определить максимальную область углов измерения полюсной фигуры $\phi_{\max} = (\Sigma \Delta \phi_{\max})$ в съемке на отражение. Эта область тем больше, чем больше брэгговский угол θ отличается от β_{\min} . На рис.7 представлены рассчитанные значения ϕ_{\max} в зависимости от угла θ , радиуса сферического образца R для максимального и минимального значений R_T .

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В случае использования сферических образцов с $R \leq 10$ мм, закрепленных в держателе, как показано на рис.4 и 6, при размерах входного окна счетчика $2R_z = 60$ мм и при максимальном диаметре держателя $2R_T = 280$ мм, всегда возможно измерение полных полюсных фигур как в съемке на пропускание, так и на отражение. Ограничения на измеряемую область углов полюсной фигуры возникают при

использовании образцов с $R > 10$ мм, при больших θ и малых размерах держателя образцов $2R_T = 80$ мм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Hennig K., Mücklich A., Betzl M. ZfK - 424, 1980.
2. Betzl M., Tobisch J. Dissertation TU Dresden, 1973.
3. Decker B.F., Asp E.T., Harker D. J.Appl. Phys., 1948, 19, p. 388.
4. Schuls L.G. J.Appl. Phys. 1949, 20, p. 1030.
5. Бронштейн И.Н., Семендяев К.А. Справочник по математике. Гостехиздат, М., 1957.

Рукопись поступила в издательский отдел
16 сентября 1983 года

Дрекслер Л.П. и др.

P14-83-655

Поправки на поглощение для количественного текстурного анализа на основе метода времени пролета нейтронов

Для экспериментального определения полных полюсных фигур на основе метода времени пролета нейтронов на импульсном реакторе ИБР-2 рассмотрены геометрические условия эксперимента в схеме на пропускание и отражение для сферического образца. Получены номограммы для определения допустимой области углов измерения полюсной фигуры для заданного размера входного окна счетчика, размера образца и держателя для образцов при заданном брэгговском угле θ . Описаны аналитические методы вычисления поправок на поглощение для количественного текстурного анализа. Приведены кривые поправок на поглощение при $\theta = 45^\circ$ и $\mu d = 0,3$.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1983

Dreksler L.P. et al.

P14-83-655

Absorption Corrections for Quantitative Texture Analysis by the Neutron Time-of-Flight Method

Geometrical conditions for complete pole-figure measurement with neutron time-of-flight method on the IBR-2 reactor in the case of spherical sample transmission and reflection are considered. The monograms for permissible angular range in pole-figure measurement independence of counter window, sample, sample holder dimensions and Bragg angle value are determined. Analytical methods of calculations of absorption corrections for quantitative texture analysis are described. Absorption correction curves for $\theta = 45^\circ$ and $\mu d = 0.3$ are given.

The investigation has been performed at the Laboratory of Neutron Physics, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1983

Перевод О.С.Виноградовой