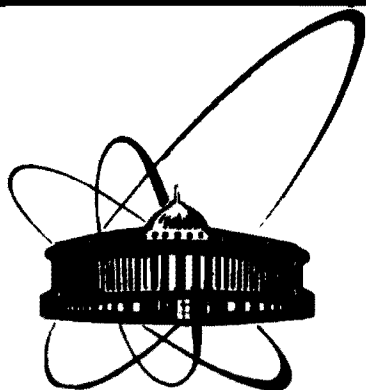


88-394



**ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ  
ДУБНА**

Б 395

РЗ-88-394

**В.Ю.Беззаботнов, Ю.М.Останевич**

**ИССЛЕДОВАНИЯ МАЛОУГЛОВОГО  
РАССЕЯНИЯ НЕЙТРОНОВ  
НА ИМПУЛЬСНОМ ИСТОЧНИКЕ:  
НЕКОТОРЫЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ  
И ПУТИ ИХ РЕШЕНИЯ**

Направлено в Оргкомитет Международной конференции  
по рассеянию нейтронов, 12-15 июля 1988 г.,  
Гренобль, Франция

**1988**

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Малоугловое рассеяние нейтронов /МУРН/ в последние годы стало популярным методом исследования структуры конденсированных сред в диапазоне масштабов от 10 до 300 Å. Интерес к этому диапазону определяется быстрым становлением новой области, условно называемой "архитектурой" макромолекул, корни которой уходят в молекулярную биологию и физику полимеров. Кроме того, не меньший интерес представляет множество объектов и явлений, так или иначе связанных с образованием микрофаз и микроэмульсий, с возникновением и распадом неравновесных состояний в твердых телах и жидкостях, или, в конечном счете, с иерархией структур, реализующихся в больших системах.

Физические принципы, определяющие свойства малоуглового рассеяния нейтронов и рентгеновских лучей, настолько близки, что трактовка обоих методов обычно содержится в одних и тех же монографиях<sup>/1-3/</sup>. В обоих случаях фундаментальную роль играет волновая механика и длина волны де-Бройля  $\lambda = \hbar/p$  / $\hbar$  - постоянная Планка,  $p$  - импульс рентгеновского кванта или нейтрона/. Детальная теория /напр.,<sup>/4/</sup> / показывает, что дифференциальное сечение рассеяния  $d\Sigma/d\Omega$  зависит от физической переменной - вектора рассеяния  $\vec{q} = \vec{k} - \vec{k}_0$ , где  $\vec{k}$  и  $\vec{k}_0$  - волновые векторы до и после рассеяния. Длина вектора рассеяния /подразумевается упругое рассеяние/ в свою очередь зависит от лабораторных переменных - угла рассеяния  $\theta$  и длины волны  $\lambda$  следующим образом:

$$q = 4\pi \cdot \sin(\theta/2) / \lambda. \quad /1/$$

Из /1/ следует, что зависимость  $d\Sigma(q)/d\Omega$  от  $q$  можно исследовать, либо изменяя угол рассеяния  $\theta$ , либо длину волны  $\lambda$ , либо обе величины. Первый путь является традиционным в практике малоуглового рассеяния рентгеновского излучения и достаточно широко применяется и для нейтронов. Второй пока находится в стадии развития как для рентгеновских лучей, так и для нейтронов, что связано с определенной сложностью измерения длины волны и учета всех остальных зависимостей от  $\lambda$ , присутствующих в реальном эксперименте.

Для медленных /тепловых, холодных/ нейтронов эта задача существенно упрощается, если используется импульсный /"мигаю-

щий"/ источник нейтронов. Из-за большой массы покоя  $m$  скорость медленных нейтронов  $v$  оказывается всего порядка  $10^3$  м/с. Такие малые /в атомном масштабе/ скорости легко измерить методом времени пролета /МВП/. Если известны время пролета  $t$  и пролетное расстояние  $L$ , то соотношение де-Бройля приобретает вид

$$\lambda = \hbar / (mv) = t \cdot \hbar / (m \cdot L). \quad /2/$$

Таким образом, возникает возможность измерить  $d\Sigma(q)/d\Omega$ , регистрируя зависимость интенсивности рассеянного излучения от времени пролета, под фиксированным углом  $\theta$ . Легко заметить, что в этой схеме эксперимента отсутствуют монохроматоры и связанные с ними потери светосилы. Кроме того, вполне возможна одновременная регистрация рассеянной интенсивности под несколькими углами с помощью независимых детекторов /одновременное сканирование по  $\lambda$  и  $\theta$ /. Наконец, счастливым обстоятельством является то, что использование сравнительно длинной пролетной базы, необходимой для измерения времени пролета, не только не снижает светосилу малоуглового прибора, а, наоборот, повышает ее. Это, не слишком очевидное, обстоятельство вытекает из необходимости использовать достаточно малое угловое разрешение  $\Delta\theta$ . Полная интенсивность рассеянных нейтронов /при фиксированном  $\Delta\theta$ /, очевидно, пропорциональна произведению видимых площадей источника  $S_1$  и образца  $S_2$ , причем  $S_1 \cdot S_2 \sim (\Delta\theta \cdot L)^{4/5}$ . Хотя эти соображения никак не связаны с МВП, из них следует, что требования этого метода не сопряжены с дополнительными потерями нейтронов. Вместе с тем, потери на монохроматизацию, неизбежные на источниках непрерывного действия, могут быть весьма ощутимы и обычно составляют от 90 до 99% общего числа медленных нейтронов в коллимированном пучке.

Ожидаемый выигрыш в светосиле сам по себе является достаточно веским аргументом для детальной разработки МВП версии МУРН. Однако легко заметить, что другой отличительной чертой этой версии является существенное увеличение диапазона  $q$ , доступного в одной съемке. На спектрометре, использующем только сканирование по  $\theta$ ,  $q_{\max}/q_{\min} = \theta_{\max}/\theta_{\min}$ , тогда как для МВП последнее отношение следует умножить на  $\lambda_{\max}/\lambda_{\min}$ . Таким образом, при равной "широкоугольности" диапазон доступных в одной съемке  $q$  может быть увеличен в 5-10 раз.

Хотя все изложенные соображения были высказаны еще в первой половине 70-х годов<sup>/6,7/</sup>, поиск путей их реализации и развитие метода продолжают до сих пор. Данный доклад посвящен описанию состояния, достигнутого на спектрометре МУРН, расположенном на импульсном реакторе ИБР-2 в Дубне.

## 2. СПЕКТРОМЕТР МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ НЕЙТРОНОВ

Спектрометр МУРН размещен на импульсном реакторе ИБР-2. Основные параметры этого импульсного источника нейтронов перечислены в табл.1.

Основные параметры реактора ИБР-2 /из /8/ / Таблица 1

Параметр	Значения
Средняя тепловая мощность	2 МВт
Мощность в импульсе	1350 МВт
Ширина импульса мощности на половине высоты	215 мкс
Частота повторения импульсов	5 с <sup>-1</sup>
Плотность потока тепловых нейтронов на поверхности гребенчатого замедлителя:	
- средняя	$1,25 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$
- в импульсе	$1,0 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$

Из других характеристик, определяющих свойства спектрометра, следует отметить доступную для наблюдения площадь замедлителя /до  $20 \times 40 \text{ см}^2$ / и указать рабочее вещество замедлителя - проточную воду,  $T = /20 \pm 2/^\circ\text{C}$ . Вывод пучка нейтронов в экспериментальный зал осуществляется с помощью вакуумного нейтронного канала, начинающегося в 5,5 м от замедлителя. Важным для экспериментов с длинноволновыми нейтронами является уровень фоновой мощности реактора, сохраняющийся в промежутках между импульсами мощности и составляющий примерно 0,1 МВт. Полная длина пролетной базы "замедлитель - ловушка пучка" составляет 42 м.

Схема спектрометра МУРН показана на рис.1. При его создании последовательно выдерживалась "точечная" /вернее - аксиально-симметричная/ геометрия всех основных элементов /9/, с осью симметрии, направленной по оси прямого пучка нейтронов. Детектор рассеянных нейтронов в этих условиях, естественно, приобретает форму детектирующего кольца, причем в одном устройстве размещено 8 таких колец /10/. Центр детектора свободен от конструктивных материалов, что снимает трудную проблему гашения

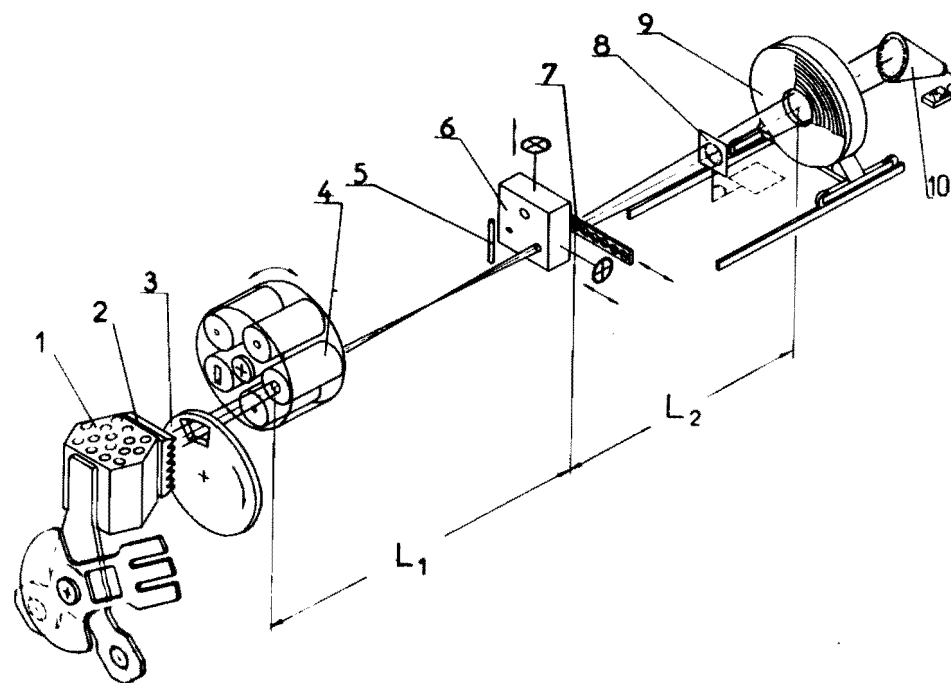


Рис.1. Схема спектрометра МУРН. Цифрами обозначены: 1,2 - источник нейтронов и замедлитель; 3 - дисковый прерыватель пучка; 4 - сменный коллиматор K1; 5 - мониторный счетчик; 6 - юстируемый коллиматор K2; 7 - кассета с образцами /устройство автоматической смены образцов не показано/; 8 - ванадиевый рассеиватель; 9 - кольцевой многоконтный детектор рассеянных нейтронов; 10 - детектор прямого пучка.

прямого пучка перед детектором. Набор сменных коллиматоров позволяет в широких пределах выбирать степень коллимации прямого пучка, а два независимых кольцевых детекторных устройства, перемещаемых по рельсам в камере детекторов, обеспечивают оптимизацию условий съемки в широком диапазоне  $\varphi$ . Аксиально-симметричная геометрия позволяет с достаточной степенью детальности решать задачу о функции разрешения и коллимационных искажениях /11/.

Таблица 2  
Основные параметры спектрометра МУРН/12/

Параметр	Значения
Поток тепловых нейтронов на образце	$6 \cdot 10^6 \div 3,7 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$
Диаметры коллиматоров /см.рис.1/ K1	10; 8; 6; 4 см,
K2	2,8; 2,2; 1,6 см,
Диапазон доступных $q$	$7 \cdot 10^{-1} \div 7 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$
Относительное разрешение по $q$	$0,04 \div 0,18$
Диапазон используемых $\lambda$	$0,7 \div 7 \text{ \AA}$
Наименьшее измеряемое сечение рассеяния	$10^{-8} \text{ см}^{-1} \cdot \text{ср}^{-1}$
Основная погрешность абсолютной шкалы сечений	< 5%

### 3. НЕКОТОРЫЕ ЗАДАЧИ, СПЕЦИФИЧЕСКИЕ ДЛЯ ВРЕМЯ-ПРОЛЕТНОЙ МЕТОДИКИ

#### 3.А. Нормировка и абсолютные сечения

Непосредственно регистрируемая зависимость  $I(\lambda, \theta)$  достаточно сложно связана с сечением малоуглового рассеяния:

$$I(\lambda, \theta) = I_0(\lambda) \cdot d\Sigma_s(q)/d\Omega \cdot \epsilon(\lambda) \cdot T(\lambda) \cdot d_s \cdot \Omega_s + B_s(\theta, \lambda), \quad /3/$$

где  $I_0(\lambda)$  - интенсивность прямого пучка;  $d\Sigma_s(q)/d\Omega$  - искомое сечение малоуглового рассеяния, отнесенное к единичному объему образца;  $\epsilon(\lambda)$  - эффективность детектора;  $T(\lambda) = \exp(-\Sigma_t(\lambda) \cdot d_s)$  - пропускание образца;  $\Sigma_t(\lambda)$  - полное сечение ослабления пучка единицей толщины образца;  $d_s$  - толщина образца;  $\Omega_s$  - телесный угол, под которым виден детектор с образца;  $B_s(\theta, \lambda)$  - интенсивность фона, включающая некогерентный фон образца.

Из /3/ видно, что для нахождения  $d\Sigma_s(q)/d\Omega$  необходимы две операции - вычитание фоновой составляющей  $B_s(\theta, \lambda)$  и нормировка, исключаяющая функции  $I_0(\lambda)$ ,  $\epsilon(\lambda)$  и  $T(\lambda)$ . Измерения фона производятся путем экспозиции подходящего фоновго образца, свободного от исследуемых структурных неоднородностей, но обладающего таким же сечением рассеяния, как и исследуемый образец. При исследованиях растворов макромолекул удовлетвори-

тельных результатов удается достигнуть, используя в качестве фоновго образца чистый растворитель с подходящим образом скорректированным изотопным составом.

Для нормировки мы используем рассеяние металлического ванадия, помещаемого на расстоянии  $\sim 1,5$  м от детектора /рис.1/. В калибровочном измерении, таким образом, в пучке находятся одновременно как исследуемый образец, так и ванадиевый рассеиватель. Пусть  $I_s$  - регистрируемая интенсивность пучка от исследуемого образца,  $I_{sv}$  - рассеиватель с ванадием в пучке. Тогда сечение малоуглового рассеяния находится с помощью соотношения /13/

$$d\Sigma_s(\theta, \lambda)/d\Omega = [I_s/(I_{sv} - I_s)] \cdot (d\Sigma/d\Omega)_v \cdot (d_v \cdot \Omega_v \cdot T_v)/(d_s \cdot \Omega_s), \quad /4/$$

где индексы "v" относятся к соответствующим характеристикам ванадиевого рассеивателя. Легко заметить, что из /4/ искомое сечение рассеяния получается в абсолютных единицах, примененных для сечения рассеяния ванадия. Длительность цикла в серии экспозиций ( $I_s, I_{sv}$ ) может быть сделана достаточно малой /несколько минут/, что обеспечивает нечувствительность результата к медленному дрейфу условий экспозиции и долговременную стабильность и повторяемость результатов.

"Метод  $I_{sv}$ " оказывается весьма эффективным при исследовании не слишком больших сечений рассеяния / $\leq 10 \text{ см}^{-1} \cdot \text{ср}^{-1}$ /. В этом случае выполняется неравенство  $I_{sv} \gg I_s$ , и элементарные выкладки показывают, что оптимальной стратегии соответствует соотношение продолжительностей экспозиции

$$t_{sv}/t_s = (I_s/I_{sv})^{1/2} \ll 1. \quad /5/$$

Если сечение рассеяния много больше указанного предела, то рассеяние от образца становится преобладающим, и погрешность нормировочной разности ( $I_{sv} - I_s$ ) является фактором, ограничивающим точность результата. Поэтому для сильных рассеивателей приходится использовать несколько модифицированную процедуру, в которой  $I_s$  и  $T_s$  измеряются без ванадия, а  $I_v$  - во время измерения фона. Пропускание образца при этом находится независимо, с помощью детектора прямого пучка /рис.1/.

#### 3.Б. Сжатие результатов

Из /4/ видно, что сечение рассеяния пока представлено в экспериментальных координатах  $(\theta, \lambda)$ . Преобразование этого двумерного массива данных в одномерную зависимость  $d\Sigma(q)/d\Omega$  производится путем выбора желаемого представления для незави-

симой переменной /зависимость от  $q$ ,  $q^2$  или  $\ln q$ / и подходящего разбиения оси абсцисс на интервалы. После этого в каждом интервале производится вычисление взвешенных /на статистических ошибках/ средних по всем экспериментальным точкам, для которых физическая переменная оказывается внутри выбранного интервала. Одновременно вычисляются взвешенные средняя дисперсия функции разрешения по  $q$ , среднее  $q$  и  $\chi^2$  - мера статистической совместности экспериментальных точек, участвующих в усреднении. Вычисление дисперсии функции разрешения рассмотрено в /11/, альтернативные подходы к задаче сжатия результатов рассмотрены в /14/. Здесь же интересно отметить, что анализ  $\chi^2$ , возникающих при усреднении, позволяет выявить отклонения от основной гипотезы, которая утверждает, что усредняемые данные описывают одно и то же значение сечения рассеяния. Возможны несколько схем такого анализа. Например, ярко выраженная зависимость  $\chi^2$  от  $q$  /даже при использовании данных только одного детектора/ может указывать на слишком широкие интервалы усреднения или на большое влияние эффектов конечного разрешения по  $q$ . Аномально большое значение  $\chi^2$  для одного из детекторов скорее всего указывает на ошибочную работу аппаратуры. Наконец, корреляция  $\chi^2$  с определенными значениями длины волны  $\lambda$  является признаком ощутимой роли двукратного брэгговского рассеяния, которое легко возникает в кристаллических материалах. Не исключены и другие причины, приводящие к неудовлетворительному внутреннему согласию данных. Здесь же уместно ограничиться замечанием о том, что в задаче МУРН метод времени пролета создает определенную избыточность, которая может быть использована для дополнительной оценки качества экспериментальной информации.

### 3.В. Поправки на мертвое время

Для спектрометров, работающих на импульсных источниках нейтронов, характерны высокие мгновенные скорости счета. В описываемом в данной работе спектрометре легко довести мгновенную скорость счета в тепловом максимуме до  $5 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$ . Поэтому внесение поправок на мертвое время является довольно ответственной операцией, требующей как использования адекватной модели потерь событий из-за мертвого времени, так и регулярного контроля параметров, входящих в эту модель. По-видимому, наиболее распространенной является однопараметрическая модель непродлевающего мертвого времени /НПМВ/ /15/. Однако для ее использования необходимо знать не только параметр, но и область скоростей счета, в которой она применима. Ряд известных подходов для определения мертвого времени сопряжен либо с техническими трудностями /метод двух источников/, либо нуждается в большом количестве экспериментальных данных и в привлечении

дополнительных гипотез /анализ флуктуаций числа отсчетов/. Сравнительно новый и изящный подход, основанный на распределении временных интервалов между последовательными событиями /16/, требует применения специальной аппаратуры и использования нейтронного источника со стационарным потоком, в то время как на импульсном источнике скорость счета в детекторе меняется на несколько порядков величины.

Мы попытались применить метод, основанный на известном изменении интенсивности источника / /15/, с.212/. В нашем случае такое изменение реализуется путем смены коллимирующих отверстий K1 /см. рис.1/. При этом подразумевается, что происходит изменение интенсивности, но спектральное распределение событий по времени пролета остается прежним. В рамках модели НПМВ

$$n = n_0 (1 - n\tau), \quad /6/$$

где  $n$  - интенсивность зарегистрированных событий,  $n_0$  - интенсивность истинных событий,  $\tau$  - мертвое время /параметр модели/.

Для двух значений входного потока  $n_0$  и  $kn_0$  / $k > 1$ / и соответствующих им зарегистрированных потоков событий  $n_1$  и  $n_2$  имеем соотношения:

$$n_2/n_1 = k \cdot (1 - n_2\tau)/(1 - n_1\tau). \quad /7/$$

При низких интенсивностях / $n_2\tau \ll 1$ / из /7/ непосредственно находится  $k$ , тогда как при увеличении  $n_2$  это отношение становится чувствительным к  $\tau$ . Во время-пролетном спектре интенсивность, как правило, изменяется во времени на 2-3 порядка, что позволяет из отношения двух спектров определить оба параметра,  $k$  и  $\tau$ . Математическая сторона дела сводится к минимизации функционала

$$\sum_{i=1}^{n_2} (k - Z_i(n_1, n_2))^2 \cdot W_i(n_1, n_2), \quad /8a/$$

где  $i$  - номер временного канала,  $W_i$  - статистический вес  $i$ -го слагаемого,

$$Z(n_1, n_2) = (1/n_1 - \tau) / (1/n_2 - \tau), \quad /8б/$$

$$W(n_1, n_2) = Z^{-2} \cdot \left[ \frac{1 - n_1\tau}{N_1} + \frac{1 - n_2\tau}{N_2} \right]^{-1}, \quad /8в/$$

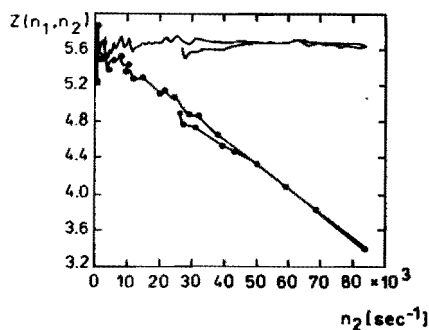


Рис.2. Зависимость  $Z = \frac{(1/n_1 - r)}{(1/n_2 - r)}$

от скорости счета  $n_2$  до внесения поправок на мертвое время /нижняя кривая/, и после внесения поправок /верхняя кривая/ при значениях параметров, найденных методом наименьших квадратов.

$N_1, N_2$  - полное число отсчетов в канале. Нелинейность этого функционала, равно как и зависимость весов от параметров, не создают серьезных затруднений, если начальные значения  $k$  и  $r$  выбраны из правдоподобной области. Управляющий параметр  $n_{max}$  используется для задания границы области интенсивностей, используемой при определении  $r$ . Его выбор, естественно, производится исходя из независимых соображений, например, с помощью критерия  $\chi^2$ . Очевидно, этот же параметр определяет верхнюю границу мгновенных интенсивностей, для которых применима модель НПМВ.

На рис.2 приведены типичные кривые, возникающие в ходе описанного анализа.

### 3.Г. Пропускание образца и связанные с ним вопросы

Измерения пропускания образца  $T_s = \exp(-\Sigma_t \cdot d_s)$  на первый взгляд представляются сравнительно простой задачей. Более того, как отмечалось при обсуждении формулы /3/, принятая нами схема эксперимента не требует отдельного измерения  $T_s$  для отыскания сечения рассеяния. Тем не менее, измерения  $T_s$  иногда представляют интерес, например, для определения соотношения концентраций  $[H]/[D]$  в смесях легкой и тяжелой воды в опытах по вариации контраста, или, например, для оценки уровня некогерентного фона по величине пропускания /17/. В общем случае для отыскания  $T$  необходимо выполнить два измерения интенсивности прямого пучка, прошедшего сквозь образец, а именно,  $I$  - с исследуемым раствором в пучке, и  $I_0$  - с пустой кюветой. После этого с помощью основного соотношения

$$I = I_0 \cdot \exp(-\Sigma_t \cdot d_s) \quad /9/$$

можно найти интересующий нас показатель экспоненты. Элементарные выкладки, однако, показывают, что относительная ошибка ре-

зультата быстро возрастает при уменьшении толщины мишени:

$$\sigma_x / x = (\sigma_{I_0}^2 / I_0^2 + \sigma_I^2 / I^2)^{1/2} / x, \quad /10/$$

где  $x = \Sigma_t \cdot d_s$ ,  $\sigma^2$  - дисперсия соотв. величин. Например, при  $x = 0,1$  величины  $I_0$  и  $I$  следует измерить с точностью, лучшей, чем  $5 \cdot 10^{-4}$ , для того, чтобы достичь  $\sigma_x / x = 10^{-2}$ . Точность, лучше, чем  $5 \cdot 10^{-4}$ , к сожалению, трудно достижима, если учесть, что  $I$  и  $I_0$  относятся к разным моментам времени, отстоящим друг от друга на несколько часов, а долговременная нестабильность нейтронного источника или детектирующей системы, как правило, создает систематические погрешности такого же порядка величины. Естественное стремление увеличить  $x$  - толщину образца, как правило, осуществить нельзя, т.к. исследуемые образцы часто имеют крайне малый объем /0,25 см<sup>3</sup>/. Второе обстоятельство, усложняющее задачу, кроется в том, что полное сечение воды и водородсодержащих материалов достаточно сильно зависит от  $\lambda$ , а точность имеющихся в литературе данных не слишком высока /18/.

Существование зависимости  $\Sigma_t(\lambda)$  для водорода позволяет переформулировать задачу таким образом, чтобы чувствительность к неконтролируемым изменениям  $I_0$  или  $I$  полностью отсутствовала. Действительно, как видно из рис.3, в достаточно широком интервале  $\lambda$  зависимость  $\Sigma_t(\lambda)$  может быть аппроксимирована линейной функцией  $\Sigma_t(\lambda) = \Sigma(0) + \lambda \cdot \Sigma'$ . Покажем, что, применительно к задаче определения мольной доли  $D_2O$  в смеси  $y \cdot D_2O + (1-y) \cdot H_2O$ , использование  $\Sigma' = d\Sigma_t / d\lambda$  вместо  $\Sigma_t$  решает поставленную задачу.

Отправляясь от /9/, имеем:

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) \cdot \exp(-S_0 - S_1 \cdot \lambda), \quad /11a/$$

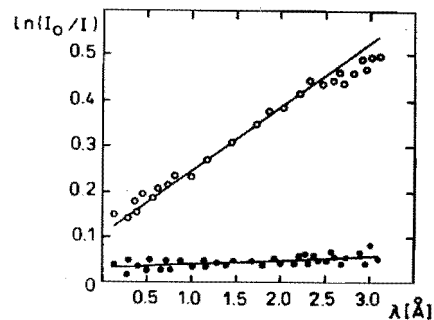


Рис.3. Зависимость  $\ln(I_0/I)$  от длины волны нейтронов для 1 мм  $H_2O$  /верхняя кривая/ и 1 мм  $D_2O$  /нижняя кривая/. Интервал  $0,5 \leq \lambda \leq 2,5 \text{ \AA}$  используется для определения наклона зависимости  $\Sigma_t(\lambda)$ .

где

$$S_0 = (\Sigma_H(0) \cdot (1-y) + \Sigma_D(0) \cdot y) \cdot d_s, \quad /11б/$$

$$S_1 = (\Sigma'_H \cdot (1-y) + \Sigma'_D \cdot y) \cdot d_s. \quad /11в/$$

Интересующую нас величину  $y$  можно найти как из /11б/, так и из /11в/:

$$y = (\Sigma_H(0) \cdot d_s - S_0) / ((\Sigma_H(0) - \Sigma_D(0)) \cdot d_s) \quad /12а/$$

или

$$y = (\Sigma'_H \cdot d_s - S_1) / ((\Sigma'_H - \Sigma'_D) \cdot d_s). \quad /12б/$$

Пусть  $S_0^E$  и  $S_1^E$  - величины, найденные из эксперимента, причем величина  $I_0$ , используемая в /11/ при нахождении  $S_0^E$ , содержала систематическую погрешность  $\exp(-\delta)$ , где  $\delta$  - число, не зависящее от  $\lambda$ . Очевидно, при этом  $S_0^E = S_0 + \delta$ , в то время как  $S_1^E$  остается без изменений. Теперь видно, что из двух путей определения  $y$  /12а и 12б/ второй полностью нечувствителен к значению  $\delta$ , т.е. к вариациям мощности источника нейтронов, продолжительности съемки и другим возмущающим факторам, если только эти факторы не меняют формы распределения интенсивности по длине волны.

Реализация этих соображений на спектрометре МУРН наиболее эффективна, если в качестве меры интенсивности прямого пучка применить разность  $I_{sv} - I_s$ , используемую для нормировки сечения рассеяния /см. ф-лу /4//.

Соответствующие эксперименты показали, что, действительно, из анализа только кривых рассеяния /2 часа суммарной экспозиции/ этот подход позволяет определить концентрацию  $D_2O$  в растворе с точностью  $\pm 1,5\%$  во всем диапазоне возможных значений  $y$ .

На рис. 4 приведена измеренная калибровочная зависимость  $S_1$  от  $y$  - мольной доли  $D_2O$  в смесях  $H_2O/D_2O$ . Найденные нами значения  $\Sigma'_H \cdot d_s$  и  $\Sigma'_D \cdot d_s$  /при  $d_s = 1,00$  мм,  $\Delta\lambda = 0,5 \div 2,5$  Å,  $T = 20^\circ C$ / равны  $0,139/6 \pm 8/\text{Å}^{-1}$  и  $0,009/1 \pm 9/\text{Å}^{-1}$  соответственно, а выражение для  $y$  имеет вид:

$$y = 1,070 - S_1 / 0,1305. \quad /13/$$

Очевидно, производная  $d \ln I / d \lambda$  может быть использована и для других целей, например, для определения эффективной толщины тонкого образца нерегулярной формы с известным  $\Sigma'$  и др. Вместе с тем, предстоит еще исследовать чувствительность  $S_1$  к другим факторам /температура, наличие растворенного веще-

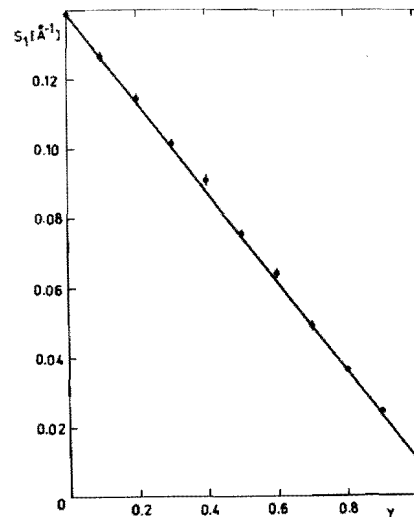


Рис. 4. Зависимость наклона полного сечения  $d\Sigma_t/d\lambda$  от  $y$  - содержания  $D_2O$  в смеси  $y \cdot D_2O + (1-y) \cdot H_2O$ .

ства, агрегатное состояние и химический состав вещества и др./.

К числу таких факторов относится и собственно малоугловое рассеяние. Вклад последнего, однако, достаточно легко оценить в приближении Гинье. Соответствующая добавка к  $S_1$  имеет вид

$$\delta S_1 = (d\Sigma(0)/d\Omega) \cdot 6 \cdot d_s \cdot \lambda / (4\pi R_g^2), \quad /14/$$

где  $R_g$  - радиус инерции неоднородности. Прямая оценка для  $d\Sigma/d\Omega = 10$  см<sup>-1</sup>,  $d_s = 0,1$  см;  $\lambda = 2$  Å и  $R_g = 70$  Å дают  $\delta S_1 = 2 \cdot 10^{-4}$ , т.е. пренебрежимо малую величину /параметры для оценок примерно соответствуют условиям опытов с рибосомными частицами/. Однако очевидно, что переход к более сильно рассеивающим объектам или большим  $\lambda$  может приводить к вполне заметному вкладу. В этой связи уместно упомянуть работу /19/, в которой был продемонстрирован вклад малоуглового рассеяния в полном сечении, становящийся очень большим в области  $\lambda = 50 \div 200$  Å.

В заключение авторы благодарят Г.С.Полубесова за помощь в выполнении калибровочных измерений с  $H_2O/D_2O$  смесями.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Small Angle X-Ray Scattering, /Glatter O. and O.Kratky, ed./, Academic Press, New York, 1982.
2. Kostorz G. - In: Treatise on Materials Science and Technology, /H.Herman, ed/, v.15, p.227, Academy Press, New York, London, 1979.
3. Свергун Д.И., Фейгин Л.А. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние, М.: Наука, 1986.

4. Marshall W., Lovesy S.W. Theory of Thermal Neutron Scattering, Clarendon, Oxford, 1971.
5. Schelten J. - Kerntechnik, 1971, 14, p.86.
6. Гладких И. и др. Сообщение ОИЯИ 3-7655, Дубна, 1974.
7. Cser L. In: Neutron Scattering for the Analysis of Biological Structures, Brookhaven Symposia in Biology, 1975.
8. Ананьев В.Д. и др. - Атомная энергия, 1984, т.57, с.227.
9. Гладких И. и др. Сообщение ОИЯИ P13-11487, Дубна, 1978.
10. Ананьев Б.Н. и др. Сообщение ОИЯИ 3-11502, Дубна, 1978.
11. Kozlova E.P., Ostanovich Yu.M., Cser L. - Nucl. Instr. and Meth., 1980, 169, p.597-599.
12. Вагов В.А. и др. Сообщение ОИЯИ P14-83-898, Дубна, 1983.
13. Plestil J. et al. - Polymer, 1986, 27, p.1241.
14. Останевич Ю.М. ОИЯИ P13-87-407, Дубна, 1987; Ostanovich Yu.M. Macromol. Chem., Macromol. Symp., 1988, 15, p.91.
15. Гольданский В.И., Куценко А.В., Подгорецкий М.И. Статистика отсчетов при регистрации ядерных частиц, М.:Физматгиз, 1959, гл.IV.
16. Zidek V., Pleh J. - Nucl.Instr.Meth., 1974, v.119, p.247.
17. Stothart P.H. - J.Appl.Cryst., 1987, v.20, p.362.
18. Koppel J.U., Houston D.H. Reference Manual for ENDF Thermal Neutron Scattering Data, Ga-8774, National Nuclear Data Center, 1978.
19. Steyerl A. Very Cold Neutrons - A New Tool in Condensed Matter Research, In: II International School on Neutron Physics (Alushta, April 2-19, 1974), Lectures, JINR, D3-7991, Dubna, 1974, p.42.

Рукопись поступила в издательский отдел  
3 июня 1988 года.

Беззаботнов В.Ю., Останевич Ю.М. P3-88-394

Исследования малоуглового рассеяния нейтронов на импульсном источнике: некоторые экспериментальные проблемы и пути их решения

Кратко излагаются методы, применяемые для исследования малоуглового рассеяния нейтронов /МУРН/ по методу времени пролета на импульсном источнике нейтронов. Обсуждаются задачи превращения наблюдаемых интенсивностей рассеянных нейтронов в макроскопические сечения рассеяния, измерения мертвого времени детекторной системы и определения полного сечения для тонких образцов. При решении этих задач приходится учитывать особенности эксперимента, вытекающие из применения импульсного источника нейтронов.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1988

Перевод Т.Ф.Дроздовой

Bezzabotnov V.Yu., Ostanovich Yu.M. P3-88-394

Small Angle Neutron Scattering at Pulsed Neutron Sources: Solution of Some Experimental Problems

Investigations of the small angle neutron scattering (SANS) by the time-of-flight technique being carried out at pulsed neutron sources meet a number of specific experimental problems. Three of them (transformation of the observed intensity into scattering cross sections, determination of the detecting system dead-time and measurement of the effective thickness of a thin sample) are solved by taking into account the features of the pulsed neutron source.

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

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1988