

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ЯДЕРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

ЛИТВИН ВАСИЛИЙ СЕРГЕЕВИЧ

**НЕЙТРОННЫЙ ВРЕМЯПРОЛЕТНЫЙ
РЕФЛЕКТОМЕТР-МАЛОУГЛОВОЙ СПЕКТРОМЕТР «ГОРИЗОНТ» С
ВЕРТИКАЛЬНОЙ ПЛОСКОСТЬЮ РАССЕЯНИЯ
НА ИСТОЧНИКЕ ИН-06 ИЯИ РАН**

01.04.01- Приборы и методы экспериментальной физики

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научные руководители:

доктор физико-математических наук

Э. А. Коптелов,

кандидат физико-математических наук

Р. А. Садыков

МОСКВА — 2013

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	5
Глава 1. Основы методов нейтронной рефлектометрии и малоуглового рассеяния нейтронов	9
1.1. Принципы нейтронной рефлектометрии	9
1.2. Принципы малоуглового рассеяния нейтронов	16
1.3. Нейтронные рефлектометры	21
1.4. Малоугловые спектрометры	27
Глава 2. Описание установки Горизонт	31
2.1. Импульсный источник нейтронов ИН-06	31
2.2. Конструкция нейтронного рефлектометра «Горизонт»	31
Глава 3. Моделирование оптической схемы и испытания установки «Горизонт»	55
3.1. Модельный расчет спектра нейтронов	55
3.2. Рабочий диапазон переданного импульса нейтронов	62
3.3. Расчет выведения нейтронов из пучка за счет рассеяния и поглощения атомами воздуха на участке образец-детектор	65
3.4. Разрешение установки	66
3.4.1. Оценка длительности нейтронного импульса	66
3.4.2. Расчет расходимости падающего на образец пучка	68
3.5. Выбор оптимальной геометрии измерения в режиме малоуглового спектрометра	74
3.6. Измерения в режиме рефлектометра	80
3.7. Использование отклоняющего суперзеркала в режиме рефлектометра	81
3.8. Интенсивность пучка нейтронов на образце	85
3.9. Результаты испытания установки	86
3.10. Обсуждение результатов	91
Глава 4. Двухкоординатные позиционно-чувствительные детекторы нейтронов	92
4.1. Существующие позиционно-чувствительные детекторы нейтронов	92
4.1.1. Многопроволочные пропорциональные камеры	92
4.1.2. Детекторы на основе сцинтилляторов	94
4.2. Разработка позиционно-чувствительных детекторов нейтронов на основе сцинтилляторов	98
4.2.1. Исследования сцинтилляторов для позиционно-чувствительных детекторов нейтронов	98
4.2.2. Разработка сцинтилляционного позиционно-чувствительных детекторов	

нейтронов с использованием спектросмещающих волокон и лавинных фотодиодов	102
4.2.3. Результаты испытаний прототипа детектора	105
4.3. Многопроволочная пропорциональная камера	110
4.3.1. Принцип действия детектора	110
4.3.2. Конструкция детектора	110
4.3.3. Моделирование детектора	113
4.3.4. Испытания детектора	117
Глава 5. Возможность применения сплава 40ХНЮ для изготовления элементов нейтронографических установок	121
5.1. Импульсный источник нейтронов «РАДЭКС»	123
5.2. Исследование структуры сплава 40ХНЮ методом нейтронной дифракции на источнике нейтронов «РАДЭКС»	
5.3. Исследование надатомной структуры сплава 40ХНЮ методом малоуглового рассеяния нейтронов	127
5.4. Обсуждение результатов	132
Заключение	138
Список литературы	142
Приложения	149

ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ СОКРАЩЕНИЯ И ОБОЗНАЧЕНИЯ

МУРН — малоугловое рассеяние нейтронов

ПЧД — позиционно-чувствительный детектор (нейтронов)

АЦП — аналого-цифровой преобразователь

ЗЦП — зарядо-цифровой преобразователь (зарядочувствительный АЦП)

ВЦП — время-цифровой преобразователь

ПУ — предусилитель

ЛФД — лавинный фотодиод (многопиксельный)

HRc — единица твердости по шкале Роквелла

ОЦК — объемноцентрированная кристаллическая решетка

ГЦК — гранецентрированная кристаллическая решетка

ВВЕДЕНИЕ

Методам исследования надатомной структуры вещества в современной фундаментальной и, особенно, прикладной науке уделяется все больше внимания. Среди множества методов особое место занимают нейтронная рефлектометрия и малоугловое рассеяние нейтронов. Данные методы являются неразрушающими и позволяют исследовать как поверхность, так и внутреннюю структуру вещества. Преимуществом нейтронов является их высокая проникающая способность, типичная глубина проникновения тепловых нейтронов в вещество – от нескольких миллиметров до нескольких сантиметров. Поэтому нейтронные методы позволяют исследовать структуру больших образцов, а также упрощают использование различных устройств для задания условий на образце: криостатов, печей, камер высокого давления и т. п. Кроме того, нейтронные методы, в отличие от других, в частности рентгеновских, позволяют различать близкие по атомному номеру элементы и изотопы одного и того же вещества. Наличие магнитного момента у нейтрона, позволяет исследовать магнитную структуру вещества.

Метод нейтронной рефлектометрии позволяет определять распределение сечения рассеяния нейтронов и намагниченности в веществе в зависимости от глубины. Нейтронная рефлектометрия применяется для исследования таких объектов как полупроводниковые, металлические и полимерные нанопленки, в том числе многослойные [1-3]; может применяться для исследования процессов диффузии, сорбции, окисления и т. п., явлений на поверхностях и границах раздела сред [4, 5]. В отдельный класс задач следует выделить рефлектометрию жидкостей в том числе магнитных [6, 7]. Для таких задач требуются нейтронные рефлектометры с вертикальной плоскостью рассеяния. Существует два типа нейтронных рефлектометров: монохроматические и времяпролетные. В настоящее время в мире существует 10 времяпролетных рефлектометров с вертикальной плоскостью рассеяния.

Метод малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН) позволяет определять надатомную структуру вещества, размер и форму наночастиц, атомных кластеров, нанотрубок, фуллеренов и т. д. [8-11], а также неоднородности в веществе, в том числе магнитные, в диапазоне 1-1000 нм. Данный метод широко применяется для

исследования частично упорядоченных сред, таких как полимеры [12, 13], сплавы [14-16], коллоидные растворы [17, 18], а также различных биологических объектов: белков [19,20], вирусов и т. п.

В современных нейтронных центрах имеется в среднем по 2 нейтронных рефлектометра и по 2-3 малоугловых спектрометра. В России на сегодняшний день существует 4 нейтронных рефлектометра и 4 малоугловых спектрометра, не считая установки «Горизонт». На импульсном источнике нейтронов «ИН-06» в ИЯИ РАН создана многофункциональная установка «Горизонт», которая может работать и как времяпролетный нейтронный рефлектометр с вертикальной плоскостью рассеяния и как малоугловой спектрометр.

Цель диссертационной работы:

Целью данной работы являлось: создание времяпролетного нейтронного рефлектометра-малоуглового спектрометра «Горизонт» на импульсном источнике нейтронов «ИН-06» в ИЯИ РАН; моделирование оптической схемы установки методом Монте-Карло и оптимизация параметров и режимов измерения; получение экспериментальных спектров нейтронов и профилей пучка, сравнение их с модельными; разработка двухкоординатных позиционно-чувствительных детекторов (ПЧД) нейтронов для установки «Горизонт», позволяющих проводить измерения по времяпролетной методике.

Научная новизна диссертации:

- 1) Установка «Горизонт» является первым в России времяпролетным нейтронным рефлектометром с вертикальной плоскостью рассеяния, вторая подобная установка создается на реакторе ИБР-2 в ОИЯИ.
- 2) На большинстве нейтронных рефлектометров и малоугловых спектрометров установлены многопроволочные пропорциональные камеры либо пропорциональные счетчики с ^3He под давлением до 10 атм. В рамках данной работы были разработаны двухкоординатные детекторы нейтронов двух типов: сцинтилляционного с использованием в лавинных фотодиодов и многопроволочной пропорциональной камеры с конвертером нейтронов из твердого ^{10}B .

3) Впервые исследована зависимость малоуглового рассеяния нейтронов сплавом 40ХНЮ (Ni 58%, Cr 39%, Al 3%) от твердости. Также методом малоуглового рассеяния нейтронов впервые был исследован процесс эволюции надатомной структуры сплава в процессе отжига, ведущего к повышению твердости сплава.

Практическая и научная ценность работы:

1) Установка «Горизонт» позволит проводить исследования надатомной структуры вещества методами нейтронной рефлектометрии и малоуглового рассеяния нейтронов. Установка позволяет исследовать жидкие образцы методом нейтронной рефлектометрии.

2) Разработанные двухкоординатные детекторы тепловых нейтронов позволяют избежать трудностей, с которыми сталкиваются при эксплуатации гелиевых детекторов – высокое давление рабочего газа и, как следствие, утечки ^3He , необходимость устанавливать толстое входное окно, на котором неизбежны потери нейтронов. Кроме того, в настоящее время в мире остро стоит проблема дефицита ^3He . Данные детекторы могут применяться на времяпролетных нейтронных рефлектометрах и малоугловых спектрометрах. Благодаря тонкому слою поглощающего нейтроны вещества, разработанные детекторы имеют более высокое по сравнению с гелиевыми детекторами временное разрешение (1 мкс для сцинтилляционного и 50 нс для пропорциональной камеры). Поэтому, данные детекторы могут применяться во времяпролетных установках высокого разрешения, например в спектрометрах неупругого рассеяния.

3) Впервые получены нейтронные дифрактограммы на импульсном источнике нейтронов «РАДЭКС» и показана возможность проведения на источнике исследований с помощью рассеяния тепловых и эпитепловых нейтронов.

4) Источники «ИН-06» и «РАДЭКС» являются единственными в России высокоинтенсивными импульсными источниками нейтронов на базе ускорителя протонов. Опыт создания установок для исследования в области физики конденсированных сред, в частности малоугловых установок и нейтронных рефлектометров, на источниках данного типа полезен для дальнейшего создания и развития подобных установок.

5) С помощью малоуглового рассеяния нейтронов были измерены спектры малоуглового рассеяния нейтронов сплавом 40ХНЮ и обнаружена связь между наличием

наночастиц с характерным размером ~ 100 нм и твердостью данного сплава. Данный сплав сочетает твердость стали и низкую магнитную восприимчивость (0,003 СГСМ/г). Полученные результаты необходимы при проектировании и использовании элементов нейтронографических установок, например, камер высокого давления, предназначенных для измерений методом малоуглового рассеяния нейтронов.

Структура диссертации:

Работа состоит из введения, пяти глав, заключения и приложений.

В первой главе изложены принципы нейтронной рефлектометрии и малоуглового рассеяния нейтронов, а также приводится обзор существующих нейтронных рефлектометров и малоугловых установок.

Во второй главе подробно описана установка «Горизонт». Приводятся предложения по дальнейшему развитию установки.

В третьей главе приводятся результаты моделирования оптической схемы установки методом Монте-Карло. Представлены полученные оценки основных параметров установки: спектра нейтронов, профилей пучка, разрешения установки. Также приводятся результаты испытаний установки. Предложены оптимальные режимы измерения для различных задач.

В четвертой главе описаны разработанные двухкоординатные детекторы нейтронов для установки «Горизонт»: пропорциональная камера с конвертером нейтронов из ^{10}B и сцинтиляционный с использованием лавинных фотодиодов. Приводятся расчеты параметров детекторов и результаты испытаний прототипов.

В пятой главе приводятся результаты исследования сплава 40ХНЮ методами МУРН и нейтронной дифракции. Также приводятся результаты тестовых измерений на импульсном источнике нейтронов «РАДЭКС».

Апробация работы: Результаты работы докладывались на Международных и Национальных конференциях: ЯДРО-2008 (Москва, 2008), ЯДРО-2009 (Чебоксары, 2009), на VII и VIII Национальной конференции РСНЭ-НБИК (Москва, 2009 и 2011), на III и VI международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Москва, 2009 и 2011) и на 5-ой Европейской конференции по рассеянию нейтронов ECNS-2011 (Прага, 2011). Основные результаты работы опубликованы в рецензируемых журналах [82, 93, 101, 127, 137, 156].

ГЛАВА 1

ОСНОВЫ МЕТОДОВ НЕЙТРОННОЙ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ И МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЙЯНИЯ НЕЙТРОНОВ

1.1. ПРИНЦИПЫ НЕЙТРОННОЙ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ

Метод нейтронной рефлектометрии заключается в измерении коэффициента отражения нейтрона как функции переданного импульса нейтрона (см. рис. 1.1). Структуру образца определяют, как правило, путем подгонки экспериментальной кривой модельной, в которую входят параметры, описывающие структуру образца. Далее приводятся функции, описывающие основные типы структур, исследуемых данным методом. Нейтрон, как и все элементарные частицы может быть представлен и как частица, и как волна с длиной $\lambda = h/p$ где h — постоянная Планка, p — импульс нейтрона. Для тепловых и холодных нейтронов $\lambda = h/mv$, где m — масса нейтрона, v — его скорость. Соответственно, кинетическая энергия нейтрона

$$E = mv^2/2 = \hbar^2 k^2 / 2m \quad (1.1),$$

где $k = 2\pi/\lambda$ — волновой вектор нейтрона

Для нейтрона, взаимодействующего со средой, можно записать уравнение Шредингера в виде:

$$\frac{\hbar^2}{2m} \nabla^2 \Psi + [E - V(\vec{r})] \Psi = 0 \quad (1.2)$$

Уравнение Шредингера можно сразу записать в стационарном виде, т. к. потенциал не зависит от времени. Среду с планарной структурой, отражающей нейтрон, можно описать потенциалом [21]

$$V(z) = \frac{2\pi \hbar^2}{m} \rho(z) b(z) - \vec{\mu} \vec{B}(z)$$

где $\rho(z)$ — концентрация атомов вещества, $b(z)$ — длина когерентного рассеяния нейтрона (ось z направлена по нормали к поверхности среды, в случае установки «Горизонт» вертикально) $B(z)$ — магнитная индукция. Первое слагаемое потенциала является усреднением по объему среды потенциала взаимодействия нейтрона с атомом (псевдопотенциала Ферми)

$$V(\vec{r}) = \frac{2\pi \hbar^2}{m} b \delta(\vec{r})$$

Поскольку потенциал является функцией только z , задачу можно свести к одномерной

задаче об отражении частицы от потенциального барьера [22]. В формуле (1.1) вместо k введем его нормальную компоненту $q = k \sin(\theta) = 2\pi \sin(\theta) / \lambda$, который равен половине $Q = 4\pi \sin(\theta) / \lambda$ - изменения волнового вектора нейтрона или переданного импульса, как принято называть в нейтронной рефлектометрии и малоугловом рассеянии (рис. 1.1). Тогда уравнение Шредингера (1.2) принимает вид:

$$\frac{d^2}{dz^2} \Psi + [q^2 - V(z)] \Psi = 0 \quad (1.3)$$

(для простоты примем $\frac{\hbar^2}{2m} = 1$). Падающий нейтрон представим как плоскую волну

$\Psi(q, z) = \exp(iqz)$. Рассмотрим элементарные случаи отражения нейтрона.

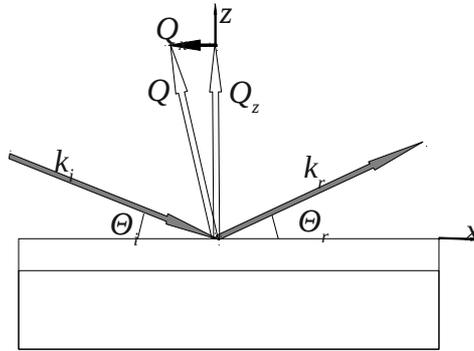


Рис. 1.1. Схема эксперимента по нейтронной рефлектометрии.

1. Полубесконечная немагнитная среда.

В случае полубесконечной немагнитной среды уравнение (1.3) примет вид [23]:

$$\frac{d^2}{dz^2} \Psi(z) + q^2 \Psi(z) = 0, z < 0$$

$$\frac{d^2}{dz^2} \Psi(z) + [q^2 - u] \Psi(z) = 0, z \geq 0$$

Внутри среды q станет равным $q' = \sqrt{q^2 - u}$, т.е. произойдет преломление нейтронного луча. По аналогии с оптикой можно ввести коэффициент преломления

$$n^2 = \frac{q'^2}{q^2} = 1 - \frac{u}{q^2} = 1 - \frac{\rho b}{\pi \sin^2(\theta)} \lambda^2 \quad \text{приблизительно он равен} \quad n \approx 1 - \frac{\rho b}{2\pi \sin^2(\theta)} \lambda^2$$

$$\cos \theta = n \cos \theta'$$

Можно также ввести угол полного внешнего отражения $\cos \theta_c = n; \theta_c = \sqrt{\frac{b}{\rho}} \lambda$ и

соответствующий ему критический переданный импульс $Q_c = \frac{4\pi \sin \theta_c}{\lambda} = 4\sqrt{\pi \rho b}$. Для веществ с отрицательной длиной когерентного рассеяния (H, Ti) полное отражение от поверхности невозможно и понятия θ_c и Q_c не определены. Также из уравнения Шредингера можно получить амплитуды пропускания и отражения:

$$t = \frac{2q}{q+q'}; r = \frac{q-q'}{q+q'}$$

Соответственно, коэффициент отражения нейтрона от полупространства равен

$$R = |r|^2 = \left| \frac{q - \sqrt{q^2 - u}}{q + \sqrt{q^2 - u}} \right|^2 \quad (1.4)$$

При $Q < Q_c$ $R=1$, а при $Q \gg Q_c$ коэффициент отражения нейтрона подчиняется закону $R \sim Q^{-4}$.

2. Прямоугольный потенциальный барьер.

Для потенциала вида $V(z) = \begin{cases} 0, & z < 0 \\ u, & 0 < z < d \\ 0, & z \geq d \end{cases}$ коэффициент отражения нейтронов имеет

вид [24]:

$$R = \frac{4(1-n^2)^2 \sin^2(q \cdot n \cdot d)}{(1+n)^4 + (1-n)^4 - 2(1-n^2)^2 \cos(2q \cdot n \cdot d)} \quad (1.5)$$

Аналогично предыдущему случаю при $Q < Q_c$ $R=1$, а при $Q \gg Q_c$ убывает как $R \sim Q^{-4}$ кроме того, он испытывает осцилляции с периодом $\sim \pi/d$, т.е. $R=0$ при :

$$q = \frac{l \cdot \pi}{n \cdot d} \approx \frac{l \pi}{d}, \text{ где } l - \text{ произвольное целое число } [22]$$

последнее приближение сделано т. к. $1-n \sim 10^{-5}$ при $Q = 0,04 \text{ \AA}^{-1}$.

3. Составной потенциал.

Если потенциал может быть представлен как сумма простых потенциальных барьеров с коэффициентами отражения r_1 и r_2 и пропускания t_1 и t_2 соответственно, а расстояние между ними равно l , то коэффициент отражения данной системы равен:

$$R(Q) = r_1 + t_2^2 \cdot \frac{r_2 \cdot \exp(iQl)}{1 - r_1 \cdot r_2 \cdot \exp(iQl)} \quad (1.6) [22]$$

В частности, если барьеры переходят друг в друга, т. е. $l=0$, выражение для

коэффициента отражения принимает вид:

$$R = r_1 + t_2^2 \cdot \frac{r_2}{1 - r_1 \cdot r_2} \quad (1.7)$$

4. Потенциал сложной формы.

Используя (1.6) и (1.7) можно легко свести сложный потенциал к набору простых, например прямоугольных, и рассчитать таким образом $R(Q)$.

5. Периодический потенциал.

Для периодического потенциала с бесконечным числом периодов можно составить симметричные уравнения для коэффициента отражения и амплитуды прошедшей через первый барьер волны $X = t + rRX$ $R = r + tRX$.

Решение данной системы уравнений есть [22]:

$$R = \frac{\sqrt{(1+r)^2 - t^2} - \sqrt{(1-r)^2 - t^2}}{\sqrt{(1+r)^2 - t^2} + \sqrt{(1-r)^2 - t^2}}$$

Для конечного числа барьеров N уравнение примет вид:

$$R(Q) = R_\infty \frac{1 - \exp(iQNa)}{1 - R_\infty^2 \cdot \exp(iQNa)}$$

где R_∞ - коэффициент отражения бесконечной системой данных барьеров, a — период потенциала.

5. Рассеяние намагниченной поверхностью.

Если нейтрон отражается намагниченной средой, то в потенциале $V(z)$ появляется второе слагаемое

$$V(z) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} \rho(z) b(z) - \mu_n \sigma \vec{B}$$

где $\sigma = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 0 & -i \\ i & 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}$ спиновый оператор Паули,

μ_n - магнитный момент нейтрона.

С учетом спина, волновая функция нейтрона состоит из двух компонент:

$$\Psi(\vec{r}) = \begin{pmatrix} \psi_{\uparrow}(\vec{r}) \\ \psi_{\downarrow}(\vec{r}) \end{pmatrix} = \psi_{\uparrow}(\vec{r}) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} + \psi_{\downarrow}(\vec{r}) \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix}$$

Уравнение Шредингера в этом случае примет вид [23]:

$$\nabla^2 \Psi(\vec{r}) + \left[q^2 - \frac{2\pi\hbar^2}{m} \rho(z) b(z) + \mu_n (B_x \sigma_x + B_y \sigma_y + B_z \sigma_z) \right] \Psi(\vec{r}) = 0$$

Из решения уравнения следует, что возможны следующие случаи отражения:

- 1) отражение нейтрона со спином, параллельным магнитному полю с сохранением спина, коэффициент отражения обозначим R^{++}
- 2) со спином антипараллельным магнитному полю с сохранением спина, коэффициент отражения — R^{-}
- 3) со спином параллельным магнитному полю с переворотом спина, коэффициент отражения — R^{+-}
- 4) со спином антипараллельным магнитному полю с переворотом спина, коэффициент отражения — R^{-+}

Если вектор магнитного момента лежит в плоскости, параллельной границе среды, то нормальную компоненту волнового вектора нейтрона можно записать в виде

$$q_{\uparrow\downarrow} = \sqrt{q_0^2 - 16\pi\rho(b_n \pm b_m)}$$

Возможны следующие случаи отражения нейтрона:

- 1) Если магнитный момент параллелен (антипараллелен) магнитному полю, приложенному к образцу, то переворота спина нейтрона при отражении не происходит, т. е. $R^{+-} = R^{-+} = 0$, а коэффициент отражения равен

$$R^{++} = \left| \frac{q_0 - q_{\uparrow}}{q_0 + q_{\uparrow}} \right|^2, \quad R^{-} = \left| \frac{q_0 - q_{\downarrow}}{q_0 + q_{\downarrow}} \right|^2$$

Коэффициент преломления примет вид: $n_{\uparrow\downarrow} = 1 - \frac{\lambda^2}{2\pi} \rho \pm \frac{m\lambda^2}{h^2} \mu B$

- 2) Если магнитный момент перпендикулярен магнитному полю, приложенному к образцу, существует вероятность отражения нейтрона с переворотом спина

$$r = \frac{(q_0 - q_{\uparrow})(q_0 + q_{\downarrow}) + (q_0 - q_{\downarrow})(q_0 + q_{\uparrow})}{2(q_0 + q_{\uparrow})(q_0 + q_{\downarrow})} = \frac{1}{2}(r_{\uparrow\uparrow} + r_{\downarrow\downarrow})$$

$$R^{++} = R^{-} = |r|^2 = \frac{1}{4}|r_{\uparrow\uparrow}|^2 + \frac{1}{4}|r_{\downarrow\downarrow}|^2 + \frac{1}{2} \operatorname{Re}(r_{\uparrow\uparrow} \times r_{\downarrow\downarrow}) \quad (1.8)$$

Последнее слагаемое — интерференционный член, убывает при $q_0 < q_c^-$. Достигая отрицательного минимума при $q_0 = q_c^-$, при $q_c^- < q_0 < q_c^+$ возрастает до положительного максимума при $q_0 = q_c^+$, затем быстро убывает до нуля (см. рис. 1.2).

$$R^{+-} = R^{+} = \frac{1}{4} \left| \frac{q_0(q_{\uparrow} - q_{\downarrow})}{(q_0 + q_{\uparrow})(q_0 + q_{\downarrow})} \right|^2$$

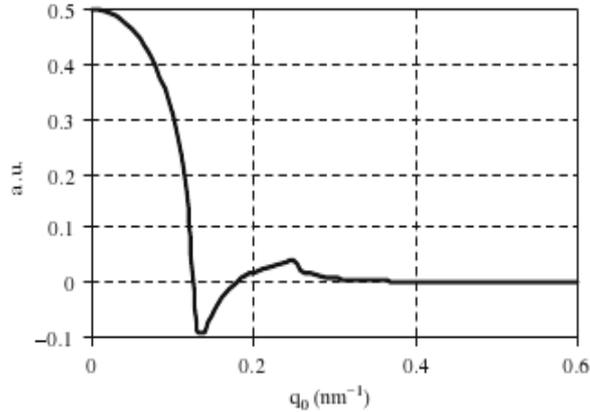


Рис. 1.2. Зависимость интерференционного члена $\frac{1}{2} \text{Re}(r_{\uparrow\uparrow} \times r_{\downarrow\downarrow})$ от q_0 [23].

3) Если же вектор магнитного момента составляет угол $0 < \phi < 90^\circ$, $90^\circ < \phi < 180^\circ$ с магнитным полем, выражение (1.8) примет вид:

$$R^{++} = R^{--} = |r|^2 = \frac{1}{4} \cos^4(\phi/2) |r_{\uparrow\uparrow}|^2 + \frac{1}{4} \sin^4(\phi/2) |r_{\downarrow\downarrow}|^2 + \frac{1}{2} \sin^2(\phi) \text{Re}(r_{\uparrow\uparrow} \times r_{\downarrow\downarrow}) \quad [23]$$

Приближенно можно записать [25]:

$$R^{++} - R^{--} \sim \cos(\phi)(1 - \cos(Qd))$$

$$R^{+-} = R^{-+} \sim \sin^2(\phi)(1 - \cos(Qd))$$

Таким образом, разложив коэффициент отражения нейтрона на компоненты, можно в дополнение к ядерному профилю получить также зависимость вектора магнитного момента в среде от глубины.

Нормальная к поверхности среды компонента вектора магнитной индукции не влияет на коэффициент отражения нейтронов, т. к. она остается неизменной при пересечении границы сред [21].

6. Формализм Парратта.

Алгоритм численного решения задачи об отражении частицы потенциалом общего вида был предложен Парраттом [26]. Произвольный потенциал рассматривается как последовательность прямоугольных потенциалов, т. е. пленка рассматривается как N однородных по глубине пленок толщиной z_i с коэффициентом отражения r_i и z -компонентой волнового вектора q_i . Тогда волновая функция для нейтрона в этом слое имеет вид:

$$\Psi_i(z) = A_i (\exp[iq_i(z - z_i)] + r_i \exp[-iq_i(z - z_i)])$$

а ее первая производная соответственно:

$$\Psi_i'(z) = iq_i A_i (\exp[iq_i(z - z_i)] - r_i \exp[-iq_i(z - z_i)])$$

исходя из условий непрерывности волновой функции и ее первой производной на границе i -го и $i+1$ -го слоев

$$\Psi_{i+1}(z) = \Psi_i(z)$$

$$\Psi_{i+1}'(z) = \Psi_i'(z)$$

получаем рекуррентное соотношение:

$$r_i = \frac{R_{i,i+1} + r_{i+1} \exp(2iq_{i+1}z_{i+1})}{1 + R_{i,i+1} r_{i+1} \exp(2iq_{i+1}z_{i+1})}$$

где $R_{i,i+1} = \frac{q_i - q_{i+1}}{q_i + q_{i+1}}$ коэффициент отражения нейтрона, летящего со стороны i -го

слоя в $i+1$ -ый слой, границей данных слоев, см. (1.4), а $r_N = R_s = \frac{q_N - q_s}{q_N + q_s}$

коэффициент отражения границей N -го слоя и подложки. Итерации начинаются с подложки, в сторону уменьшения i , до $i=0$. В итоге получаем $R(Q) = |r_0(Q/2)|^2$

7. Размытая граница сред.

Как правило, граница двух конденсированных сред А и Б «размыта» вследствие

диффузии одной среды в другую. Если предположить, что длина диффузии одинакова для А и Б, выражение для плотности имеет вид [23]:

$$N_A = b_A N_A + \frac{b_B N_B}{2} [1 + \operatorname{erf}(\frac{z - \Delta z}{\sqrt{2} \sigma})]$$

где $\operatorname{erf}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-t^2} dt$ - функция ошибок

Найти коэффициент отражения от данной границы можно с помощью рекуррентного соотношения Парратта.

8. Шероховатости границ раздела сред

Если на поверхности или на границе раздела сред имеются шероховатости с плотностью v , описываемые корреляционной функцией $\gamma(\mathbf{r})$, то угловое распределение отраженных нейтронов описывается соотношением [22]:

$$\frac{dN}{d\Omega} = \frac{v}{\sin \theta} \left| \frac{2p'}{p+p'} \frac{2k'}{k+k'} \right|^2 \left| \iiint \exp(i \vec{k} \vec{r}) b(\vec{r}) \rho(\vec{r}) d^3 r \right|^2 (1 - v \int \gamma(\vec{r}) \exp(-i \vec{Q}_x \vec{r}) d^2 r)$$

где Q_x — тангенсальная компонента переданного импульса, т. е. изменение тангенсальной компоненты волнового вектора нейтрона после отражения, p и p' — нормальные компоненты волнового вектора нейтрона, отраженного поверхностью, в вакууме и внутри среды соответственно, k и k' нормальные компоненты волнового вектора нейтрона, падающего на поверхность, в вакууме и внутри среды соответственно.

Наличие шероховатостей является причиной незеркальных рассеяний, т. е. у переданного импульса Q появляется компонента, параллельная плоскости образца — Q_x . Поэтому, для исследований незеркального рассеяния необходимо измерять угловое распределение нейтронов, следовательно необходим позиционно-чувствительный детектор с разрешением плоскости рассеяния.

1.2. ПРИНЦИПЫ МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ НЕЙТРОНОВ

Метод малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН) заключается в измерении сечения рассеяния тепловых или холодных нейтронов как функции переданного импульса $Q=4\pi \sin(\theta)/\lambda$ (рис. 1.3). Зависимость интенсивности МУРН от переданного импульса нейтрона есть Фурье-образ корреляционной функции [25]. Под корреляционной функцией $K(r)=K(\mathbf{r}_1-\mathbf{r}_2)$ подразумевается двухчастичная, т. е. вероятность для частицы с координатой \mathbf{r}_1 найти частицу на расстоянии r . Для кристалла это будет периодическая функция, а для частично упорядоченных сред (жидкостей, аморфных тел и т. п.) периодическая, затухающая функция: $K(0)=0$, $K(\infty)=1$ т. к. на большом расстоянии нет корреляций, т. е. можно найти частицу в любой точке с одинаковой вероятностью. Условие нормировки данной функции: $\int K(r)n d^3 r=N-1$ где n — концентрация, а N — общее число частиц. На практике чаще используется другая корреляционная функция $\gamma(r)=1-K(r)$. Ее интеграл по объему равен концентрации частиц. Средний квадрат расстояния между частицами равен $\langle r^2 \rangle = \int \gamma(r)n r^2 d^3 r$ [25]. Функция распределения по расстояниям имеет вид $P(r)=r^2 \gamma(r)$ [27]. Зависимость интенсивности малоуглового рассеяния от переданного импульса связана с корреляционной функцией следующим соотношением (для изотропного случая):

$$I(Q)=4\pi \int \gamma(r) \frac{\sin(Qr)}{Qr} r^2 dr \quad (1)$$

$$\gamma(r)=\frac{1}{2\pi^2} \int I(Q) \frac{\sin(Qr)}{Qr} Q^2 dQ \quad (2)$$

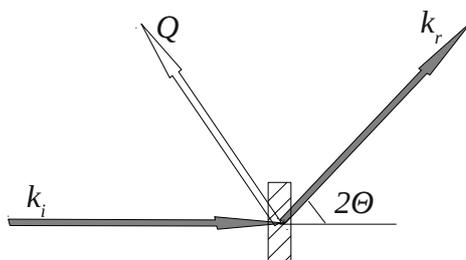


Рис. 1.3. Схема эксперимента по малоугловому рассеянию.

Аппроксимация Гинье. При малых Q ($Q r < 1$) в (1) можно разложить синус в ряд до третьей степени. Введя радиус гирации $R_G = \frac{0,5 \int r^4 \gamma(r) dr}{\int r^2 \gamma(r) dr} = \frac{\int \rho(r) r^2 dr}{\int \rho(r) dr}$ т.е. радиус инерции, и проинтегрировав (1) получим приближенное выражение:

$$I(Q) = I(0) \exp(-R_G^2 Q^2 / 3)$$

$$\text{где } I(0) = 4 \pi \int r^2 \gamma(r) dr = |\int \rho(r) dr|^2$$

Используя данное выражение можно легко найти радиус инерции частиц, оценив таким образом их размер. Практика показывает, что аппроксимация Гинье может применяться при $Q r < 2$ [27].

Форм-фактор МУРН. Наночастицы, в отличие от ядер, имеют свой формфактор рассеяния нейтронов. Формфактор рассеяния есть Фурье-образ функции распределения концентрации атомов, умноженной на длину рассеяния $Nb(\mathbf{r})$ [25]:

$$F(Q) = \frac{1}{V} \int N(\vec{r}) b(\vec{r}) \exp(i Q \vec{r}) d^3 \vec{r}$$

где V — объем частицы

Например для однородных шаров радиуса R формфактор равен [27]:

$$F(Q) = 3 \frac{\sin(QR) - QR \cos(QR)}{(QR)^3}$$

Формфакторы для частиц различных простых форм рассчитаны аналитически и приведены в литературе, например в [27]. Соответственно, интенсивность рассеяния в случае низких концентраций наночастиц в образце, т.е. при отсутствии интерференции есть $I(Q) = |V F(Q)|^2$. Для систем с малой концентрацией частиц справедливо выражение:

$$I(Q) = N V^2 F^2(QR) [1 - \frac{8V}{v} F(QR)]$$

где N — количество частиц, а v — объем, приходящийся на одну частицу.

В общем случае:

$$I(\vec{Q}) = \frac{1}{V} \left| \sum_{j=1}^N F_j(\vec{Q}) \exp(i\vec{Q}\vec{r}_j) \right|^2, \quad \text{где } \vec{r}_j \text{ - координата } j\text{-ой частицы.}$$

Интенсивность малоуглового рассеяния можно также представить в виде:

$$I(Q) = \langle F^2(Q) \rangle + \langle F(Q) \rangle^2 [S(Q) - 1]$$

где $S(Q)$ — Фурье-образ функции распределения частиц, называемый структурным фактором [25]. Структурный фактор описывает пространственные корреляции частиц.

Например, для частиц, образующих кластеры, структурный фактор имеет вид [28]:

$$S(Q) = 1 + \frac{\alpha(n-1)}{(1+(RQ)^2)^2}$$

где α — вероятность образования кластера, n — число частиц в кластере.

Если система содержит частицы различных размеров, то для малых концентраций этих частиц (при отсутствии интерференции) интенсивность рассеяния можно представить в виде [25]:

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = N \int_0^{\infty} n(R) V(R) F^2(R, Q) dR$$

где N — концентрация частиц

$n(R) = \frac{dN}{dR}$ — плотность распределения частиц по характерному размеру R

$F(R, Q)$ — форм-фактор рассеяния частицей с характерным размером R

МУРН в намагниченном веществе.

Вещество, имеющее магнитные неоднородности, можно представить как ансамбль магнитных частиц с моментом, равным разности моментов частиц (неоднородностей)

и матрицы $M = M_p - M_m$. Тогда средний квадрат амплитуды рассеяния равен [25]

$$\langle F_m^2(Q) \rangle = V^2 F^2(Q) \int [\xi \vec{M}_p(\vec{Q})]^2 p(\phi_m, \theta_m) d\phi_m d\theta_m$$

а средняя амплитуда рассеяния

$$\langle F_m(Q) \rangle = V \int \xi \vec{M}_p(\vec{Q}) F(Q) p(\phi_m, \theta_m) d\phi_m d\theta_m$$

где $\vec{M}_p(\vec{Q}) = \frac{[\vec{Q}, [\vec{M}(\vec{Q}), \vec{Q}]]}{Q^2}$, $\vec{M}(\vec{Q}) = \int M(\vec{r}) \exp(i\vec{Q}\vec{r}) d^3\vec{r}$ - перпендикулярная вектору

переданного импульса компонента магнитного момента

$p(\phi_m, \theta_m)$ - угловое распределение магнитного момента \mathbf{M}

В случае хаотически ориентированных магнитных моментов средняя амплитуда рассеяния равна нулю, а интенсивность МУРН равна

$$I(\vec{Q}) = \langle F_m^2(\vec{Q}) \rangle = \frac{2}{3} V^2 F^2(\vec{Q}) [\xi M_p(\vec{Q})]^2$$

В случае магнитного насыщения средний квадрат и квадрат средней амплитуды рассеяния равны, поэтому

$$I(\vec{Q}) = V^2 F^2(\vec{Q}) [\xi M(\vec{Q}) \sin \psi]^2$$

где ψ — угол между магнитным моментом и вектором переданного импульса

Итак, из экспериментальной зависимости интенсивности МУРН от переданного импульса путем Фурье-преобразования можно получить корреляционную функцию. Однако, корреляционная функция сама по себе малоинформативна, например она не дает представление о форме наночастиц. Поэтому на практике обычно используют подгонку кривыми, рассчитанными для предполагаемой модели исследуемого объекта. Оценить характерные размеры наночастиц можно используя аппроксимации, например аппроксимации Гинье.

1.3. НЕЙТРОННЫЕ РЕФЛЕКТОМЕТРЫ

Нейтронная рефлектометрия зародилась еще в середине прошлого века (первые эксперименты на металлических пластинках были проведены Ферми в 1947 [29], а на жидкостях — Бурги и Ринго [30] и Мак Рейнольдсом [31] в 1951) однако ее применение для исследования поверхностей и интерфейсов конденсированных сред началось лишь в 1980-х. Впервые нейтронную рефлектометрию для исследования магнитной пленки применил Фельшер [21].

Для нейтронной рефлектометрии необходимо обеспечить отражение нейтронов с переданным импульсом в пределах от нескольких тысячных до нескольких десятых Å^{-1} . Получить необходимые значения переданного импульса нейтрона можно двумя путями: первый — проводить измерения на очень холодных нейтронах при больших углах падения, второй — использовать нейтроны с длинами волн в ангстремном диапазоне при малых углах падения нейтронного пучка ($\sim 0,1^\circ$ - 2°) с малой расходимостью. Первый способ трудно реализовать, поскольку в настоящее время не существует высокоинтенсивных источников очень холодных нейтронов. Однако, на реакторе МИФИ была реализована установка, которая может использоваться как нейтронный рефлектометр. Рабочий диапазон длин волн нейтрона 2-100 нм [32]. Соответственно, рефлектометрию можно проводить при углах 30 - 45° . С.П. Кузнецовым из ФИАН были проведены успешные измерения на данной установке в режиме рефлектометра [33].

В основном же рефлектометрию проводят на тепловых и холодных нейтронах (2-30 Å), длина волны которых близка к максимуму тепловой части спектра источника. При этом необходимо строить установки с большими пролетными расстояниями (10-20 м), узкими коллимирующими щелями (0,1-10 мм) и большим расстоянием от образца до детектора (4-10 м). Кроме того, требуются достаточно точные механизмы коллимирующих щелей и гониометров образца. Как правило, рефлектометры устанавливаются на холодных источниках нейтронов, с максимумом спектра при 4-5 Å . Это позволяет получать большую интенсивность в необходимом диапазоне переданного импульса нейтрона.

Нейтронные рефлектометры можно разделить на три класса:

1. Времяпролетные

2.Монохроматические

3.Комбинированные, работающие как во времяпролетном, так и в монохроматическом режиме.

Монохроматические рефлектометры работают на стационарных источниках нейтронов. Они обеспечивают большее по сравнению с времяпролетными разрешение по переданному импульсу. Для монохроматизации используют, как правило, монохроматоры из пирографита. Чтобы измерять $R(Q)$ необходимо провести сканирование по углу падения и, соответственно, рассеяния (θ - 2θ -геометрия). Типичное значение рабочей длины волны 4-5 Å, т.е. близко к максимуму спектра реактора.

Времяпролетные рефлектометры работают как на импульсных источниках нейтронов, так и на стационарных. В последнем случае пучок нейтронов модулируется прерывателем (чоппером). Как правило, сканирование ведется по длине волны, т. е. по времени пролета нейтрона, при неподвижном образце и детекторе. Это удобнее для измерения жидких образцов, а также для работы с криостатами, печами и т. п. Однако, времяпролетные установки требуют более сложной и дорогостоящей системы регистрации. Типичные диапазоны длин волн нейтрона 1-10 (на некоторых установках до 30) Å. Чаще всего рефлектометры используют нейтроны от холодных замедлителей. Параметры существующих нейтронных рефлектометров приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1. Характеристики существующих нейтронных рефлектометров.

Название установки	Источник	Тип, плоскость образца, поляризованные нейтроны	Диапазон переданного импульса, Å ⁻¹	$\Delta Q/Q$, %
Amor [34]	SINQ, PSI	Комбинир., горизонт., Поляриз.	0,0001-0,002	1-10
Surf [35]	ISIS	ToF, горизонт, поляриз.	0.048 - 1.1	
Crisp [36]	ISIS	ToF, горизонт,	0.006 -1.0	

		поляриз.		
Platipus [37]	OPAL	ToF, горизонт, поляр.	0.005 - 0.5	2-20
Название установки	Источник	Тип, плоскость образца, поляризованные нейтроны	Диапазон переданного импульса, Å ⁻¹	ΔQ/Q, %
Maria [38]	FRMII	Монохром., верт., поляр.	0,002 - 3,2	1-10
REFSANS [39]	FRMII	ToF, горизонт., поляриз.	0,001 - 1	
NREX+ [40]	FRMII	Монохром., горизонт., поляр.	<1,35	
V6 [41]	BEN (HMI)	Монохром., горизонт, поляриз.	0,01 - 0,04	2
D17 [42]	ILL	Комбинир., верт., Поляриз.	0,004 - 4	5, 1-10*
FIGARO [43]	ILL	ToF, горизонт., неполяр.	0.002 – 0.42	
[44]	HANARO (Корея)	Монохром., верт., неполяр.	0.003 - 0.4	
ADAM [45]	ILL	Монохром., верт., поляр.	0,0003 - 5,4	от 1
EVA [46]	ILL	Монохр., гор., поляр.	<0,4	
EROS [47]	LLB	ToF, горизонт, неполяр.	0,001 - 0,44	
PRISM [48]	LLB	Монохром., верт., поляр.	0,002 - 2,5	5
ROG [49]	TU Delft	ToF, горизонт, поляриз.	0,003 - 2,3	4
[50]	SNS	ToF, верт., поляриз.	0,001 - 0,3	
[51]	SNS	ToF, горизонт, неполяр.	0,005 - 0,6	
NG7 [52]	NIST	Монохром., горизонт, неполяр.	0.003 - 0,24	2 - 15
AND/R [53]	NIST	Монохром., верт., поляр.	0,01 - 0,2	2
ARISA [54]	KENS	ToF, горизонт, неполяр.	0,008 - 0,61	<7,5

PORE [55]	<i>KENS</i>	ТоF, верт., поляриз.	0,015 - 0,7	
NR-4М [56]	ВВР, ПИЯФ	Комбинир., верт., поляр.	0,003 - 0,275	10-40 2-20*
Реверанс [57]	ПИК	Монохр., гориз. поляр.		
Название установки	Источник	Тип, плоскость образца, поляризованные нейтроны	Диапазон переданного импульса, Å ⁻¹	$\Delta Q/Q$, %
Рефлекс [58]	<i>ИБР2, ОИЯИ</i>	ТоF, верт., поляриз.	0,003 - 0,2	2
Ремур ¹ [59]	<i>ИБР2, ОИЯИ</i>	ТоF, верт., поляриз.	0,006 - 0,7	
GRAINS [60]	<i>ИБР2, ОИЯИ</i>	ТоF, горизонт., поляр.	0,001 - 0,6	3-10
Горизонт ¹ [61]	<i>ИН06, ИЯИ РАН</i>	ТоF, горизонт., неполяр. ²	0,003 - 0,75	1,6-20

Примечания:

Импульсные источники выделены курсивом.

ТоF — времяпролетный (Time of Flight)

¹ Совмещает рефлектометр и малоугловой спектрометр.

² Планируется оснащение поляризаторами.

* для комбинированных рефлектометров первое значение — в монохроматическом режиме, второе — во времяпролетном режиме.

Все рефлектометры имеют схожее строение. Их основные узлы:

1. Нейтроновод. В последнее время все чаще между источником и установками устанавливают зеркальные нейтроноводы, которые позволяют увеличить поток тепловых и особенно холодных нейтронов. Также широко используются изогнутые нейтроноводы или прямые с изогнутой секцией, которые служат фильтром, т. е. пропускают только нейтроны в определенном диапазоне длин волн. Простейшим зеркальным нейтроноводом является труба с полированными стенками из сильно рассеивающего материала, например из стали. Лучшее рассеивает Ni, особенно обогащенный 58-изотопом, элементы с большей длиной когерентного рассеяния обладают большим сечением поглощения. Критический угол для природного никеля

$\gamma_c = 0,0017$ при 1 \AA , а критический переданный импульс $Q_c = 0,022 \text{ \AA}^{-1}$. Чтобы повысить Q_c создают зеркало из большого количества чередующихся слоев веществ с большой и малой (отрицательной) длинами когерентного рассеяния толщиной в несколько нм, например Ni-Ti. Такие зеркала называют суперзеркалами. Для характеристики суперзеркал используется величина m , равная отношению Q_c зеркала к Q_c поверхности натурального никеля. Отражение от сверхрешетки приводит к появлению пиков Брегга, причем параметры сверхрешетки подбираются таким образом, чтобы пики перекрывались, и зависимость коэффициента отражения от Q была бы монотонной. В настоящее время производятся суперзеркала с m до 6. Зависимость коэффициента усиления потока нейтронов от длины волны нейтрона в случае, когда нейтроновод «смотрит» на бесконечный замедлитель, определяется соотношением [62]:

$$G = \begin{cases} 1 + (\theta_c / \psi_0)^2, & \theta_c \leq \psi_0 \\ 2\theta_c / \psi_0, & \theta_c > \psi_0 \end{cases}$$

где $\psi_0 = H/L$, $\theta_c = \lambda m \gamma_c$, $\gamma_c = 0,0017 \text{ \AA}^{-1}$,

H — ширина (высота) нейтроновода,

L — длина нейтроновода

Для изогнутого нейтроновода существует коэффициент пропускания, на который необходимо умножить коэффициент усиления потока. Зависимость коэффициента пропускания от длины волны нейтрона:

$$T = \begin{cases} \frac{2}{3} K^2, & K \leq 1 \\ \frac{2}{3} K^2 [1 - (1 - K^{-2})^{3/2}], & K > 1 \end{cases} \quad (1.9)$$

где $K = \lambda / \lambda_c$, $\lambda_c = \gamma_c^{-1} \sqrt{2H/R}$ (1.9) - характеристическая длина волны нейтроновода, при которой коэффициент пропускания максимален.

Очевидно, что нейтроновод работает как фильтр, когда нет прямой видимости, т. е. выполнено условие: $L < \sqrt{8HR}$

Как правило, нейтроновод «видит» небольшой участок источника (замедлителя), либо сам замедлитель имеет компактные размеры. Для случая источника (замедлителя) конечных размеров усиление нейтроноводом потока определяется соотношением:

$$G = \begin{cases} 1 + (\theta_c / \psi)^2, \theta_c < \psi_0 \\ 2\theta_c / \psi, \psi_0 \leq \theta_c < \psi \\ \frac{\theta_c + \psi}{\psi_0} + \frac{(\theta_c - \psi)(\psi_M - \theta_c)}{\psi_0(\psi_M - \psi)}, \psi \leq \theta_c < \psi_M \\ \frac{\psi_M + \psi}{\psi_0}, \theta_c \geq \psi_M \end{cases} \quad (1.10)$$

где $\psi = \frac{H_s - H}{2\tilde{L}}$ $\psi_M = \frac{H_s + H}{2\tilde{L}}$ \tilde{L} - расстояние от источника (замедлителя) до входного окна нейтропровода, H_s — высота источника (замедлителя).

На некоторых установках, например на рефлектометре «Рефлекс» на импульсном реакторе ИБР-2, используется нейтропровод, состоящий из поляризующих суперзеркал [58]. Такой нейтропровод выполняет функцию поляризатора.

2. Коллимирующие устройства (щели). Обеспечивают необходимую расходимость пучка, и размеры, соответствующие образцу. Например, при длине образца 10 см и угле падения 1° требуемый размер пучка в вертикальной плоскости составляет 1,75 мм в плоскости рассеяния. Как правило, коллимирующие устройства делают с изменяемым размером щели.

3. Отклоняющее зеркало. Используется во времяпролетных рефлектометрах с вертикальной плоскостью рассеяния. Позволяет задавать угол падения нейтронного пучка, оставляя плоскость образца горизонтальной. Положение зеркала задается с помощью гониометра, качающего зеркало в вертикальной плоскости. В качестве отклоняющего зеркала применяют суперзеркала либо зеркала-поляризаторы (в рефлектометрах с поляризованным пучком).

4. Поляризатор и спин-флиппер. В качестве поляризаторов применяются магнитные зеркала из ферромагнетиков (например Co) либо магнитные суперзеркала. Последние пользуются все большей популярностью, т. к. работают в более широком диапазоне переданных импульсов. Спин-флиппер служит для изменения поляризации нейтронов на противоположную. В нейтронных рефлектометрах используют радиочастотные спин-флипперы [63], либо кольца Гемгольца с взаимопротивоположными токами [55]. Данные спин флипперы обеспечивают высокую степень поляризации в широком диапазоне длин волн нейтронов.

5. Узел образца. Состоит из устройства перемещения, которое перемещает образец в

трех взаимоперпендикулярных направлениях, и гониометра, который вращает или качает образец в плоскости рассеяния в пределах нескольких градусов и с точностью не ниже $1'$.

6. Анализатор поляризации. Позволяет разделить нейтроны, отраженные с переворотом спина (спин-флипп) от нейтронов, отраженных без переворота спина. Аналогичен п. 4. по конструкции. В последнее время в качестве поляризаторов и анализаторов стал применяться поляризованный ^3He . Данные устройства обеспечивают широкую апертуру, высокую эффективность поляризации в широком диапазоне длин волн, а также могут работать на пучках с большой расходимостью. Однако этот тип поляризаторов требует периодической накачки лазером. Системы лазерной накачки весьма громоздки и дороги. Кроме того, зеркало-анализатор позволяет регистрировать как нейтроны, отраженные с переворотом спина, так и без переворота, одновременно. Подобная схема реализована в рефлектометре V6 в НМИ [41] в Берлине. Детектор регистрирует как отраженные от зеркала-анализатора нейтроны, так и прошедшие через него. Подобная схема позволяет вдвое сократить время измерения, если требуется анализ поляризации после отражения образцом.

7. Детектор. Для измерения коэффициента отражения нейтронов необходимо лишь измерить поток отраженных нейтронов, поэтому достаточно простого счетчика нейтронов. Они применяются на некоторых рефлектометрах, например, на вышеупомянутом V6. Для исследования незеркальных отражений, вызванных шероховатостями границ сред, необходимо измерять угловое распределение рассеянных в плоскости рассеяния. Для подобных измерений необходим уже как минимум однокоординатный детектор нейтронов. Однокоординатный детектор применяется, например, в рефлектометре CRISP в ISIS. Для исследований малоуглового рассеяния при скользящих углах (GISANS) необходимо измерять угловое распределение рассеянных нейтронов в аксиальной геометрии, относительно оси падающего пучка. Для этого случая необходим двухкоординатный детектор. На большинстве современных рефлектометров используются двух-координатные детекторы, иногда совместно со счетчиками нейтронов. Координатное разрешение детекторов 1-3 мм по каждой координате, типичные размеры 200x200 мм. Обычно детекторы помещают в вакуумируемую трубу, внутри которой он может

передвигаться, либо детектор поворачивается вместе с трубой, изменяя таким образом угол обзора. Использование вакуумированной трубы позволяет избежать потерь нейтронов за счет рассеяния и поглощения на воздухе.

1.4. МАЛОУГЛОВЫЕ СПЕКТРОМЕТРЫ

Малоугловые спектрометры предназначены для измерения интенсивности рассеяния как функции переданного нейтроном импульса в диапазоне 10^{-3} - 1 \AA^{-1} . Наиболее распространенная схема построения МУРН-спектрометров — пучок с малой расходимостью (0,1-10 мрад) диапазон длин волн 2-10 \AA и углы рассеяния 0,1-10°. Существуют и другие схемы построения МУРН-спектрометров: двухкристальные спектрометры и спин-эхо спектрометры. Также следует упомянуть спектрометры рассеяния очень холодных нейтронов (ОХН). Один из таких спектрометров работает на вертикальном канале реактора МИФИ. Измеряется спектр пропускания, из которого можно определить интегральное сечение когерентного рассеяния, которое есть интеграл функции $I(Q)$ по телесному углу $4\pi - \Omega_d$ где Ω_d — телесный угол обзора детектора [32, 76]. Таким образом, можно определить надатомную структуру вещества, используя математический аппарат, разработанный для МУРН. Однако данный вид спектрометров не получил широкого распространения, поскольку в настоящее время не существует высокоинтенсивных источников ОХН. Двухкристальные и спин-эхо спектрометры обладают высокой чувствительностью к углу рассеяния (до угловой секунды), поэтому позволяют проводить измерения при малых переданных импульсах, вплоть до 10^{-5} \AA^{-1} и исследовать структуру вещества в диапазоне 30 нм - 30 мкм. Один из двухкристальных спектрометров функционирует в на реакторе института Хана-Майтнер, Берлин [77]. Универсальный дифрактометр ДНМ-1 с двухкристальным монохроматором, который мог работать как двухкристальный спектрометр, а также применяться для малоугловых и рефлектометрических исследований, успешно функционировал на реакторе МИФИ [78-80]. Спин-эхо спектрометры в последнее время активно внедряются в нейтронных центрах. Они позволяют проводить измерения при малых переданных импульсах (до 10^{-5} \AA^{-1}), при этом не требуя жесткой

коллимации, а следовательно, имеют высокую интенсивность нейтронного пучка на образце [81].

Существуют две геометрии малоуглового рассеяния: щелевая и аксиально-симметричная. Первая обеспечивает большую интенсивность за счет большей площади пучка и, соответственно, образца. Однако, щелевая геометрия приводит к искажению дифракционной картины [27]. Аксиальная геометрия позволяет избежать искажений, а кроме того, позволяет исследовать анизотропию рассеяния. В настоящее время в большинстве современных установок применяется аксиальная геометрия рассеяния.

МУРН-спектрометры, как и рефлектометры, можно разделить на монохроматические и времяпролетные. Установки первого типа устанавливаются на стационарных источниках. Для монохроматизации используют монохроматор, как правило из пирографита, либо механические селекторы. Последним в настоящее время отдается предпочтение, т. к. они обеспечивают высокую по сравнению с кристаллами-монохроматорами интенсивность, а также могут работать при длине волны нейтрона выше Брегговского срыва (для графита $\sim 7 \text{ \AA}$). Как правило, для МУРН не требуется высокого разрешения по переданному импульсу, поэтому на малоугловых установках невысокое разрешение по длине волны. Времяпролетные МУРН-спектрометры установлены на высокоинтенсивных импульсных источниках нейтронов.

Оптическая схема МУРН-спектрометров близка к оптической схеме нейтронных рефлектометров. Как правило, первичный пучок формируется с помощью зеркальных нейтроноводов и системы механизированных коллимирующих устройств, которые позволяют задавать требуемый размер и расходимость первичного пучка. Образец при измерениях остается неподвижным. За узлом образца размещается вакуумируемая труба длиной до 30 м, внутри которой перемещается двухкоординатный ПЧД (симметрично оси пучка). Центральная часть ПЧД закрыта ловушкой прямого пучка, либо имеет отверстие, пропускающее прямой пучок нейтронов.

Таблица 1.2. Параметры времяпролетных и некоторых монохроматических малоугловых установок.

установка	источник	время-пролетный	$Q_{\min} - Q_{\max} \text{ \AA}^{-1}$	$\lambda_{\min} - \lambda_{\max}, \text{ \AA}$	$\Delta\lambda/\lambda, \%$	Расст. образец-детектор, м	макс. размер образца, мм	
SANS-I	SINQ, PSI	<i>нет</i>	$6 \times 10^{-4} - 1$	4,5 — 40	10	1--20	50x50	[63]
SANS-II	SINQ, PSI	<i>нет</i>	0.002 – 0.3	4,5 – 20	10	1--6	24	[64]
LOQ	<i>ISIS</i>	<i>да</i>	0.006 - 0.24	2,2--10		4	\varnothing 8--20	[65]
SANS-2d	<i>ISIS</i>	<i>да</i>	0,001-0,32	1,5--15		2--22	\varnothing 6--14	[66]
NIMROD	<i>ISIS</i>	<i>да</i>	0,02-100	0,5--10	$\Delta Q/Q \sim 10\%$	1--7	30x30	[67]
EQ-SANS	<i>SNS</i>	<i>да</i>	0.004--10	2—12,5		8		[71]
D11	ILL	<i>нет</i>	$3 \cdot 10^{-4} - 1$	4,5 -- 40	9	1,2 -- 39	10x10	[72]
D22	ILL	<i>нет</i>	$4 \times 10^{-4} - 0.44 \text{ \AA}^{-1}$	4,5 – 40	10	1,1-17,6	50x40	[73]
SANS-1	FRMII	<i>нет</i>	0.0015--2	3,5-- 33	10	1,1--21	$\varnothing < 50$	[68]
KWS-II	FRMII	<i>нет</i>	0,007—0,7	4,5--20	20	2--20	10x10 50x50*	[69]
PAXY	LLB	<i>да</i> (опция)	$3 \times 10^{-3} - 1$	4--20	10--30	7	25x30	[74]
ЮМО	<i>ИБР-2, ОИЯИ</i>	<i>да</i>	$7 \times 10^{-3} - 0.5$	0.5 - 8	$\Delta Q/Q = 5-20\%$		20	[70]

Примечания:

* - с использованием нейтронных линз
импульсные источники выделены курсивом.

ГЛАВА 2

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ «ГОРИЗОНТ»

2.1. Импульсный источник нейтронов ИН-06

В экспериментальном комплексе ИЯИ РАН (в г. Троицке) создан импульсный источник тепловых нейтронов ИН-06 на основе протонного пучка. Источником протонов служит линейный ускоритель, который производит пучки с энергией 209 МэВ со средним током до 250 мкА. Проектная энергия пучка составляет 600 МэВ. Длительность импульса протонов может задаваться в диапазоне 0,25-200 мкс, при этом интенсивность источника нейтронов пропорциональна длительности импульса. В стандартном режиме работы ускорителя длительность протонного импульса составляет 50 мкс [82]. В биологической защите источника предусмотрено 7 горизонтальных каналов для размещения установок. Источник состоит из вольфрамовой мишени, в которой в результате реакций скалывания (spallation process) рождаются нейтроны, и двух лепестковых водяных замедлителей: толщиной 5 см, расположенного над мишенью и 2 см — под мишенью. Установка «Горизонт» использует поток нейтронов из верхнего замедлителя, обладающего более мягким спектром. Максимум тепловой части спектра нейтронов, попадающих в канал, приходится на $1,3 \text{ \AA}$ [83, 84]. Протонный ускоритель может работать с частотой повторения импульсов 25 или 50 Гц. Последняя позволяет получить более высокие потоки тепловых нейтронов, однако только при частоте 25 Гц возможно проводить измерения на холодных нейтронах, вплоть до 9 \AA .

3.11. Конструкция нейтронного рефлектометра «Горизонт».

Концепция установки была предложена коллективом авторов [85] из ИЯИ РАН и ПИЯФ. В ПИЯФ по заданию ИЯИ РАН были изготовлены основные узлы времяпролетного рефлектометра-малоуглового спектрометра «Горизонт» для работы на источнике ИН-06. В рефлектометре «Горизонт» отражение нейтронов происходит в вертикальной плоскости, что позволяет исследовать жидкие образцы. Общий вид установки приведен на рис. 2.1.

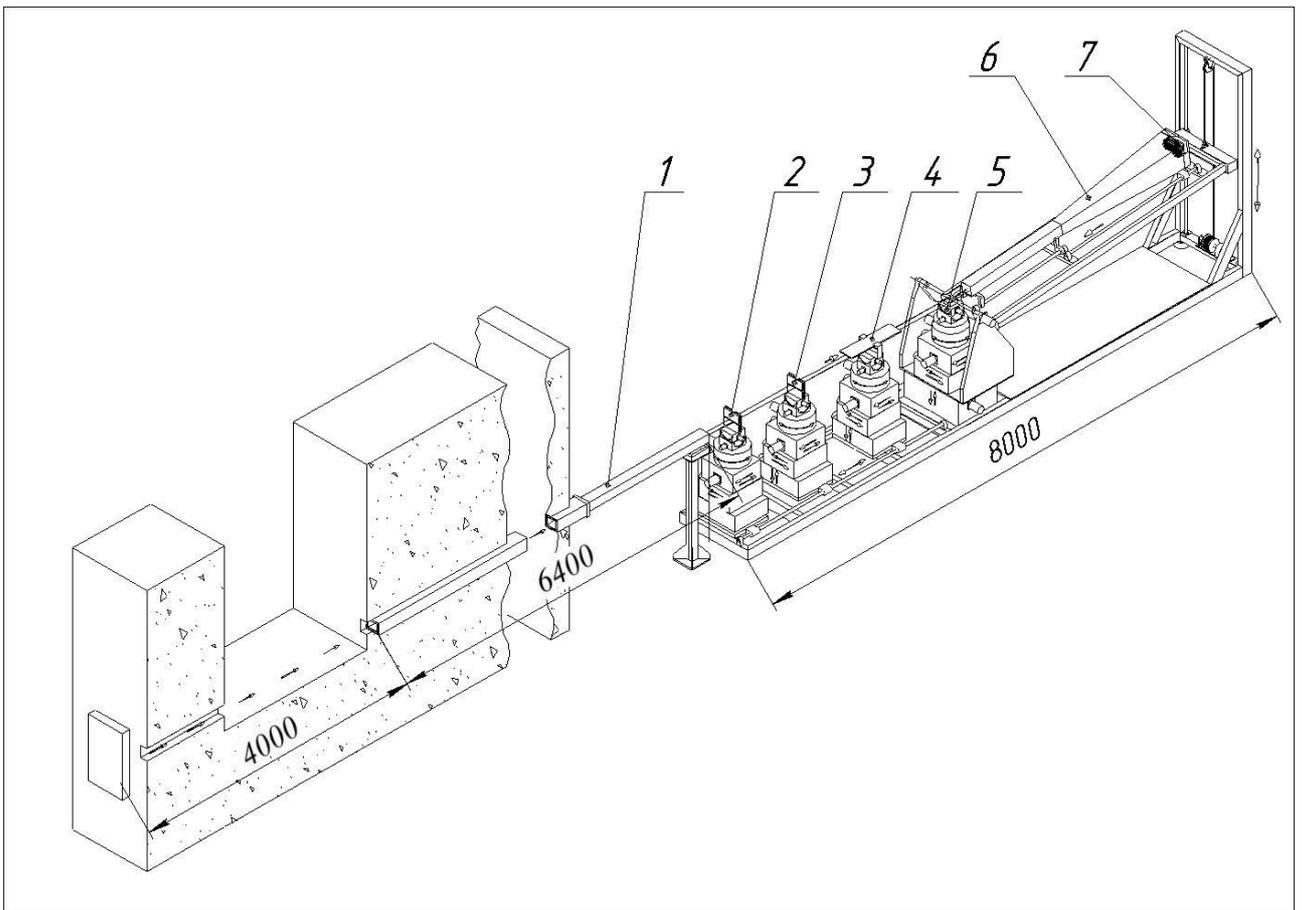


Рис. 2.1. Общий вид установки «Горизонт». 1-зеркальный изогнутый нейтроновод, 2,3- коллимирующие щели, 4-отклоняющее суперзеркало, 5-узел образца, 6-двухкоординатный детектор.

Оптическая схема установки приведена на рис. 2.2. Основными частями установки являются:

5. коллиматор
6. шибер
7. зеркальный изогнутый нейтроновод
8. легкий шибер

Виброустойчивое основание, на котором смонтированы:

9. две коллимирующие щели
10. отклоняющее суперзеркало
11. узел образца
12. консоль с вакуумируемой трубой и детектором.

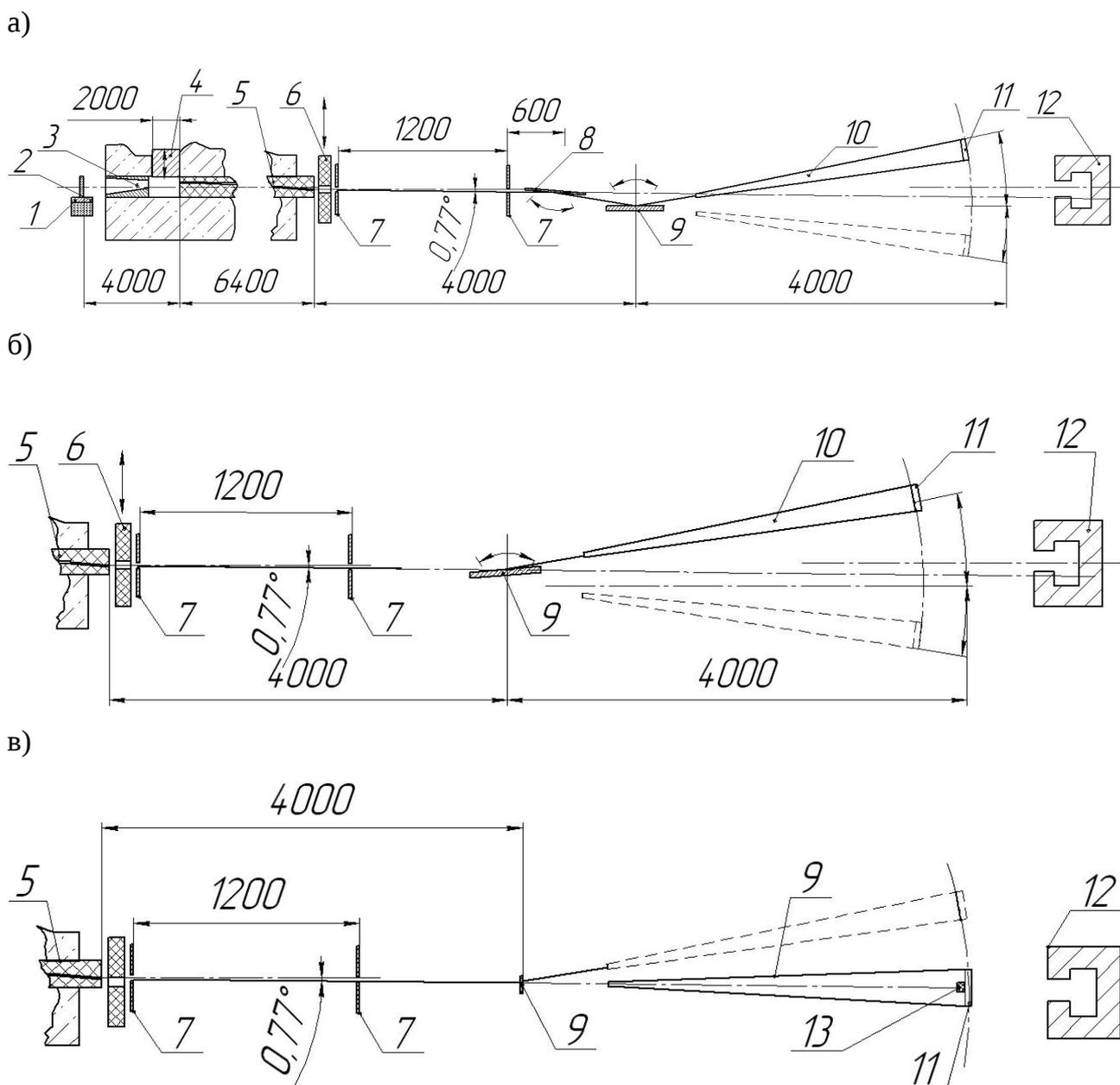


Рис. 2.2. Оптическая схема установки «Горизонт». а) — режим нейтронного рефлектометра с отклоняющим суперзеркалом, б) — режим нейтронного рефлектометра без отклоняющего суперзеркала, в) — режим малоуглового спектрометра. 1— протонная мишень, 2— замедлитель, 3— коллиматор, 4 — шибер, 5 — зеркальный нейтроновод, 6- легкий шибер, 7 — коллимирующие механизированные щели, 8—отклоняющее суперзеркало, 9 — образец, 10 — консоль, 11 — детектор, 12—ловушка прямого пучка, 13 — дополнительная ловушка прямого пучка (для МУРН).

Коллиматор. Служит для уменьшения фона быстрых нейтронов и гамма квантов и, соответственно, уменьшения радиационной нагрузки на суперзеркала нейтроновода. Коллиматор имеет трапецевидный канал длиной 1,3 м, изготовлен из стали и покрыт кадмием. Чертеж коллиматора представлен на рис. 2.3. Угол трапеции

выбран таким образом, чтобы со стороны входного окна нейтроновода была видна вся поверхность замедлителя. Коллиматор был изготовлен по эскизам автора в КБ «ВИТОК» г. Воткинск.

Шибер. Служит для перекрытия нейтронного потока. Позволяет персоналу находиться в экспериментальной зоне во время работы источника, например, для замены образцов. Шибер представляет собой чугунную плиту длиной 2 м и шириной 300 мм. В проекте источника в каждом канале предусмотрено по два шибера, первый на расстоянии 2 м, а второй на расстоянии 7,2 м от источника. Однако, чтобы повысить поток нейтронов на образце было принято решение использовать зеркальный нейтроновод и отказаться от второго шибера. Чтобы уменьшить фон и облегчить монтаж нейтроновода в канал, был разработан и изготовлен специальный вкладыш в колодец 2-го шибера. Вкладыш представляет собой стальной короб с каркасом из уголков, по длине и ширине соответствующий колодцу шибера. Внутри короба проходит труба с внутренним диаметром 209 мм, по которой проходит нейтроновод. Для уменьшения фона короб был засыпан полиэтиленовыми гранулами, а его торцевые поверхности закрыты плитами из борированного полиэтилена толщиной 40 мм. Вкладыш был установлен на винтах-опорах, с помощью которых внутренняя труба была выставлена соосно каналу. Чертеж вкладыша представлен в приложении А.

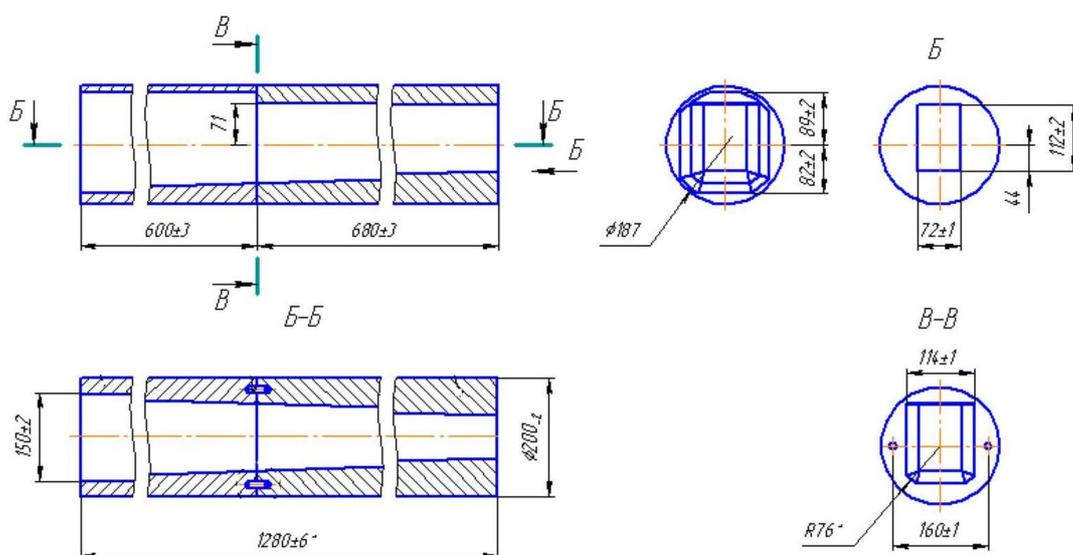


Рис. 2.3. Коллиматор.

Зеркальный нейтронотвод. Для увеличения потока тепловых нейтронов на образце в канале биологической защиты источника установлен зеркальный нейтронотвод. На рис. 2.4 приведено поперечное сечение нейтронотвода. Канал нейтронотвода выполнен из многослойных NiMo/Ti суперзеркал с $m=2$ (т. е. критический угол отражения нейтронов в 2 раза больше чем у природного никеля), его длина 7 м, ширина 70 мм, высота 12 мм. Нейтронотвод изогнут в вертикальной плоскости (радиус кривизны 520 м) и наклонен по ходу пучка вниз на 48 мм, что позволяет избавиться от эпитепловых и быстрых нейтронов и, таким образом, улучшить фоновые условия в экспериментальной зоне. Нейтронотвод состоит из кожуха, который на роликах закатывается в канал защиты источника. Внутри кожуха на опорных винтах установлены 14 секций суперзеркал, каждая секция состоит из двух широких и двух узких стеклянных пластин, склеенных в форме параллелепипеда. На пластины напылены 300 чередующихся слоев NiMo и Ti, толщиной 5 нм (верхняя и боковые стенки) и толстый слой никеля — на нижние стенки. С помощью опорных винтов была произведена юстировка зеркал. Каждая секция наклонена вниз на 3° относительно предыдущей, обеспечивая таким образом изогнутость канала. В кожух через специальные окна были засыпаны полиэтиленовые гранулы, которые рассеивают нейтроны, не попавшие в зеркальный канал. Торцы нейтронотвода закрыты крышками с алюминиевыми окнами толщиной 1 мм напротив зеркального канала. Кожух нейтронотвода вакуумируется, чтобы избежать рассеяния в воздухе. Кожух нейтронотвода окружен 20-ю шайбами из борированного полиэтилена толщиной 5 см, соответствующими диаметру канала защиты. Часть нейтронотвода длиной 1,7 м выходит в экспериментальную зону и опирается на специальную опору.

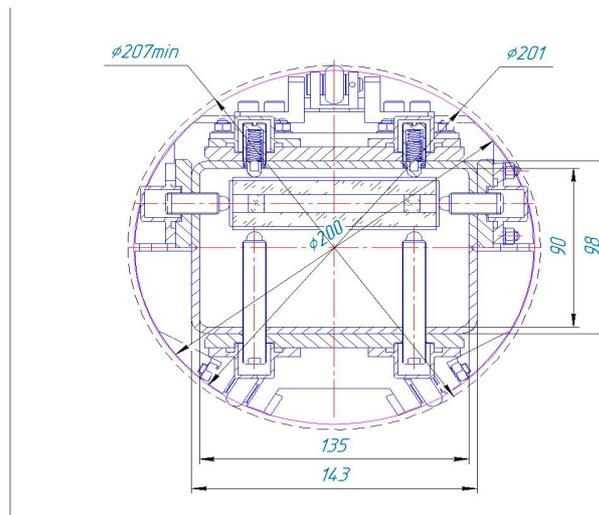


Рис. 2.4а. Поперечное сечение нейтроновода.

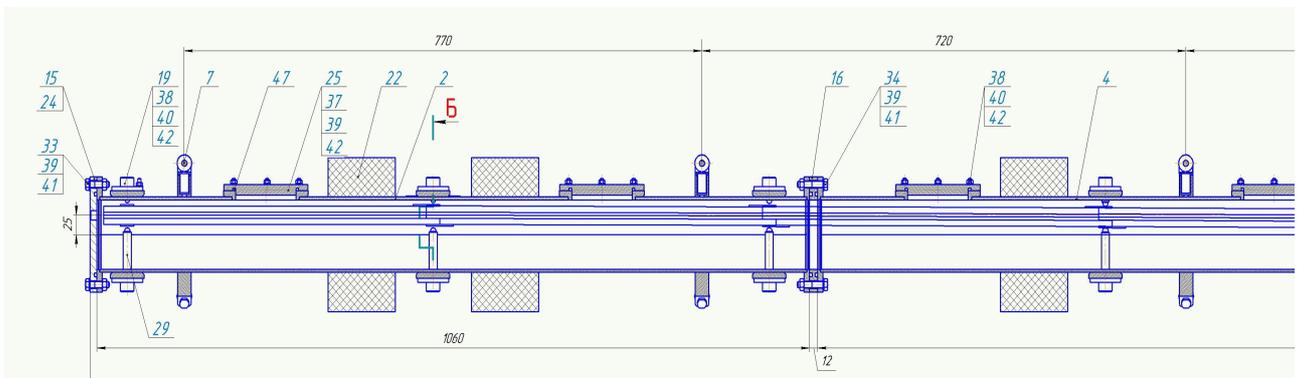


Рис. 2.4б. Продольное сечение нейтроновода.

Защита нейтроновода. Поскольку шайбы из борированного полиэтилена, окружающие нейтроновод, не плотно прилегают к стенкам канала биологической защиты, была разработана дополнительная защита нейтроновода, состоящая из листов борированного полиэтилена. Эскиз изделия приведен на рис. 2.5.

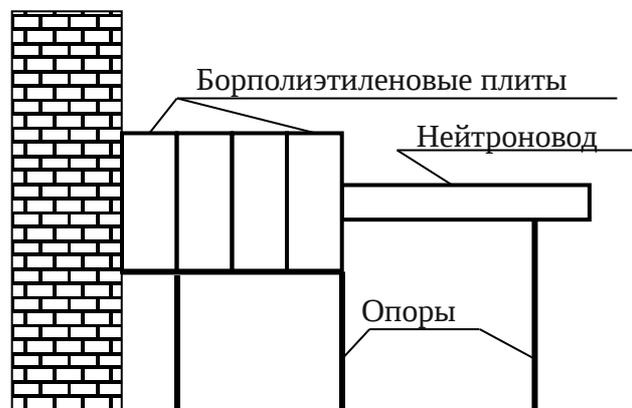


Рис. 2.5. Дополнительная защита нейтроновода.

Легкий шибер. Устанавливается на выходе из нейтроновода либо после первой коллимирующей щели. Поглощающие элементы шибера выполнены из борированного полиэтилена (10 см) и свинца (5 см). Схема легкого шибера представлена на рис. 2.6. Подвижная часть шибера приводится в действие гидравлическим цилиндром. В открытом состоянии шибер служит маской для нейтроновода: он закрывает канал и нейтроновод, оставляя только щель высотой 25 мм и шириной 150 мм напротив выхода зеркального канала нейтроновода. Таким образом легкий шибер обеспечивает защиту от нейтронов, замедленных в полиэтиленовых гранулах внутри кожуха нейтроновода, и от гамма квантов во время измерений. В закрытом состоянии легкий шибер полностью перекрывает поток нейтронов и обеспечивает защиту персонала. Легкий шибер имеет дистанционное управление и может приводиться в действие из-за пределов экспериментальной зоны. Легкий шибер снабжен контрольными лампами — красной, индицирующей открытый шибер и зеленой — закрытый шибер. После замера фоновых условий, система доступа персонала в экспериментальную зону может быть сконфигурирована таким образом, чтобы позволять проводить работу в экспериментальной зоне при закрытом легком шибере и открытом основном. Данная схема позволит сэкономить время на открытие-закрытие основного шибера (около 5 минут) когда требуются частые и непродолжительные включения пучка, например, при юстировке, замене образцов и т. п.

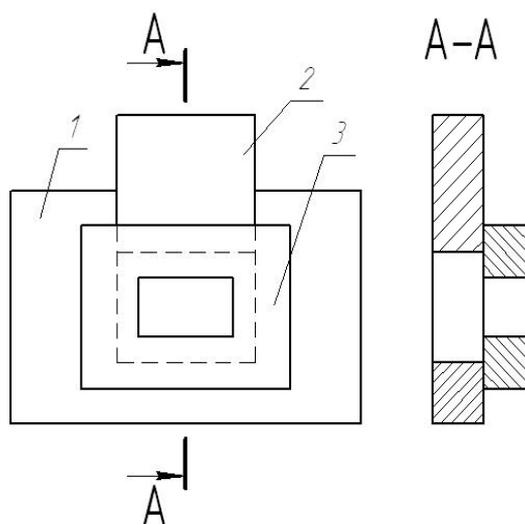


Рис. 2.6. Схема легкого шибера. 1- неподвижная плита, 2- подвижный элемент, 3 -накладка.

Оптическая схема установки сконструирована таким образом, чтобы из выходного окна нейтронотода не был «виден» замедлитель. Таким образом, должны достигаться благоприятные фоновые условия, позволяющие проводить измерения в холодной части нейтронного спектра (до 9 Å), где интенсивность невелика.

Монитор падающего пучка. Первоначально не был предусмотрен в установке. Однако, на аналогичных установках монитор обычно применяется. Нормировка на первичный поток нейтронов особенно важна для малоуглового рассеяния. В качестве монитора может применяться газовый пропорциональный счетчик, содержащий небольшое количество He-3 или BF₃, и обладающий низкой эффективностью регистрации нейтронов (не более 1%). Также может быть использован мониторный счетчик с твердым конвертером нейтронов. Перспективным вариантом является многопроволочная пропорциональная камера с борным покрытием (не более 1 мкм), аналогичная описанной в главе 4 .

Виброустойчивое основание. Оптическая скамья. Оптическая скамья, узел образца и механизм перемещения детектора смонтированы на виброустойчивой юстировочной плите, которая состоит из пяти стальных рам общей длиной 8 м и шириной 1100 мм, соединенных между собою болтами. Рамы выставляются горизонтально на необходимую высоту с помощью юстировочных опорных винтов. Рамы крепятся к полу анкерными болтами. Для утяжеления рамы заливаются бетоном. К верхней части рам приварены оптическая скамья, основание узла образца и стойка детектора.

Коллимирующие щели. Для достижения необходимой коллимации пучка применяются два механизированных щелевых устройства. Данные устройства установлены на тележках, которые могут вручную перемещаться по рельсам, смонтированным на оптической скамье, и фиксироваться на ней при помощи специальных струбцин. С помощью шаговых электродвигателей РК-244-01В фирмы Vexta устройства может перемещаться по вертикали, по горизонтали перпендикулярно пучку, в пределах ± 12 мм с точностью не менее 0,05 мм. Размеры щели регули-

руются также с помощью РК-244-01В в пределах 0-12 мм по высоте и по ширине в пределах 0-70 мм с точностью не менее 0,05 мм. Контроллером шаговых двигателей служит модуль R364 фирмы RMSTechnologies (США). Один модуль управляет одновременно 3 шаговыми двигателями. Модули управляются по последовательному RS-485-интерфейсу, причем на один порт возможно параллельно подключать до 10 модулей. Для юстировки щелей предусмотрены специальные винты, позволяющие поворачивать щели вручную в вертикальной и горизонтальной плоскостях. На рис 2.7. приведена схема механизированных коллимирующих щелей. Параметры механизированных щелей приведены в таблице 2.1.

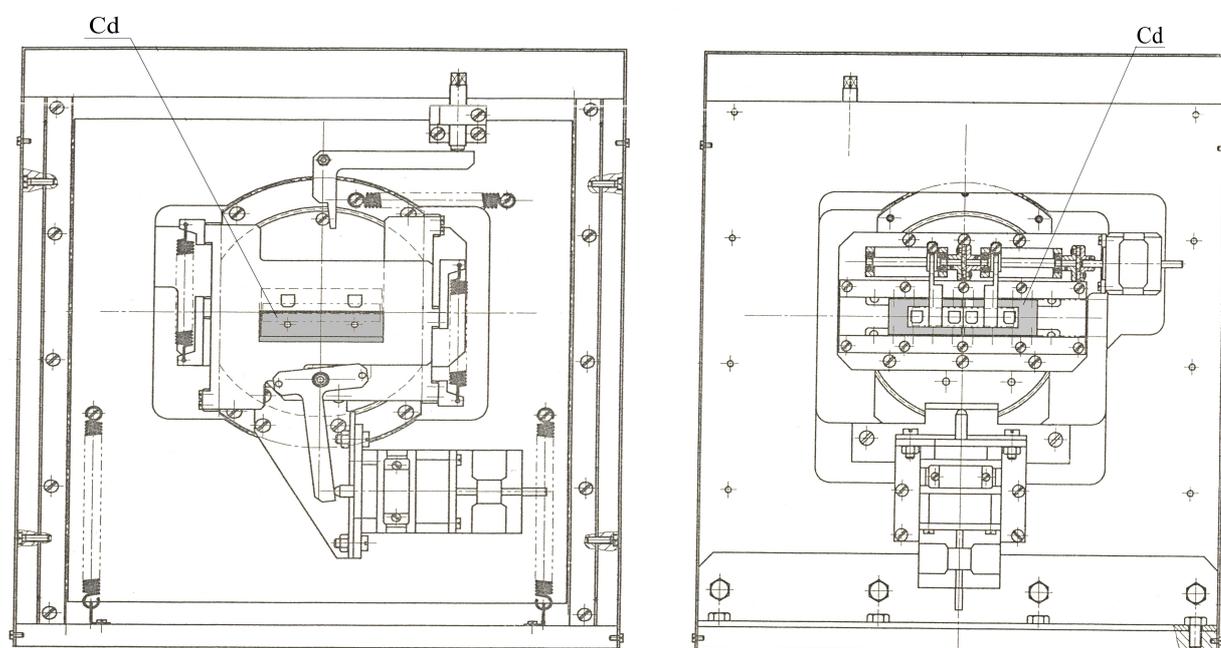


Рис. 2.7. Схема механизированных коллимирующих щелей (вид спереди и сзади относительно пучка). Кадмиевые пластины выделены серым.

Таблица. 2.1. Параметры механизированных щелей (по результатам испытаний).

Наименование узла	Наименование оси	Перемещение между концевыми выключателями	Точность подхода к левому концевому выключателю	Точность подхода к правому концевому выключателю	Люфт в середине диапазона
Столик юстировочный 1		125220 шагов = 18,5мм	7 шагов = 0.001мм	15 шагов = 0.002мм	0.05мм
Столик юстировочный 2		149620 шагов = 22мм	59 шагов = 0.0089мм	19 шагов = 0.002мм	0.01мм
Щель Управляемая 1	Горизонтальная щель	77478 шагов = 6мм	19 шагов = 0.0015мм	57 шагов = 0.004мм	0.01мм
	Вертикальная щель	111014 шагов = 32мм	25 шагов = 0.007мм	43 шага = 0.012мм	0.02мм
	Вертикальное перемещение	90054 шагов = 20мм	21 шаг = 0.005мм	46 шагов = 0.01мм	0.05мм
Щель Управляемая 2	Горизонтальная щель	76859 шагов = 6мм	15 шагов = 0.001мм	53 шага = 0.004мм	0.05мм
	Вертикальная щель	99935 шагов = 31мм	37 шагов = 0.011мм	53 шага = 0.016мм	0.05мм
	Вертикальное перемещение	90794 шагов = 20мм	11 шагов = 0.0024мм	26 шагов = 0.006мм	0.05мм
Столик юстировочный комбинированный для суперзеркала	Продольное перемещение	119297 шагов = 37мм	18 шагов = 0.006мм	35 шагов = 0.01мм	0.05мм
	Поперечное перемещение	113952 шага = 36мм	6 шагов = 0.002мм	18 шагов = 0.006мм	0.06мм
	Продольное качание	47807 шагов = 10°	6 шагов = 0.00125°	52 шага = 0.011°	0.008°
	Поперечное качание	29346 шагов = 10°	12 шагов = 0.004°	47 шагов = 0.016°	0.008°

Отклоняющее суперзеркало — многослойное NiMo/TiZr с $m=2$ позволяет изменять угол падения нейтронного пучка. Зависимость коэффициента отражения

зеркала от преданного импульса нейтрона приведена на рис 2.8. Отклоняющее суперзеркало необходимо в случаях, когда образец невозможно наклонять в плоскости рассеяния, например, когда образец – жидкость. Зеркало позволяет задавать угол наклона падающего на образец пучка относительно горизонтальной плоскости, оставляя плоскость образца горизонтальной. При выходе из нейтроновода пучок нейтронов наклонен вниз и образует с горизонтальной плоскостью угол $0,77^\circ$. Отклоняющее суперзеркало позволяет увеличить угол падения пучка на образец при рефлектометрии жидких образцов и в других случаях, когда плоскость образца невозможно наклонять. Зеркало состоит из стеклянной пластины длиной 800 мм и шириной 10 см, на которую нанесено многослойное зеркальное покрытие. Пластина закреплена в специальном держателе, оснащенный магнитопроводами. В дальнейшем, при необходимости отклоняющее суперзеркало может быть заменено на зеркало-поляризатор. Зеркало с держателем находится в пылезащитном кожухе с окошками из алюминиевой фольги в местах входа и выхода нейтронного пучка. Схема суперзеркала в кожухе приведена на рис. 2.9. Зеркало вместе с кожухом может отклоняться в пределах $\pm 5^\circ$ с точностью $\pm 0,5'$ в вертикальных плоскостях перпендикулярно и вдоль пучка нейтронов с помощью специального юстировочного узла (рис. 2.10). Узел также имеет механизм перемещения в трех взаимно перпендикулярных направлениях в пределах ± 37 мм. По аналогии с механизированными щелями, узел зеркала можно вручную перемешать по оптической скамье. Механизм данного узла также приводится в действие с помощью шаговых двигателей РК-244-01В, управляемых контроллерами R364.

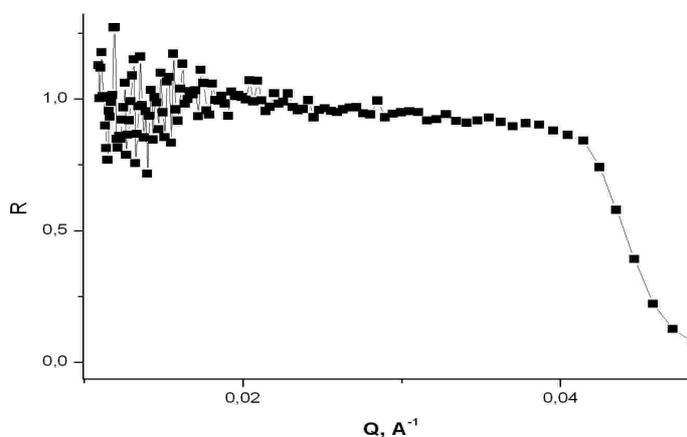


Рис. 2.8. Зависимость коэффициента отражения зеркала от преданного импульса.

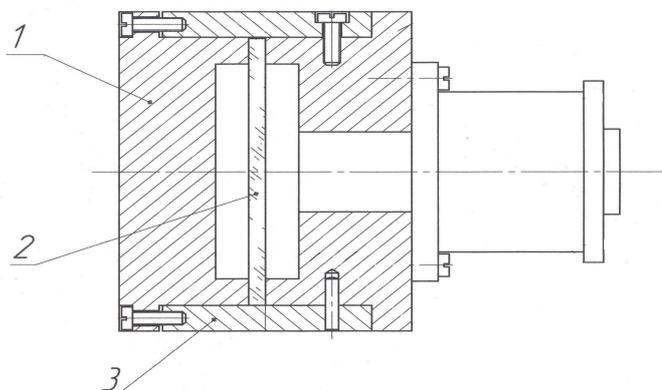


Рис. 2.9. Схема суперзеркала в кожухе. 1- кожух, 2- суперзеркало, 3- магнитопровод.

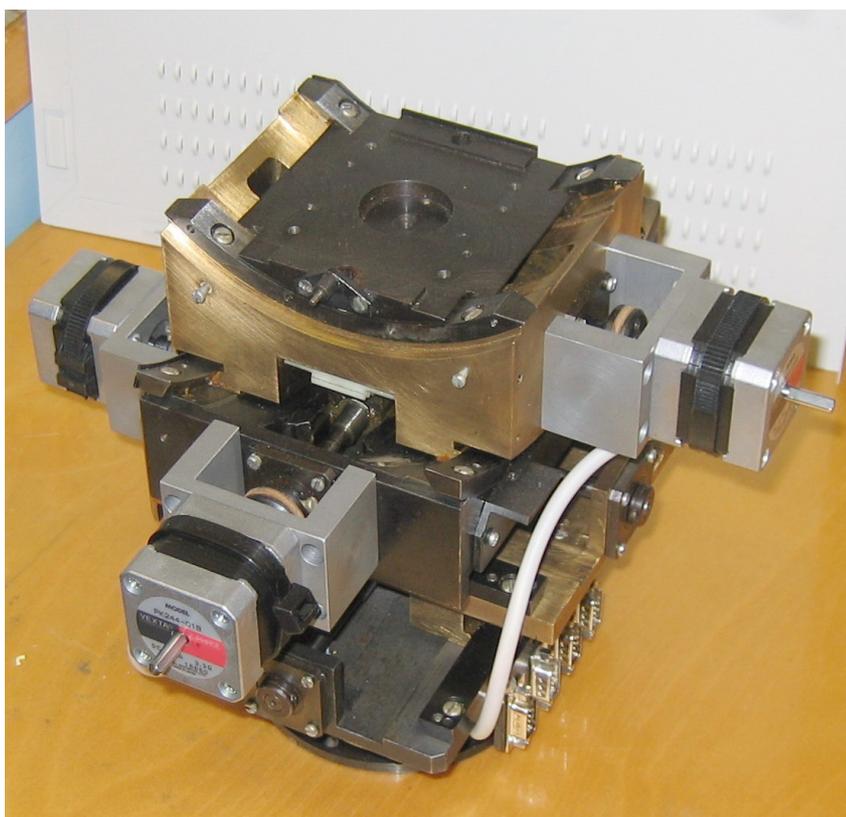


Рис. 2.10. Юстировочный узел зеркала.

Узел образца установлен на виброустойчивом основании, состоящем из стального ящика, заполненного песком, стальной плиты, лежащей на песке, и сепаратора с 40 резиновыми демпферами (мячиками), заполненными воздухом . На

основании установлен подъемный механизм, перемещающий плиту, на которой установлен узел образца и опорные шарниры консоли с детектором. Перемещение подъемного механизма по вертикали составляет 75 мм. Подъемный механизм приводится в действие шаговым двигателем РК268-02В, который управляется контроллером EZHR-23 фирмы AllMotion (США). Контроллер также управляется компьютером по последовательному интерфейсу RS-485. На подъемной плите устанавливается столик (рис. 2.11), обеспечивающий перемещение образца в горизонтальной плоскости в пределах ± 37 мм с точностью 0,005 мм, вдоль и поперек пучка нейтронов, а также вращение образца вокруг вертикальной оси и качание образца в плоскости рассеяния в пределах $\pm 15^\circ$ с точностью 5 угловых секунд. Столик образца также укомплектован шаговыми двигателями РК-244-01В. Схема узла образца представлена на рис. 2.12.

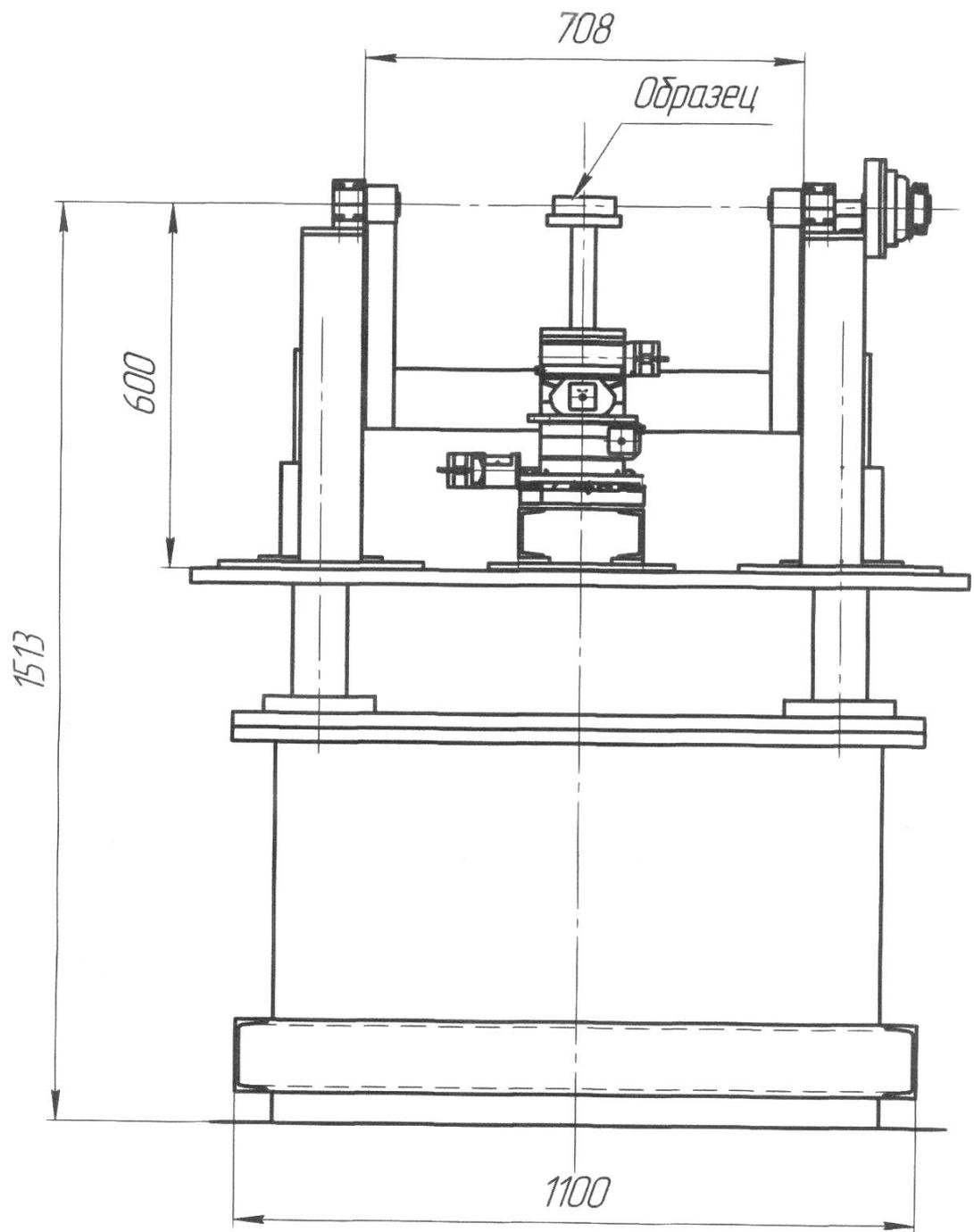


Рис. 2.11. Узел образца. Общий вид.

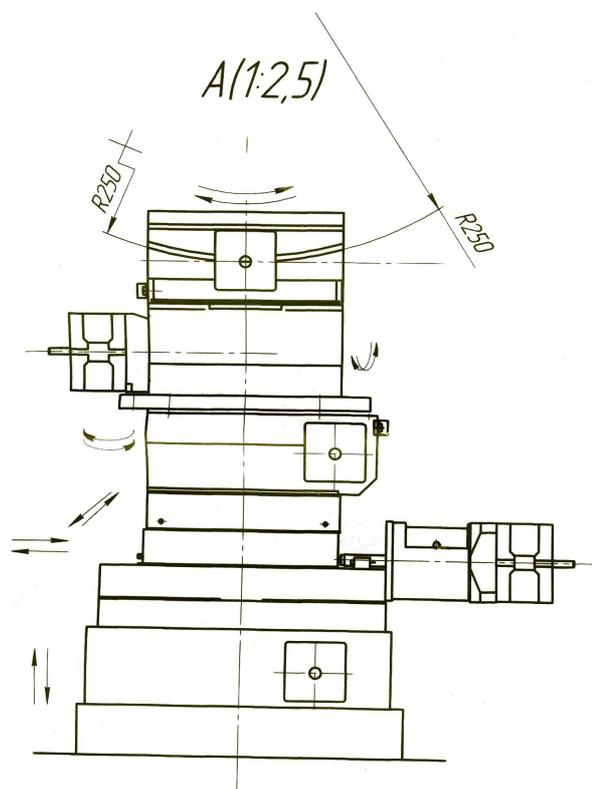


Рис. 2.12. Столик образца.

Все шаговые двигатели РК-244-01В имеют вал с маховичком, который позволяет проводить ручную настройку. Перемещение всех подвижных частей ограничивается с помощью концевых выключателей.

Вместо столика на подъемной плите могут быть установлены криостат, гидравлический пресс с камерой высокого давления либо кассета с большим количеством образцов для малоугловых измерений. Различные нестандартные приспособления могут перемещаться в горизонтальной плоскости вдоль и поперек пучка нейтронов с помощью двухкоординатных столиков с программным управлением, предназначенных для фрезерных станков. Данные устройства позволяют достигать точности перемещения до 5 мкм, перемещать массивные устройства, например криостаты; при этом они гораздо дешевле специализированных координатных столиков, изготавливаемых для нейтронных установок.

Консоль. Для изменения угла обзора детектора служит консоль, один конец которой закреплен на кронштейне узла образца с помощью шарниров, а второй может перемещаться по рельсам стойки в плоскости рассеяния. Допустимый конструкцией

установки диапазон изменения угла обзора детектора 12° сверху и 9° снизу от оси пучка. Для перемещения консоли служит шаговый электродвигатель РК268-02В, который управляется контроллером EZHR-23. Привод осуществляется с помощью троса с противовесом. Для уточнения координаты служит датчик угла, расположенный на шарнире консоли. На свободном конце консоли установлен детектор и монитор прямого пучка. Кроме того, на консоли устанавливается вакуумируемая труба, которая позволяет избежать рассеяния нейтронов на воздухе. Входное окно вакуумируемой трубы должно быть выполнено из 1 мм-алюминия. На конце трубы устанавливается детектор. Для проведения рефлектометрических измерений на поляризованных нейтронах вместо трубы на консоль может быть установлено зеркало-поляризатор и спин-флиппер.

Вакуумируемая труба может быть заполнена аргоном (при атмосферном давлении), что, как будет показано ниже, практически не увеличивает долю рассеянных нейтронов. Однако эта мера позволит отказаться от толстого входного окна, заменив его тонкой алюминиевой фольгой, и упростит эксплуатацию.

Схема управления исполнительными механизмами движения представлена на рис. 2.13. Управление всеми контроллерами шаговых двигателей осуществляется компьютером по двум каналам RS-485. Была разработана программа в операционной системе WindowsXP для управления механизмами движения установки.

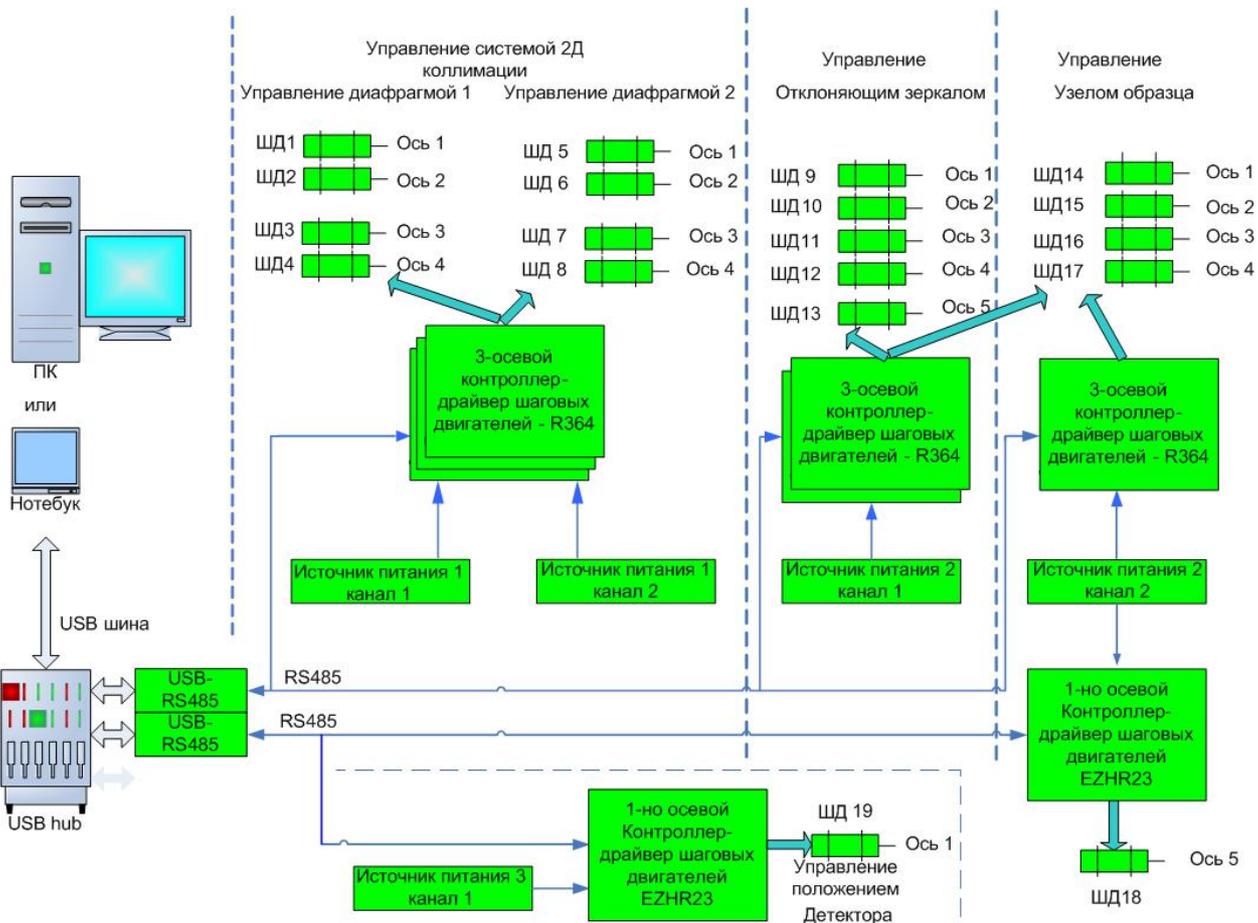


Рис. 2.14. Схема управления исполнительными механизмами движения.

Детектор нейтронов. В настоящее время установка «Горизонт» укомплектована счетчиком нейтронов СНМ-16, который может перемещаться в вертикальной плоскости с помощью автоматизированного устройства, предназначенного для вертикального перемещения фрезы в фрезерных станках производства фирмы «Реабин». Данный механизм, приводимый в действие шаговым электродвигателем, позволяет перемещать детектор в пределах 200 мм с точностью до 5 мкм. Данное детектирующее устройство позволяет проводить измерения в режиме нейтронного рефлектометра. Для регистрации сигналов со счетчиков нейтронов применяются усилители-формирователи и система регистрации для времяпролетных измерений, разработанная в ИЯИ РАН [86].

В последнее время при создании нейтронных рефлектометров и МУРН-спектрометров предпочтение отдается одно- и двухкоординатным позиционно-чувствительным детекторам (ПЧД), которые позволяют получить информацию как

зеркальном отражении так и о незеркальных отражениях нейтронов, таким образом расширяя круг решаемых задач. Планируется оснащение установки «Горизонт» подобными ПЧД. В настоящее время в ИЯИ РАН имеются однокоординатные ПЧД — счетчики на основе ^3He с резистивной нитью. Для установки разработаны двухкоординатные ПЧД: сцинтилляционный на основе $^6\text{LiF/ZnS(Ag)}$ [13] и пропорциональная камера с конвертером из твердого ^{10}B [14]. Изготовлен и испытан прототип сцинтилляционного ПЧД. Изготовлен и испытан газовый детектор с одним конвертирующим слоем. В дальнейшем количество конвертирующих слоев должно быть увеличено до 10. Создание и испытания этих двухкоординатных ПЧД представлены в главе 4. Типичное координатное разрешение ПЧД, применяемых на нейтронных рефлектометрах и малоугловых спектрометрах составляет 2 мм, временное ~ 5 мкс. В главе 3 показано, что координатное разрешение ПЧД 2 мм является оптимальным для установки «Горизонт».

Ловушка прямого пучка. Несмотря на то, что мишень и замедлитель находятся вне зоны прямой видимости из выходного окна нейтронновода, часть быстрых нейтронов и гамма-квантов может создавать фоновую загрузку. По эскизам автора была разработана и изготовлена необходимая ловушка прямого пучка, в соответствии с требованиями норм радиационной безопасности. Эскиз ловушки приведен на рис. 2.15. Ловушка состоит из рассеивателя — стального короба размерами $1 \times 1 \times 1 \text{ м}^3$, заполненного цилиндрическими чугунными слитками, чугунной дробью и бетоном, и передней части с полостью и отверстием 150×170 мм. Передняя часть состоит из стального короба, заполненного чугунной дробью и залитого бетоном. Спереди ловушки размещены плиты из борсодержащего полиэтилена и листы из кадмия.

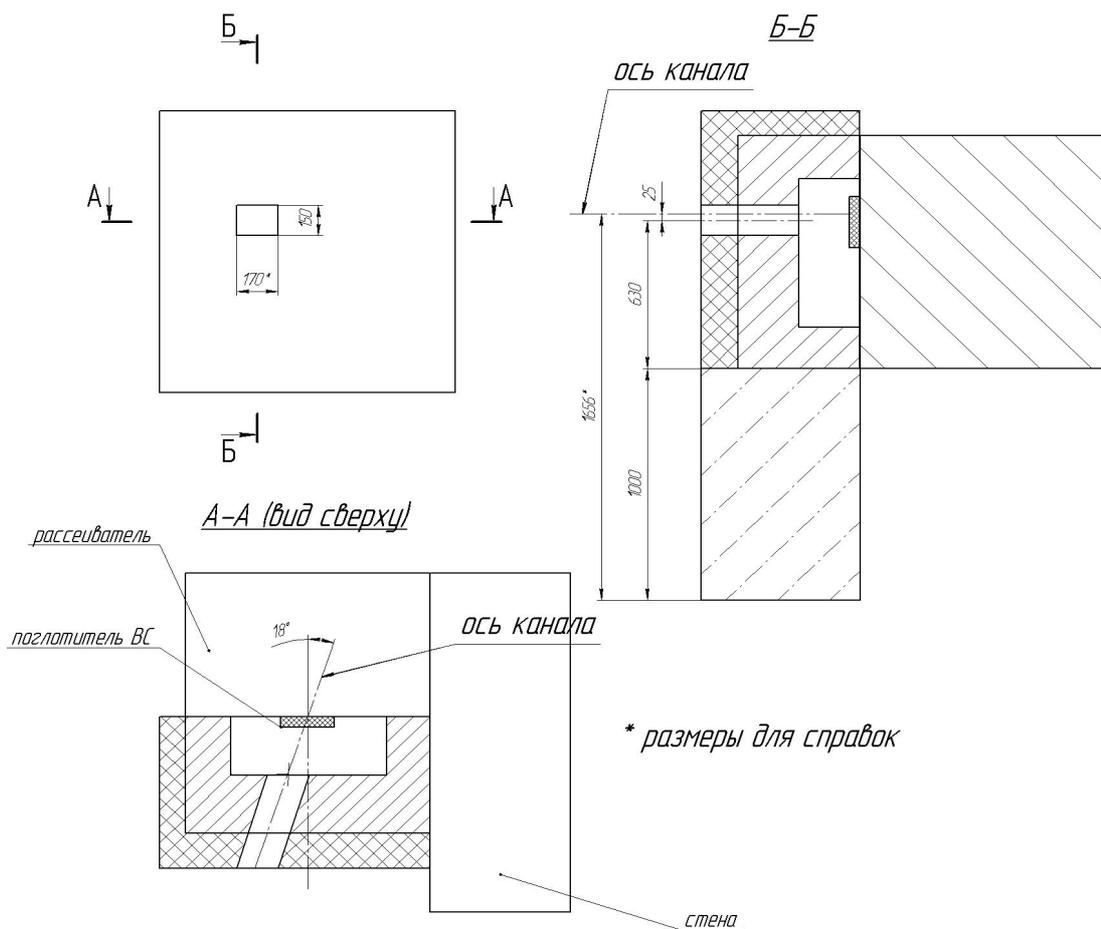


Рис. 2.15. Ловушка прямого пучка.

Радиационный фон и меры радиационной безопасности в экспериментальной зоне. В отличие от стационарных источников, наличие быстрых нейтронов не существенно для измерений на установке «Горизонт», т.к. между моментом прилета быстрых нейтронов и тепловых нейтронов проходит несколько миллисекунд и их можно отделить по времени пролета. Однако, часть быстрых нейтронов замедляется до тепловых энергий в элементах защиты или в бетонных стенах, создавая, таким образом, фон тепловых нейтронов. Кроме того, быстрые нейтроны могут активировать элементы установки и образец. Наконец, немаловажным вопросом является безопасность персонала. Зеркальный изогнутый нейтронотвод служит фильтром быстрых нейтронов. Кроме того, нейтроны, прошедшие через нейтронотвод должны задерживаться ловушкой прямого пучка. С целью безопасности персонала, находящегося в экспериментальном зале,

экспериментальная зона установки «Горизонт» окружена бетонными стенами толщиной 1 м и перекрыта сверху бетонными блоками толщиной 0,5 м. Вход в экспериментальную зону осуществляется через лабиринт из бетонных блоков. Таким образом, в экспериментальном зале вне экспериментальных зон при открытых пучках допускается работа персонала группы А. Дверь экспериментальной зоны снабжена датчиком открытия и электронным замком, так, чтобы исключить проникновение людей в экспериментальную зону при открытом шибере (либо легком шибере) и открытие шибера при открытой двери. Над экспериментальной зоной установки находится помещение для размещения аппаратуры, из которого может осуществляться управление установкой.

Вакуумная система. Из зеркального нейтроновода и вакуумируемой трубы перед детектором удаляется воздух безмасляным насосом DVSL-1000. Давление контролируется термомпарными вакууметрами. Криостат, печь и другие устройства, создающие экспериментальные условия на образце, имеют отдельные вакуумные насосы.

Криостат. Для нейтронографических исследований на установках ИЯИ РАН, в частности на установке «Горизонт» совместно с ООО «Криотрейд» был разработан и изготовлен специализированный криостат с рефрижератором замкнутого цикла. Криостат (рис. 2.16) состоит из двухступенчатого криорефрижератора Гиффорда-Магона производства фирмы Sumitomo (1), вакуумного переходника — «юбки» (2), которая крепится на подставку (3), дюралюминиевого вакуумного кожуха (4) и алюминиевого радиационного экрана (5). Первая ступень охлаждается до 150° К, а вторая до 10° К. К первой ступени винтами присоединяется радиационный экран, который уменьшает подвод теплоты за счет инфракрасного излучения от внешней стенки криостата. На второй ступени имеется медное доньшко (6) с резьбовым отверстием М8 для монтажа образцов. Соответственно, держатель образцов должен иметь болт М8. Размеры радиационного экрана позволяют устанавливать в криостате камеры высокого давления (КВД) системы поршень-цилиндр. Температура образца контролируется с помощью двух термометров сопротивления ТВО, один из которых

крепится клеем БФ на холодный палец, а второй может быть закреплен на КВД или непосредственно на образец. Изменение температуры производится с помощью нагревателя, смонтированного на второй ступени криорефрижератора. Нагреватель намотан бифилярным проводом, что уменьшает наводки на образце, и проклеен эпоксидной смолой StakeAst, предназначенной для криогенного применения. Питание нагревателя осуществляется контроллером LakeShore350, который поддерживает заданную температуру с точностью до $0,01^{\circ}$ К. Вакуум в криостате обеспечивает форвакуумный насос с азотной ловушкой. Откачка криостата осуществляется через патрубок (7) с вакуумным вентилем (8). Криостат может быть установлен (образцом вверх) на двухкоординатный столик для фрезерного станка, для перемещения в горизонтальной плоскости. Криостат вместе с двухкоординатным столом устанавливается вместо гониометрической головки на подъемную платформу. Перемещение криостата в горизонтальной плоскости может осуществляться с помощью двухкоординатного столика производства фирмы «Реабин», который был приобретен для подобных целей. Данные столики обеспечивают перемещение в пределах 90 и 300 мм с точностью 5 мкм. Управление осуществляется с помощью специального блока, который подключается к компьютеру через параллельный порт.

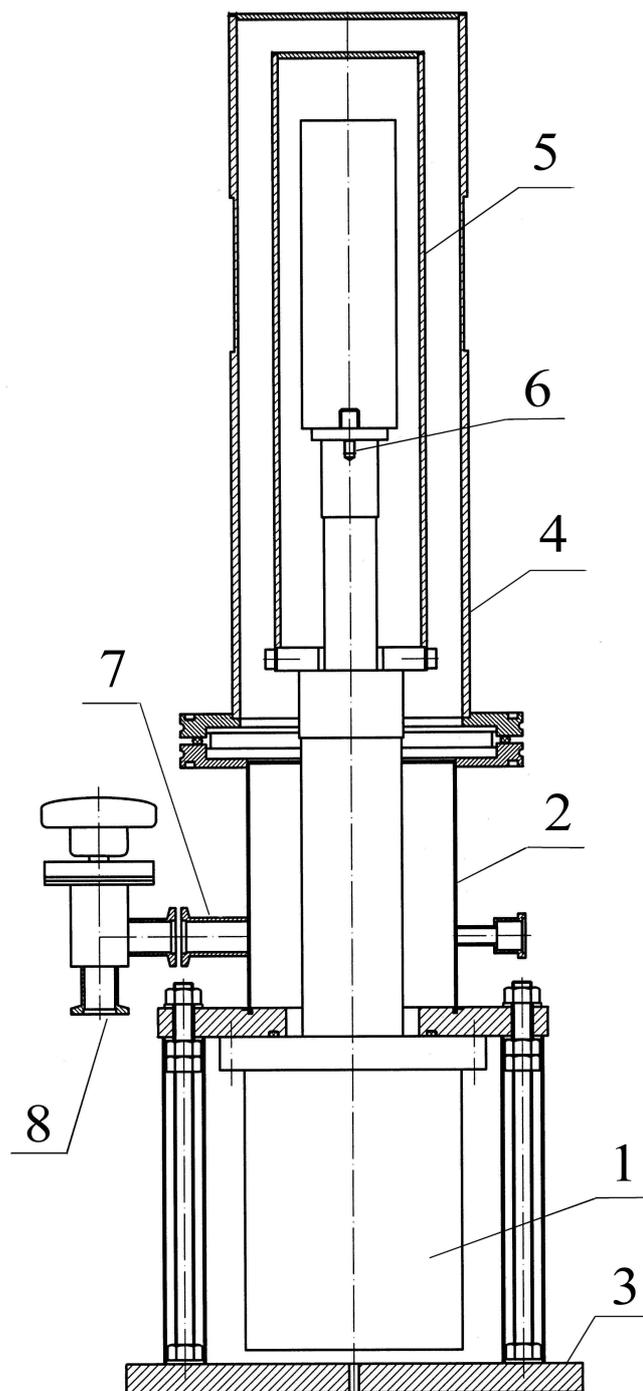


Рис. 2.16. Схема криостата.

Камеры высокого давления. В лаборатории нейтронных исследований ИЯИ РАН имеются камеры высокого давления системы поршень-цилиндр с телом из дюралюминия, стали либо сплава 40-ХНЮ, а также компактный гидравлический пресс с нагрузкой до 10 тонн. Диаметры каналов камер 5-10 мм, максимально допустимое давление до 50 кбар. Гидравлический пресс может быть установлен непосредственно на подъемную платформу вместо столика образца. Таким образом, на установке «Горизонт» возможно исследование образцов *in situ*.

Система управления установкой и сбора информации. Контроллеры, управляющие щелями, отклоняющим зеркалом и узлом образца, а также механизмом подъема консоли управляются компьютером через последовательный порт RS-485. Поскольку стандартные компьютеры не имеют данного интерфейса, используется адаптер RS-485 — USB. В настоящее время для регистрации нейтронов применяется гелиевые счетчики. Для регистрации сигналов со счетчиков применяется система регистрации разработанная в ИЯИ РАН [86] для нейтронографических измерений по времяпролетной методике (рис. 2.16). Система включает в себя усилители-формирователи, на которые поступает сигнал со счетчиков нейтронов, многостоповые время-цифровые преобразователи (ВЦП) с гистограммой памятью и программно управляемые генераторы строба, выполненные в конструктиве КАМАК, крейт КАМАК и компьютер-контроллер, также изготовленный в конструктиве КАМАК. Блок ВЦП имеет восемь каналов измерения. Шкала измерения времени содержит 4096 каналов. Ширина каналов может задаваться в диапазоне 0,125-128 мкс. Максимальная загрузка ВЦП — до 40 МГц на канал. Запуск и остановка ВЦП осуществляется по стробу, который вырабатывается специальным генератором. Генератор строба вырабатывает строб по внешнему стартовому импульсу, получаемому с ускорителя, с задержкой в пределах от 1 мкс до 16 мс с точностью 1 мкс. Длительность задержки задается программно по магистрали КАМАК. Необходимость задержки обусловлена различием между временем прихода протонного пучка на мишень источника нейтронов и временем прихода тепловых нейтронов на образец. В этот временной интервал, составляющий несколько миллисекунд, могут наблюдаться лишь процессы, происходящие на быстрых

нейтронах. Компьютеры, управляющие установкой, располагаются в экспериментальной зоне, а управление ими ведется через локальную сеть из помещений, предназначенных для пребывания персонала.

В настоящий момент все элементы установки «Горизонт» смонтированы на III канале Источника нейтронов ИН-06 (рис. 2.17). Сооружена экспериментальная зона установки со всей необходимой инфраструктурой.

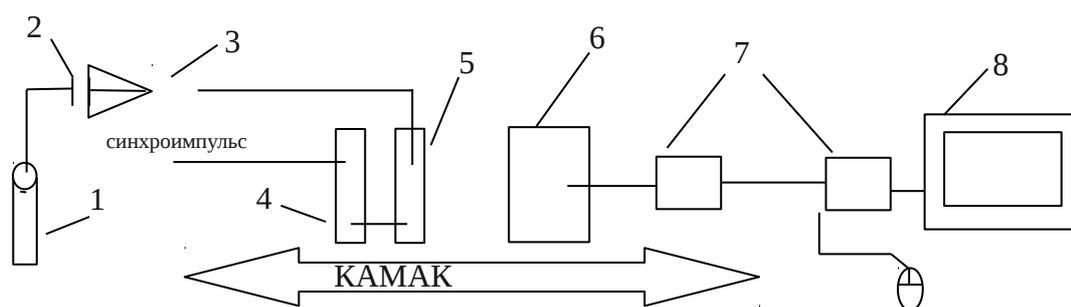


Рис. 5.7. Система регистрации для времяпролетных измерений. 1 — счетчик нейтронов, 2 — конденсатор, 3 — усилитель-дискриминатор, 4 — генератор ворот, 7 — KVM-экстендер, 8 — монитор, мышь, клавиатура.



Рис. 2.17. Установка горизонт на III канале источника нейтронов ИН-06 (ноябрь 2010).

ГЛАВА 3

МОДЕЛИРОВАНИЕ ОПТИЧЕСКОЙ СХЕМЫ И ИСПЫТАНИЯ УСТАНОВКИ «ГОРИЗОНТ»

Исходя из известных или проектных параметров источника ИН-06 и геометрии установки «Горизонт» были проведены расчеты рабочего диапазона длин волн, переданного импульса нейтрона и разрешения установки по переданному импульсу. Во время пробного запуска источника ИН-06 в ноябре 2010 г. были проведены испытания установки. На основании полученных экспериментальных и расчетных результатов был проведен анализ различных режимов измерения и получены градуировочные графики, с помощью которых можно будет подобрать оптимальный режим измерения для каждой задачи.

3.1. Модельный расчет спектра нейтронов.

В качестве исходного спектра был использован экспериментальный времяпролетный спектр нейтронов, измеренный на расстоянии 12 м от источника во время физпуска в 2004 г. [83]. Измерения проводились с помощью пропорциональных счетчиков на основе ^3He , расположенных на прямом пучке на II канале, который как и III канал, направлен на верхний замедлитель толщиной 5 см. В канале отсутствовали какие-либо оптические элементы установки (коллиматоры, нейтронотводы). Измеренный времяпролетный спектр источника приведен на рис. 3.1. Данный спектр соответствует расчетному [83]. Максимум спектра - при длине волны 1,3 Å. На основании измеренного спектра были проведены расчеты, приведенные в данной диссертации.

Коэффициент увеличения плотности потока нейтронов на выходе из нейтронотода за счет применения суперзеркал можно приблизительно рассчитать по формуле (1.10). На рис. 3.2 приведен график зависимости коэффициента увеличения плотности потока нейтронов от длины волны, вычисленный по данной формуле. Коэффициент усиления достигает максимума при длине волны $\lambda=1,8 \text{ Å}$, а при $\lambda>8 \text{ Å}$

убывает. Характерная длина волны нейтропровода, полученная по формуле (1.9) равна 1,8 Å. Формулы (1.9) и (1.10) описывают идеальный нейтропровод, с непрерывным зеркальным каналом, состоящим из целых изогнутых зеркал.

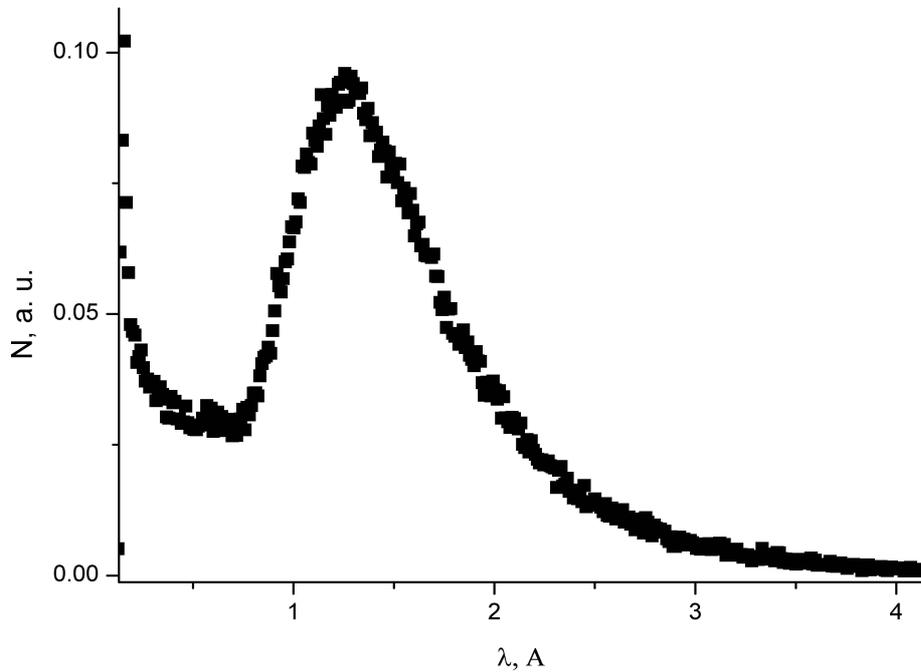


Рис. 3.1. Времяпролетный спектр источника ИН-06, измеренный на расстоянии 12 м [83].

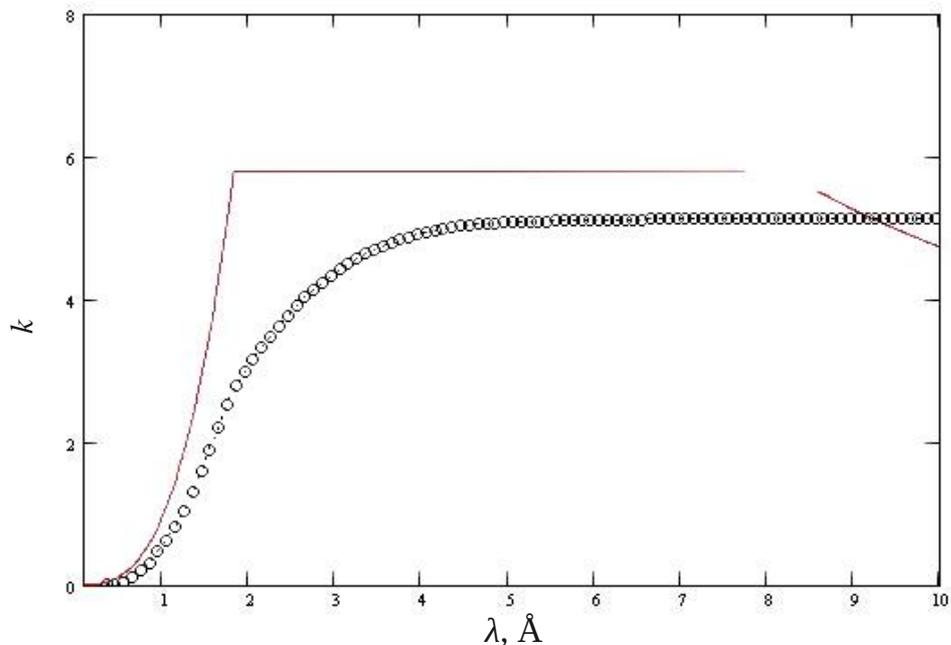


Рис. 3.2. Зависимость усиления нейтропроводом потока нейтронов от длины волны. Для сравнения приведен коэффициент усиления, полученный методом Монте-Карло с помощью программы VITESS (точки обозначены кружками).

Реальные нейтроноводы состоят, как правило, из секций, состоящих из прямых зеркал, расположенных под небольшим углом (несколько минут) друг относительно друга. Кроме того, в нейтроноводе установки «Горизонт» нижние зеркала имеют покрытие из природного никеля ($m=1$), а верхние и боковые — суперзеркала с $m=2$. Расчет спектра методом Монте-Карло позволяет учесть эти особенности и получить результаты, более близкие к реальным.

Расчеты методом Монте-Карло проводились с помощью программы «VITESS» (Virtual Instrumentation Tool for European Spallation Source) [87], разработанной для моделирования нейтронографических установок на импульсном источнике ESS. Данная программа позволяет моделировать работу нейтронографических установок, причем с источниками нейтронов как импульсного, так и непрерывного действия. Спектр источника, длительность и форма импульса тепловых нейтронов задается пользователем. Координата точки вылета нейтрона из замедлителя, углы вылета, скорость и поляризация нейтронам разыгрываются генератором псевдослучайных чисел. Программа прошла апробацию при проектировании нейтронографических установок [87, 88], в частности МУРН-спектрометров [89, 90, 91] и зеркальных нейтроноводов [92].

В модели для расчета спектра нейтронов на выходе из нейтроновода и расходимости падающего на образец пучка использовался источник непрерывного действия со спектром, соответствующим экспериментальному спектру ИН-06. Плотность потока нейтронов на поверхности замедлителя в расчетах была задана $\sim 10^{13}$ н · см⁻¹ · с⁻¹ (в телесный угол 2π при площади поверхности замедлителя 200x200 мм²), т.к. данная величина соответствует ожидаемой плотности потока нейтронов на поверхности замедлителя при проектной мощности ускорителя [83]. Для экономии времени численного эксперимента диапазон углов вылета нейтронов из замедлителя был ограничен максимальным углом, при котором нейтрон, вылетевший с поверхности замедлителя, может попасть во входное окно нейтроновода. В программе «VITESS» предусмотрено моделирование нейтроноводов, изогнутых только в горизонтальной плоскости. Поэтому в модели установки «Горизонт» плоскость рассеяния горизонтальная. Соответственно, нейтроновод также изогнут в горизонтальной плоскости. Влияние гравитации не учитывалось. Чтобы оценить влияние

гравитации на спектр нейтронов, прошедших через нейтроновод, была создана модель с прямым нейтроноводом, аналогичным изогнутому. Различие между спектрами, вызванное гравитацией, находится пределах погрешности (см. рис. 3.3).

На рис. 3.4 приведен расчетный спектр нейтронов на выходе из нейтроновода и, для сравнения, спектр нейтронов на таком же расстоянии от источника без нейтроновода, а на рис. 3.2 — коэффициенты увеличения плотности потока нейтронов за счет применения нейтроновода, рассчитанные по формулам (1.9-1.10) и методом Монте-Карло. На выходе нейтроновода спектр нейтронов имеет максимум при $1,75 \text{ \AA}$. Увеличение плотности потока нейтронов нейтроноводом составляет для данной длины волны 2, а для нейтронов с длиной волны более 4 \AA — 5 [93].

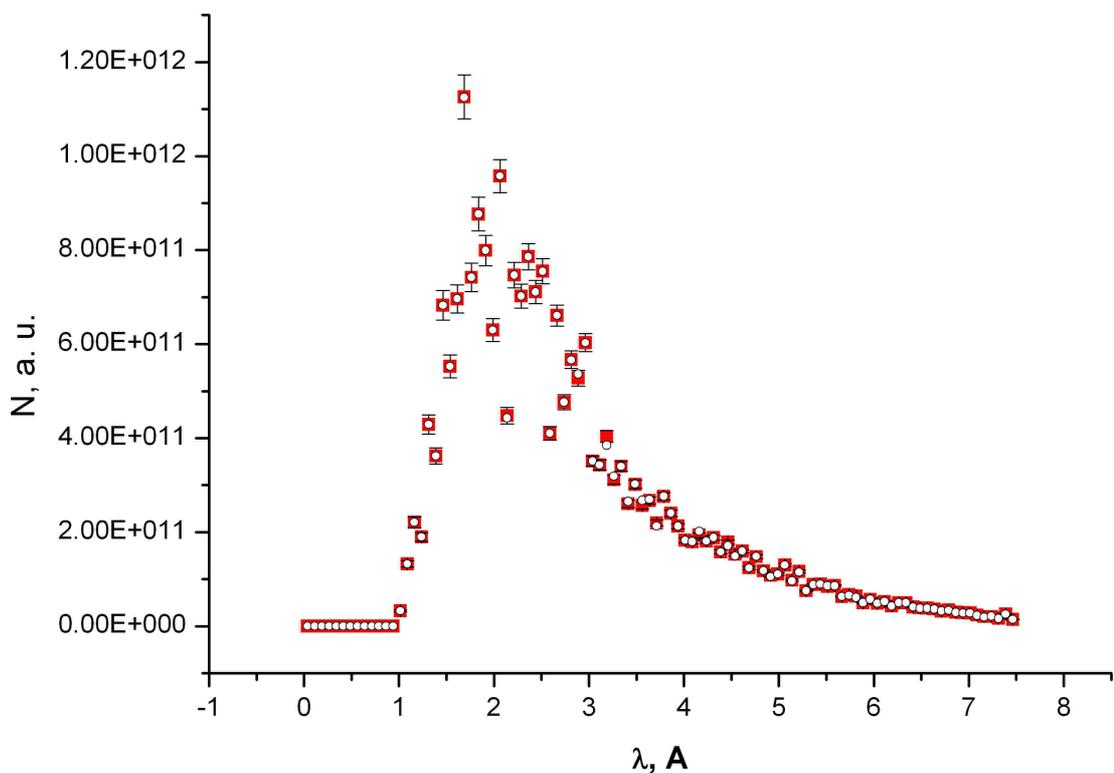


Рис. 3.3. Спектры нейтронов на выходе из прямого зеркального нейтроновода с учетом (○) и без учета (■) гравитации.

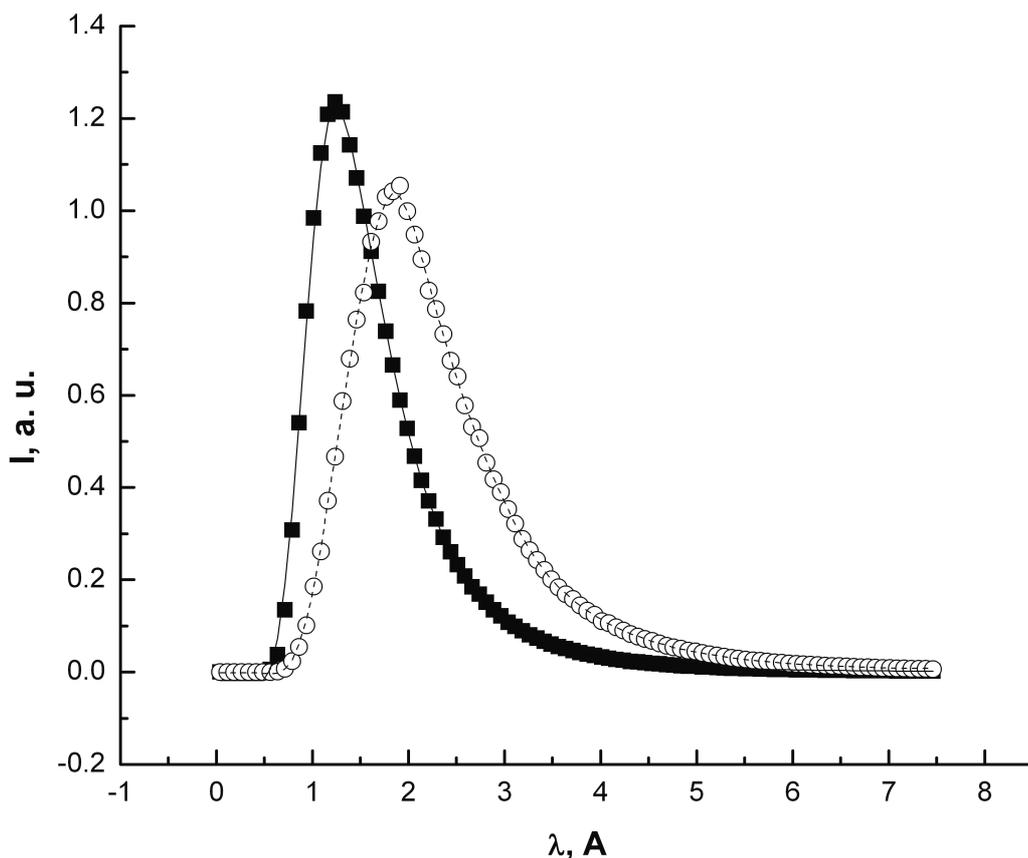


Рис. 3.4. Расчетный спектр нейтронов на выходе из нейтронного волновода (o) и спектр нейтронов на таком же расстоянии от источника без нейтронного волновода (■) [93].

На рис. 3.5 и 3.6 приведены угловые распределения нейтронов непосредственно на выходе из нейтронного волновода в вертикальной и горизонтальной плоскостях, соответственно. Расходимость пучка нейтронов составляет $0,5^\circ$ в вертикальной и $0,9^\circ$ в горизонтальной плоскости. Для измерений в диапазоне переданного импульса $Q > 0,1 \text{ \AA}$, что соответствует углам рассеяния $> 5^\circ$, данная расходимость позволяет достичь разрешения в пределах 10-20%. Для измерений при меньших Q , т. е. при меньших углах рассеяния, необходимо дополнительно коллимировать пучок. Для этого в конструкции установки предусмотрены два механизированных щелевых устройства. На рис. 3.7 приведен профиль пучка нейтронов на выходе из нейтронного волновода по вертикали. Наблюдается концентрация нейтронов у внешней стенки нейтронного волновода при симметричном угловом распределении, что свойственно изогнутым зеркальным нейтронным волноводам [94-96]. На рис. 3.8 приведен аналогичный профиль пучка в вертикальной плоскости.

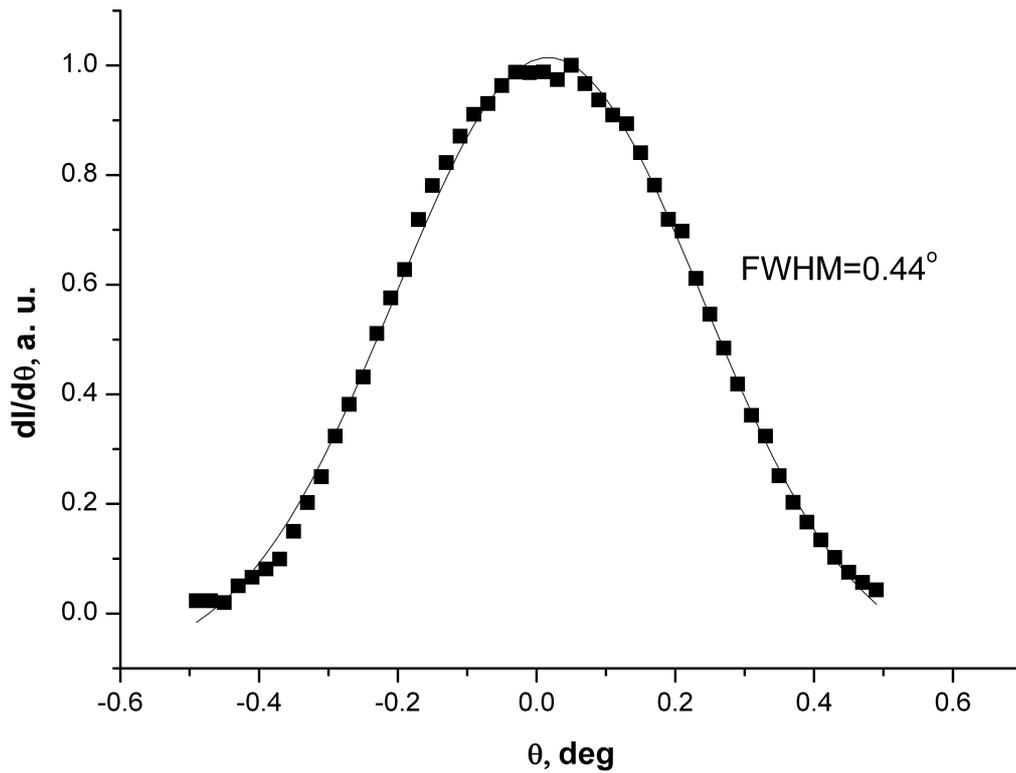


Рис. 3.5. Угловое распределение нейтронов на выходе из нейтроновода в вертикальной плоскости [93].

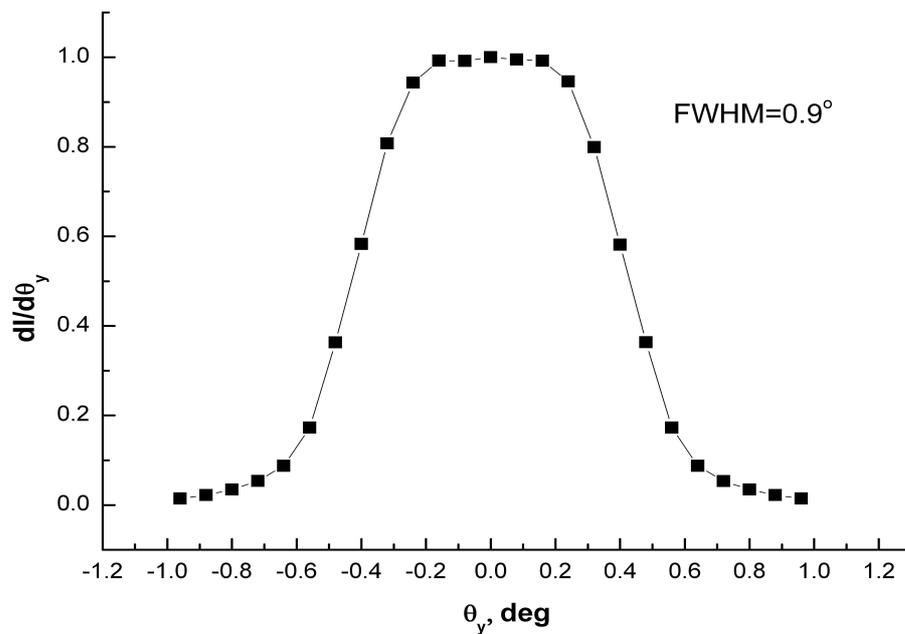


Рис. 3.6. Угловое распределение нейтронов на выходе из нейтроновода в горизонтальной плоскости [93].

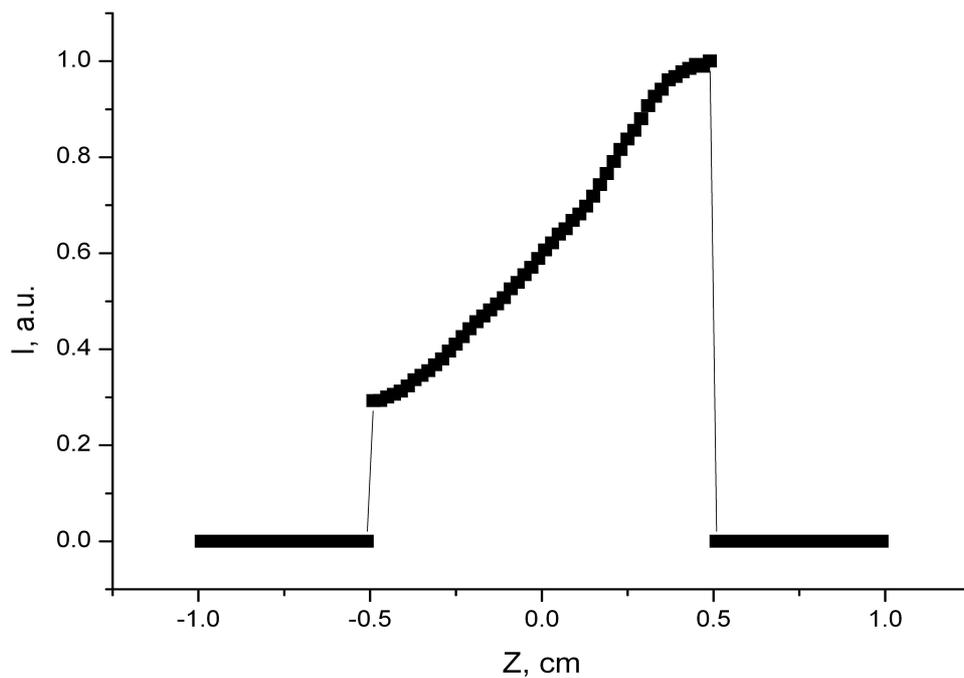


Рис. 3.7. Профиль пучка нейтронов на выходе из нейтроновода по вертикали [93].

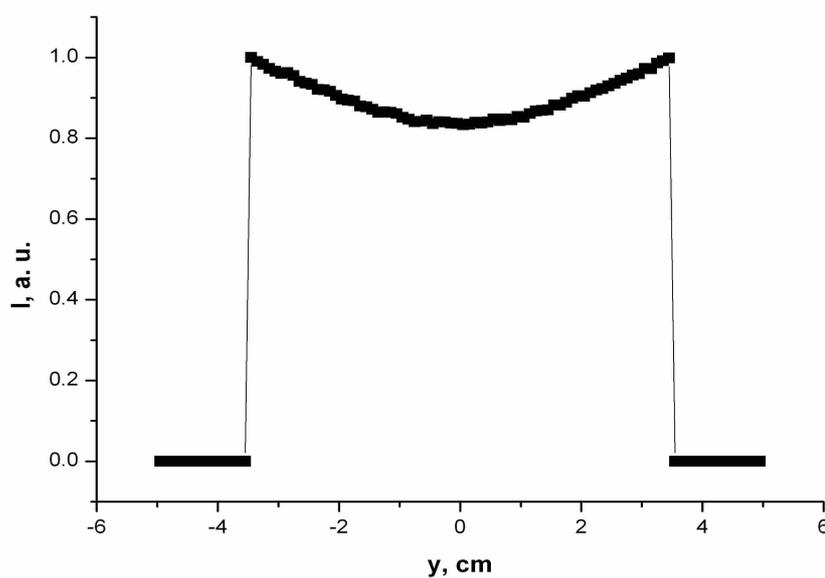


Рис. 3.8. Профиль пучка нейтронов на выходе из нейтроновода по горизонтали [93].

3.2. Рабочий диапазон переданного импульса нейтронов.

Рабочий диапазон переданного импульса нейтронов ограничен максимальной длиной волны и минимальным углом рассеяния снизу, и, соответственно, минимальной длиной волны и максимальным углом рассеяния сверху. Ограничение на максимальную длину волны для данной установки определяется следующими факторами:

1) частотой импульсов источника

$$\lambda_{max} = \frac{h}{m_n \cdot L \cdot f} \quad (3.1)$$

2) где $L=18,5$ м — длина пролетной базы (расстояние от поверхности замедлителя до детектора), f - частота нейтронных импульсов, m_n — масса нейтрона.

3) рассеянием в воздухе и на окнах

4) фоном в области детектора

Согласно (3.1), при частоте импульсов 25 Гц максимальная длина волны нейтронов, которые достигают детектора до следующего импульса нейтронов, составляет 8,4 Å. При частоте 50 Гц максимальная длина волны составляет 4,2 Å.

Минимальная длина волны нейтронов ограничена пропускной способностью нейтроновода. Исходя из расчетного спектра, можно определить минимальную длину волны нейтрона ~ 1 Å. На рис. 3.11. приведен пример возможного экспериментального спектра. Исходя из расчетного спектра нейтронов в пучке, падающем на образец, и экспериментальных спектров МУРН на сплаве 40ХНЮ с твердостью 58 по Роквеллу, измеренных на установке KWS-2 (см. гл.5), рассчитаны ожидаемые спектры МУРН для установки «Горизонт». Из графиков следует, что при длинах волн менее 1,75 Å, интенсивность рассеяния резко убывает при увеличении переданного импульса, поэтому проводить измерения при длинах волн падающих нейтронов менее 1,75 Å, не рационально. Поэтому при расчетах диапазонов переданного импульса за минимальную длину волны нейтрона была принята величина 1,75 Å.

Минимальное значение переданного импульса определяется минимальным углом рассеяния и максимальной длиной волны нейтрона, при которых возможно

проводить измерения. Минимальный угол рассеяния определяется угловым размером первичного пучка, т. к. в области пересечения первичным пучком плоскости детектора проводить измерения невозможно, из-за большого, по сравнению с рассеянным, потока нейтронов. При размере падающего на образец пучка по вертикали 1 см — максимально возможном, и расходимости 1 мрад, размер прямого пучка в области детектора должен составлять 14 мм. Примем расстояние от оси прямого пучка до границы чувствительной области детектора 10 мм, как минимально допустимое. Следовательно, минимальный угол рассеяния составляет $0,13^\circ$. Примем угол рассеяния $0,13^\circ$ как минимально допустимый. Таким образом, при максимально возможной длине волны нейтрона 9 \AA минимально возможный переданный импульс нейтрона равен $0,003 \text{ \AA}^{-1}$ [93].

Максимально возможный переданный импульс определяется максимальным углом рассеяния нейтронов, при котором возможно детектирование, и минимальной длиной волны нейтрона. Для данной установки это 12° и $1,75 \text{ \AA}$. Следовательно, максимальный переданный импульс — $0,75 \text{ \AA}^{-1}$ [93].

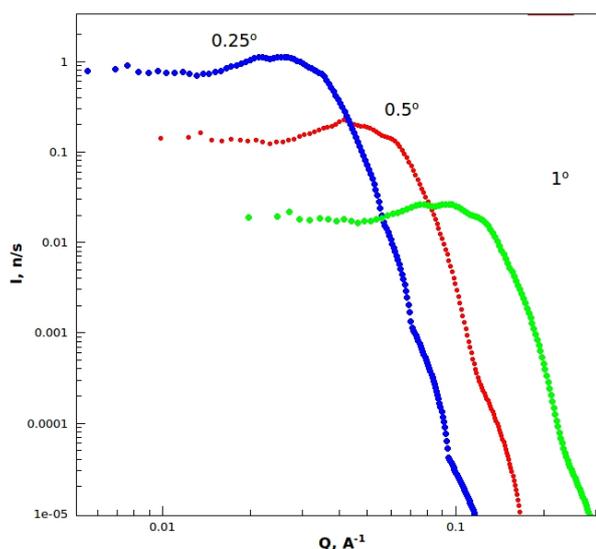


Рис. 3.11. Спектр МУРН сплавом 40XНЮ. Ожидаемые экспериментальные спектры при углах рассеяния $0,25^\circ$, $0,5^\circ$ и 1° .

С помощью программы «VITESS» были проведены численные эксперименты в которых были получены возможные рефлектометрические кривые при различных частотах повторения импульсов [97]. В качестве образца была выбрана поверхность

тяжелой воды. Полученные времяпролетные спектры приведены на рис. 3.12. Из данных спектров следует, что при частоте 50 Гц неизбежны наложения на импульс холодных нейтронов от предыдущего импульса. Избежать наложения можно следующими способами:

- а) выбрать частоту протонных импульсов 25 Гц,
- б) при частоте 50 Гц использовать отклоняющее зеркало, перекрывающее пучок — нежелательные длинноволновые нейтроны отразятся, а все остальные пройдут сквозь зеркало. Подобное зеркало применяется на рефлектометре AMOR на источнике SINQ в PSI, Швейцария [34].
- в) установить в мишенном боксе прерыватель (чоппер), производящий импульсы с частотой 25 Гц.

Последний способ является наиболее выгодным, т. к. позволит другим установкам работать при частоте 50 и 100 Гц, таким образом повышая скорость измерений. Также из данных спектров можно оценить максимальную загрузку детектора. В модели была задана плотность потока нейтронов с поверхности замедлителя 10^{13} н*с⁻¹*см⁻², полученная интенсивность нейтронов, отраженных образцом составляет $4,4 \times 10^5$ н/с (при ширине образца 70 мм и длине 100 мм, т. е. достаточной, чтобы отразить весь пучок). Таким образом, для установки «Горизонт» необходим детектор с максимальной интегральной загрузкой $\sim 10^5$ н/с.

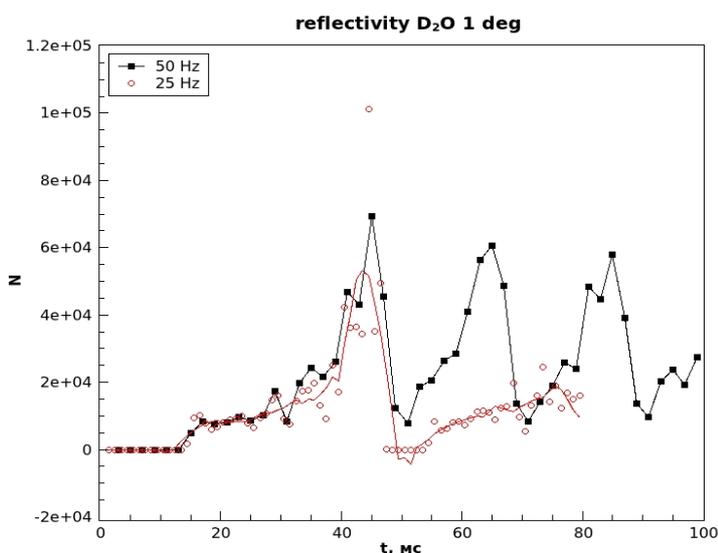


Рис. 3.12. Времяпролетный спектр отраженных от поверхности тяжелой воды нейтронов, полученный методом Монте-Карло. Приводятся частоты 25 Гц (-o-) и 50 Гц (-■-).

Благодаря изогнутому нейтроноводу возможно проводить измерения при λ до 9 Å (при 25 Гц), т. к. в промежутки времени между рождением нейтронов в мишени до прихода на образец нейтронов с $\lambda > 1$ Å возможно проводить измерения на длинноволновых нейтронах от предыдущего импульса. Как видно из рис. 3.12, часть спектра нейтронов от следующего импульса, которые могут быть отражены образцом, начинается только через 10 мс после импульса. Таким образом, рабочий диапазон длин волн находится в интервале 1,75-9 Å.

3.3. Расчет выведения нейтронов из пучка за счет рассеяния и поглощения атомами воздуха на участке образец-детектор.

Возможны три процесса, приводящих к выведению нейтронов из пучка: некогерентное рассеяние на атомах с сечением σ_i , когерентное рассеяние на флуктуациях плотности с сечением σ_c , и поглощение с сечением σ_a . Первые два слагаемые можно считать константами в рабочем диапазоне длин волн нейтрона, а поглощение пропорционально длине волны нейтрона. Зависимость потерь от длины волны нейтрона и длины невакуумной части установки l

$$S(\lambda) = (1 - \exp(-\Sigma(\lambda)l)) \quad (3.2)$$

где $\Sigma(\lambda) = N(\sigma_a \frac{\lambda}{1,8 \text{ Å}} + \sigma_i + \sigma_c)$ - макроскопическое сечение рассеяния,

N - концентрация атомов

Исходя из табличных значений для нейтронов с длиной волны 1,8 Å, была рассчитана зависимость потерь нейтронного пучка за счет рассеяния и поглощения атомами азота на участках источник-нейтронвод и нейтронвод-образец. Потери растут с длиной волны практически линейно от 40% при 1,8 Å до 50% при 9 Å (при вакуумировании участка образец-детектор). Благодаря вакуумируемой трубе потери могут быть снижены на 12-15%. Потери нейтронов на участке образец-детектор, при использовании вместо вакуумируемой трубы заполненной аргоном при атмосферном давлении не превышают 5% (при 9 Å). Следовательно, заполненная аргоном труба может применяться вместо вакуумируемой. Преимущества заполненной аргоном

трубы перед вакуумируемой были перечислены в предыдущей главе.

3.4. Разрешение установки.

Разрешение рефлектометра, как и малоуглового спектрометра, по переданному импульсу определяется соотношением [27, 56]:

$$\frac{\Delta Q}{Q}(\theta, \lambda) = \sqrt{\left(\frac{\Delta \lambda}{\lambda}\right)^2 + \frac{\Delta \theta_0^2 + \Delta \theta_s^2}{\theta^2}} \quad (3.3)$$

$$\text{где } \Delta \lambda / \lambda = \frac{\sqrt{\tau_p^2 + \tau_{mod}^2 + \Delta t_d^2}}{T_F}$$

т. е. равна относительной погрешности определения времени пролета T_F , которая определяется длительностью протонного импульса τ_p , временем замедления нейтрона в замедлителе источника τ_{mod} и временным разрешением детектора нейтронов Δt_d .

$\Delta \theta_0$ — расходимость падающего на образец пучка $\Delta \theta_s$, — для рефлектометрии — расходимость отраженного пучка, вызванная шероховатостями образца, а для малоуглового рассеяния и незеркальной рефлектометрии $\Delta \theta_s = \frac{\sqrt{s^2 + d^2}}{L}$, где s и d — размеры образца и координатного разрешения детектора, а L — расстояние от образца до детектора.

3.4.1. Оценка длительности нейтронного импульса.

Оценка длительности тепловой части нейтронного импульса $(\tau_p^2 + \tau_{mod}^2)^{1/2}$ в (3.3) может быть получена из ширины дифракционных пиков. Для оценки была выбрана дифрактограмма порошка синтетического алмаза (карбонадо), измеренная на блоке дифракции обратного рассеяния установки МНС, на II канале источника ИН-06 (рис. 3.13) [98]. Данные измерения проводились одновременно с измерениями на установке «Горизонт». Ширина на полувысоте дифракционных пиков, соответствующих длине

волны нейтрона $1,8 \text{ \AA}$, составляет приблизительно 130 мкс. Так как разрешение блока дифракции обратного рассеяния МНС составляет 0,3-0,5 % [99], его вкладом в уширение пиков можно пренебречь. Следовательно, ширина импульса тепловых нейтронов составляет примерно 130 мкс при длительности протонного импульса 90 мкс (данное значение получено из ширины пика, соответствующего быстрым нейтронам, который наблюдается на спектрах, измеренных на установках МНС и «Кристалл») Полученная величина согласуется с результатами [100]. Согласно экспериментальным данным этой работы, длительность импульса нейтронов с энергией 20 мэВ для водяного замедлителя толщиной 5 см составляет 75 мкс (для электронного ускорителя с длительностью импульса быстрых нейтронов ~ 20 мкс). Следовательно, вклад в погрешность измерения переданного импульса, обусловленный шириной вспышки и временем замедления, не превышает 1% (при длительности протонного импульса 90 мкс). Следует отметить, что относительная погрешность определения времени пролета практически не зависит от энергии нейтрона, т. к. ширина импульса для выбранной длины волны нейтрона растет как $\sim \lambda$ [99, 100] (т. е. $\Delta\lambda \sim \lambda$, $\Delta\lambda/\lambda \sim const$). Для данной установки основной вклад в разрешение по переданному импульсу вносит расходимость падающего на образец пучка. Для измерения в режиме МУРН также критичен размер образца [27].

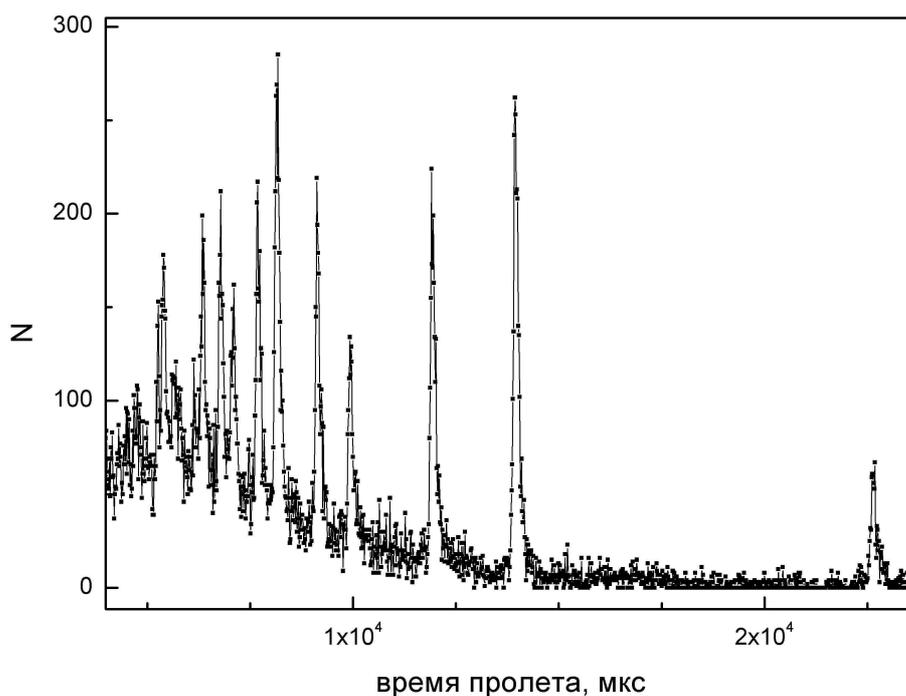


Рис. 3.13. Времяпролетный спектр рассеяния нейтронов на порошке синтетического алмаза (карбонадо), измеренный с помощью блока дифракции обратного рассеяния установки МНС, на II канале источника ИН-06 [98].

3.4.2. Расчет расходимости падающего на образец пучка.

Расходимость падающего на образец пучка определяется размерами коллимирующих щелей и их положением. Важным вопросом является выбор размера щелей и их расположения, чтобы обеспечить заданное разрешение установки. Также существует проблема выбора оптимальной конфигурации: уменьшение расходимости пучка ведет как к улучшению разрешения установки так и к потере интенсивности нейтронного пучка на образце, а также к уменьшению размера пучка, что неизбежно увеличивает время набора данных. Из модельных угловых распределений нейтронов в позиции образца были рассчитаны расходимости пучков для различных конфигураций коллимирующих щелей.

Была рассмотрена щелевая геометрия, которая применяется для нейтронной рефлектометрии: пучок, хорошо сколлимированный в плоскости рассеяния, и широкий в плоскости, перпендикулярной плоскости рассеяния. Для МУРН как правило применяется аксиально-симметричная геометрия, т.е. пучок с квадратным

сечением. Были проведены модельные расчеты следующих конфигураций:

- I. Режим рефлектометра — щели $0,2 \div 10$ мм по-вертикали и 70 мм по-горизонтали, расстояние от выхода нейтроновода до первой щели 639 мм, расстояние между щелями 1671 мм; данная конфигурация соответствует экспериментальной, использовавшейся во время испытаний.
- II. Щели 10 мм по-вертикали и $2 \div 10$ мм по-горизонтали, расстояние от выхода нейтроновода до первой щели 639 мм, расстояние между щелями 639 мм — для малоуглового рассеяния.
- III. Щели 10 мм, расстояние от выхода нейтроновода до первой щели 20 см, расстояние между щелями варьировалось в пределах 1-2 м.

На рис. 3.14 приведены угловые распределения падающего на образец пучка нейтронов в вертикальной плоскости, в режиме рефлектометра, при различной высоте щелей. Расходимость пучка в данной конфигурации в вертикальной плоскости составляет $0,2-0,01^\circ$ при высоте щелей от 10 до 0,2 мм соответственно [101].

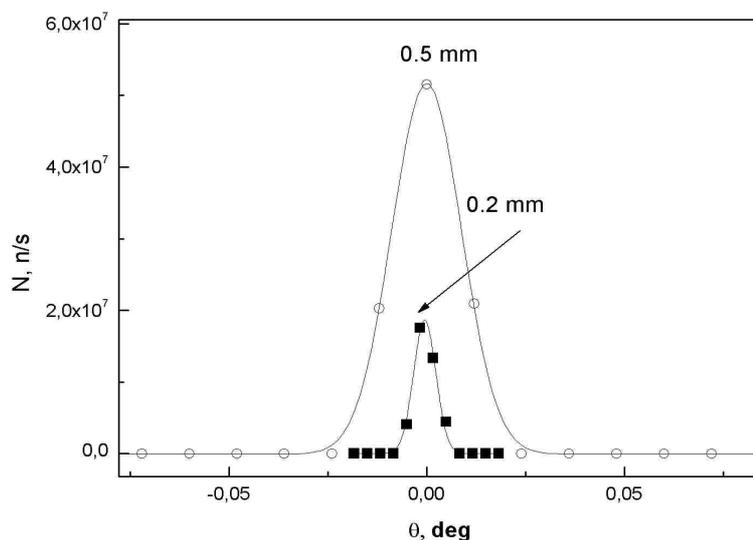


Рис. 3.14а. Угловое распределение нейтронов в пучке, падающем на образец в режиме рефлектометра (конфигурация I) при различной высоте щелей.

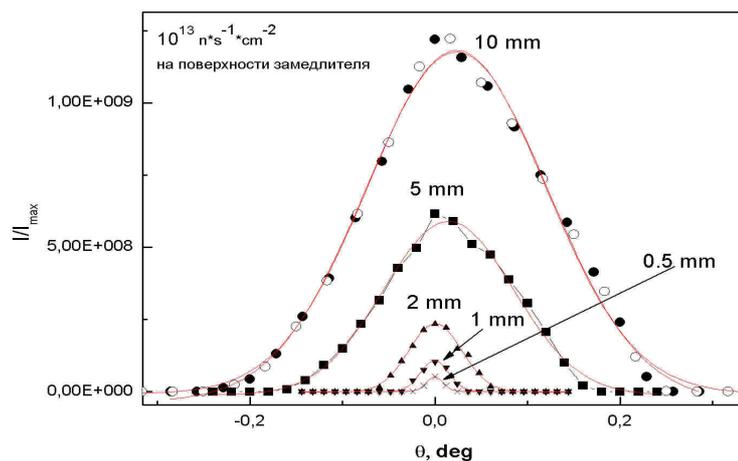


Рис. 3.14б. Угловое распределение нейтронов в пучке, падающем на образец в режиме рефлектометра (конфигурация I) при различной высоте щелей.

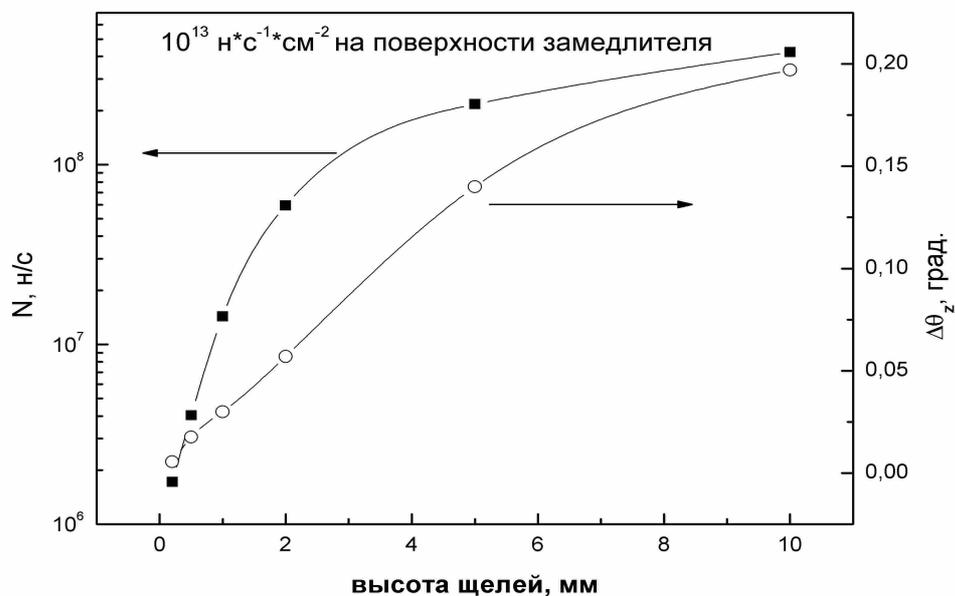


Рис. 3.15. Расходимость пучка в вертикальной плоскости и интенсивность как функция высоты щелей. Расстояние от выхода нейтроновода до первой щели 639 мм, расстояние между щелями 1671 мм [97].

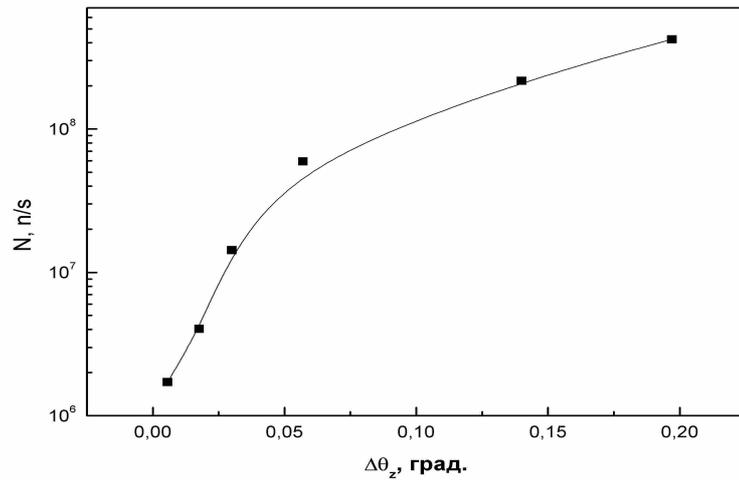


Рис. 3.16. Зависимость интенсивности от расходимости пучка в вертикальной плоскости [97].

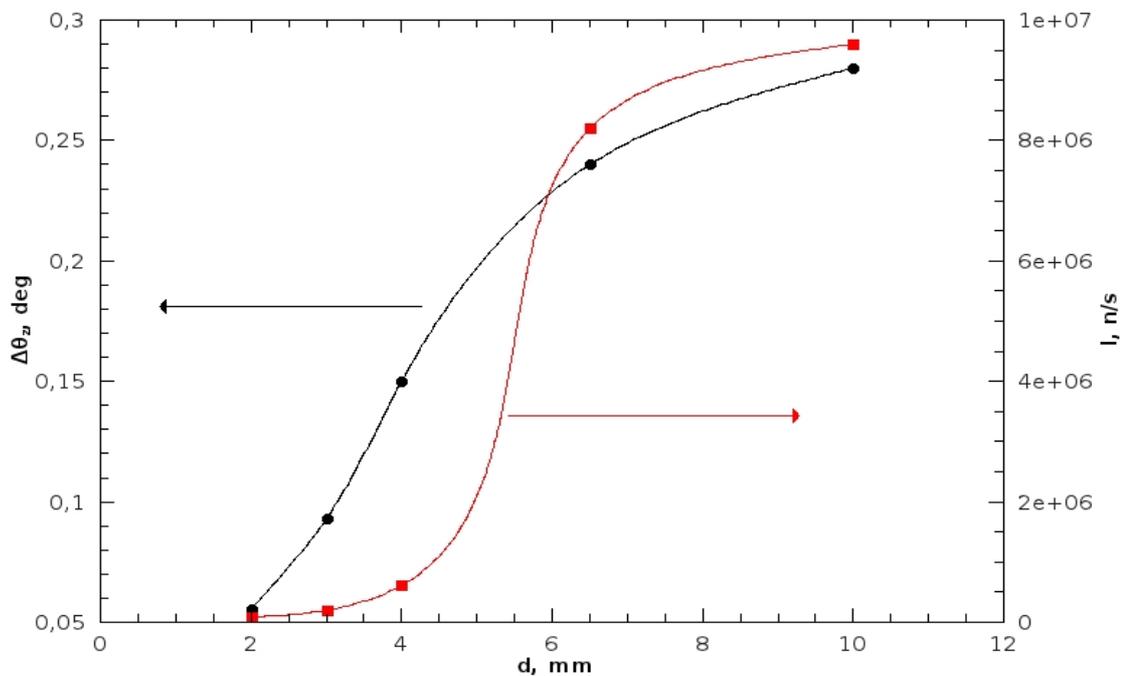


Рис. 3.17. Расходимость пучка в горизонтальной плоскости и интенсивность как функция ширины щелей [97].

На рис. 3.15, 3.16 и 3.17 приведены зависимости расходимости пучка и интенсивности от ширины щелей в вертикальной и горизонтальной плоскостях соответственно. На рис. 3.18 представлены двумерные профили пучков на расстоянии 5 м от 2-ой коллимирующей щели при различных конфигурациях. В случае, если коллиматоры имеют в сечении квадрат, то при размерах щелей более 5 мм

расходимость в горизонтальной плоскости больше приблизительно в 1,5 раза чем в вертикальной. Это различие можно объяснить тем, что ширина канала нейтроновода составляет 7 см, а высота – 1 см. Поэтому, для измерений в режиме малоуглового спектрометра, целесообразно использовать прямоугольную конфигурацию коллимирующих щелей, например 10х6,5 мм (ширина и высота).

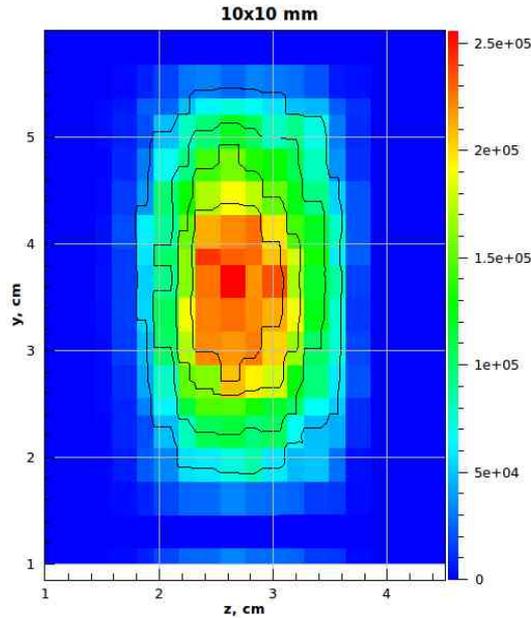


Рис. 3.18а. Двумерный профиль пучка нейтронов по вертикали на расстоянии 5 м от второй щели при размерах щелей 10х10 мм.

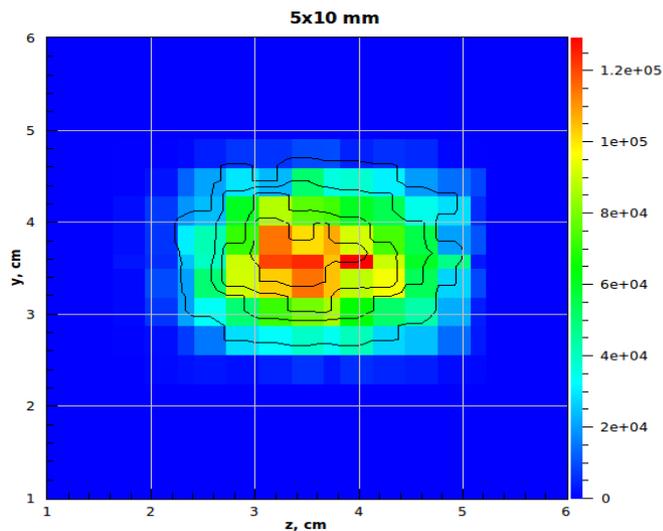


Рис. 3.18б. Двумерный профиль пучка нейтронов по вертикали на расстоянии 5 м от второй щели при размерах щелей 10х5 мм (высота и ширина).

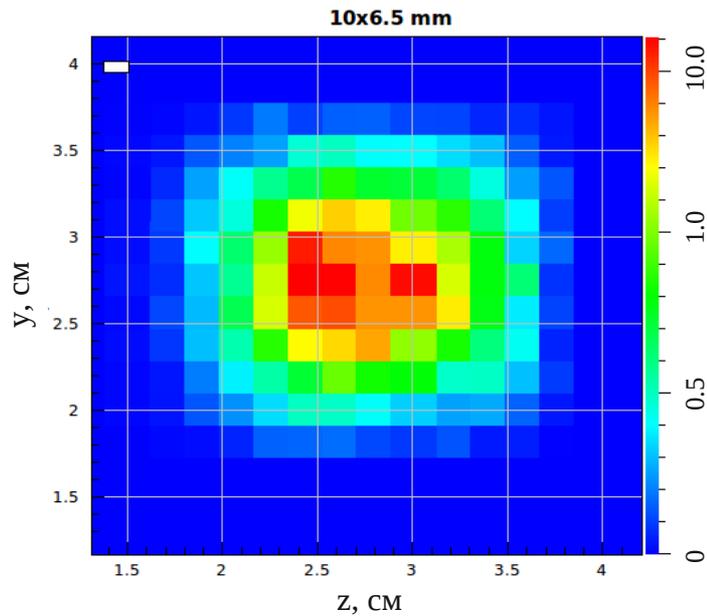


Рис. 3.18в. Двумерный профиль пучка нейтронов по вертикали на расстоянии 5 м от второй щели при размерах щелей 10х6,5 мм (высота и ширина).

На рис. 3.19 представлена зависимость расходимости пучка в вертикальной плоскости от расстояния между коллимирующими щелями. Расстояние первой щели от выходного окна нейтроновода неизменно и составляет 20 см. При удалении второй щели расходимость пучка уменьшается от $0,32^\circ$ при расстоянии между щелями 1 м до $0,22^\circ$ при расстоянии 2 м.

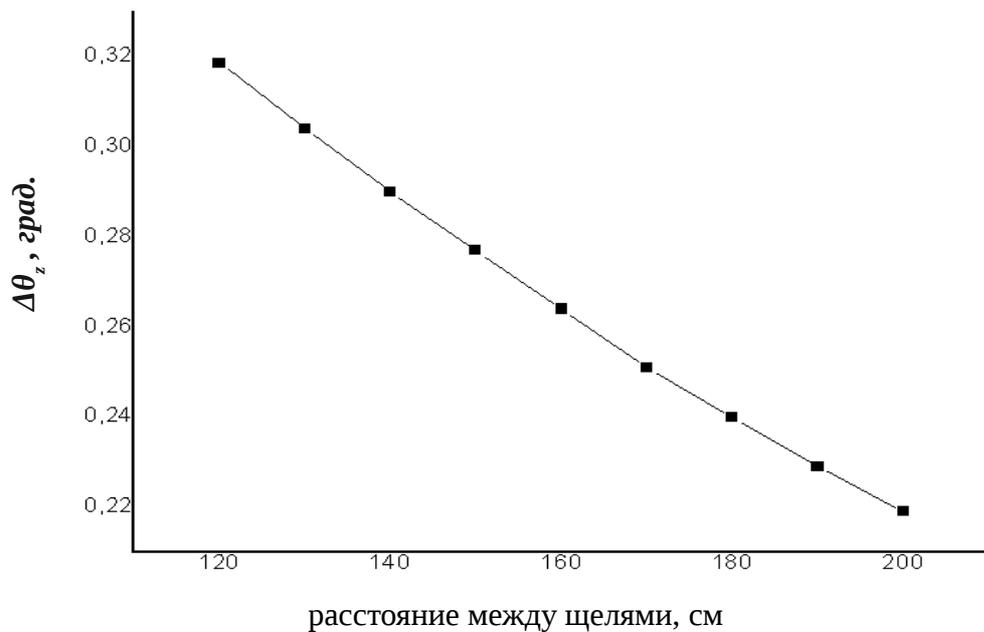


Рис. 3.19. Зависимость расходимости пучка в вертикальной плоскости от расстояния между щелями, первая щель находится на расстоянии 200 мм от выходного окна нейтроновода [97].

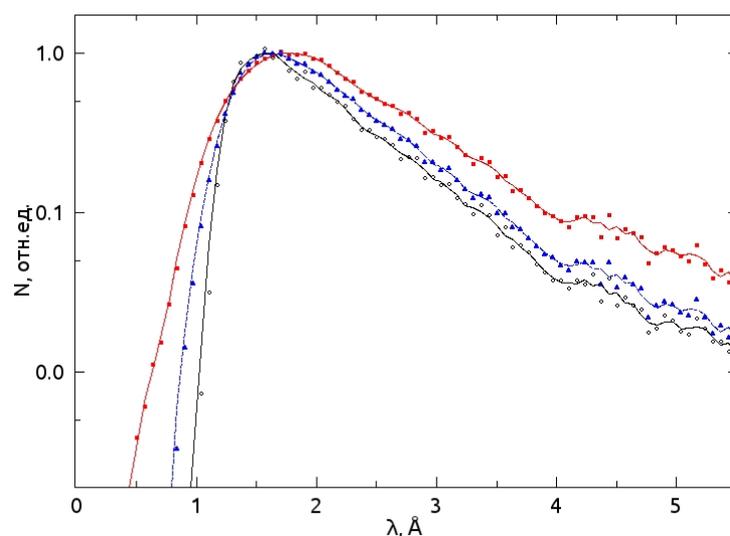


Рис. 3.20. Влияние коллимации на спектры нейтронов в позиции образца. Спектры на выходе нейтронновода, перед коллимирующими щелями (квадратики), в позиции образца при высоте щелей 2 мм (треугольники), и 1 мм — кружки [97].

На рис. 3.20 приводится пример влияния коллимации на спектр нейтронов — т. к. расходимость пучка на выходе из нейтронновода зависит от длины волны, длинноволновые нейтроны сконцентрированы преимущественно по краям пучка. Следовательно, коллимация удаляет эту длинноволновую часть.

3.5. Выбор оптимальной геометрии измерения в режиме МУРН-спектрометра.

Были рассмотрены зависимости разрешения установки по переданному импульсу нейтрона от угла рассеяния при различных соотношениях расходимости падающего на образец пучка, размеров образца и координатного разрешения детектора. С помощью (3.3) получены зависимости разрешения по переданному импульсу нейтрона от угла рассеяния (либо от угла падения для рефлектометрии). Относительная погрешность в измерения времени пролета была принята равной 1 %, что соответствует длительности тепловой части нейтронного импульса 130 мкс. Размер образца рассматривался в пределах 2-10 мм. Максимальный размер образца 10

мм обусловлен максимально возможным размером первичного пучка по вертикали (рассматривается только аксиально-симметричная геометрия МУРН). На рис. 3.21 представлены зависимости разрешения установки по переданному импульсу от угла рассеяния при различных координатных разрешениях детектора. Из графиков следует, что координатное разрешение ПЧД точнее 2 мм не приводит к существенному улучшению разрешения по переданному импульсу. При размерах образца 10×10 мм² достаточно координатного разрешения 4 мм. Следовательно, для данной установки рационально использовать ПЧД с координатным разрешением 2-3 мм. Повышение координатного разрешения приводит к уменьшению счета в каждой точке, следовательно требует большего времени измерения. Увеличения скорости счета можно достичь путем суммирования счета в нескольких соседних точках, при этом теряя разрешение по переданному импульсу.

На рис. 3.22-3.24 приведены зависимости разрешения установки от угла рассеяния при различных расходимостях падающего на образец пучка для образцов размерами 5, 10, и 2 мм, соответственно. При размере образца 5 мм и углах рассеяния больше $0,5^\circ$ уменьшение расходимости менее $0,03^\circ$ не приводит к существенному улучшению разрешения установки (рис. 3.22). При размере образца 10 мм уменьшение расходимости менее $0,1^\circ$ не приводит к существенному улучшению разрешения установки (рис. 3.23). Из приведенных на рис. 3.22 - 3.24 кривых следует, что при уменьшении расходимости падающего на образец пучка установки погрешность в определении переданного импульса уменьшается, однако при некотором значении расходимости, определяемым размерами образца, происходит насыщение, то есть с уменьшением расходимости погрешность перестает уменьшаться.

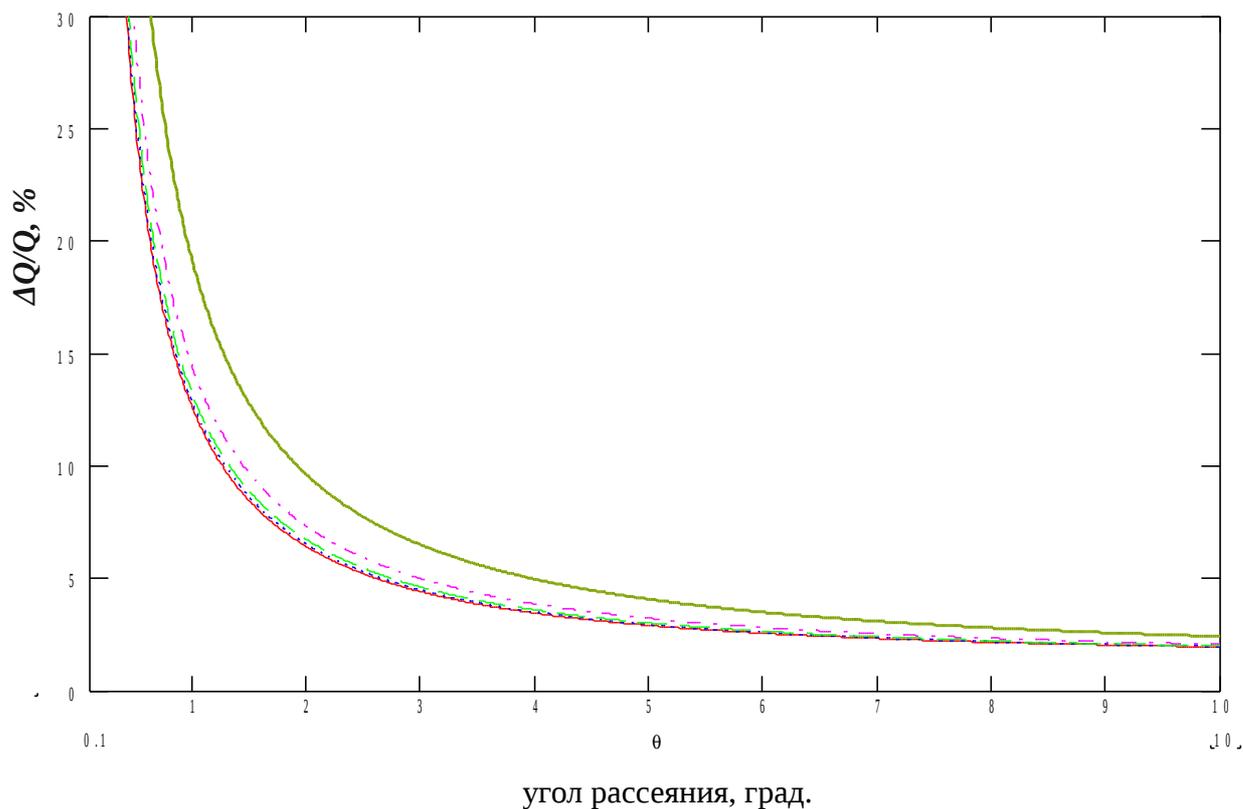


Рис. 3.21. Зависимости разрешения установки по переданному импульсу от угла рассеяния при координатном разрешении ПЧД 1 мм (красная сплошная), 2 мм (синие точки), 3 мм (пунктир), 4 мм (штрихпунктир), 10 мм (зеленая сплошная). Размеры образца — 5x5 мм, расходимость падающего на образец пучка — $0,1^\circ$.

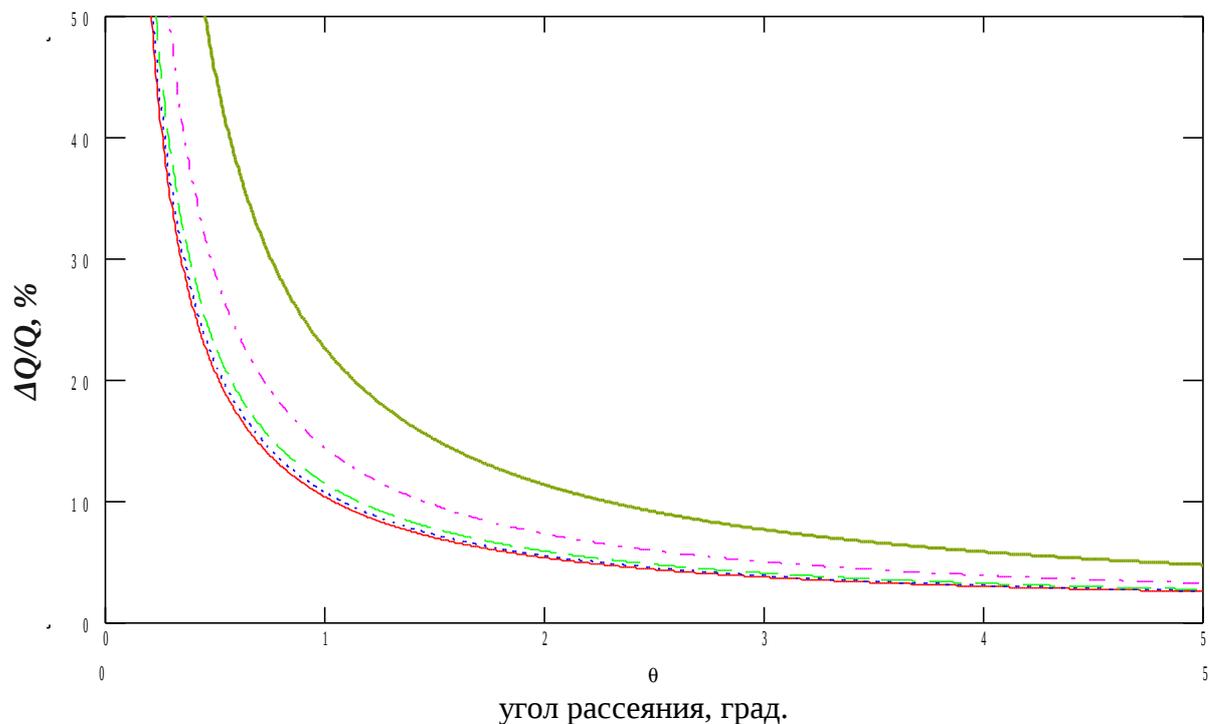


Рис. 3.22. Зависимости разрешения установки при расходимостях падающего на образец пучка $0,01^\circ$ (красная сплошная), $0,03^\circ$ (точки), $0,05^\circ$ (пунктир), $0,1^\circ$ (штрихпунктир) и $0,2^\circ$ (зеленая сплошная). Размер образца 5 мм, координатное разрешение детектора 2 мм.

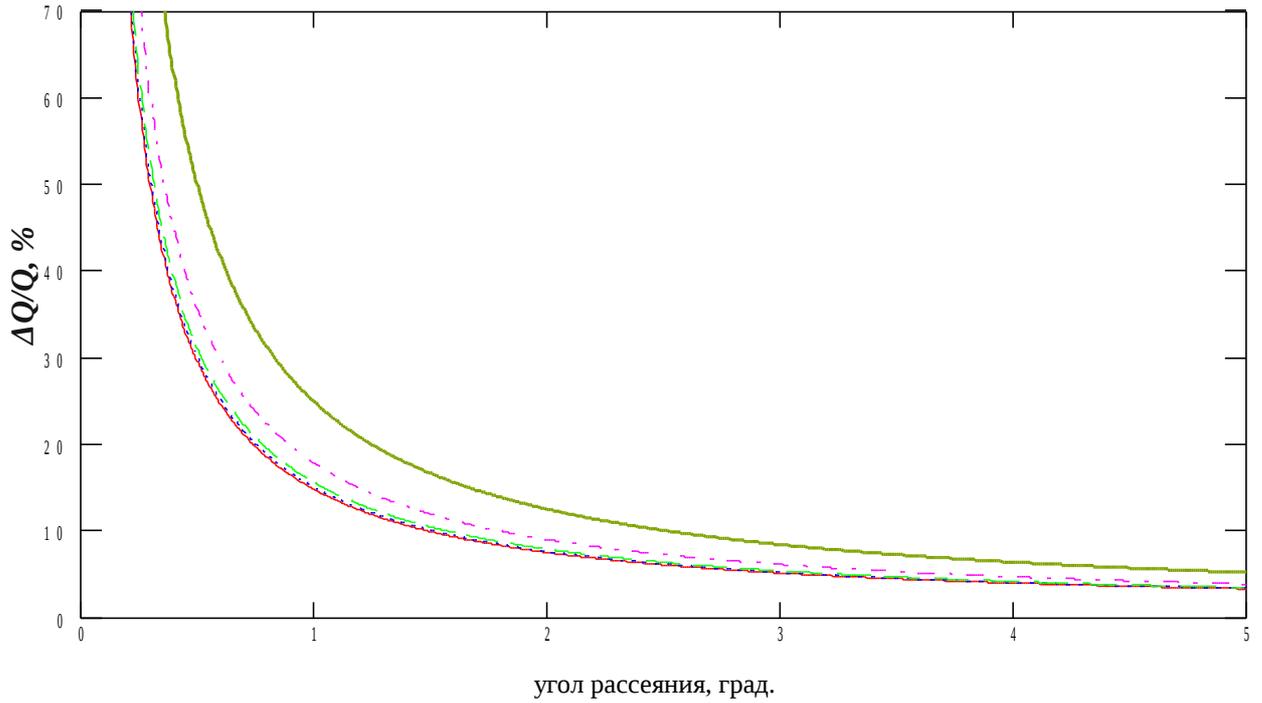


Рис. 3.23. Зависимости разрешения установки при расходимостях падающего на образец пучка $0,01^\circ$ (красная сплошная), $0,03^\circ$ (точки), $0,05^\circ$ (пунктир), $0,1^\circ$ (штрихпунктир) и $0,2^\circ$ (зеленая сплошная). Размер образца 10 мм, координатное разрешение детектора 2 мм.

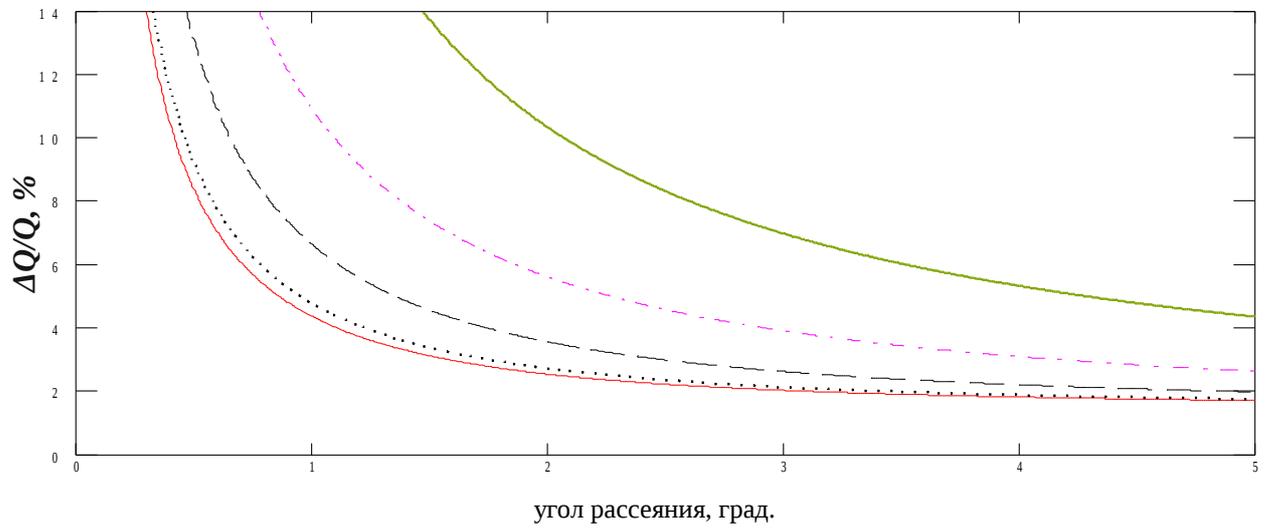


Рис. 3.24. Зависимости разрешения установки при расходимости падающего на образец пучка $0,005^\circ$ (красная сплошная), $0,02^\circ$ (точки), $0,05^\circ$ (пунктир), $0,1^\circ$ (штрихпунктир), $0,2^\circ$ (зеленая сплошная) Размер образца 2 мм, координатное разрешение детектора 2 мм.

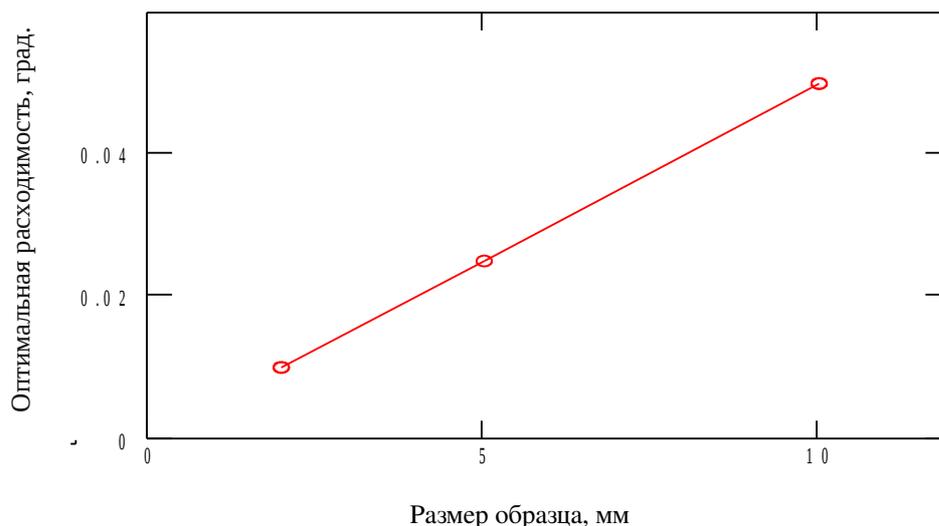


Рис. 3.25. Зависимость минимально допустимой расходимости, падающего на образец пучка от размеров образца.

На рис. 3.25 приведена зависимость от размеров образца расходимости падающего на образец пучка, которая позволяет получить минимальную погрешность определения переданного импульса. Дальнейшее уменьшение расходимости при данном размере образца не приведет к улучшению разрешения. Исходя из размеров образца, необходимо выбирать оптимальную расходимость, чтобы достичь максимального потока нейтронов на образце. Следовательно, разрешение установки по переданному импульсу в режиме МУРН-спектрометра определяется в основном размером образца [93].

Диаграмма, приведенная на рис. 3.26, предназначена для выбора режимов измерения спектров МУРН. Данная диаграмма получена из (1.9) и (1.10). Исходя из требуемого диапазона переданных импульсов и разрешения по переданному импульсу, можно выбрать необходимый угол обзора детектора (рассматривается конфигурация, изображенная на рис. 2.2а). Расчет проводился для ПЧД размером $200 \times 200 \text{ мм}^2$ с координатным разрешением 2 мм и падающего на образец пучка с расходимостью $0,05^\circ$. Например при угле обзора детектора 2° и максимальной длине волны нейтрона 9 \AA (частота повторения протонных импульсов 25 Гц) рабочий диапазон по переданным импульсам лежит в интервале $0,012\text{-}0,43 \text{ \AA}^{-1}$, а разрешение по переданному импульсу $\Delta Q/Q=4\text{-}14 \%$. При максимальной длине волны нейтрона 5

\AA , минимальный переданный импульс в этой же конфигурации равен $0,024 \text{ \AA}^{-1}$. Увеличение частоты повторения нейтронных импульсов до 50 Гц приводит к увеличению вдвое нижней границы рабочего диапазона переданного импульса. Однако, при этом интенсивность источника увеличивается в два раза. На рис. 3.27 приведены зависимости разрешения по переданному импульсу от минимального переданного импульса при расходимостях падающего на образец размером 4 мм пучка $0,02^\circ$ - $0,2^\circ$. Уменьшение нижней границы рабочего диапазона по переданному импульсу, требует уменьшения углов рассеяния нейтронов образцом, при которых ведется измерение, что неизбежно ведет к ухудшению разрешения по переданному импульсу.

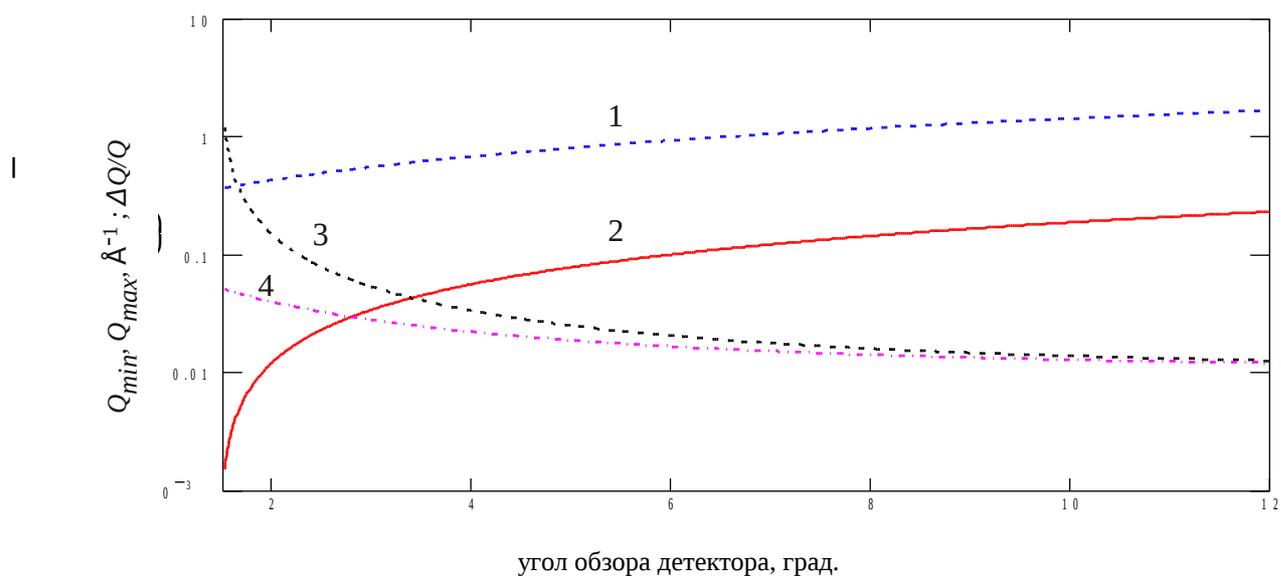


Рис. 3.26. Рабочий диапазон переданных импульсов и разрешение установки в режиме МУРН-спектрометра в зависимости от угла обзора ПЧД. 1 — верхняя граница диапазона переданных импульсов, 2 — нижняя граница при частоте нейтронных импульсов 25 Гц, 3 — разрешение при минимальном угле рассеяния нейтронов, 4 — при максимальном угле рассеяния нейтронов.

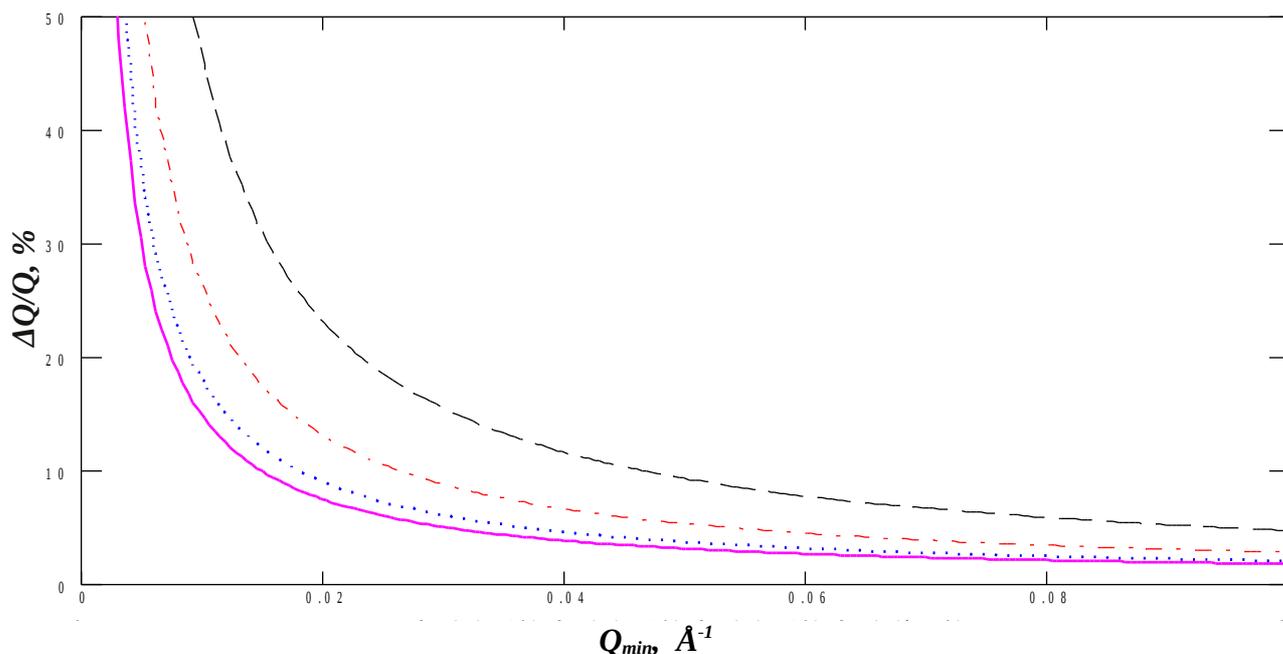


Рис. 3. 27. Зависимости разрешения установки от минимального переданного импульса при расходимостях пучка: $0,02^\circ$ (сплошная), $0,05^\circ$ (точки), $0,1^\circ$ (штрихпунктир), $0,2^\circ$ (пунктир).

3.6. Измерения в режиме рефлектометра

На рис. 3.28 приведена зависимость разрешения установки по переданному импульсу от угла падения пучка нейтронов на плоскость образца. Расчет был проведен для расходимости $0,05^\circ$, что соответствует высоте щелей 2 мм. Шероховатость образца не учитывалась. При угле падения $0,5^\circ$ разрешение по переданному импульсу составляет 10 %. Для уменьшения минимального переданного импульса необходимо уменьшать угол падения нейтронного пучка, разрешение установки при этом ухудшается (при неизменной расходимости). На рис. 3.29 приведены зависимости разрешения установки от минимального переданного импульса при расходимости $0,05^\circ$. Так при минимальном переданном импульсе $0,01 \text{ Å}^{-1}$ разрешение составляет 12%. На рис. 3.30 приведена диаграмма, позволяющая выбрать угол падения нейтронного пучка, исходя из требуемых диапазона переданного импульса и разрешения. При угле падения 1° рабочий диапазон по переданному импульсу лежит в интервале $0,024\text{-}0,125 \text{ Å}^{-1}$. Необходимо учесть, что поток падающих на образец нейтронов определяется соотношением $L/\sin \theta$ где L — длина образца, а θ — угол падения пучка на образец. Поскольку длина образцов, как

правило, не превышает 10 см, высота пучка, необходимая для облучения нейтронами всей поверхности образца, не превышает 2 мм. Поэтому при размерах образца в несколько сантиметров уменьшение угла падения будет неизбежно приводить к уменьшению интенсивности падающего на образец нейтронного потока.

3.7. Использование отклоняющего суперзеркала в режиме рефлектометра.

Пучок нейтронов падает на плоскость образца под углом $0,77^\circ$ к горизонтали. При данном угле максимальный возможный переданный импульс составляет $0,096 \text{ \AA}^{-1}$, а разрешение при расходимости пучка $0,05^\circ$ — 7%. Отклоняющее суперзеркало позволяет увеличить угол падения нейтронного пучка на образец, когда плоскость образца должна оставаться горизонтальной. Однако, отражательная способность любого суперзеркала резко падает при переданном импульсе, превышающем некоторое критическое значение Q_c . Зависимость отражательной способности R данного зеркала от переданного импульса приведена на рис. 2.8. Был проведен расчет зависимости максимального переданного импульса от угла падения нейтронного пучка на образец. За критический переданный импульс Q_c было принято значение, при котором $R(Q_c) = 0,5$. Максимальный переданный импульс ограничен двумя факторами: минимальной длиной волны нейтрона, отражаемой отклоняющим зеркалом при заданном угле, и минимальной длиной волны нейтрона на выходе из нейтроновода, которая была принята равной $\lambda_c = 1,75 \text{ \AA}$. Максимальное значение переданного импульса определялось из соотношения:

$$Q_{max} = \min \left\{ \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda_c}, \frac{4\pi \sin \theta_m}{\lambda_m} \right\}$$

где θ_m - угол падения нейтронного пучка на отклоняющее суперзеркало,

$\lambda_m = \frac{4\pi \sin \theta_m}{Q_c}$ - минимальная длина волны нейтрона, отражаемого зеркалом при

заданном угле θ_m , $\theta = 0,77^\circ + 2\theta_m$ - угол падения нейтронного пучка на горизонтальный образец, $\lambda_c = 1,8 \text{ \AA}$ — характерная длина волны нейтроновода.

Зависимость максимального и минимального значения переданного импульса от угла падения пучка нейтронов на образец в режиме рефлектометра с использованием отклоняющего суперзеркала представлена на рис. 3.31.

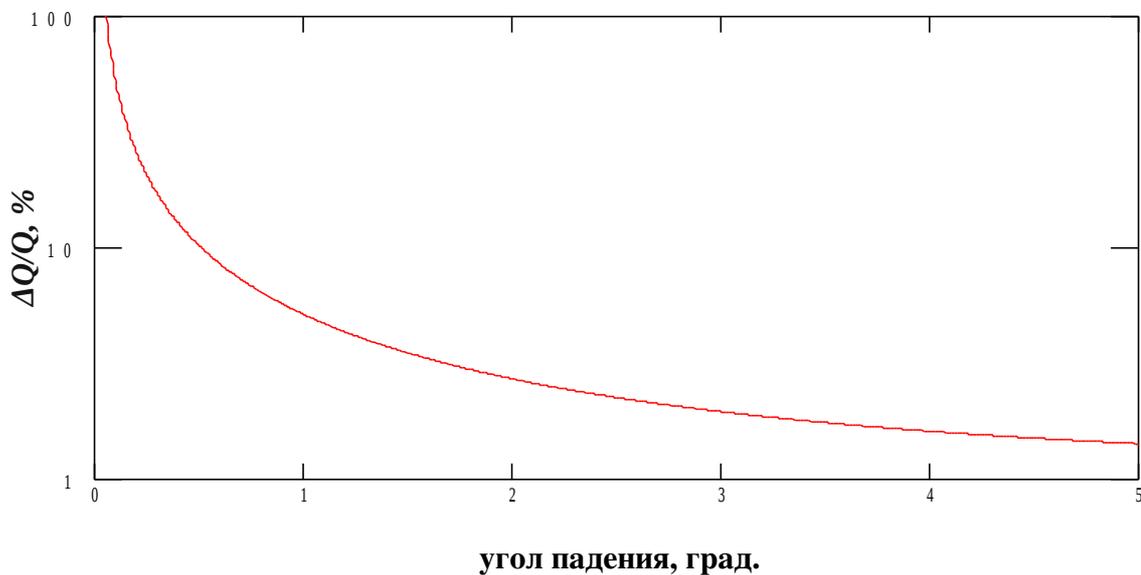


Рис. 3.28. Зависимость разрешения установки по переданному импульсу от угла падения пучка нейтронов на плоскость образца.

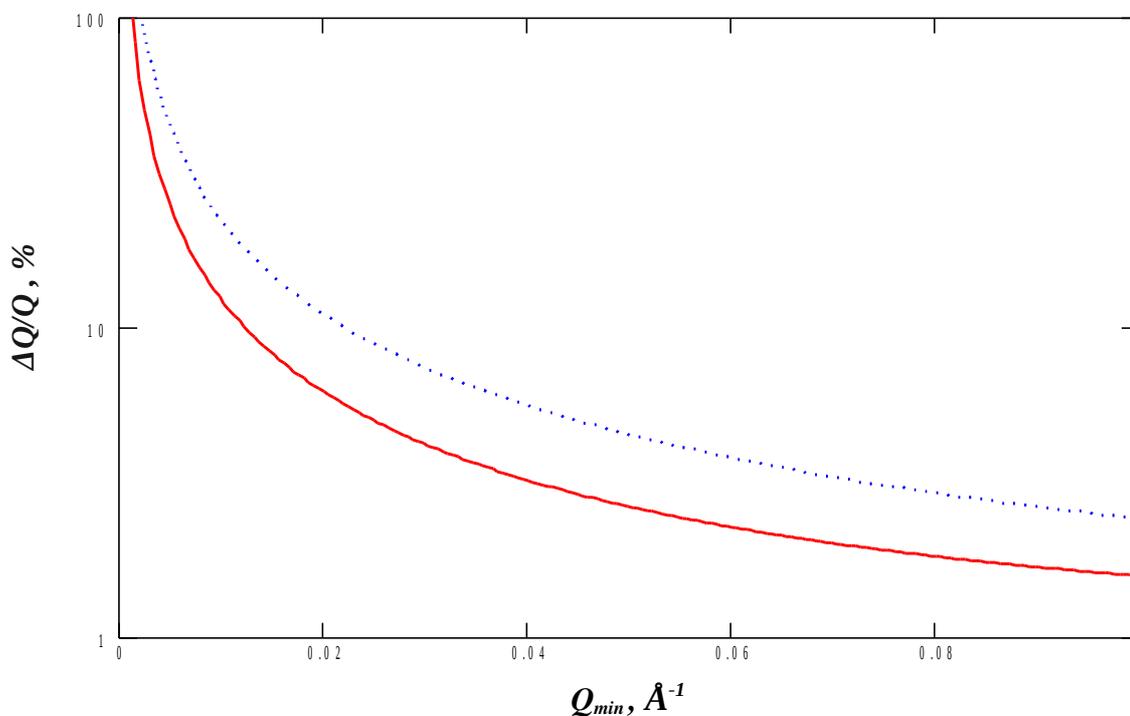


Рис. 2.29. Зависимость разрешения установки в режиме рефлектометра от минимального переданного импульса при частоте 25 Гц (сплошная) и 50 Гц (пунктир).

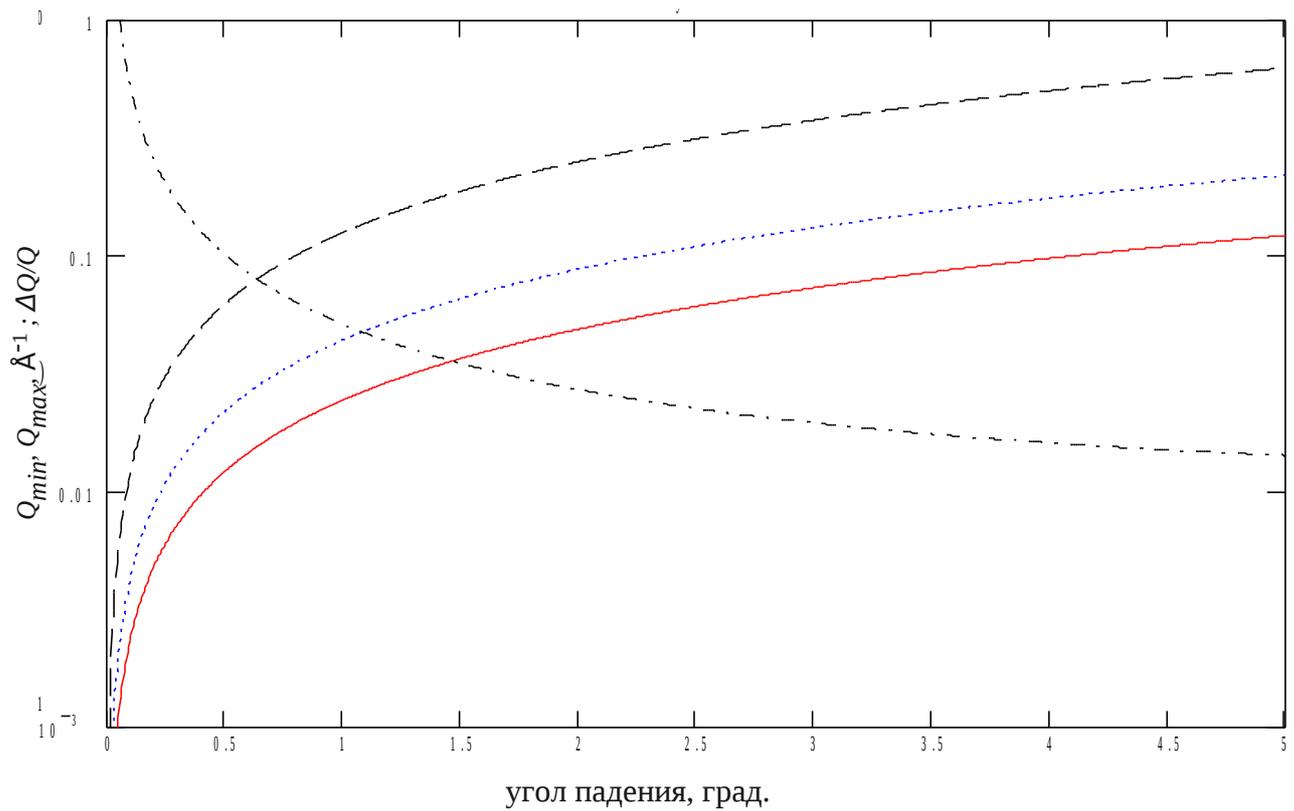


Рис. 3.30. Рабочий диапазон переданных импульсов (в \AA^{-1}) и разрешение установки в режиме рефлектометра в зависимости от угла падения пучка нейтронов на плоскость образца. Верхняя граница Q -диапазона обозначена пунктиром, нижняя граница — сплошной линией при частоте нейтронных импульсов 25 Гц и точками при частоте 50 Гц. Штрихпунктирной линией обозначено разрешение установки по переданному импульсу $\Delta Q/Q$.

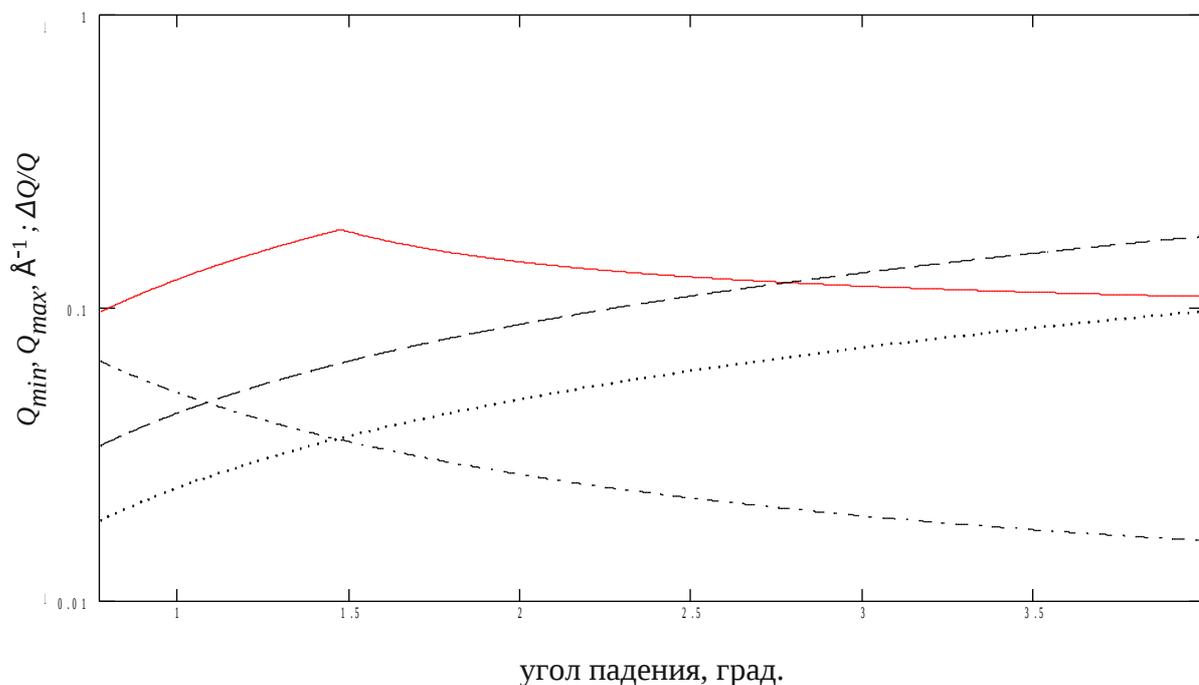


Рис. 3.31. Рабочий диапазон переданных импульсов (в \AA^{-1}) и разрешение установки в режиме рефлектометра в зависимости от угла падения пучка нейтронов на плоскость образца при использовании отклоняющего суперзеркала. Верхняя граница Q -диапазона обозначена сплошной линией, нижняя граница точками — при частоте нейтронных импульсов 25 Гц и пунктиром при частоте 50 Гц. Штрихпунктирной линией обозначено разрешение установки по переданному импульсу $\Delta Q/Q$.

Из рис. 3.30 и 3.31 следует, что использование отклоняющего суперзеркала позволяет увеличить угол падения пучка на образец до $1,5^\circ$, а максимальный переданный импульс до $0,18 \text{\AA}^{-1}$. Увеличение угла падения позволяет улучшать разрешение по Q при неизменной расходимости пучка (при расходимости $0,05^\circ$. с 7 % до 3,5%). Кроме того, увеличение угла падения приводит к пропорциональному увеличению потока падающих на образец нейтронов. При углах падения нейтронного пучка на образец превышающих $1,5^\circ$ диапазон переданных импульсов уменьшается. Поэтому проводить измерения при углах падения нейтронного пучка на образец более $1,5^\circ$ нерационально.

3.8. Интенсивность пучка нейтронов на образце.

Расчетная интенсивность источника ИН-06 с существующей сейчас мишенью, при энергии 600 МэВ и среднем протонном токе 250 мкА, составляет $2,4 \times 10^{12}$ нейтрон $\text{см}^{-2} \text{с}^{-1}$ (на поверхности замедлителя площадью $200 \times 200 \text{ мм}^2$) [83]. При данной интенсивности источника плотность потока нейтронов на выходе из нейтроновода должна составлять $1,2 \times 10^7$ нейтрон $\text{см}^{-2} \text{с}^{-1}$. В настоящее время линейный ускоритель может производить пучки протонов с энергией 209 МэВ и средним протонным током 100 мкА. Выход нейтронов из мишени на 1 протон может быть рассчитан по формуле из [103]

$$\Phi_n / \Phi_p = 10^{-4} (E - 120 \text{ МэВ}) (A + 20) \quad (3.5),$$

где E — энергия протонов в МэВ, A — относительная атомная масса ядра мишени.

При данной энергии протонов выход нейтронов из мишени на 1 протон составляет 0,16 от выхода при энергии 600 МэВ, а интегральный выход нейтронов будет меньше в 50 раз [83].

В работе [103] была предложена новая мишень (ампула), снабженная бериллиевыми отражателями нейтронов, повышающими выход. Расчетный выход тепловых нейтронов (с энергией не более 0,625 эВ) и среднем протонном токе 250 мкА для данной мишени должен составлять 5×10^{12} нейтрон $\text{см}^{-2} \text{с}^{-1}$ при энергии протонов 500 МэВ, и $2,3 \times 10^{12}$ нейтрон $\text{см}^{-2} \text{с}^{-1}$ при энергии протонов 300 МэВ. Площадь замедлителя нейтронов, предложенного в данном проекте, составляет $120 \times 120 \text{ мм}^2$. При энергии протонов 500 МэВ и среднем токе 250 мкА поток тепловых нейтронов с поверхности замедлителя составит $7,2 \times 10^{14}$ нейтрон/с (в телесный угол 2π). В ближайшем будущем энергия протонов может быть увеличена до 300 МэВ при токе 100 мкА. При таких параметрах поток тепловых нейтронов с поверхности замедлителя составит $1,4 \times 10^{14}$ нейтрон/с. Плотность потока нейтронов на образце, ожидаемая на установке «Горизонт» при максимальной интенсивности источника, сравнима с плотностью потока нейтронов на образце, достигнутой на рефлектометре «Рефлекс» на импульсном реакторе ИБР-2 [58].

3.9. Результаты испытания установки.

В ноябре 2010г. был проведен пуск источника нейтронов ИН-06 со следующими параметрами пучка [84]:

частота повторения импульсов — 1, 10, и 50 Гц

длительность протонного импульса — 90 мкс

средний ток протонов — до 30 мкА

На установке Горизонт были измерены спектры нейтронов на выходе нейтроновода и в позиции образца, а также профили пучка на выходе нейтроновода и на расстоянии 5 м от второй коллимирующей щели [97, 101]. Измерения спектров нейтронов проводились по времяпролетной методике с помощью детектора нейтронов, состоящего из двух включенных параллельно счетчиков СНМ-17, расположенных друг за другом. Профиль пучка измерялся с помощью счетчика нейтронов СНМ-16 с кадмиевой щелью, который перемещался с помощью специального механизма позиционирования с шаговыми электродвигателями. В качестве монитора использовался детектор прямого пучка установки МНС. Сигнал с детекторов после усилителя-формирователя регистрировался с помощью времяцифрового преобразователя (ВЦП) [86]. Для перевода из времени пролета в длину волны нейтрона использовалось соотношение

$$\lambda = \frac{h}{m_n} \frac{(t-t_0)}{L} = 3,957 \times 10^{-4} \frac{\text{м}}{\text{мкс}} \frac{(t-t_0)}{L} \quad (3.6)$$

где t_0 — время между синхроимпульсом линейного ускорителя, запускающим ВЦП, и временем генерации нейтронов в мишени источника (в мкс).

L — длина пролетной базы в м.

$t_0 = 164$ мкс определялось из резонанса на вольфраме [84].

h и m_n — постоянная Планка и масса нейтрона.

На рис. 3.32 приведен спектр пучка на расстоянии 300 мм от выходного окна нейтроновода, перед коллимирующими щелями. Максимум спектра приходится на

1,8 Å. Расхождение с модельным спектром, по-видимому, связано с отклонением реальной формы нейтроновода от проектной, а также зависимостью эффективности детектора от длины волны нейтрона. Из сравнения со спектром, измеренном на канале установки МНС, в котором установлен прямой нейтроновод, можно сделать вывод о том, что изогнутый нейтроновод установки «Горизонт» практически не пропускает нейтроны с длиной волны менее 1 Å.

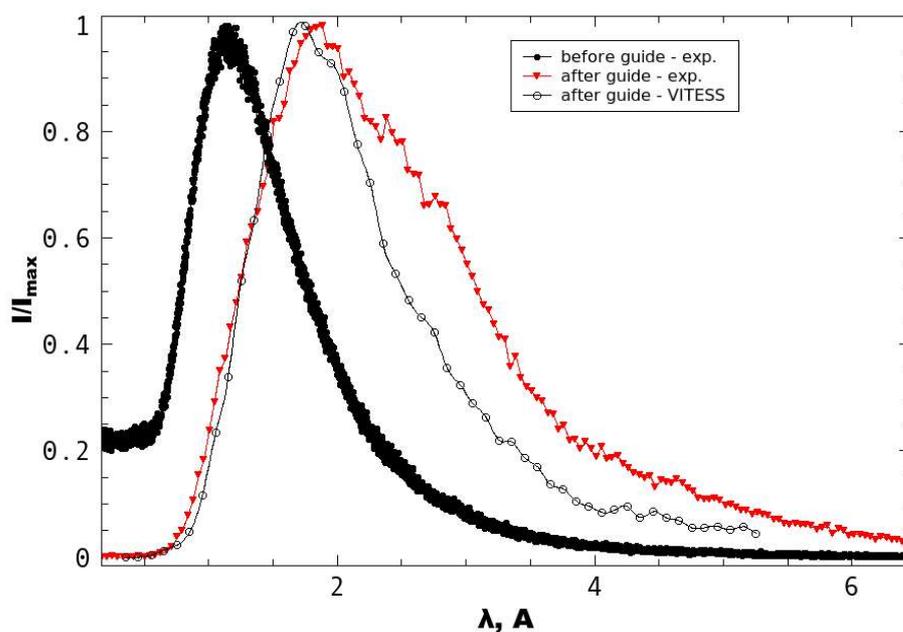


Рис. 3.32. Экспериментальные спектры, измеренные на выходе из нейтронопроводов на установке «Горизонт» - треугольники и МНС - точки, а также модельный спектр на выходе из нейтроновода (-o-).

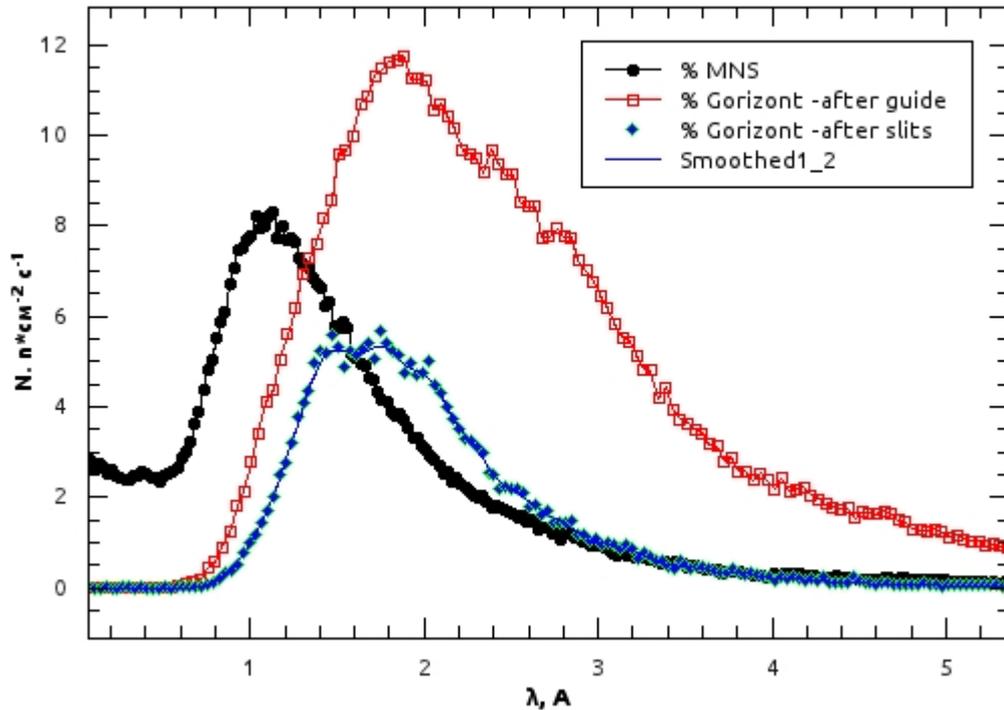


Рис. 3.33. Спектры на выходе из нейтроновода установок «Горизонт» — квадраты, «МНС» — круги, а также на установке «Горизонт» после коллимирующих щелей 10 мм — ромбы.

Сравнивая данные спектры, можно сделать следующие выводы:

- 1 Изогнутый зеркальный нейтроновод ослабляет поток нейтронов с длиной волны менее 1 Å, в том числе быстрые нейтроны (см. рис. 3.32), улучшая таким образом фоновую обстановку в экспериментальной зоне.
- 2 Нейтроновод усиливает поток нейтронов с длиной волны более 2 Å.
- 3 После коллимирующих щелей поток нейтронов ослабевает, т.к. расходимость пучка на выходе нейтроновода растет с увеличением длины волны, т.е. в пучке после нейтроновода нейтроны с различными длинами волн распределены неоднородно — более коротковолновые сконцентрированы в центре пучка, тогда как более холодные — по краям. Следовательно применение коллиматоров после нейтроновода исключают часть длинноволновых нейтронов, сконцентрированных по краям пучка.

Профиль пучка нейтронов, измеренный на расстоянии 639 мм от выходного окна нейтроновода (рис. 3.34) дает представление о расходимости пучка на выходе из

нейтроновода. Оценочная величина расходимости — $0,45^\circ$, а расчетная, полученная методом Монте-Карло с помощью программы VITESS, составляет $0,50^\circ$. Также, были проведены измерения расходимости В ВЕРТИКАЛЬНОЙ ПЛОСКОСТИ пучка, падающего на образец при высоте щелей 10 мм и расстоянии между ними 1671 мм. Для этого был измерен профиль пучка на расстоянии 5 м от второй коллимирующей щели (см. рис. 3.35). Как видно из рисунка, ширина пучка составляет 25 мм, следовательно, расходимость В ВЕРТИКАЛЬНОЙ ПЛОСКОСТИ пучка в данной конфигурации составляет $0,2^\circ$. Данное значение соответствует расчетному, полученному методом Монте-Карло с помощью программы VITESS [97, 103].

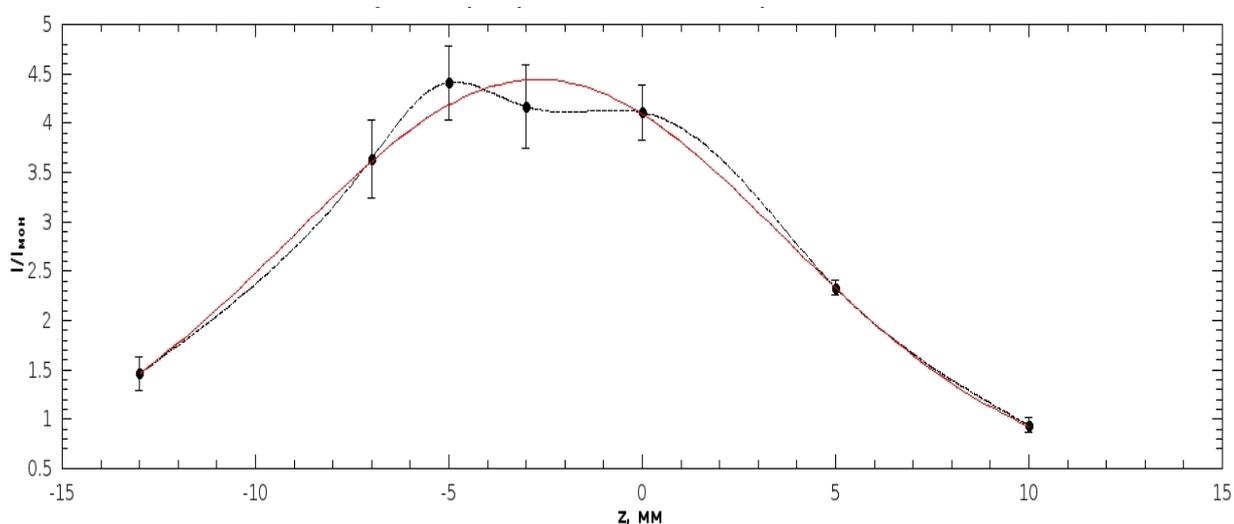


Рис. 3.34. Профиль пучка нейтронов в вертикальной плоскости на выходе нейтроновода при высоте щелей 5 мм. По оси ординат — отношение счета в данной точке к счету монитора. Сплошная кривая- гауссиан, штрихпунктир — сплайн.

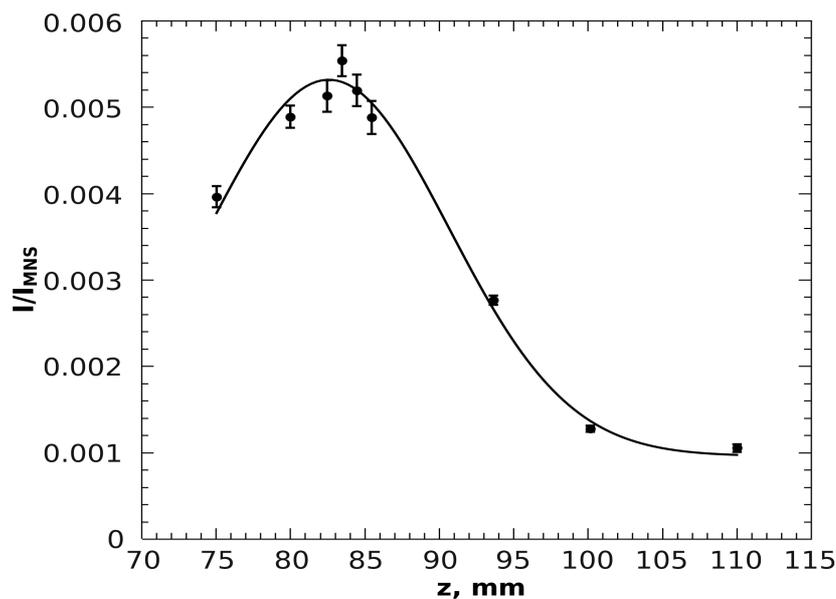


Рис. 3.35. Профиль пучка нейтронов в вертикальной плоскости на расстоянии 5 м от образца при высоте щелей 5 мм. По оси ординат — отношение счета в данной точке к счету монитора. Кривая — подгонка гауссианом.

3.10. Обсуждение результатов.

С помощью моделирования методом Монте-Карло, были получены спектры нейтронов на выходе нейтроновода и в позиции образца. Также получены оценки расходимости пучка при различной конфигурации коллимирующих щелей. Проведен анализ разрешающей способности установки в различных конфигурациях, а также интенсивностей, соответствующих этим конфигурациям. Полученные экспериментальные спектры и профили пучка соответствуют модельным. Из проведенных измерений следует, что нейтроновод задерживает коротковолновые нейтроны с длиной волны менее 1 \AA . Из модельных спектров МУРН следует, что рационально проводить измерения при длине волны $>1,75 \text{ \AA}$, т. к. при меньших длинах волн происходит падение интенсивности нейтронного пучка. Установка «Горизонт» может работать в режиме рефлектометра и малоуглового спектрометра в диапазоне переданного импульса $0,003-0,75 \text{ \AA}^{-1}$. При угле падения пучка 1° и высоте пучка 1 мм может быть достигнуто разрешение 5%. В режиме малоуглового спектрометра достигаемое разрешение $>10\%$. Размеры образца для МУРН в плоскости,

перпендикулярной пучку, не должны превышать 5 мм. Для работы установки в указанном диапазоне переданных импульсов необходима частота повторения протонных импульсов 25 Гц. Установка прерывателя (чоппера) в боксе источника позволит другим установкам на данном источнике работать с частотой 50 Гц. Результаты испытаний подтвердили расчетные параметры установки. Так как максимальная пропускная способность нейтроновода лежит в диапазоне 1,8-10 Å, рационально существующий замедлитель заменить на холодный с максимумом спектра в этом диапазоне.

ГЛАВА 4

Двухкоординатные позиционно-чувствительные детекторы нейтронов.

4.1. Существующие позиционно-чувствительные детекторы нейтронов.

Позиционно-чувствительные детекторы (ПЧД) нейтронов, используемые на большинстве времяпролетных рефлектометров и малоугловых установок, обладают следующими характеристиками:

5. площадь рабочей поверхности — квадрат со стороной 100-500 мм (либо круг такого же диаметра для малоуглового рассеяния)
6. координатное разрешение — 1-5 мм. Данное значение является оптимальным. Как было показано в главе 3, разрешение лучше 1 мм не приводит к ощутимому увеличению разрешения установки «Горизонт» по переданному импульсу.
7. эффективность регистрации тепловых нейтронов — не менее 50 %
8. максимальная загрузка — определяется потоком нейтронов, рассеянных образцом, типичное значение 10^5 - 10^6 нейтрон/см² с [104-108]
9. временное разрешение — не хуже 5 мкс. Основным фактором, определяющим временное разрешение установок, является длительность нейтронного импульса, которая, как правило, составляет от нескольких десятков до нескольких сотен микросекунд.

Можно выделить два класса ПЧД нейтронов, применяющихся в нейтронных рефлектометрах и малоугловых спектрометрах: многопроволочные пропорциональные камеры и сцинтилляционные.

4.1.1. Многопроволочные пропорциональные камеры.

Широкое распространение получили пропорциональные камеры с наполнением ³He под давлением 3-10 атм [104-108]. В большинстве нейтронных рефлектометров и малоугловых установках используется именно этот тип детекторов. В детекторах данного типа используется реакция



Добавление в рабочую смесь останавливающего газа, например, тетрафторметана (CF_4) приводит к уменьшению пробега заряженных частиц в газовой смеси, что повышает координатное разрешение детекторов. Неопределенность точки взаимодействия нейтрона с ядром ^3He , а также изотропный вылет протона и тритона с существенным различием их пробегов, является принципиальным ограничением на координатное разрешение.

Основными достоинствами детекторов данного типа являются высокая эффективность регистрации нейтронов и низкая чувствительность к гамма-квантам. Недостатком данного типа детекторов являются необходимость использования газовой смеси при высоком давлении, которое приводит к необходимости использования толстого входного окна. Кроме того, из-за высокой проникающей способности ^3He его содержание в газовой смеси детектора со временем падает, и, как следствие, падает эффективность детектора. Эффективность регистрации нейтрона 60% достигается применением слоя ^3He толщиной 1,5 см при парциальном давлении 4 атм [106].

Рассеяние и поглощение нейтронов в толстом входном окне, особенно для холодных нейтронов, приводит к уменьшению эффективности детектора. Как правило, входное окно изготавливается из алюминия, который обладает наименьшим сечением рассеяния и поглощения нейтронов. На рис. 4.1 [109] приведена зависимость пропускания нейтронов окном из алюминия толщиной 1 см от длины волны нейтрона. С ростом длины волны потери потока нейтронов растут и достигают 15% при длине волны 10 Å. Высокое давление рабочего газа приводит к большой механической нагрузке на входное окно. Например, при размере чувствительной области детектора 0,5x0,5 м² и давлении рабочей смеси 5 атм. нагрузка на входное окно составляет 7500 кг. Поэтому изготовление детекторов с большой рабочей площадью связано с большими техническими трудностями.

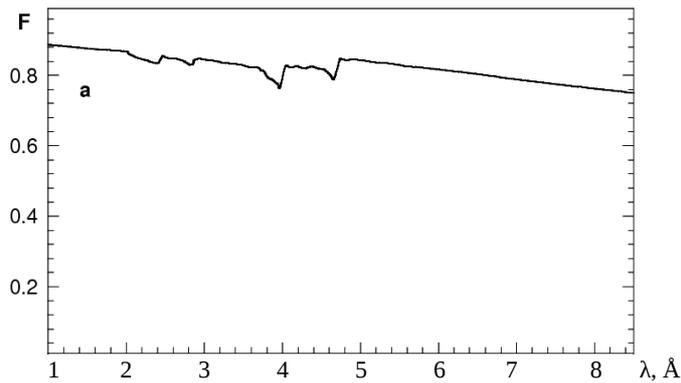


Рис. 4.1. Зависимость ослабления потока нейтронов от длины волны в окне из алюминия толщиной 1 см [109].

Временное разрешение для данного типа детекторов также имеет принципиальное ограничение. Оно связано с неопределенностью момента времени попадания нейтрона в детектор. При толщине слоя поглощающего газа 1 см, типичной для ПЧД данного типа, эта неопределенность составляет ~ 5 мкс для тепловых нейтронов.

Следует отметить еще одну проблему, с которой сталкиваются при эксплуатации пропорциональных камер. Это — старение газовых детекторов, использующих органические и фторорганические соединения в составе газовой смеси, в процессе их эксплуатации в условиях высокой загрузки и длительного облучения [110-112]. Старение вызвано образованием молекулярных кластеров, с последующей полимеризацией твердого соединения на электродах. Кластеры образуются в газе в условиях высокого электрического поля.

4.1.2. Позиционно-чувствительных детекторов нейтронов на основе сцинтилляторов.

Достоинствами сцинтилляционных детекторов нейтронов являются компактность, малый, по сравнению с газовыми детекторами, вес; отсутствие газовых систем, отсутствие входного окна, стабильность работы, нечувствительность к электромагнитным наводкам, возможность изготовления детекторов больших размеров и произвольной формы. К недостаткам сцинтилляционных детекторов

можно отнести чувствительность к гамма-фону, рассеяние нейтронов на материале сцинтиллятора и, как следствие, потеря точности определения координаты, ограничение предельной загрузки временем высвечивания, а также низкое энергетическое разрешение по сравнению с газовыми детекторами. В таблице 4.1 приведены основные характеристики сцинтилляторов, которые применяются для детектирования тепловых нейтронов.

Таблица 4.1. Характеристики сцинтилляторов [113].

материал	Световыход , 10^3 фотон/п	Длина поглощения 1,8 А-ней- трона, мм	Световыход, 10^3 фотон/МэВ γ	α/β	λ , nm	τ , ns
Li стекло (Ce)	6	0,52	4	0,3	395	75
LiI (Eu)	50	0,54	12	0,87	470	1400
LiF/ZnS(Ag)	175	0,8	75	0,44	450	>1000
LiBaF ₃ (Ce, K)	3,5	0,35	5	0,14	190- 330	1, 34, 2100
LiGd(¹¹ BO ₃) ₃ (Ce)	40	1	25	0,32	385; 415	200; 8
Cs ₂ LiYCl ₆ (Ce)	70	3,2	22; 0,7	0,66	380 225- 470	1000 3
Cs ₂ LiYBr ₆ (Ce)	88	3,7	23	0,76	389; 423	89; 2500

Наименьшей длиной поглощения нейтрона обладает LiBaF₃ (Ce, K), однако, данный сцинтиллятор обеспечивает наименьший световыход. Кроме того он обладает максимальной чувствительностью к гамма-квантам. Наибольшим световыходом и наименьшей чувствительностью к гамма-квантам обладает LiF/ZnS(Ag). Данный сцинтиллятор применяется в большинстве существующих детекторов тепловых нейтронов. Форму светового импульса, вызванного захватом нейтрона ядром ⁶Li, можно аппроксимировать суммой семи затухающих экспонент. Время спада τ и вес A каждой экспоненты приведены в таблице 4.2 [114].

Таблица 4.2. Экспоненциальные члены, описывающие форму светового им-пульса в сцинтилляторе LiF/ZnS(Ag) [114].

τ , мкс	0,02	0,07	0,21	0,88	4,3	18,1	87,7
A	191,1	229,5	88,3	49,7	25,1	5,9	1,2

Существует несколько способов сбора света с сцинтилляторов:

3. многоканальными фотоэлектронными умножителями (ФЭУ) непосредственно с поверхности сцинтиллятора;
4. ФЭУ с использованием оптоволокон, собирающих свет с торцевой поверхности ;
5. с помощью микроканальных пластин с последующей регистрацией ПЗС-матрицей;
6. с помощью ФЭУ, расположенных на расстоянии от сцинтиллятора (Анжеровская камера);
7. с помощью ФЭУ с использованием массивов светособирающих волокон со смещением длины волны, которые собирают свет с боковой поверхности;

Детекторы, использующие многоканальные ФЭУ просты в изготовлении и регистрируют наибольшее количество фотонов. Однако, данные детекторы имеют принципиальный предел координатного разрешения, равный размеру ячейки, а также имеют нечувствительные зоны общей площадью $\sim 20\%$ [115].

Детекторы, на основе ФЭУ с использованием оптоволокон, собирающих свет с торцевой поверхности [116], обладают лучшим координатным разрешением, однако сборка больших массивов таких волокон является сложной технической задачей.

Анжеровские камеры позволяют сэкономить на количестве ФЭУ и каналов системы регистрации сигналов. Так, например, с помощью массива из 8×8 ФЭУ можно получить разрешение 128×128 пикселей. Координата определяется путем взвешивания амплитуд с нескольких ФЭУ. Детектор данного типа был успешно внедрен на малоугловых установках KWS-1 и KWS-2 на реакторе FRM-II в Гархинге, Германия [117].

В последнее время широкое распространение получили детекторы, в которых усиление светового потока производится микроканальными пластинами с последующей регистрацией с помощью ПЗС-матрицы [118-122]. Данный метод позволяет получить высокое координатное разрешение (до десятков мкм), однако он не может быть применен для времяпролетных установок, т.к. максимальная загрузка детектора ограничивается временем сканирования ПЗС-матрицы, типичное значение которого >10 мс.

Для детекторов, использующих массивы светособирающих волокон, достаточно $2N$ фотоприемников, и соответственно $2N$, каналов регистрации вместо N^2 , необходимых в других схемах (кроме Анжеровской камеры) при том же координатном разрешении. С помощью двух массивов, состоящих из светособирающих волокон, обеспечивается измерение двух координат места точки захвата нейтрона. Пространственное разрешение, достигаемое в подобных схемах, приблизительно равно поперечному размеру волокна [115,123-125]. Данная схема, в отличие от других, позволяет собирать многослойные детекторы с несколькими сцинтилляторами, расположенными последовательно, друг за другом, что позволяет увеличить эффективность регистрации нейтронов [115]. Для сбора света могут применяться волокна как квадратного, как и круглого сечения. Например, в [126] был сконструирован детектор со сцинтиллятором $ZnS/^{10}B_2O_3$ и спектросмещающими волокнами круглого сечения, расположенными с шагом 4 мм. Удалось достигнуть координатного разрешения 2 мм, т.е. 0,5 шага волокон.

4.2. РАЗРАБОТКА ПОЗИЦИОННО-ЧУВСТВИТЕЛЬНЫХ ДЕТЕКТОРОВ НЕЙТРОНОВ

Для установки «Горизонт» были разработаны ПЧД двух типов: сцинтилляционный с использованием лавинных фотодиодов (ЛФД) в качестве фотодетекторов и многопроволочная пропорциональная камера с конвертером нейтронов в виде тонкого слоя твердого бора-10.

4.2.1. Исследования сцинтилляторов для позиционно-чувствительных детекторов нейтронов.

Для создаваемых сцинтилляционных ПЧД были выбраны сцинтилляторы на основе $\text{ZnS(Ag)}^6\text{LiF}$ и LiI(Eu) . Данные сцинтилляторы были исследованы в [127]. Сцинтиллятор на основе $\text{ZnS(Ag)}^6\text{LiF}$, изготовленный в ИЯИ РАН, выполнен в виде полимерной пленки, содержащей смесь мелкокристаллических (до 60 мкм) порошков ZnS(Ag) и ^6LiF (обогащение ^6Li – 90%). Содержание порошков в пленке составляет 30 мг/см². В сцинтилляторах с ^6Li детектирование нейтронов основано на реакции:



Сечение данной реакции составляет 940 барн. В ZnS(Ag) для образования одного фотона требуется 27 эВ, следовательно, энергии альфа-частицы и тритона достаточно для образования до $1,75 \cdot 10^5$ фотонов. Однако, часть энергии частиц теряется в LiF , кроме того мелкодисперсная структура материала способствует рассеянию света. Поэтому реальный средний световыход подобных сцинтилляторов не превышает 10^4 фотонов [128]. Длина волны высвечиваемых фотонов равна 450 нм. Эффективность регистрации нейтронов подобными сцинтилляторами может достигать 25% (для нейтронов с энергией 0,025 эВ) при толщине 0,4-0,6 мм. Дальнейшее увеличение толщины не приводит к увеличению эффективности из-за потерь света внутри сцинтиллятора [128]. Исследуемый сцинтиллятор LiI(Eu) выполнен в виде прозрачного цилиндра диаметром 13 мм и высотой 13 мм. Данный сцинтиллятор был изготовлен из естественной смеси изотопов лития. Длина волны

высвечиваемых фотонов равна 440 нм.

Для регистрации фотонов использовались лавинные фотодиоды (ЛФД), которые представляют собой матрицу из микроскопических лавинных фотодиодов, соединенных параллельно и работающих в гейгеровском режиме. Данные устройства являются альтернативой вакуумным ФЭУ. Они имеют высокую чувствительность к фотонам, высокую эффективность детектирования фотонов (до 65%), коэффициент усиления до 10^6 , обладают низким разбросом коэффициентов усиления (меньше 10%), нечувствительны к перепадам напряжения и температуры, а также к магнитному полю. Кроме того, ЛФД работают при напряжениях менее 200 В и имеют компактные размеры — несколько миллиметров [129-131]. Характеристики ЛФД приведены в таблице 4.3. Для исследования сцинтилляторов применялся ЛФД 0606BG4mm фирмы Photonique SA [129].

Из полимерной пленки, содержащей $\text{ZnS(Ag)/}^6\text{LiF}$, был вырезан квадрат площадью $0,75 \text{ см}^2$, который оптически соединялся с ЛФД с помощью фокона. Сцинтиллятор LiI(Eu) непосредственно соединялся с ЛФД. Эффективность регистрации тепловых нейтронов детектором на основе LiI(Eu) и ЛФД была определена на эталонном источнике тепловых нейтронов, в котором в качестве замедлителя использовался полиэтиленовый куб со стороной 0,36 м. В один канал куба помещался источник быстрых нейтронов, а в другой – исследуемый детектор. На основании данных измерений проведена оценка эффективности регистрации тепловых нейтронов LiI -детектором, которая составила 66 %.

Эффективность регистрации тепловых нейтронов детектором на основе $\text{ZnS(Ag)/}^6\text{LiF}$ определялась с помощью Pu-Be источника быстрых нейтронов с полиэтиленовым замедлителем в виде шара диаметром 190 мм. Амплитудные спектры импульсов от детекторов измерялись с помощью анализатора спектра «Колибри» фирмы «Green Star». На рис. 4.2а приведены амплитудные спектры, полученные на детекторе $\text{ZnS(Ag)/}^6\text{LiF}$, а на рис. 4.2б – аналогичные спектры для детектора с LiI(Eu) -сцинтиллятором. Чтобы определить чувствительность детектора к гамма-квантам, были измерены амплитудные спектры при потоке нейтронов, перекрытом листом кадмия толщиной 1мм. Из полученных спектров следует, что часть спектра левее 100-го канала в случае $\text{ZnS(Ag)/}^6\text{LiF}$ и левее 400-го канала в случае LiI(Eu) не связана с

тепловыми нейтронами. Скорость счета тепловых нейтронов определялась как разность спектра, измеренного без кадмия, спектра, измеренного с кадмием, и интегрирования по всем каналам выше 100-го и 400-го соответственно. Эффективность регистрации тепловых нейтронов детектором $\text{ZnS(Ag)/}^6\text{LiF}$ оценивалась по сравнению с измерениями, полученными в аналогичных условиях с помощью детектора LiI(Eu) . Из проведенных измерений следует, что эффективность регистрации тепловых нейтронов сцинтилляционным детектором на основе $\text{ZnS(Ag)/}^6\text{LiF}$ составляет 5%.

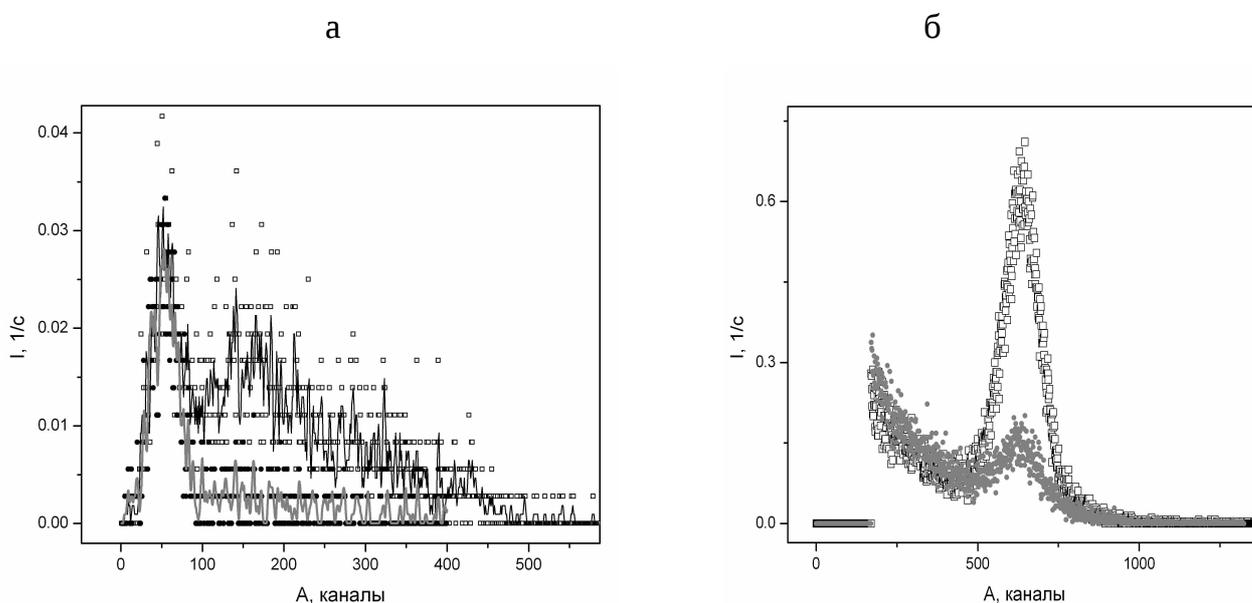


Рис. 4.2. Амплитудные спектры, полученные на детекторе с сцинтиллятором $\text{ZnS(Ag)/}^6\text{LiF}$ (а) и LiI(Eu) (б). По оси абсцисс — амплитуда импульсов в каналах анализатора, по оси ординат — частота счета. Пустые символы — частота счета в потоке тепловых нейтронов, сплошные — в потоке, перекрытом кадмием [127].

Для создания ПЧД был приобретен сцинтилляционный экран из спрессованных мелкодисперсных порошков $\text{ZnS(Ag)/}^6\text{LiF}$ толщиной 0,4 мм производства фирмы APPLIED SCINTILLATION TECHNOLOGY (Англия), т. к. он обладает более высокой эффективностью. Размер зерен ^6LiF и ZnS(Ag) составляет около 5 мкм. Были

проведены расчеты потерь энергии заряженных частиц (альфа-частиц и тритонов), рождающихся в процессе захвата нейтрона ядром ${}^6\text{Li}$. Расчеты проводились методом Монте-Карло с помощью программы SRIM-2008 [132]. На рис. 4.3 и 4.4 приведены зависимости энергии частиц, после прохождения через слой ZnS(Ag) и LiF как функции от толщины этого слоя. Из графиков следует, что при размере частиц 5 мкм, минимальная энергия заряженных частиц, потерянная в ZnS(Ag) составляет 1,5 МэВ, что соответствует 50 тыс. фотонов. С помощью фотоэкспонетра было определено пропускание сцинтилятором белого света в видимом диапазоне. Пропускание составляет приблизительно 20%. Следовательно, количество фотонов, прошедших через сцинтилятор должна составлять не менее 10^4 .

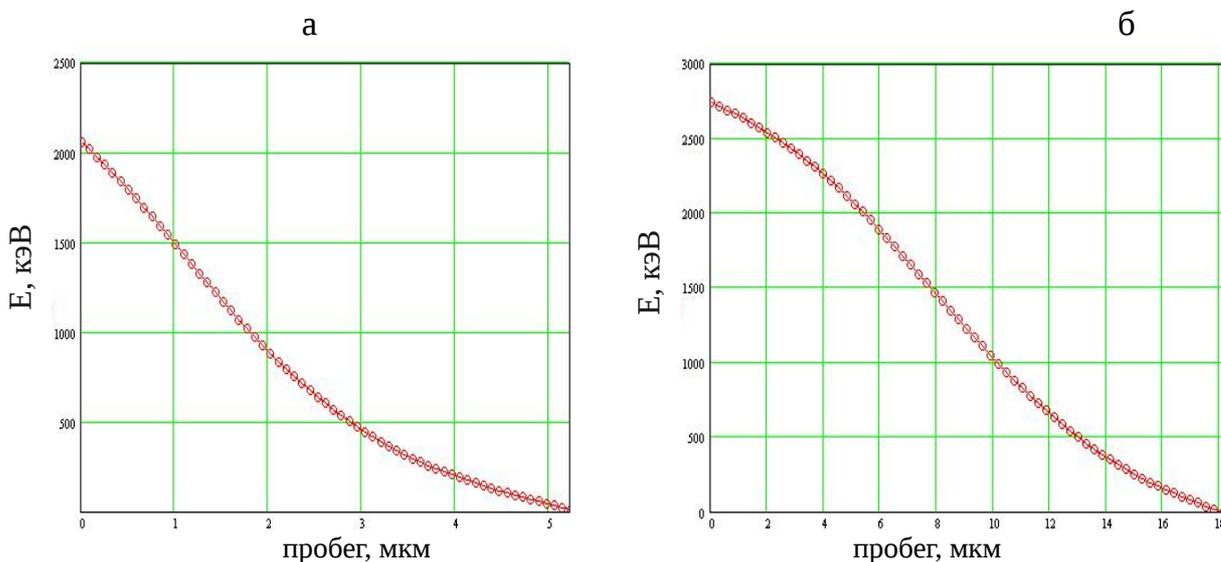


Рис. 4.3. Зависимость энергии альфа-частицы (а) и тритона (б) от толщины слоя LiF.

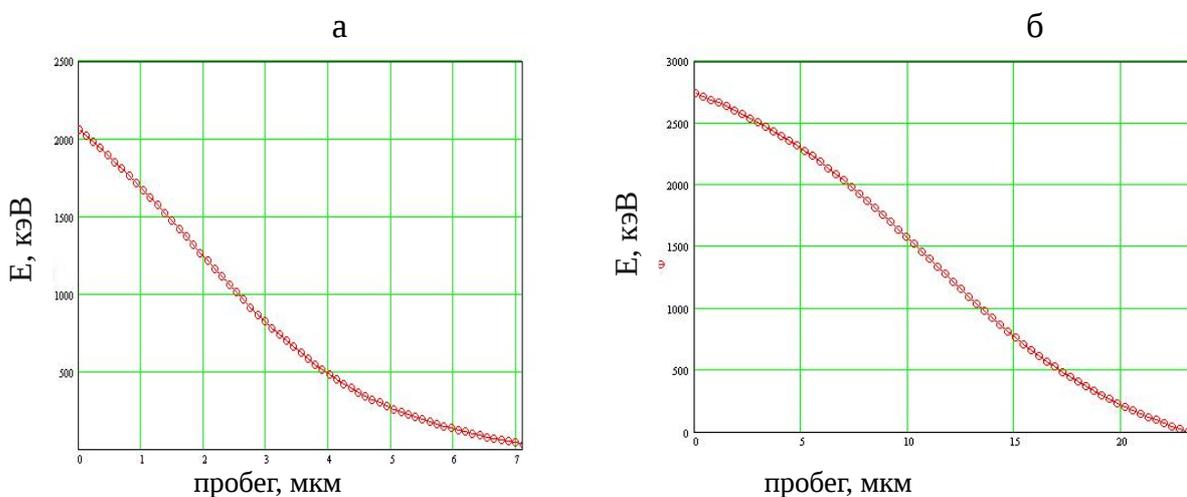


Рис. 4.4. Зависимость энергии альфа-частицы (а) и тритона (б) от толщины слоя ZnS.

4.2.2. Разработка сцинтиляционного ПЧД с использованием спектросмещающих волокон и ЛФД .

Был изготовлен прототип детектора на основе данного сцинтиллятора и ЛФД 2x2 мм фирмы ЦПТА. Сцинтиллятор размером 2x2 мм присоединялся непосредственно к поверхности ЛФД. Для улучшения оптического контакта между сцинтиллятором и ЛФД использовался оптический гель. Свободная сторона сцинтиллятора была покрыта алюминиевой фольгой. Весь прототип размещался в алюминиевом корпусе. Сигнал с ЛФД усиливался с помощью предусилителя фирмы ЦПТА (см. прил. Б), а затем с помощью спектрометрического усилителя БУС-2-97. Амплитудный спектр записывался с помощью анализатора импульсов АИ-4096 фирмы «Аспект», выполненного в виде ISA-платы. Для испытаний использовался источник нейтронов Pu-Be с замедлителем из парафина толщиной 5 см. Полученный спектр приведен на рис. 4.5. Также на рис. 4.5 приведен амплитудный спектр, полученный от потока нейтронов, перекрытого листом кадмия толщиной 1 мм, и спектр темновых импульсов. Счет детектором при перекрытом потоке нейтронов составлял 0,2 счета при неперекрытом потоке. Такое же отношение было получено на счетчике СНМ-18 (заполнение ^3He , диаметр 32 мм).

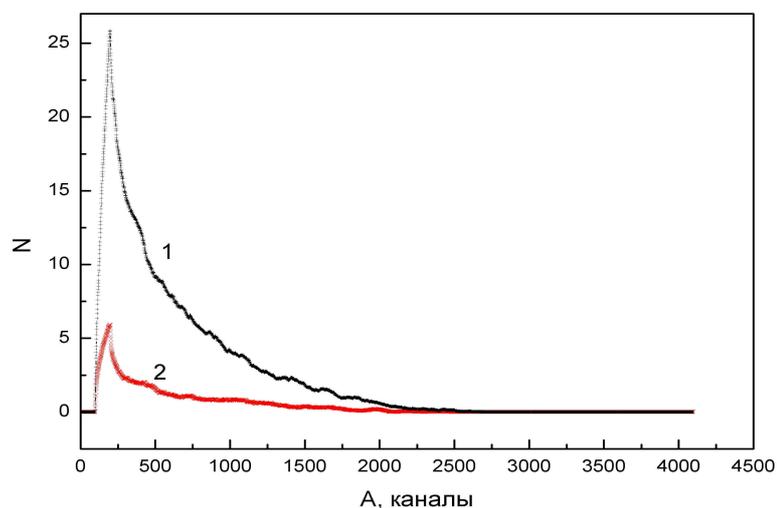


Рис. 4.5. Амплитудные спектры, снятые с ЛФД, непосредственно присоединенного к сцинтиллятору. 1 — в потоке нейтронов, 2 — в потоке нейтронов, перекрытом кадмием [133].

Для создаваемого детектора были рассмотрены следующие схемы сбора света:

1. Непосредственно с сцинтиллятора с помощью ЛФД. Данная схема наиболее надежная, что доказали испытания прототипа. Однако необходимо большое количество ЛФД — равное количеству пикселей детектора, в нашем случае 10 тыс. В настоящий момент оптовая цена ЛФД с предусилителем составляет около 25 долларов за канал и подобный детектор был бы слишком дорогим.
2. С помощью двух массивов, состоящих из спектросмещающих волокон, обеспечивающие измерение двух координат места взаимодействия тепловых нейтронов с литием. Свет, захваченный каждым волокном регистрируется с помощью ЛФД. Для реализации детектора по данной схеме необходимо всего лишь 200 ЛФД при том же количестве пикселей. Кроме того данная схема позволяет создавать многослойные конструкции, содержащие 2-4 сцинтиллятора [115].

Исходя из вышеперечисленных факторов, был выбран второй вариант, главным образом, как наименее затратный. Был изготовлен прототип двухкоординатного ПЧД с размером рабочей области 8x8 мм [127, 133]. Схема прототипа ПЧД приведена на рис. 4.5. Сбор светового потока осуществляется двумя плоскостями с восемью спектросмещающими волокнами в каждой. Для данного детектора были выбраны волокна Y11 диаметром 1 мм производства фирмы Kugaгау, Япония. Захват света волокнами максимален для длины волны 430 нм. Благодаря спектросмещающим добавкам происходит увеличение длины волны. Максимум спектра высвечиваемых фотонов зависит от длины волокна приходится на 510 нм при длине волокна 150 см [134]. Захват светового потока происходит благодаря полному внутреннему отражению. Поэтому волокно захватывает только фотоны, проникающие в волокно под углом к оси волокна, не превышающим угол полного внутреннего отражения, который определяется соотношением:

$$\theta_c = \arcsin\left(\frac{n_0}{n_c}\right)$$

где n_0 , n_1 — коэффициенты преломления света с данной длиной волны для оболочки волокна и сердцевины соответственно. Волокно захватывает и высвечивает около 5% падающего света в каждую сторону [135].

Торцы волокон были отполированы. Один из торцов каждого волокна клеивался

клеем BICRON600 в пластмассовую муфту, которая присоединялась к ЛФД, причем в стыке применялся оптический гель «NyoGel», а к другому торцу приклеивалась отражающая пленка (майлар), для увеличения светового потока, собираемого ЛФД. Волокна в плоскостях взаимноперпендикулярны. Для размещения волокон служат две алюминиевые пластины, в каждой из которых имеется канавка для укладки восьми волокон и окно размером 8x8 мм. Между пластинами размещается сцинтиллятор размером 8x8 мм. Для увеличения светового потока, собираемого волокнами, плоскости волокон покрывались алюминиевой фольгой со стороны падения нейтронного пучка и алюминированным майларом, со стороны ФЭУ. Сцинтиллятор помещается между плоскостями из спектросмещающих волокон, пространство между волокнами и сцинтиллятором заполнено оптическим гелем. Сигнал с ЛФД после предусилителя регистрируется с помощью зарядо-цифрового преобразователя (ЗЦП). Чтобы отделить импульсы, вызванные захватом нейтрона сцинтиллятором, от темновых импульсов, регистрация событий происходит по воротам. Для этого напротив входного окна детектора размещен ФЭУ-181, с областью максимальной спектральной чувствительности 400-500 нм. ФЭУ регистрирует фотоны, не захваченные волокнами, далее сигнал подается в формирователь, который вырабатывает ворота. Чувствительный элемент детектора, ЛФД, ФЭУ и предусилители располагаются на стальной платформе с окном 12x12 мм напротив сцинтиллятора. Платформа помещается в стальной бокс, оклеенный изнутри черной бумагой, обеспечивающий затемнение и экранировку от электромагнитных полей.

Длительность ворот была выбрана 1 мкс, т.к. за это время высвечивается около 90% всех фотонов, образующихся в сцинтилляторе ZnS(Ag) процессе захвата нейтрона ядром ${}^6\text{Li}$ [114]. Меньшая длительность ворот приводит к потере фотонов, и как следствие, к ухудшению соотношения сигнал-шум [136]. Для сбора фотонов с торцов волокон были выбраны ЛФД производства фирмы «ЦПТА» с рабочей площадью 1x1 мм². Эффективность регистрации фотонов при длине волны 475 нм, соответствующей максимуму эмиссии фотонов спектросмещающим волокном, составляет 20%. При данном значении эффективности, одному нейтрону должно отвечать около 100 фотоэлектронов. Частота темновых импульсов по уровню 0,5 фотоэлектрона 1-2 МГц [129]. Следовательно, при длительности ворот 1 мкс могут

быть зарегистрированы даже слабые световые импульсы — от 5 фотоэлектронов. Для регистрации электрического сигнала на выходе ЛФД используется малошумящий импульсный предусилитель разработки ООО «ЦПТА» (см. приложение Б). Варьируя емкости на входе и выходе предусилителя можно получить желаемое время интегрирования. Было выбрано время интегрирования 1 мкс и, соответственно, емкости 1 нФ.

Для испытания данного прототипа, а также для детектора с борным конвертером, совместно с ООО «Экспериментальная электроника» был разработан зарядо-цифровой преобразователь (ЗЦП) с временем интегрирования 0,1-1 мкс. ЗЦП совмещен с время-цифровым преобразователем (ВЦП), поэтому может быть использован для времяпролетных измерений. Параметры модуля:

6. полная шкала измерения заряда — 500 пКл
7. количество каналов измерения заряда — 2048
8. число входов — 4 с индивидуальными воротами
9. длительность ворот (время интегрирования) — 0,1-1 мкс
10. входное напряжение — до -2 В, полярность отрицательная
11. входное сопротивление — 50 Ом
12. погрешность — 0,5 пКл
13. количество каналов измерения времени — 4096
14. длительность каналов измерения времени — 2-16 мкс

4.2.3. Результаты испытаний прототипа детектора.

Для испытаний использовался источник нейтронов ^{252}Cf с замедлителем из полиэтилена толщиной 5 см. Полученный спектр приведен на рис. 4.6 [133]. Также на рис. 3 приведен амплитудный спектр, полученный от потока нейтронов, перекрытого листом кадмия толщиной 1 мм, и спектр темновых импульсов. Счет детектора при перекрытом кадмием потоке нейтронов составлял 0,1 счета при непокрытом потоке. Кадмиевое соотношение, полученное на том же замедлителе с помощью счетчика СНМ-18 (диаметр 32 мм, на основе ^3He) составляет 0,2. Также был измерен спектр темновых импульсов детектора, вызванный тепловыми импульсами ЛФД, случайно

попадающими в ворота. Для этого в качестве ворот использовались прямоугольные импульсы, длительностью 1 мкс, вырабатываемые генератором. Был использован генератор Г5-85, были установлены внутренний режим запуска и частота повторения импульсов 3 кГц. Как видно из рис. 4.7, счет от темновых импульсов пренебрежимо мал. Во всех спектрах присутствует резко растущий участок при $Q < 30$ канала, это пьедестал, т.е. шум, регистрируемый ЗЦП. Следует отметить, что регистрируемый ЛФД сигнал от нейтронов находится в пределах темновых импульсов, пик, находящийся примерно в 150-ом канале, соответствует 1 фотоэлектрону. Для сравнения на рис. 4.8 приведен спектр темновых импульсов, полученных на том же ЛФД, с помощью тех же усилителей и ЗЦП (сигнал ворот вырабатывался по фронту анализируемого импульса). Одноэлектронный пик находится приблизительно в том же канале. Для увеличения амплитуды световых импульсов могут быть применены спектросмещающие волокна квадратного сечения.

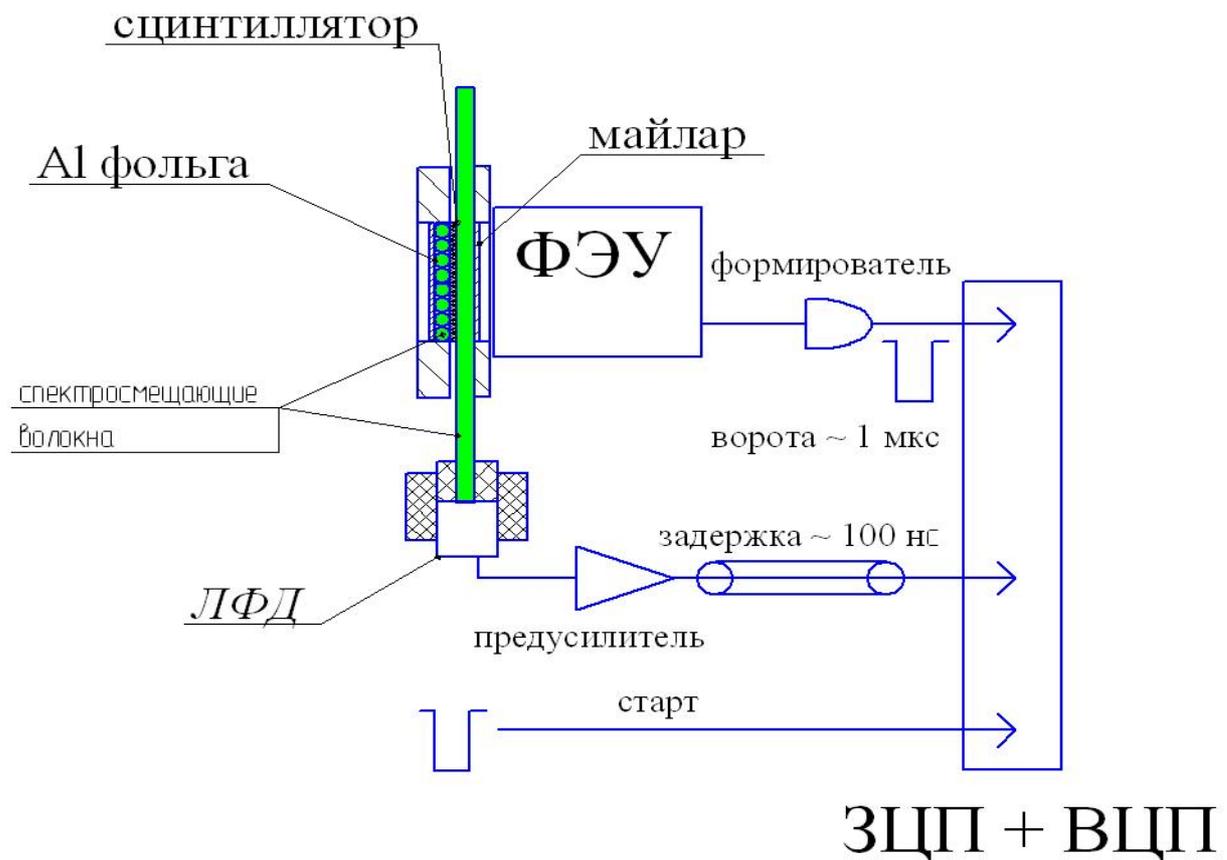


Рис. 4.5. Схема прототипа ПЧД.

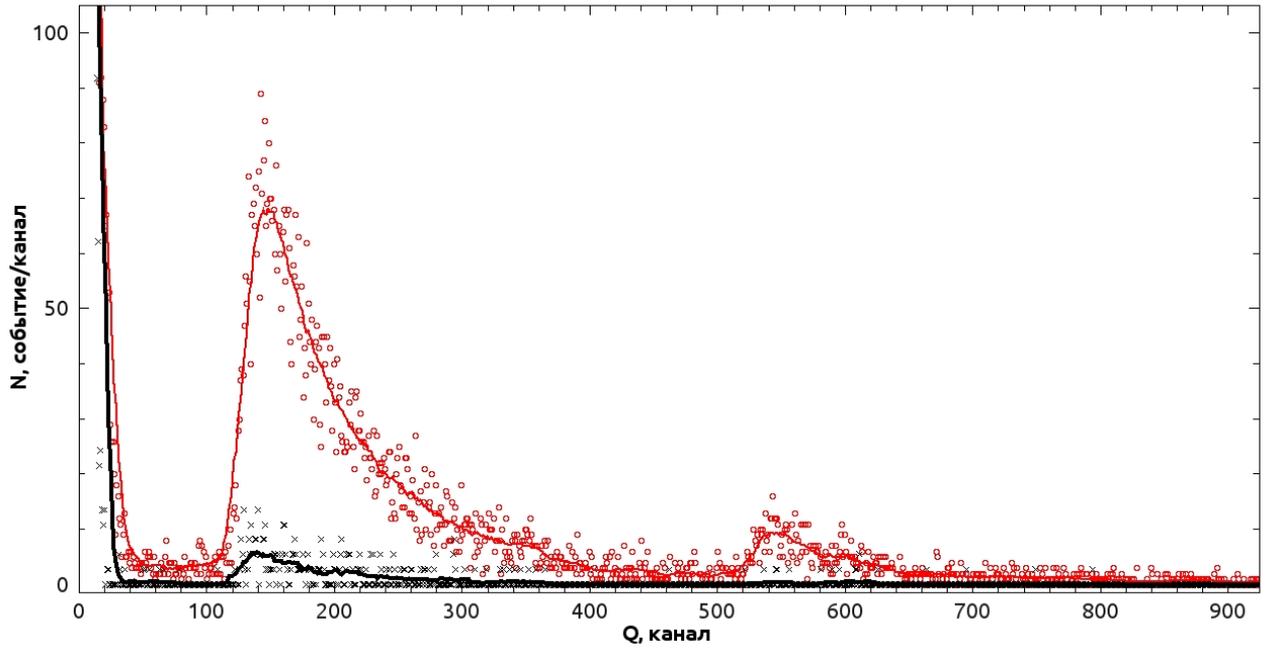


Рис. 4.6. Зарядовые спектры, полученные с детектора нейтронов. Без кадмия (o) и с кадмием (x) [133].

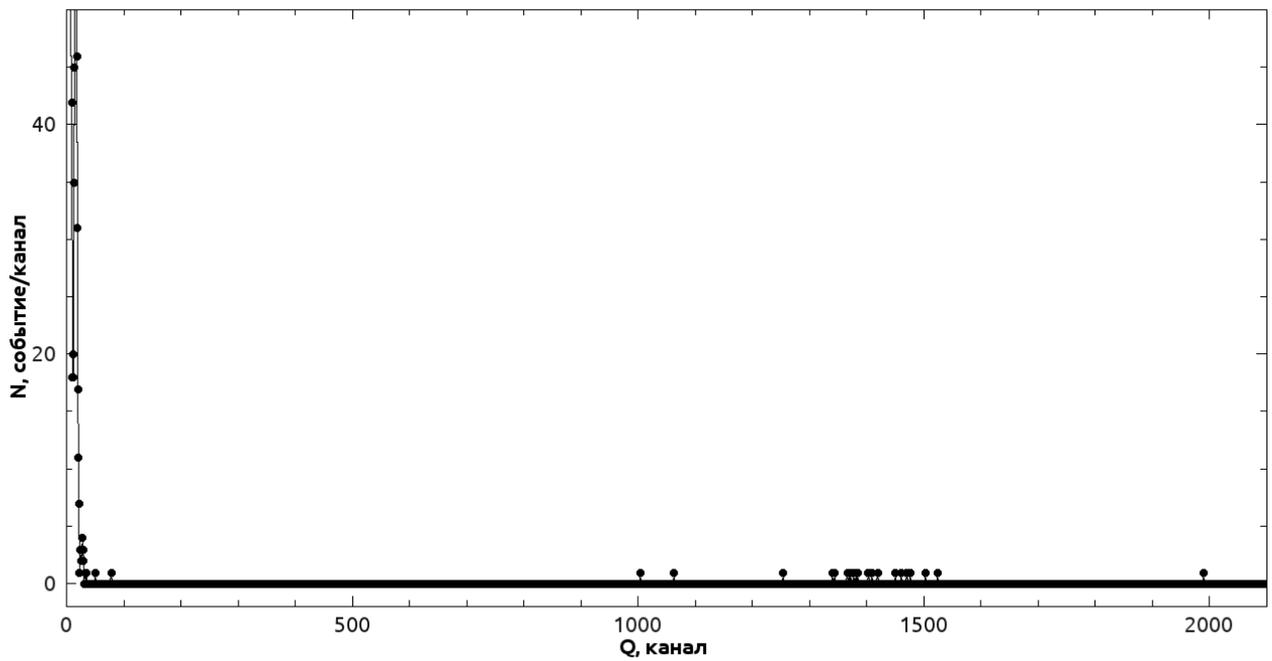


Рис. 4.7. Зарядовый спектр темновых импульсов детектора. Источник ворот — генератор, имитирующий импульсы ФЭУ [133].

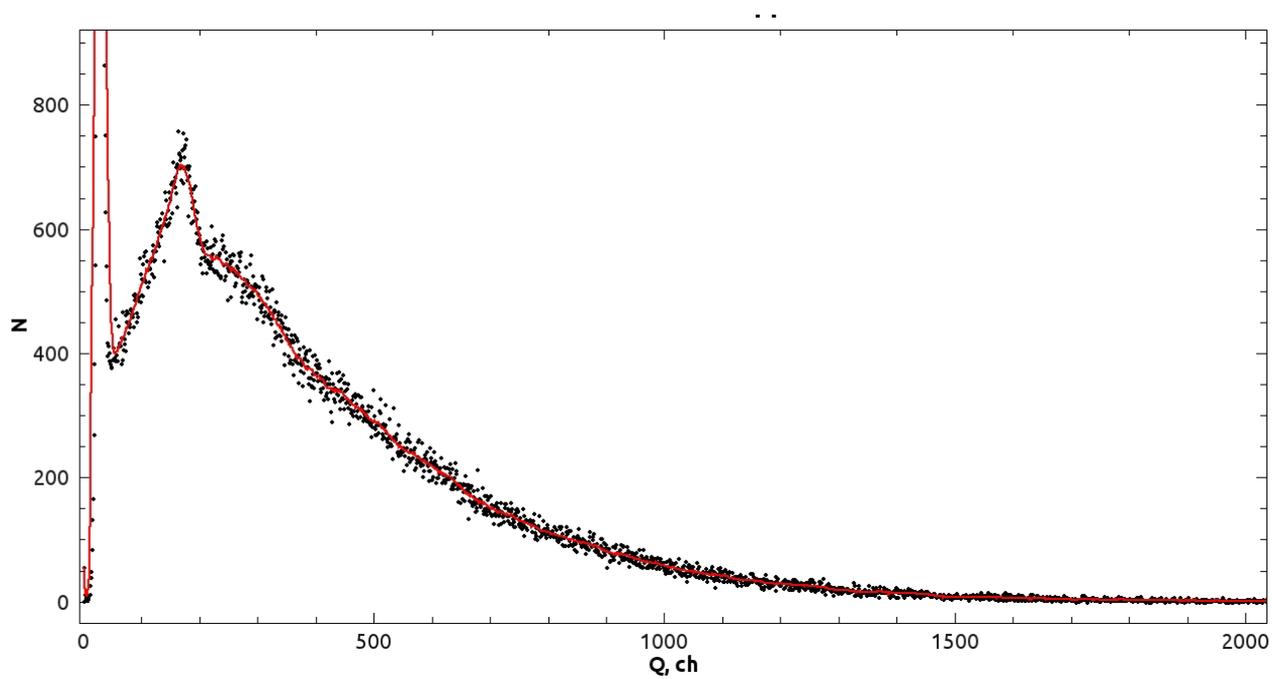


Рис. 4.8. Зарядовый спектр темновых импульсов ЛФД. Источник ворот — ЛФД [133].

Таблица 4.3. Характеристики ЛФД по данным производителей.

производитель	площадь чувств. обл., мм	кол-во ячеек	максимум спектральной чувствит. нм	рабочее напряжение, В	Усиление $\times 10^5$	эффективность регистрации фотона, %	темновой ток, мкА
ЦПТА	1,1x1,1	556	600	25-34	4	40	1,5
	1,3x1,3	796	600	25-34	4	40	0,5
	2,1x2,1	1764	600	26-44	4	40	25
	2,1x2,1	1764	460	26-44	4	25	25
	2,5x2,5	3900	600	48-54	4	40	3
	3x3	8100	600	14-22	4	40	40
	3x3	8100	600	38-44	4	40	4
ZECOTEC	1x1	520	640	33-35	4-8	20	10^{-3}
	2x2	1100	460	40-60	4-8	20	10^{-3}
	3x3	1.5×10^4	460	65-70	0,5	20	0,1
	3x3	4×10^4	460	67-72	0,4	20	0,1
НАМАМА-TSU	1x1	1600	440	-	2,8	60	0,3 МГц*
	1x1	400	440	-	7,5	60	0,4 МГц*
	1x1	100	440	-	24	60	0,6 МГц*

* темновой счет по уровню 0,5 фотоэлектрона.

4.3. Многопроволочная пропорциональная камера.

Был разработан, изготовлен и испытан двухкоординатный позиционно-чувствительный детектор нейтронов с конвертирующим слоем из твердого бора-10 [137].

4.3.1. Принцип действия детектора.

Детектирование нейтрона основано на регистрации тяжелых заряженных частиц, вылетающих из реакций захвата нейтронов ядрами ^{10}B :



Полное сечение данных реакций составляет 3800 барн при длине волны нейтронов 1.82 Å. Вклад реакции с вылетом гамма-кванта составляет 94%. Из кинематических расчетов следует, что ядра ^7Li и ^4He в обеих реакциях вылетают изотропно приблизительно под углом 180° друг к другу. В отличие от гелиевого детектора, где существует неопределенность точки взаимодействия нейтрона с ядром гелия-3, равная толщине слоя поглощающего газа (~ 1 см), в конструкции данного детектора эта точка лежит в плоскости борного слоя, т.е. неопределенность составляет всего несколько мкм. Таким образом в данной конструкции детектора, в отличие от гелиевого детектора, за счет тонкого слоя, в котором происходит захват нейтрона, неопределенность времени попадания нейтрона в детектор будет определяться в основном временем сбора заряда и шириной канала измерения времени системы регистрации. Для данной конструкции детектора было достигнуто временное разрешение не хуже 100 нс.

4.3.2. Конструкция детектора.

Конструкция чувствительного элемента детектора схематически представлена на рис. 4.9. В качестве подложки для было выбрано стекло толщиной 1,9 мм. Экспериментально полученный коэффициент пропускания данного стекла для

тепловых нейтронов 97%. На внутренней стороне подложки нанесен конвертирующий слой из бора-10 толщиной 5 мкм, покрытый 20-нм промежуточным слоем полиимида и 500-нм слоем алюминия, к которому приложено высокое отрицательное напряжение до -900 В. Другой высоковольтный катод состоит из изолированных дорожек-стрипов шириной 1,8 мм, нанесенных на стеклотекстолит с шагом 2 мм. Между катодами на расстоянии 1 мм от каждого из них расположена система анодных проволочек толщиной 20 мкм, натянутых перпендикулярно направлению катодных дорожек с шагом 2 мм. Проволочки крепятся с помощью пайки сплавом Вуда к стеклотекстолитовым полцадкам толщиной 1 мм, которые приклеены к стеклотекстолитовому диску со катодными стрипами. Проволочки и, соответственно, дорожки соединены между собой через распределенное сопротивление 1,3 кОм, образованное из 64 чип-резисторов. Ионизационный заряд, образованный под действием вылетающих альфа-частиц дрейфует к проволочкам, вблизи которых происходит образование лавины электронным ударом. Определение координаты X производится из соотношения зарядов, собираемых с двух концов распределенного сопротивления (метод деления заряда). Аналогично, координата Y определяется из соотношения двух измеренных частей наведенного заряда положительных ионов.

В более ранних работах, посвященных проволочным камерам, расстояние между проволочками было в несколько раз меньше, чем зазор между анодом и катодом [138]. Это позволяло обеспечить стабильную работу камеры при невысоких качестве поверхности электродов и точности геометрии электродов. В нашем детекторе, напротив, отношение расстояния между проволочками к зазору между катодом и анодом составляет 1:2. Размер зазора 1 мм обусловлен требованием высокого координатного разрешения камеры. С другой стороны, уменьшение расстояния между проволочками менее 2 мм связано с технологическими сложностями.

Данный детектор работает при давлении, близком к атмосферному, поэтому отличается простотой изготовления корпуса. Был разработан и изготовлен простой и надежный прибор, обеспечивающий непрерывную фильтрацию газа, на основе молекулярного и ядерного фильтров. Ядерный фильтр, представляющей собой

полиимидную пленку толщиной 20 мкм с размером отверстий от 0,2 до 2 мкм, получаемую путем бомбардировки тяжелыми ионами, с последующим травлением. Данный фильтр обеспечивает сепарацию молекулярных кластеров. Применение замкнутой непрерывной системы прокачки газа, включающего в себя молекулярный фильтр, ионизационную камеру, ядерную мембрану и миниатюрный насос позволяет обеспечивать длительную эксплуатацию детектора при высокой нагрузке.

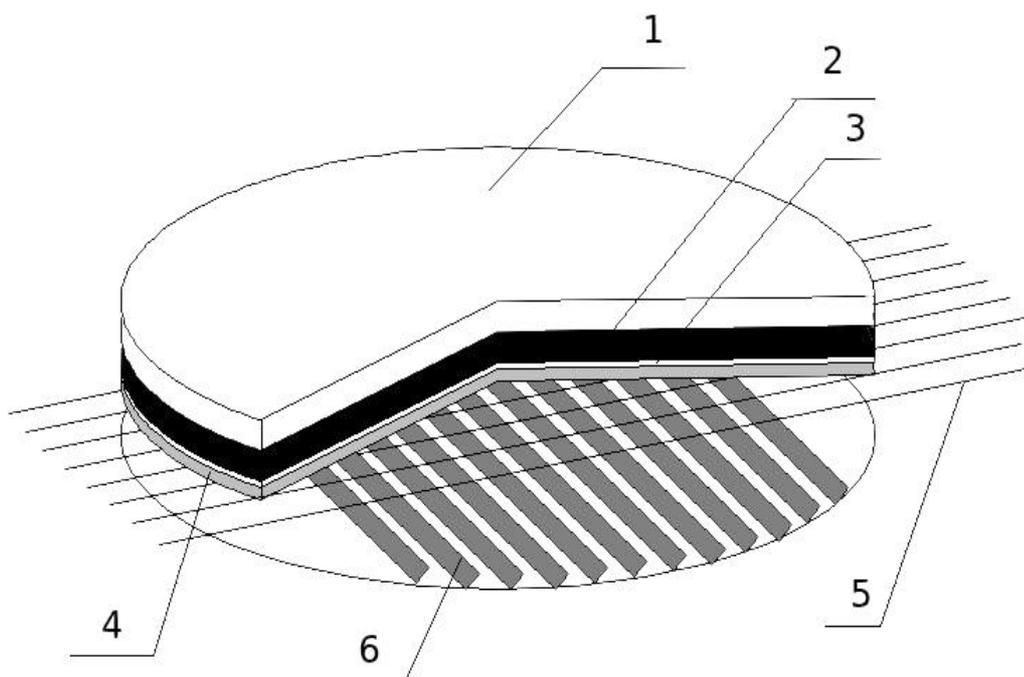


Рис. 4.9. Структура чувствительных элементов детектора: 1 — подложка из стекла, 2 — слой бора-10, 3 — промежуточный слой полиимида, 4 — катод из алюминия, 5 — анодные проволоки, 6 — катодные стрипы.

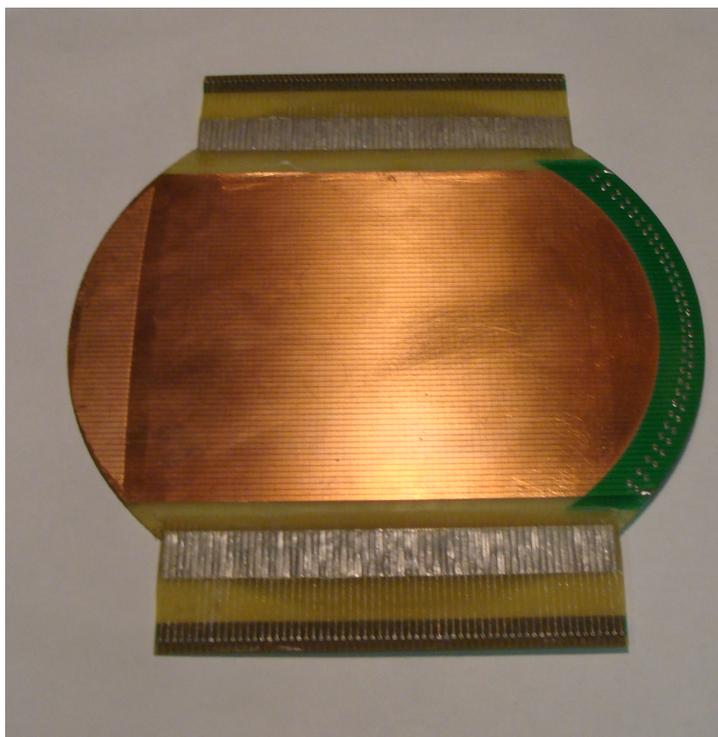


Рис. 4.10. Внешний вид проволочно-стрипового элемента.

4.3.3. МОДЕЛИРОВАНИЕ ДЕТЕКТОРА

На рис. 4.11 приведена зависимость энергии альфа частицы от пробега в боре, полученная с помощью программы SRIM. При расчете эффективности регистрации нейтрона ионы лития, которые также могут быть зарегистрированы в пропорциональной камере не учитывались. Эффективность регистрации нейтрона в детекторе, содержащем один слой бора, в зависимости от толщины слоя d была рассчитана по следующей формуле:

$$\epsilon = \frac{1}{4\pi} \int_0^d (1 - \exp(-x/\mu)) \int_0^{\arccos(x/d_c)} 2\pi \sin \theta d\theta dx = \frac{1}{2} \int_0^d (1 - \exp(-x/\mu)) (1 - x/d_c) dx$$

где $d_c = 3$ мкм — максимальная толщина, пройдя которую альфа-частица может быть зарегистрирована (остаточная энергия — 400 кэВ), μ — толщина поглощения нейтрона слоем бора. Первый множитель в подынтегральном выражении — вероятность захвата нейтрона, второй — телесный угол в котором пробег частицы не

превышает d_c , отнесенный к 4π , т.е. вероятность вылета альфа-частицы из бора. На рис. 4.12 приведены графики зависимостей эффективности регистрации нейтрона от толщины слоя бора.

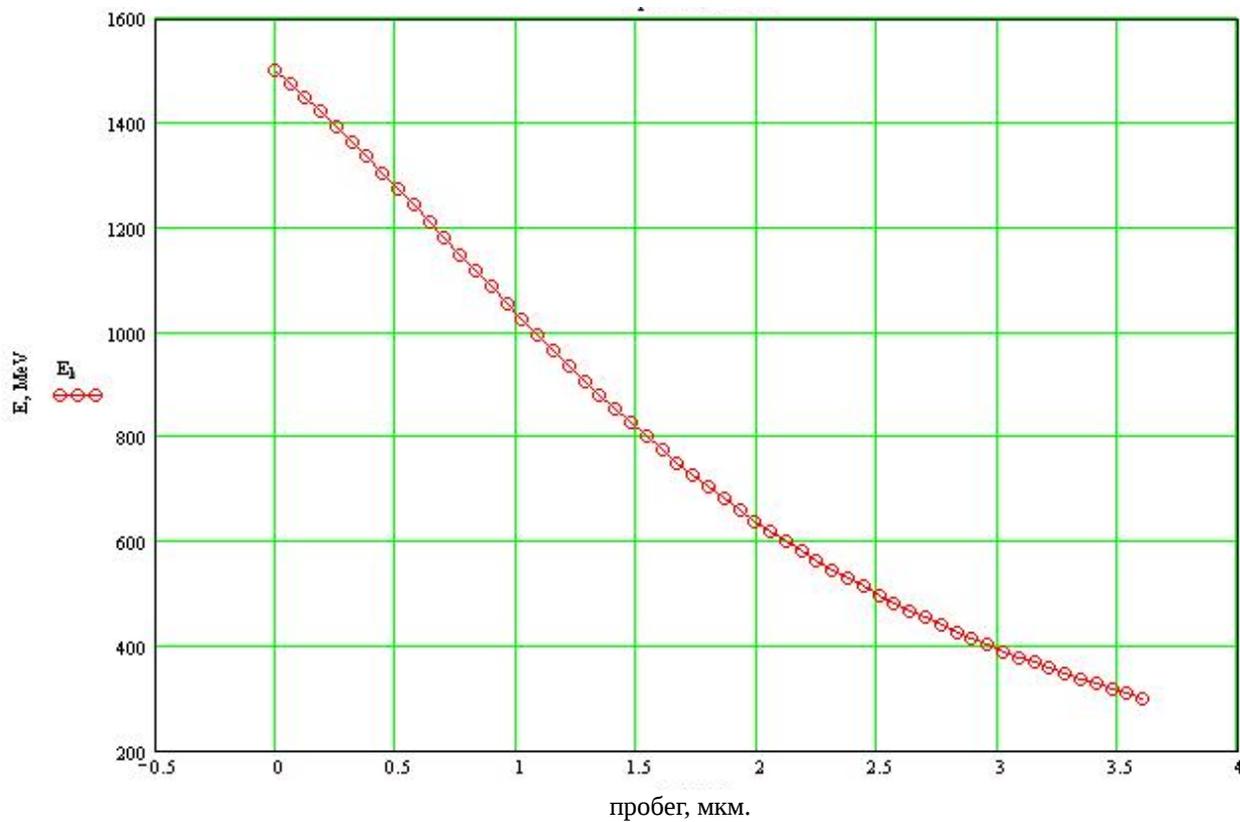


Рис. 4.11. Зависимость энергии альфа частицы от пробега в боре.

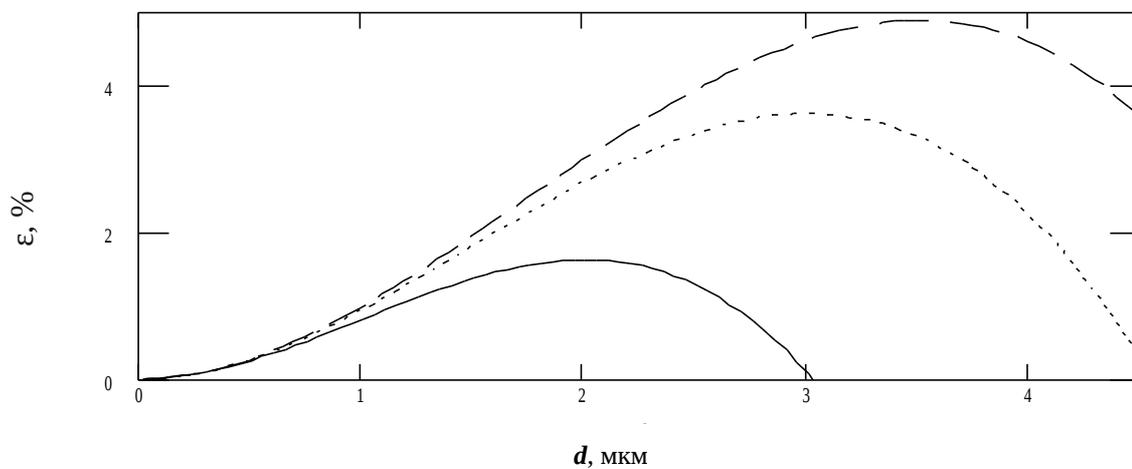


Рис. 4.12. Зависимость эффективности регистрации нейтрона от толщины слоя бора. Рассмотрены $d_c = 2$ мкм (сплошная линия), 3 мкм (точки) и 3,5 мкм (пунктир).

Из графика следует, что максимальная эффективность достигается когда толщина слоя равна d_c . Дальнейшее увеличение толщины не приводит к увеличению эффективности. Таким образом, эффективность конверсии теплового нейтрона ($1,8 \text{ \AA}$) в слое бора может достигать 3,6%. Следовательно, оптимальная толщина слоя бора 3 мкм. Для увеличения эффективности регистрации нейтронов можно применить несколько чувствительных элементов с бором-10. Координатное разрешение данного детектора определяется двумя факторами: углом вылета и пробегом альфа частиц в газе. Была составлена программа для моделирования пробега тяжелых ионов в детекторе (см. приложение Г). С помощью данной программы было получено угловое и энергетическое распределение альфа частиц, вылетающих из чувствительного элемента. Рассматривался слой бора-10 толщиной 3 мкм, покрытый 0,5 — мкм слоем алюминия. Энергия вылетающих альфа-частиц вычислялась путем численного интегрирования зависимостей тормозной способности соответствующих веществ от энергии альфа-частиц. Данные зависимости были получены путем кубической сплайн-интерполяции таблиц значений. Распределения были получены путем перебора всех углов вылета частиц в 2п. Подробное описание программы и ее текст приведены в приложении Г. Энергетическое распределение вылетающих альфа частиц представлено на рис. 4.13. Основная часть вылетающих из конвертера альфа-частиц имеет энергию от 0,4 до 1 МэВ. Таким образом порог регистрации импульса должен быть установлен на энергию 400 кэВ. На ионизацию одного атома необходимо $\sim 27 \text{ эВ}$, поэтому одному процессу захвата нейтрона должно соответствовать более 14000 ионизованных атомов. Также было получено распределение альфа-частиц по углам вылета из конвертера (рис. 4.14). Основная масса частиц имеет угол вылета не более 70° , следовательно, координатное разрешение данного детектора должно быть не хуже 5,5 мм (без учета торможения в газе). С помощью программы SRIM были вычислены пробеги альфа-частиц с энергией 1,47 МэВ в газовых смесях $\text{Ar}+\text{CO}_2$ (25%) и CF_4 . Пробеги составляют 17 мм и 3 мм соответственно. Следовательно, использование рабочей смеси на основе CF_4 , позволит достичь координатного разрешения не хуже 3 мм, а также увеличить количество ионизованных атомов, что приведет к увеличению собираемого заряда. Одним из возможных путей улучшения координатного разрешения является уменьшение зазора между анодом и катодом и

уменьшения шага проволочек до 1 мм.

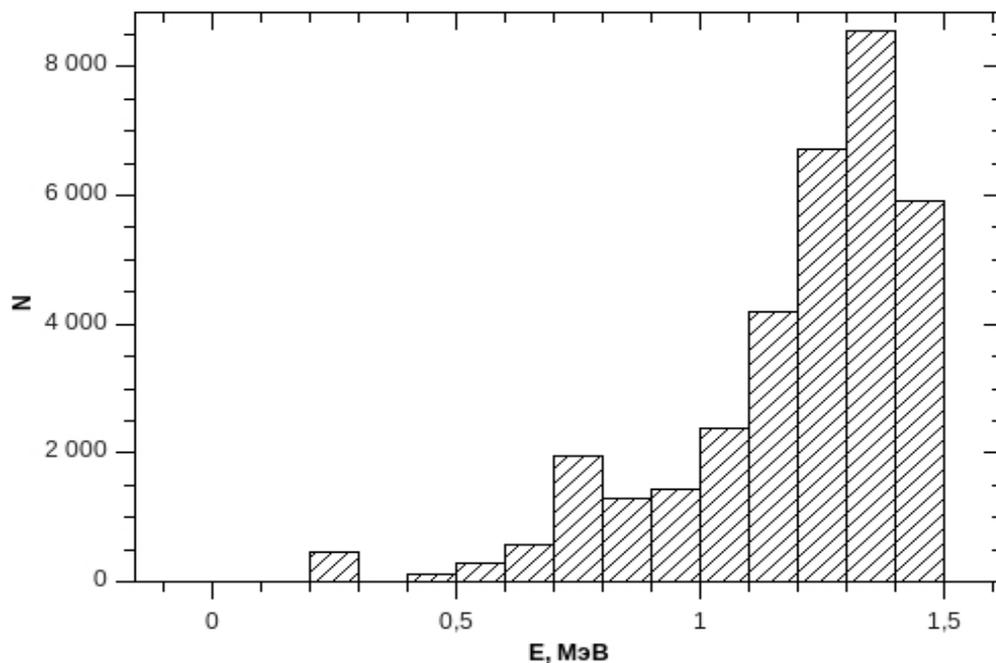


Рис. 4.13. Энергетическое распределение вылетающих альфа-частиц.

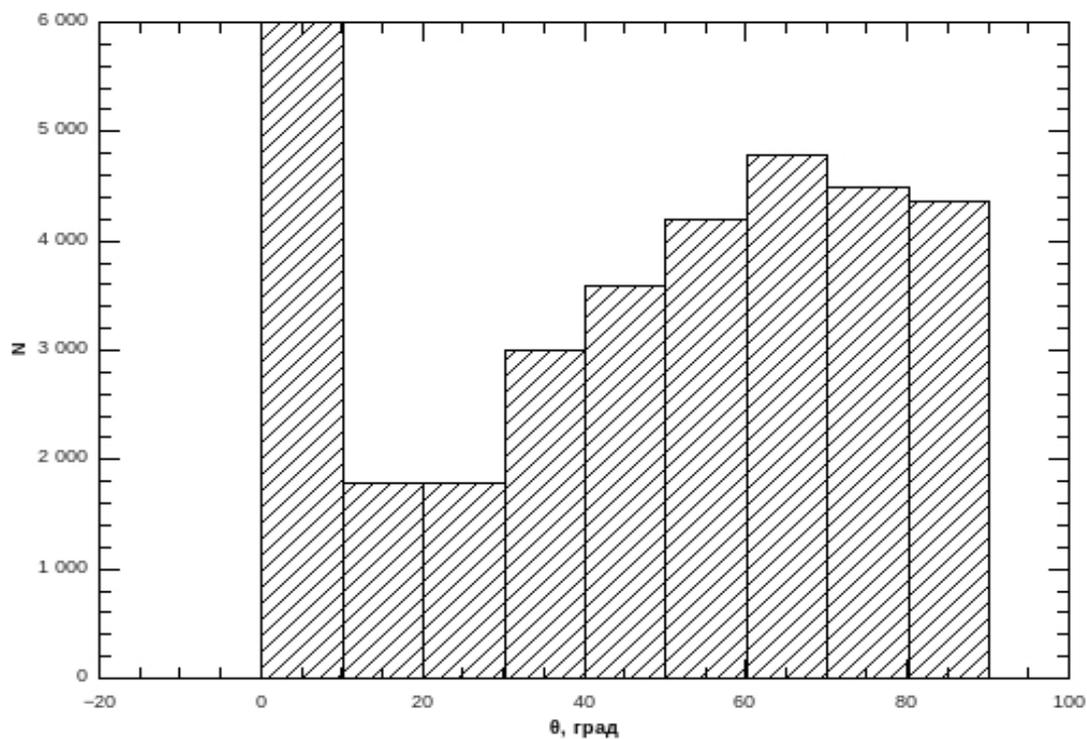


Рис. 4.14. Угловое распределение вылетающих альфа-частиц.

4.3.4. Испытания детектора.

Испытания детектора были проведены на источнике тепловых нейтронов, состоящем из постоянного ^{239}Pu -Be источника быстрых нейтронов и окружающего его полиэтиленового замедлителя с толщиной стенок 5 см, обеспечивающего оптимальную термализацию. Высоковольтное питание осуществлялось с помощью модуля ВИН-МК, который имеет как ручное управление, так и по магистрали КАМАК. Осциллограммы сигналов на выходе предусилителя, вызванных зарегистрированным нейтроном, представлены на рис. 4.15. Сигналы, полученные с проволочек, имеют отрицательный знак, а сигналы со стрипов являются положительными, причем амплитуда сигнала на стрипах вдвое меньше амплитуды сигнала на проволочках. Это вызвано тем, что положительные заряды делятся между двумя катодами. Схема предварительного усилителя приводится в приложении Б. Параметры предварительного усилителя и величины выходных сигналов, полученных от события регистрации нейтрона, приведены в таблице 4.4. Дальнейшее усиление, формирование и регистрация сигнала осуществлялись спектрометрическим усилителем Polon 1101 в крейте КАМАК и анализатором спектра Norland 5300. На рис. 4.16 представлен спектр амплитуд сигнала, измеренный с источником нейтронов и без него при напряжении 800 В. На рис. 4.17 показана счетная характеристика детектора, полученная при различных напряжениях питания. Можно заметить, что ширина плато счетной характеристики оказалось всего лишь 50 В для данной газовой смеси [137].

Падение счетной характеристики при напряжениях выше 800 В может быть вызвано переходом детектора в ограниченный стримерный режим и связанного с ним уменьшением локального электрического поля вблизи проволочек. Работа камер с подобной геометрией исследовалась в [139], где было обнаружено падение эффективности регистрации заряженных частиц с повышением напряженности электрического поля при использовании проволочек диаметром 20 мкм. Авторы объяснили данное явление переходом в самогасящийся стримерный режим. Возможной причиной падения эффективности является экранирование локального электрического поля зарядом лавины с высокой плотностью ионизации. Из данных

литературы [140] следует, что использование рабочей смеси из 80% CF_4 и изобутана позволит расширить это плато и увеличить коэффициент газового усиления.

Оценка эффективности детектора с одним слоем бора-10, полученная из сравнения с гелиевым счетчиком составляет 3% [137]. При перекрытии потока нейтронов 1 мм-слоем кадмия, скорость счета нейтронов уменьшается в 11 раз. Следует отметить, что для гелиевого счетчика диаметром 30 мм на данном источнике соотношение скорость счета без кадмия и с кадмием составило 5, что свидетельствует об относительно низкой чувствительности созданного нами детектора к гамма-квантам. Для увеличения эффективности прибора в дальнейшем будет собрана многослойная система из разработанных проволочно-стриповых элементов. Для достижения эффективности 25 % количество плоскостей должно быть увеличено до 10. Для уменьшения рассеяния нейтронов чувствительными элементами планируется использовать кремниевые подложки для напыления бора и катодных стрипов.

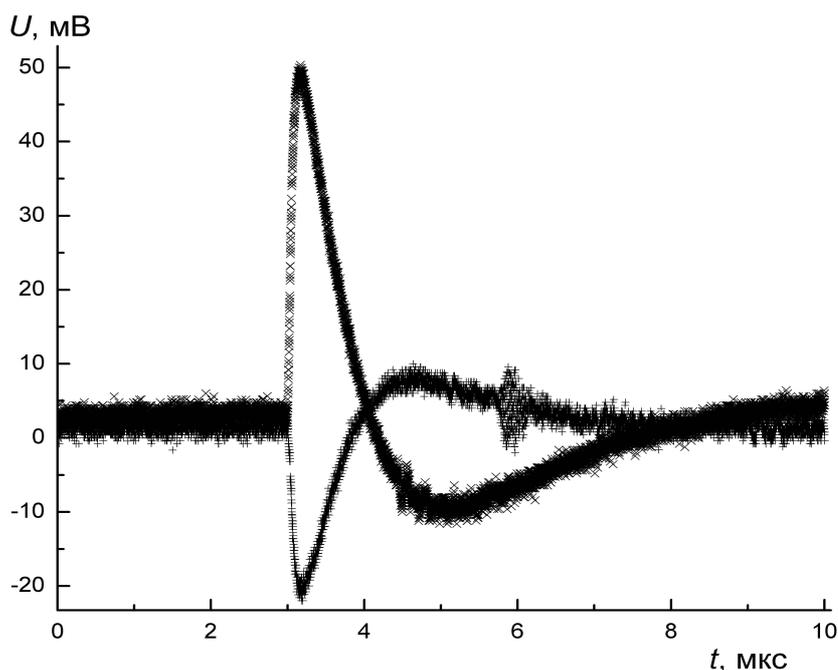


Рис. 4.15. Формы импульсов от зарегистрированного детектором нейтрона, (x) — с анодных проволочек, (+) — с катодных стрипов [137].

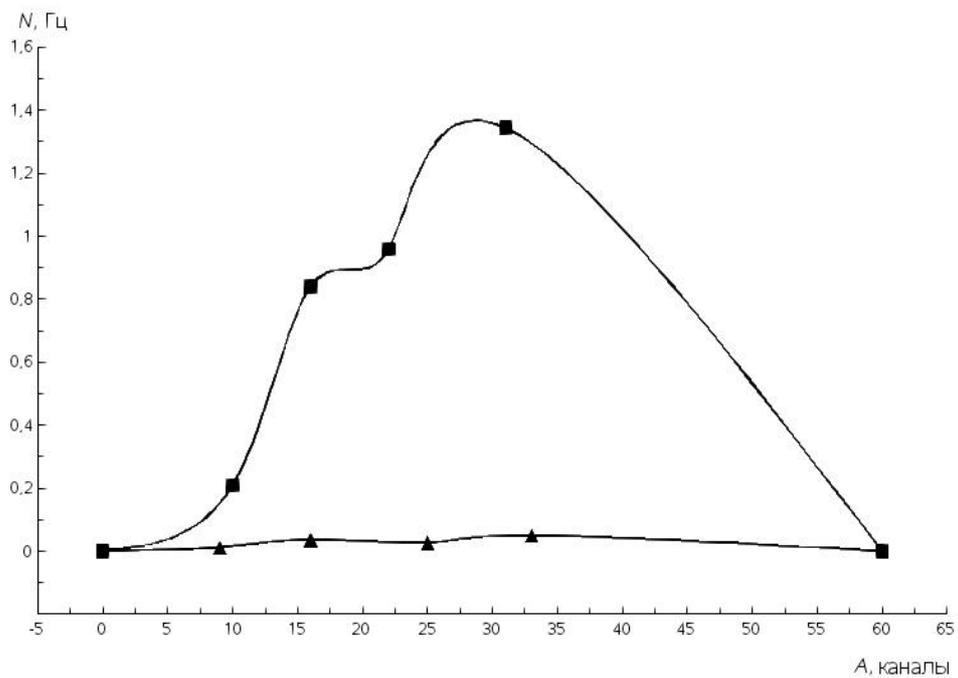


Рис. 4.16. Амплитудный спектр, полученный с одного из измерительных каналов, квадраты — в потоке нейтронов, треугольники — фон [137].

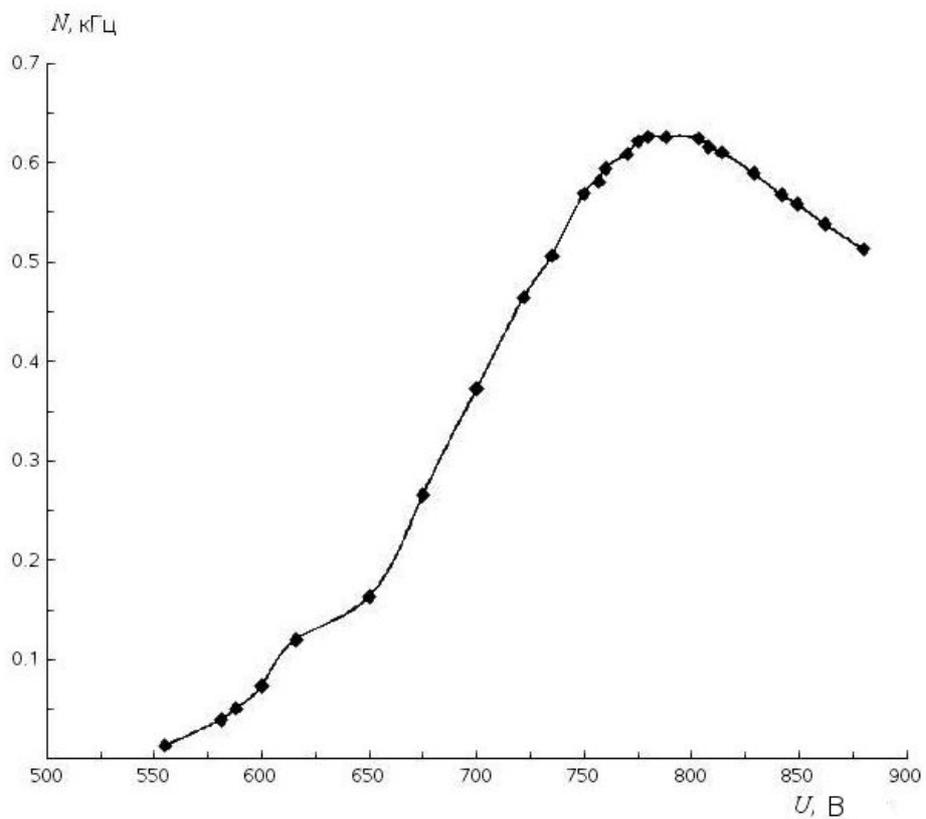


Рис. 4.17. Счетная характеристика детектора при облучении источником $^{239}\text{Pu-Be}$ [137].

Таблица 4.4. Параметры предварительного усилителя и величины выходных сигналов, полученных от события регистрации нейтрона [137].

Параметр	Единица	Величина
Коэффициент усиления по напряжению		100
Входное сопротивление предусилителя	Ом	300
Выходное сопротивление предусилителя	Ом	50
Фронт нарастания предусилителя	нс	50
Фронт нарастания анодного сигнала на выходе детектора	нс	100
Фронт нарастания катодного сигнала на выходе детектора	нс	100
Ширина на полувысоте анодного сигнала на выходе детектора	нс	400
Ширина на полувысоте катодного сигнала на выходе детектора	нс	400
Величина заряда в импульсе от нейтрона	пКл	~0,1

ГЛАВА 5

ВОЗМОЖНОСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ СПЛАВА 40ХНЮ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ НЕЙТРОГРАФИЧЕСКИХ УСТАНОВОК.

Исследование надатомной структуры конструкционных материалов, в частности сплавов, является одной из основных задач, планируемых для нейтронографических установок ИЯИ РАН, в частности для установки «Горизонт». Выбор данных объектов объясняется их доступностью, а следовательно, возможностью изготавливать образцы больших размеров, что позволяет ускорить измерения. В качестве объекта для будущих исследований был выбран немагнитный сплав 40ХНЮ (Ni 58%, Cr 39%, Al 3%). Данный сплав по твердости не уступает закаленным сталям (вплоть до 60 по Роквеллу) и в то же время остается немагнитным (магнитная восприимчивость не превышает 0,003 СГСМ/г) вплоть до 100 мК [141]. Одно из направлений применения данного сплава – изготовление элементов нейтронографических установок, в частности камер высокого давления для нейтронографических исследований. Камеры системы поршень-цилиндр применялись для различных измерений в магнитных полях, таких как магнитометрия [142], нейтронная дифракция и др., в том числе при низких температурах. Была поставлена задача определить возможность использования камер изготовленных из данного сплава для МУРН.

Данный сплав обладает необычным поведением при закалке и отжиге: закалка при температуре 1200 °С ведет к понижению твердости до нуля (по Роквеллу), а отжиг к ее увеличению. Кривая зависимости твердости сплава от температуры отжига приведена на рис. 5.1. Максимальная твердость достигается при температуре отжига 500 °С. Считается, что упрочнение при отжиге вызвано образованием фазы Ni₃Al [143]. Прочностные свойства и микроструктура сплавов ранее исследовались методами электронной микроскопии, рентгеновской дифракции и электронной микродифракции [144-149]. После закалки сплав имеет микродуплексную структуру: частицы α-фазы — твердого раствора на основе хрома с ОЦК-решеткой, размером в несколько мкм, которые находятся в матрице γ-фазы — твердого раствора на основе никеля с ГЦК-решеткой. В процессе отжига при 600 °С в течение 1 ч происходит

измельчение частиц α - и γ -фазы до средних размеров 200 нм и образование частиц γ' -фазы (Ni_3Al) со средним размером 50 нм [147]. Внутри частиц α -фазы было обнаружено образование частиц фазы, обогащенной никелем [148]. Кроме того, при температурах отжига внутри частиц α -фазы было обнаружено образование частиц никеля со средним размером 2 нм [149]. Также было обнаружено, что при температуре отжига 200-500 °C появляется коэрцитивная сила, которая снижается после отжига при более высоких температурах, вплоть до нуля при 600 °C. Авторы данной работы объясняют появление коэрцитивной силы образованием однодоменных наночастиц никеля, а падение коэрцитивной силы при температурах отжига выше 500 °C — с обогащением данных наночастиц хромом. Таким образом, в вышеперечисленных работах достаточно подробно описано влияние термообработки на прочностные свойства и структуру сплава 40ХНЮ. Однако, в данных работах мало сведений о характерных размерах наночастиц, образующихся в процессе термообработки.

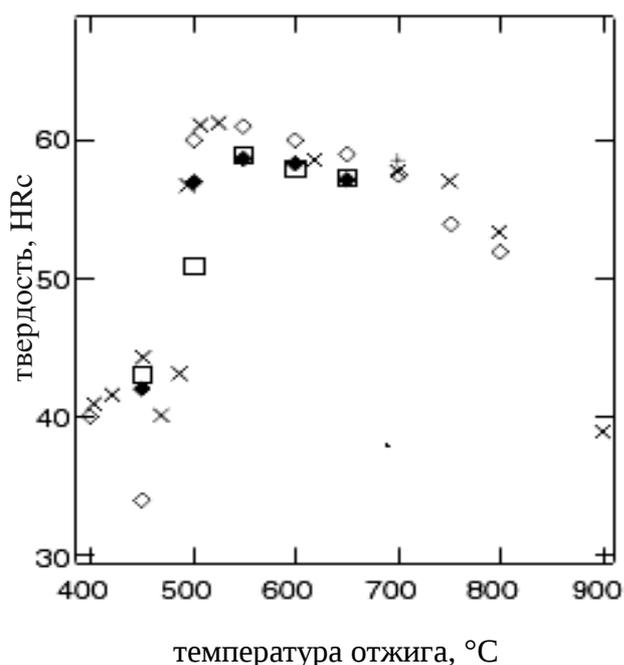


Рис. 5.1. Зависимость твердости сплава 40ХНЮ (по Роквеллу) от температуры отжига [141]. Различные точки — результаты, полученные разными группами.

5.1. Импульсный источник нейтронов «РАДЭКС».

В Экспериментальном Комплексе ИЯИ РАН был сооружен импульсный нейтронный источник «РАДЭКС» (RADiation Experiment) [82].

Основными элементами источника являются:

4. Вольфрамовая мишень, охлаждаемая проточной водой. Мишень оптимизированна для поглощения протонного пучка с энергией 500 МэВ и может выдерживать средний протонный ток до 350 мкА.
5. Водяной замедлитель толщиной 3 см для формирования нейтронного спектра в области тепловых и эпитепловых нейтронов, расположенный непосредственно за мишенью.
6. Вакуумные каналы (три горизонтальных (один - 30 м, и два - 50 м) и один вертикальный) для проведения времяпролетных измерений.
- 4) Ловушки нейтронных пучков, расположенные в конце каждого канала.

В настоящий момент существует 6 экспериментальных зон на пролетных расстояниях 10 м, 20 м, 30 м и 50 м для размещения установок (рис. 5.6). На 20-метровом пролетном расстоянии был собран макет нейтронного дифрактометра. В данном макете использовались блоки неподвижных гелиевых нейтронных счетчиков СНМ-17, снабженных кадмиевыми коллиматорами. Расстояние между образцом и детектором составляло 30 см, угловой размер детекторов — 4° . Образцы в виде порошков располагались в цилиндрических алюминиевых кюветах диаметром 11 мм и высотой 60 мм. На данном макете были проведены испытания системы регистрации для нейтронографических измерений по времяпролетной методике, описанный в главе 2. Были получены нейтронограммы ряда тестовых образцов [82]. Для нормировки был измерен спектр некогерентного рассеяния нейтронов на ванадии (рис. 5.8), который может использоваться как аппаратная функция для нормировки дифрактограмм. Из полученного спектра видно, что максимум потока тепловых нейтронов приходится на $1,1 \text{ \AA}$. Кроме того имеется мощная эпитепловая часть, возрастающая при длинах волн нейтрона менее $0,5 \text{ \AA}$. Была также измерена нейтронная дифрактограмма порошка синтетического алмаза (карбонадо). Получен-

ный спектр, нормированный на спектр ванадия, представлен на рис. 5.9. Все приведенные спектры были измерены для угла рассеяния 90° , при длительности протонных импульсов 123 мкс и частоте следования 50 Гц. Из ширины пиков Брэгга была получена оценка разрешения дифрактометра по длине волны нейтронов, которая не превышает 2%, что вполне достаточно для нейтронного дифрактометра общего назначения [150]. Плотность потока тепловых нейтронов, достигнутая на 20-метровом пролетном расстоянии, при длительности протонного импульса 50 мкс и среднем протонном токе 23 мкА, составляет $\sim 10^5$ нейтрон \cdot см $^{-2}\cdot$ с $^{-1}$. Таким образом, импульсный источник нейтронов «РАДЭКС» даже при нынешних параметрах протонного пучка позволяет проводить исследования в области физики конденсированного состояния. Основным достоинством источника является спектр, обогащенный эпитепловыми нейтронами. Это позволяет проводить нейтронную спектрометрию в диапазоне энергий нейтронов от десятых до десятков электронвольт. Также источник позволяет исследовать кристаллическую структуру вещества методом малоугловой дифракции эпитепловых нейтронов. Данный метод позволяет проводить исследования сильно поглощающих тепловые нейтроны образцов, например, содержащих бор, кадмий, гадолиний, самарий и т.д. Как правило, нейтронографические исследования образцов такого типа проводят на тепловых нейтронах. При этом, чтобы избежать высокого поглощения нейтронов, изготавливают образцы не содержащие изотопов с большими сечениями поглощения нейтронов. Для исследований методом дифракции эпитепловых нейтронов в могут применяться образцы с естественной смесью изотопов, что существенно удешевляет их изготовление.

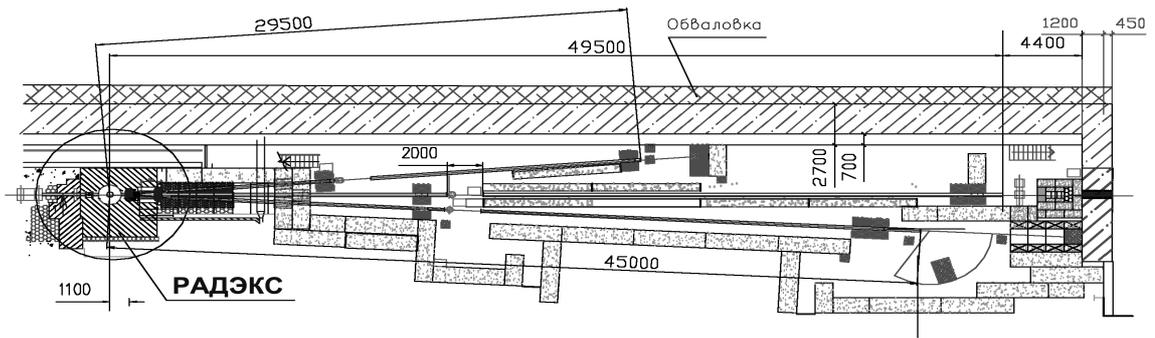


Рис. 5.6. Схема экспериментальных зон импульсного источника нейтронов «РАДЭКС».

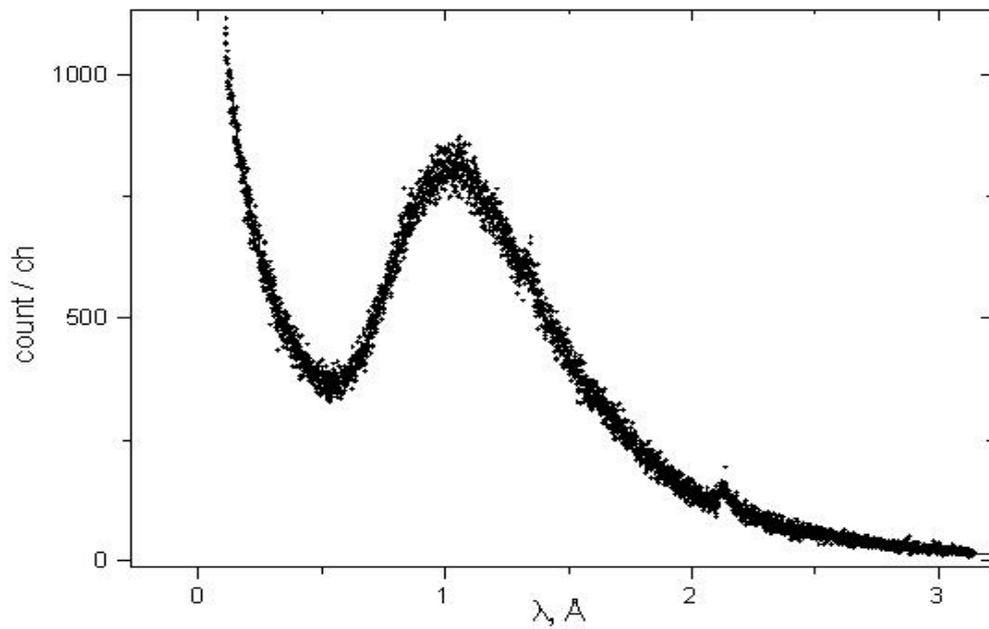


Рис. 5.7. Спектр рассеяния нейтронов на ванадии, полученный методом времени пролета. Максимум потока тепловых нейтронов приходится на $\lambda=1,1 \text{ \AA}$.

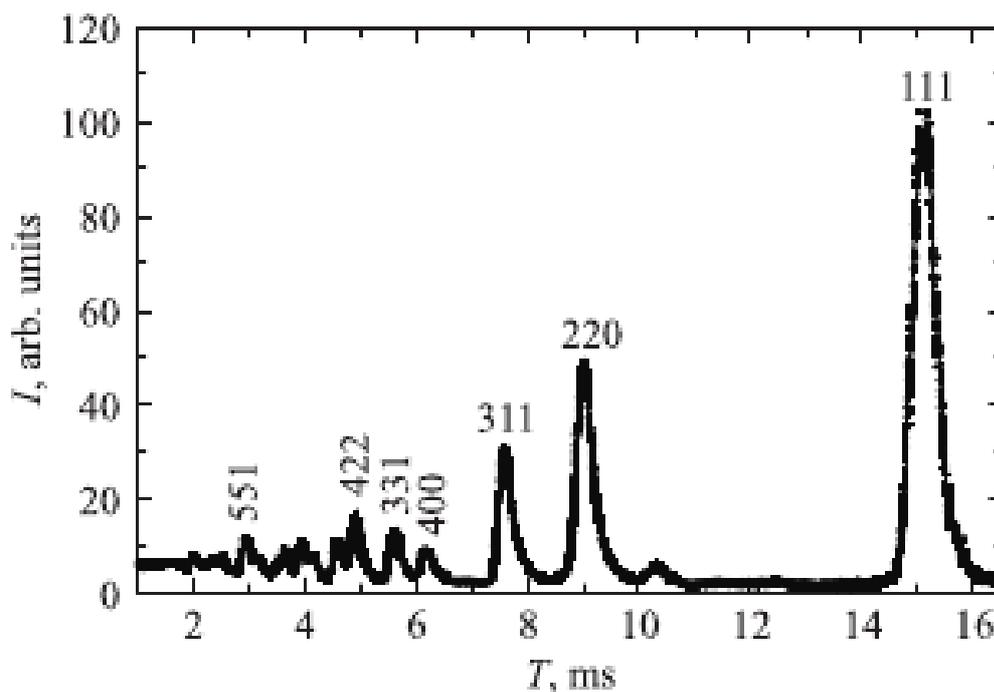


Рис. 5.8. Времяпролетный спектр рассеяния нейтронов на порошке синтетического алмаза, нормированный на спектр ванадия. Над пиками Брэгга указаны индексы Миллера.

5.2. Исследование структуры сплава 40ХНЮ методом нейтронной дифракции на источнике нейтронов «РАДЭКС».

Для исследования был выбран сплав 40ХНЮ промышленного изготовления (г. Электросталь). Нейтронные дифрактограммы образцов сплава 40ХНЮ с различными твердостями были получены на макете нейтронного дифрактометра, установленного на 20-метровой пролетной базе импульсного источника нейтронов «РАДЭКС» [151]. Образцы исследуемого сплава были изготовлены в виде стержней диаметром 12 мм и длиной 100-150 мм.

На полученной нейтронной дифрактограмме в диапазоне межплоскостных расстояний $d=0.5-2.5 \text{ \AA}$ появления новых дифракционных пиков не было обнаружено (рис. 5.9). Не изменяется и соотношение интенсивностей пиков. Единственное наблюдаемое различие между полученными дифрактограммами образцов с различными твердостями – это сдвиг брэгговских пиков в сторону меньших межплоскостных расстояний с увеличением твердости. Сдвиг дифракционных пиков

сплава с твердостью 10 и 58 (по Роквеллу) составляет $0,2 \text{ \AA}$, что свидетельствует об увеличении плотности α - и γ -фаз, сопровождающем увеличение твердости. Подобное изменение параметров решетки α - и γ -фаз наблюдалось ранее на рентгенограммах [145, 148], однако это изменение не превышало $0,04 \text{ \AA}$.

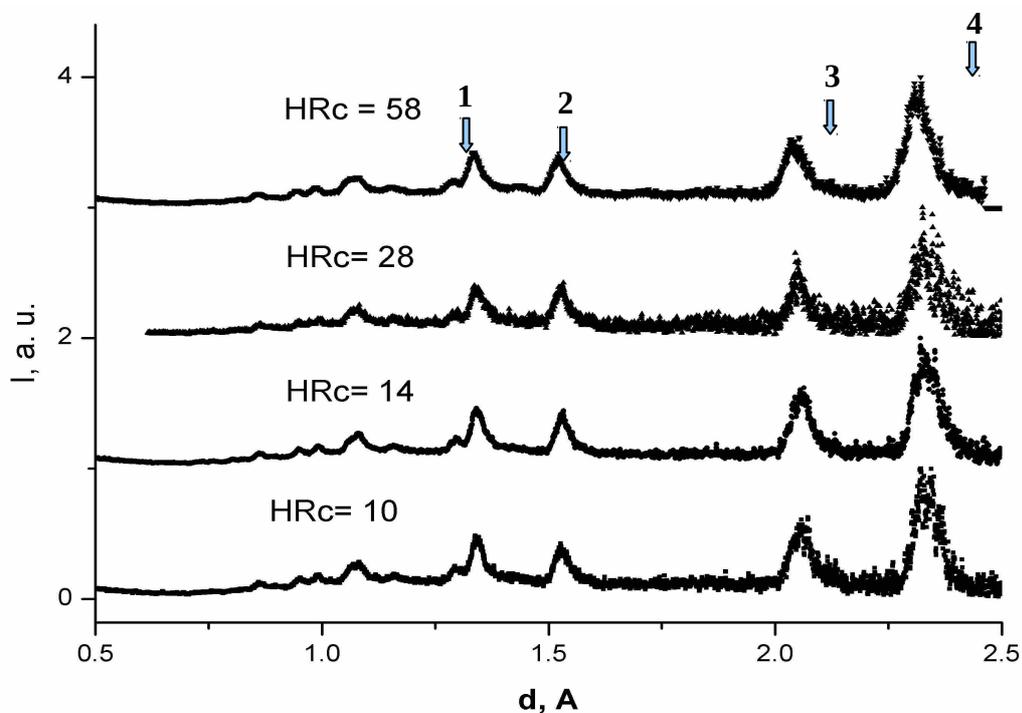


Рис. 5.9. Нейтронные дифрактограммы образцов сплава 40XНЮ с различной твердостью, полученные на импульсном источнике «РАДЭКС» ИЯИ РАН. Цифрами обозначены рефлексы: 1- $211\alpha + 221\gamma'$, 2- $220\gamma + 220\gamma'$, 3- $200\gamma + 200\gamma'$, 4- $110\alpha + 111\gamma + 111\gamma'$.

5.3. Исследование надатомной структуры сплава 40XНЮ методом МУРН.

Измерения методом малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН) были проведены на нейтронной малоугловой установке KWS-2 на исследовательском реакторе FRM II в Гархинге, Германия. Установка работает при постоянной длине волны, которая может задаваться в диапазоне $4,5-20 \text{ \AA}$ [70]. Установка оснащена зеркальным нейтронноводом, состоящим из 18 зеркальных секций длиной 1 м. С помощью пневматического привода часть секций может удаляться из пучка, что позволяет регулировать коллимацию. Для повышения разрешения установки по длине волны может быть установлен прерыватель. Также предусмотрен блок нейтронных

линз, изготовленных из MgF_2 , который позволяет измерять образцы диаметром до 50 мм. Для измерений была выбрана длина волны 4,5 Å, что обеспечивает максимальную плотность потока нейтронов на образце. Разрешение установки по переданному импульсу нейтрона в использовавшейся нами конфигурации составляло 20%, а диапазон переданного импульса $Q=0,007-0,4 \text{ \AA}^{-1}$. Регистрация нейтронов осуществляется двухкоординатным ПЧД ангеровского типа [117]. Калибровка детектора осуществлялась по некогерентному рассеянию нейтронного пучка на листе плексигласа толщиной 4 мм, который обеспечивал равномерную засветку по всей площади детектора. Спектры МУРН, т.е. зависимость макроскопического сечения рассеяния $I = \frac{d\Sigma}{d\Omega}$ от переданного импульса Q , были получены путем интегрирования двумерных изображений по азимуту с помощью программы qtiKWS [152].

Были измерены спектры МУРН на образцах с различной твердостью при комнатной температуре [151]. Образцы были изготовлены в виде шайб диаметром 10 мм и толщиной 2, 3 и 5 мм. Полученные шайбы были закалены путем нагрева до 1200 °С и охлаждения в воде, после чего подвергались отжигу в течение 1 часа при температурах 200-700 °С. Результаты измерения коэффициентов пропускания нейтронов с длиной волны 4,5 Å образцами сплава 40ХНЮ в зависимости от твердости представлены в таблице 5.1. Из полученной кривой видно, что образцы сплава большей твердостью, сильнее рассеивают нейтроны в исследуемом диапазоне переданного импульса. Полученные данные необходимо учитывать при конструировании элементов нейтронографических установок, находящихся в пучке нейтронов, в частности камер высокого давления для МУРН.

Для исследования эволюции структуры сплава методом МУРН в процессе отжига образец был изготовлен в виде «лопатки» (см. рис. 5.10) из прутка закаленного сплава ($Hrc < 9$). В верхней части образца предусмотрено резьбовое отверстие для крепления на держателе. Резьба обеспечивает надежный тепловой контакт с держателем, в котором расположен датчик температуры. Часть образца, помещаемая в нейтронный пучок, выполнена в виде пластины толщиной 2 мм и размерами 10x15 мм² помещался в вакуумную печь с алюминиевым корпусом и ниобиевыми экранами-нагревателями вокруг образца. Спектр МУРН на пустой печи был предварительно

измерен и вычтен из измеренных спектров. Отжиг перед каждым измерением проводился в течении 1 часа, т. к. согласно [143], дальнейший отжиг не приводит к существенному увеличению твердости.

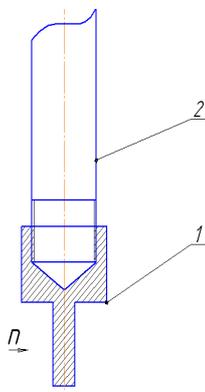


Рис. 5.10. Схема образца (1) с держателем (2) для измерений в процессе отжига.

Таблица 5.1. Пропускание нейтронов с длиной волны 4,5 Å образцами сплава 40ХНЮ в зависимости от толщины и от твердости.

№ образца	Толщина образца, мм	Твердость по Роквеллу	Коэффициент пропускания
1	2	<10	0,47
2	2	16	0,52
3	2	27	0,50
4	2	48	0,41
5	2	54	0,33
6	2	58	0,35
7	3	48	0,35
8	3	54	0,27
9	5	18	0,32
10	5	23	0,26
11	5	25	0,30
12	5	39	0,25
13	5	45	0,14
14	5	58	0,16

Спектры МУРН для образцов с различной твердостью (подвергавшихся отжигу

из закаленного состояния при различных температурах, а также не подвергавшихся отжигу) приведены на рис. 5.11. Отжиг приводит к сильному увеличению сечения рассеяния нейтронов в области малых переданных импульсов ($Q < 0,3 \text{ \AA}^{-1}$) [151].

Все кривые, как для образцов в закаленном, так и отожженном состояниях, не имеют четко выраженных минимумов. Отсутствие минимумов на кривых свидетельствует о полидисперсности наночастиц [153].

Участки спектров МУРН для образцов, подвергавшихся отжигу, соответствующий малым переданным импульсам, таким что $QR_g < 1$, могут быть описаны с помощью аппроксимации Гинье (1.25), а участки с большим Q ($QR_g \gg 1$) степенной функцией Q^{-p} , в нашем случае $p=4,0-4,3$. Однако на большей части кривой эти функции не могут описать кривую. Такие кривые могут быть аппроксимированы функцией, предложенной в [154]:

$$I(Q) = I_0 \exp(-(R_g Q)^2/3) + B((\operatorname{erf}(R_g Q/\sqrt{6}))^3/Q)^p + Bg \quad (5.1)$$

где $\operatorname{erf}(x)$ — функция ошибок, Bg — фон.

Данная функция может описать кривую МУРН во всем представленном диапазоне переданных импульсов, при малых Q она приближается к функции Гинье, а при больших — к зависимости вида Q^{-p} . Аппроксимация была проведена с помощью программы qtiKWS [152]. Показатель степени $p \geq 4$ свидетельствует о наличии гладкой поверхности частиц, т.е. частицы имеют форму шара или эллипсоида [153]. Из аппроксимации экспериментальной кривой функцией (5.1) (на рис. 5.12) были получены оценки характерных размеров частиц, предполагая, что частицы имеют форму шара, $d \approx 2R_{шара} = 2(\frac{5}{3}R_g)$. Зависимости R_g и I_0 от твердости приведены на рис. 5.17 и 5.18. При максимальной твердости $R_g = 30$ нм, т.е. характерный размер образующихся наночастиц 100 нм.

Спектры МУРН не подвергавшихся отжигу закаленных образцов имеют три характерных участка (см. рис. 5.11). Первый участок $Q=0,007-0,01 \text{ \AA}^{-1}$ подчиняется закону Q^{-4} , т.е. режим Гинье достигается при Q значительно меньших $0,007 \text{ \AA}^{-1}$, из чего можно сделать вывод о наличии наночастиц с характерными размерами более 500 нм. На втором участке $Q=0,01-0,4 \text{ \AA}^{-1}$ наблюдается отклонение от степенного

закона. Это отклонение можно объяснить наличием частиц, таких что сечение рассеяния этими частицами переходит в режим Гинье в указанной области. Третий участок кривой имеет горизонтальную асимптоту Bg , которая растет с увеличением твердости сплава. Данная серия кривых может быть также описана функцией

$$I(Q) = A_0 Q^{-p_0} + I_0 \exp(-(R_g Q)^2/3) + B((\operatorname{erf}(R_g Q/\sqrt{6}))^3/Q)^p + Bg \quad (5.2)$$

с показателем степени $p_0=4,0-4,3$.

Аппроксимация экспериментальной кривой для образца с твердостью 16 HRc данной функцией приведена на рис. 5.13. Таким образом, можно сделать вывод о наличии частиц трех видов: с характерными размерами более 500 нм (начальная часть кривой, описываемая степенной функцией), с характерными размерами около 10 нм (средняя часть, описываемая функцией (5.1)) и менее 1 нм (горизонтальная асимптота) [151].

Однако для данных кривых, с учетом приборной погрешности, возможна и другая трактовка отклонения кривой от степенной зависимости. На участке кривой $Q = 0,01-0,4 \text{ \AA}^{-1}$ после вычитания функции $I(Q) = A Q^{-4} + Bg$, описывающей первый участок, наблюдается пик с максимумом в $0,03 \text{ \AA}^{-1}$ (см. рис. 5.14). Отсюда можно сделать вывод, что расстояние между частицами сравнимо с их размерами) [153], характерное расстояние между частицами $\sim 20 \text{ нм}$ [151].

Спектры МУРН, измеренные в процессе отжига, имеют тот же характер, что и спектры МУРН для образцов при комнатной температуре с соответствующей твердостью (см. рис. 5.15) [155]. Однако на спектрах, соответствующих закаленному (мягкому) состоянию, пик наблюдается при $0,015 \text{ \AA}^{-1}$. Кроме того при $Q > 0,1 \text{ \AA}^{-1}$ кривая начинает резко спадать. Этот участок можно описать законом Гинье. Характерный размер частиц для этого участка — менее 1 нм. В процессе отжига из закаленного состояния при температурах ниже $450 \text{ }^\circ\text{C}$ спектры МУРН не претерпевают изменений (см. рис. 5.15) [155]. Следовательно, структура сплава в нанометровом масштабе при данных температурах отжига не изменяется. При температуре отжига $450 \text{ }^\circ\text{C}$ наблюдается значительное изменение структуры: пик в средней части кривой растет и смещается в сторону меньших переданных импульсов. Вместе с тем растет сечение рассеяния в области малых переданных импульсов и пропадает степенная

зависимость в начальной части кривой. При температурах отжига выше 450 °С происходит увеличение сечения рассеяния во всем диапазоне переданного импульса.

Методом МУРН была также исследована кинетика изменений структуры сплава в нанометровом масштабе при температуре отжига 450 °С. Измерения спектров МУРН производились через каждые 45 минут в процессе отжига в течение 10-ти часов. Полученные спектры представлены на рис. 5.16. На рис. 5.17 представлена зависимость инварианта Порода (5.3) от времени отжига при 450 °С. Инвариант

Порода $\tilde{Q} = \int_0^{\infty} I Q^2 dQ$ является интегральной характеристикой МУРН и пропорционален среднему объему и концентрации наночастиц [27]. Из данного графика следует, что изменение структуры в нанометровом масштабе происходит в течение 8-ми часов [155].

5.4. Обсуждение результатов.

Анализируя полученные спектры МУРН можно сделать вывод, о том, что сплав 40ХНЮ, подвергавшийся закалке, состоит из двух фаз: α и γ с характерным размером частиц более 500 нм. Отжиг при температурах 450-650 °С приводит к измельчению α - и γ -фаз и образованию наночастиц γ' -фазы с характерными размерами 100 нм. Этот вывод согласуется с результатами ранее проводимых исследований структуры сплава методами электрон-ной микроскопии и микродифракции [144-149]. Кроме того, обнаружены наночастицы с характерными размерами около 10 нм и менее 1 нм. Можно предположить, что это частицы γ' -фазы, и в процессе отжига увеличивается их размер и концентрация, о чем говорят увеличение характерного размера наночастиц R_g (рис. 5.18) и интенсивности рассеяния I_0 в нулевой угол, которая пропорциональна концентрации наночастиц (рис. 5.19). Рост сечения МУРН в процессе упрочняющего отжига можно объяснить образованием и укрупнением наночастиц Ni_3Al (γ' -фазы). Таким образом можно сделать вывод о том, что увеличение твердости сплава 40ХНЮ в процессе отжига из закаленного состояния связано с образованием этих наночастиц. Этот вывод согласуется с результатами ранее проводимых исследований структуры сплава методами электронной микроскопии и микродифракции [144]. Вследствие

большого (10^2 - 10^3 см^{-1}) сечения рассеяния нейтронов в области малых углов ($Q < 0,03$ \AA^{-1}) применение изделий из данного сплава для исследований методом МУРН затруднительно.

Из спектров МУРН, измеренных в процессе отжига, следует, что изменения структуры сплава в нанометровом масштабе происходят при температурах не менее 450 $^{\circ}\text{C}$, что подтверждается результатами электронной микроскопии [149]. При 450 $^{\circ}\text{C}$ изменение структуры происходит в течение 8-ми часов. Поэтому для достижения максимальной твердости отжиг при данной температуре следует проводить в течение 8-ми часов.

Сдвиг дифракционных пиков на $0,2$ \AA , наблюдаемый на нейтронных дифрактограммах в результате упрочняющего отжига, предположительно связан с уменьшением параметров решетки α - и γ -фаз. Так как в наблюдаемых пиках могут присутствовать рефлексы от γ' -фазы, сдвиг пиков может быть также связан с образованием γ' -фазы. Ранее на рентгенограммах наблюдалось уменьшение параметров решетки α - и γ -фаз на $0,04$ \AA [145, 148].

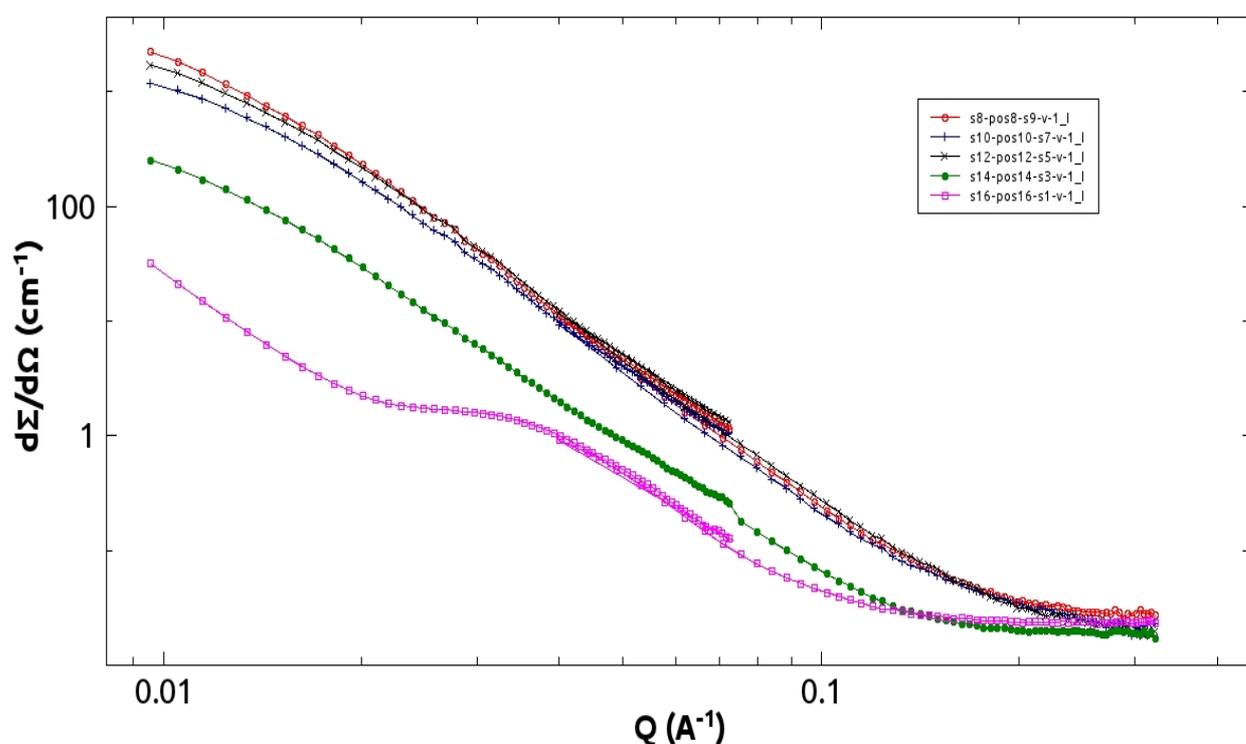


Рис. 5.11. Спектры МУРН для образцов сплава 40ХНТЮ с различной твердостью, измеренные при комнатной температуре. Твердость по Роквеллу: <10 (\square), 27 (\bullet), 48 ($+$), 58 (\times), 54 (o)

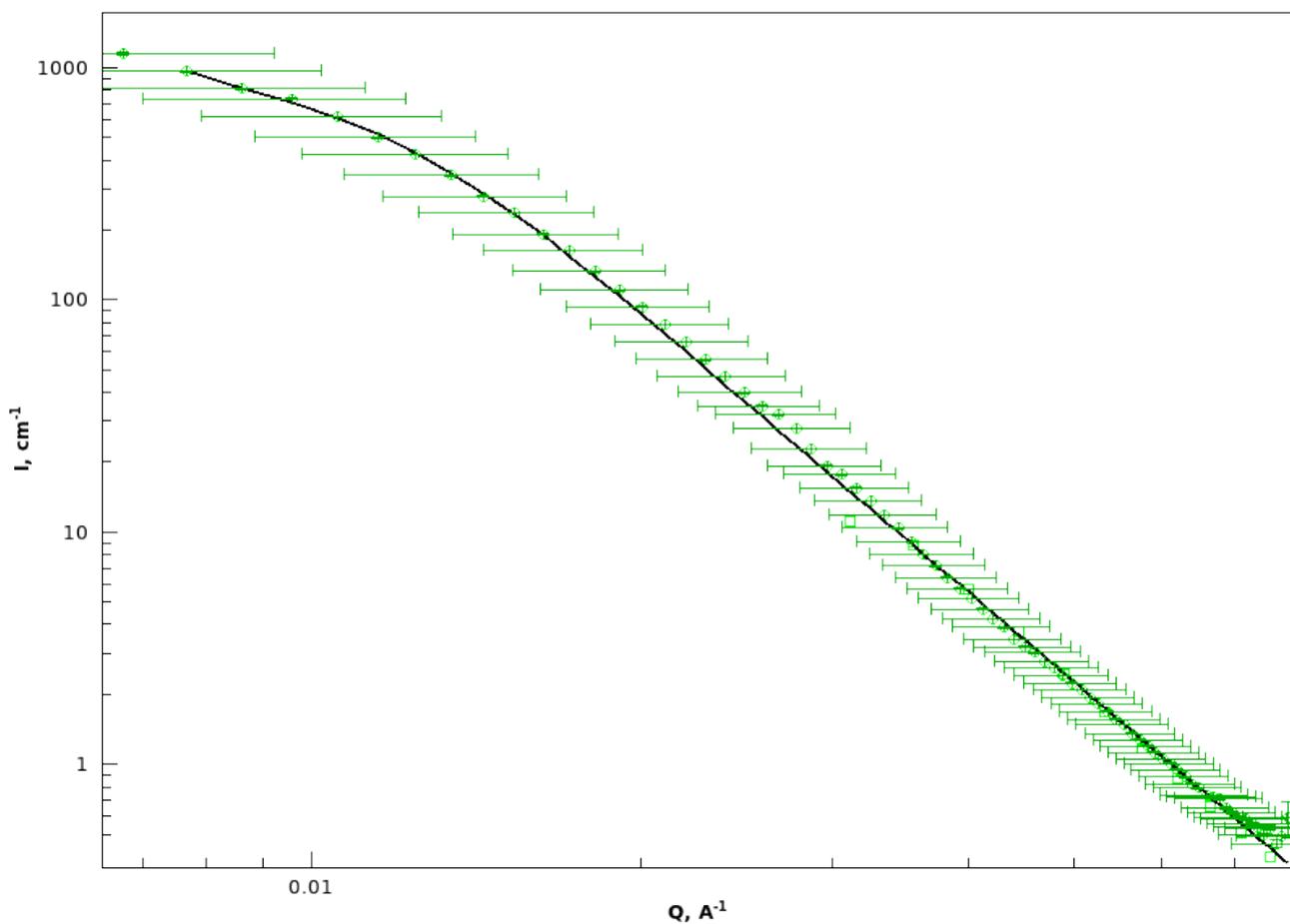


Рис. 5.12. Подгонка функцией (5.1) спектра МУРН на образце сплава 40XНЮ с твердостью 58 HRc.

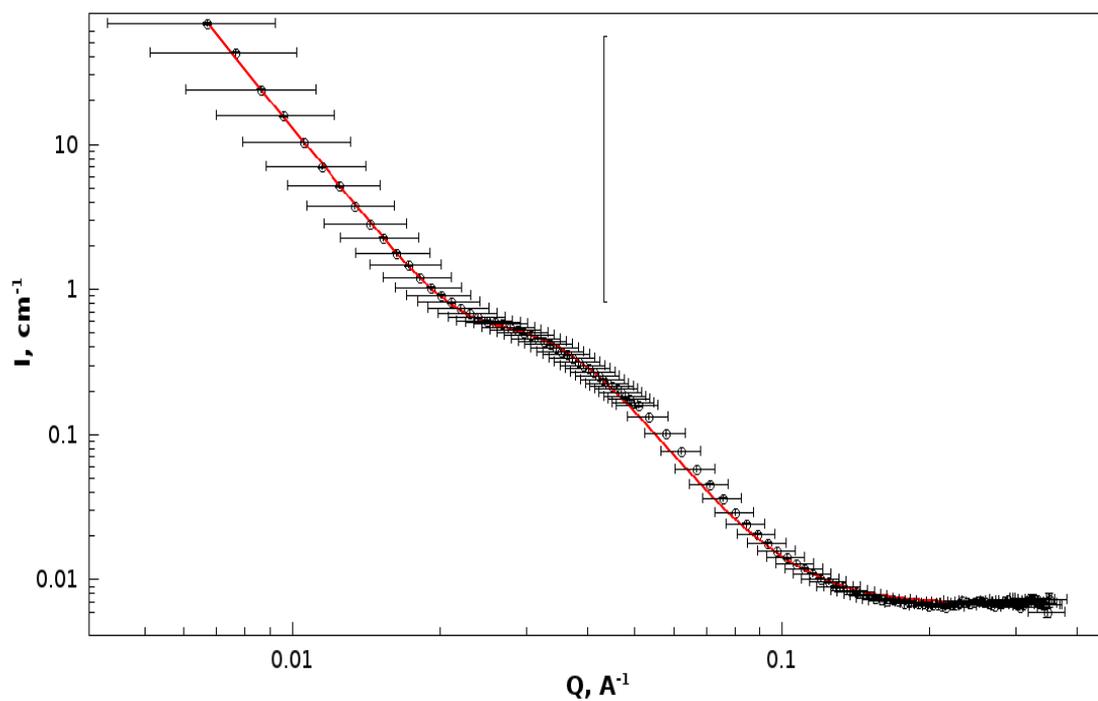


Рис. 5.13. Подгонка функцией (5.2) спектра МУРН на образце с твердостью 16 HRc.

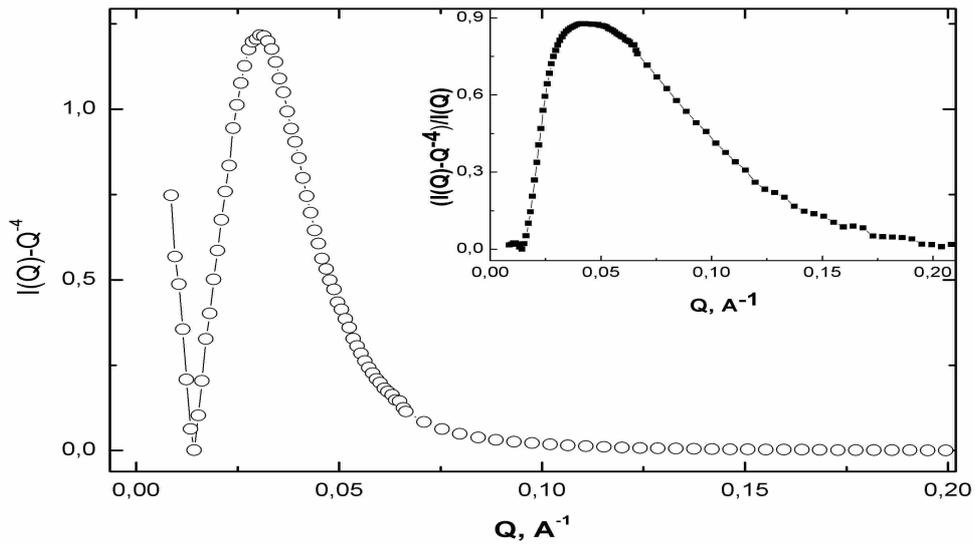


Рис. 5. 14. Разность спектра МУРН для образца с твердостью 16 HRc и аппроксимации начального участка экспериментальной кривой функцией $I(Q)=A Q^{-4} + Bg$. На вставке — относительная разность.

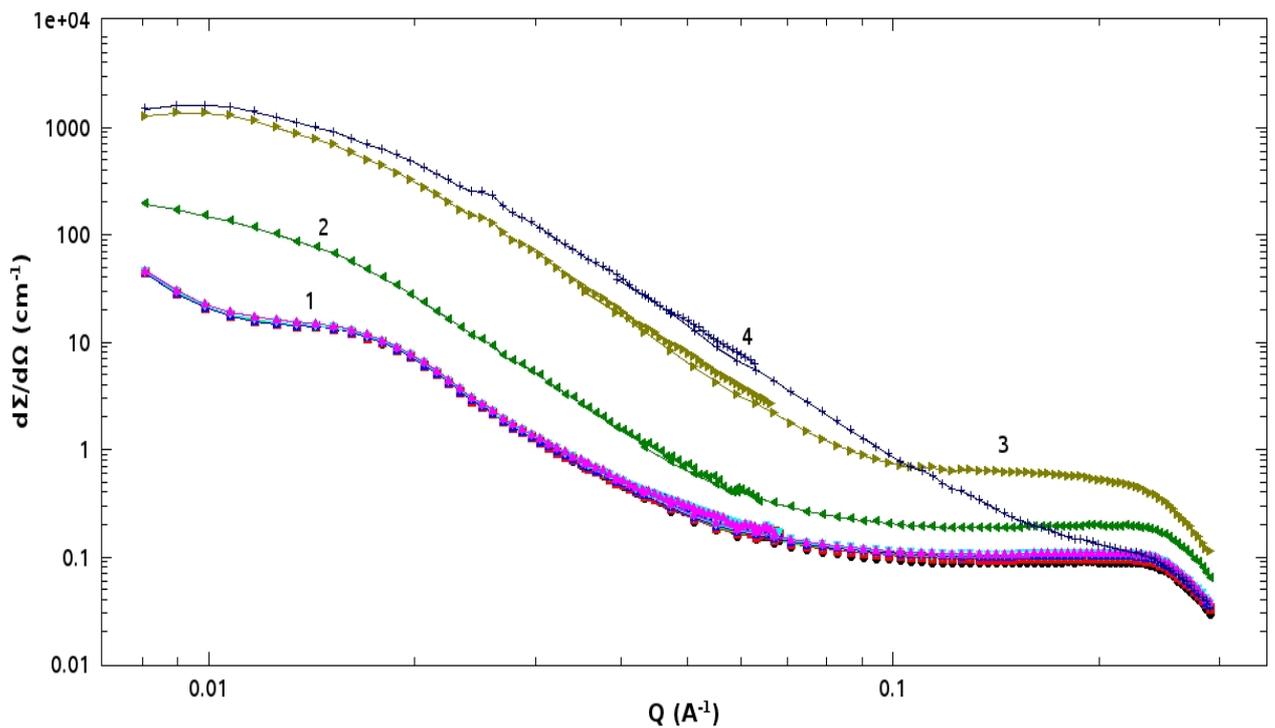


Рис. 5.15. Спектры МУРН, измеренные в процессе отжига из закаленного состояния, при температурах до $450 \text{ }^\circ\text{C}$ (1), при $450 \text{ }^\circ\text{C}$ после 8-часового отжига (2), $500 \text{ }^\circ\text{C}$ (3) и $650 \text{ }^\circ\text{C}$ (4).

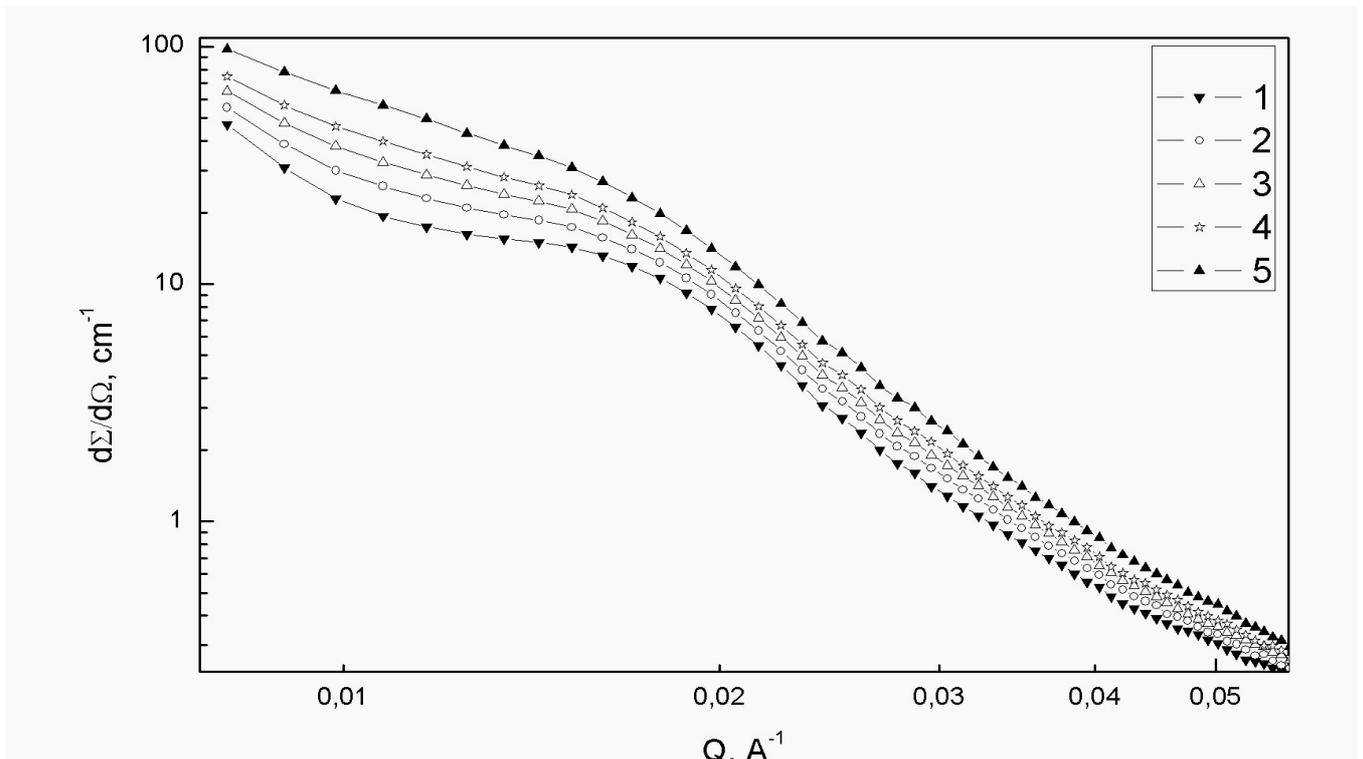


Рис. 5.16. Спектры МУРН, измеренные в процессе отжига при 450 °С : в начале отжига (▼), через 1 ч 20 мин (○), через 4 ч 16 мин (△), через 6 ч 12 мин (☆), через 10 ч (▲).

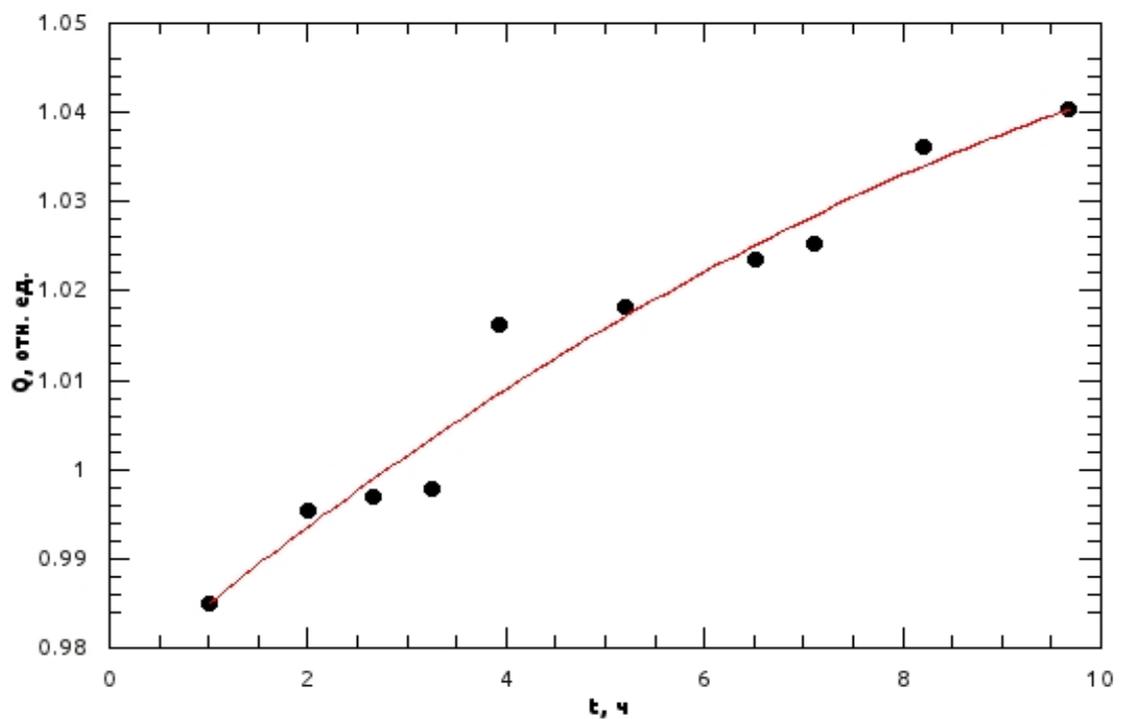


Рис. 5.17. Зависимость инварианта Порода от времени отжига сплава 40ХНЮ при температуре 450 °С.

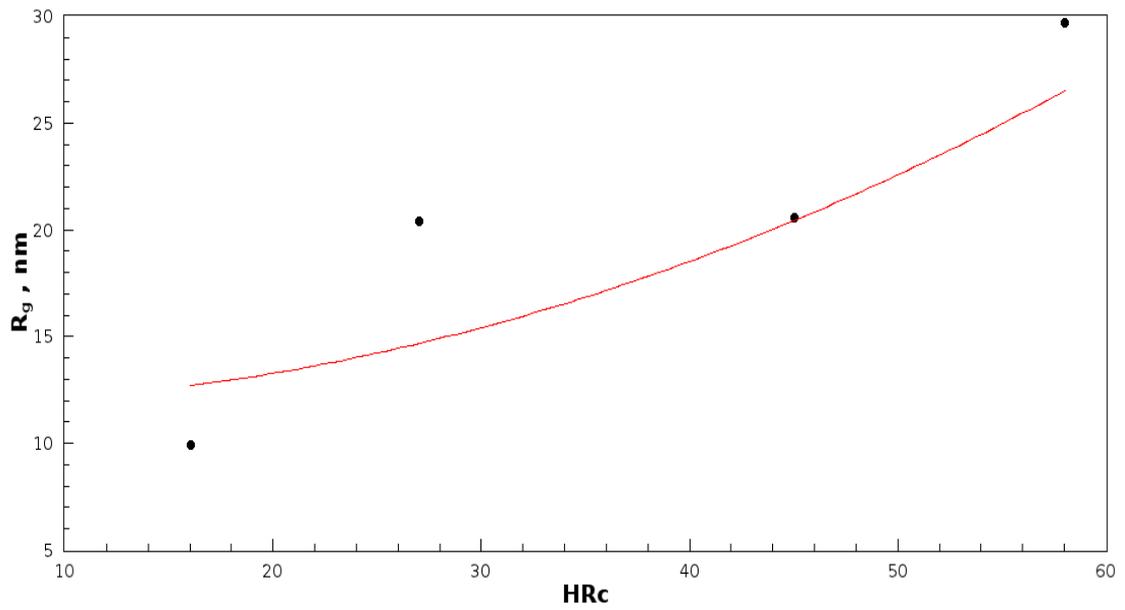


Рис. 5.18. Зависимость радиуса гирации R_g от твердости сплава.

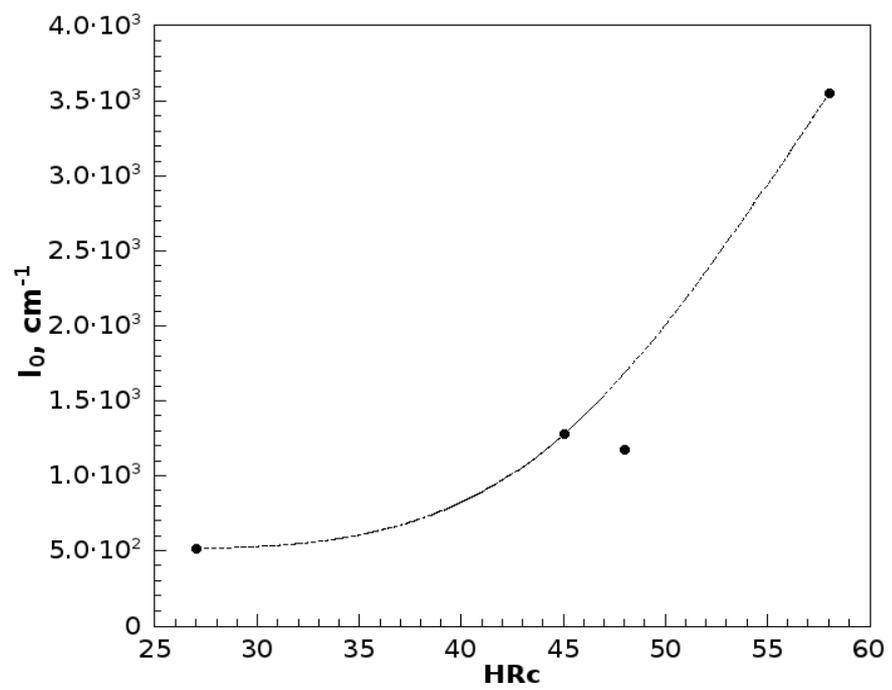


Рис. 5.19. Зависимость интенсивности рассеяния I_0 в нулевой угол от твердости сплава.

Заключение.

1. На импульсном источнике нейтронов ИН-06 создан нейтронный рефлектометр-малоугловой спектрометр «Горизонт». Данная установка позволяет проводить нейтронную рефлектометрию в вертикальной плоскости по время-пролетному методу. Преимуществом данной установки является возможность исследования жидких образцов в широком диапазоне переданных импульсов, не затрачивая время на изменение геометрии установки, что особенно важно для непрерывных измерений (in situ).
2. С помощью моделирования методом Монте-Карло, были получены спектры нейтронов на выходе нейтроновода и в позиции образца. Также получены оценки расходимости пучка при различной конфигурации коллимирующих щелей. Проведен анализ разрешающей способности установки в различных конфигурациях, а также интенсивностей нейтронного пучка, соответствующих этим конфигурациям. Полученные экспериментальные спектры и профили пучка соответствуют модельным. Из проведенных измерений следует, что нейтроновод задерживает коротковолновые нейтроны с длиной волны менее 1 \AA , что существенно улучшает фоновые условия в зоне установки. Установка «Горизонт» может работать в режиме рефлектометра в диапазоне переданного импульса $0,005\text{-}0,75 \text{ \AA}^{-1}$ с разрешением 5% (при угле падения пучка 1° и высоте пучка 1 мм), а в режиме малоуглового спектрометра в диапазоне переданного импульса $0,003\text{-}0,75 \text{ \AA}^{-1}$ с разрешением $>10\%$. Размеры образца в экспериментах по МУРН не должны превышать 5мм. Измерения рационально проводить при длине волны $>1,75 \text{ \AA}$, т.к. при меньших длинах волн происходит падение интенсивности нейтронного пучка. Для работы установки в указанном диапазоне переданных импульсов необходима частота повторения протонных импульсов не более 25 Гц. Установка прерывателя (чоппера) в боксе источника позволит другим установкам на данном источнике работать с частотой 50 Гц. Так как максимальная пропускная способность нейтроновода лежит в диапазоне $1,8\text{-}10 \text{ \AA}$, рационально существующий замедлитель заменить на холодный с максимумом спектра в этом диапазоне.
3. Для установки «Горизонт» разработан и изготовлен 2-координатный

позиционно-чувствительный детектор нейтронов на основе конвертера из бора-10 и пропорциональной камеры. Данный детектор имеет стабильную эффективность, тогда как В детекторах на основе гелия-3 эффективность регистрации нейтронов со временем падает вследствие утечки газа. Так как давление газовой смеси близко к атмосферному, возможно применять тонкое алюминиевое входное окно (1 мм или тоньше), что позволяет уменьшить ослабление потока холодных нейтронов. Благодаря тонкому (5-мкм) чувствительному слою конвертера достигается высокое временное разрешение (50 нс), которое определяется главным образом временем нарастания сигналов. На данном этапе детектор содержит один чувствительный элемент. Расчетное координатное разрешение не хуже 3 мм. Измерены счетная характеристика, форма сигналов и их амплитудный спектр. Измеренная величина заряда, собираемого анодными проволочками составляет 0,1 пКл, а эффективность регистрации нейтронов 3% для одного чувствительного элемента. Данные значения согласуются с расчетными. Для достижения эффективности 25 % количество чувствительных элементов должно быть увеличено до 10. Благодаря высокому по сравнению с гелиевыми детекторами временному разрешению, данные детекторы могут применяться во времяполетных установках высокого разрешения, например в спектрометрах неупругого рассеяния.

4. Разработан 2-координатный сцинтилляционный детектор нейтронов на основе ZnS/LiF(Ag) с использованием ЛФД и спектросмещающих волокон. Использование ЛФД делает детектор более простым и дешевым в изготовлении и эксплуатации, по сравнению с детекторами на основе фотоэлектронных умножителей. Создан прототип детектора и проведены его испытания. Предложенная схема сбора света позволяет регистрировать с помощью ЛФД нейтроны по слабым световым импульсам, вплоть до 1 фотоэлектрона, и может быть реализована в одно- и двух-координатных детекторах нейтронов. Эффективность регистрации нейтронов данным детектором — 25 % и может быть увеличена до 50 % и выше путем добавления дополнительных сцинтилляторов, перемежающихся с плоскостями спектросмещающих волокон.

5. Методами нейтронной дифракции и МУРН исследовано влияние термо-обработки на структуру сплава 40ХНЮ. Было установлено:

7. Увеличение твердости сплава сопровождается увеличением плотности α - и γ -фаз (твердых растворов на основе хрома и никеля, соответственно).
8. В закаленном состоянии (с наименьшей твердостью) сплав состоит из двух фаз - α и γ , с характерными размерами частиц более 0,5 мкм. Отжиг при температурах 450-650 °С приводит измельчению данных фаз и образованию наночастиц γ' -фазы с характерными размерами 100 нм. Эти результаты соответствуют полученным ранее результатам исследований методами электронной микроскопии и микродифракции.
9. Процесс отжига сопровождается резким увеличением содержания наночастиц в сплаве, причем в состоянии с максимальной твердостью концентрация наночастиц максимальна.
10. Как следствие, упрочняющий отжиг сопровождается увеличением сечения рассеяния в области переданных импульсов $Q < 0,1 \text{ \AA}^{-1}$ на 2 порядка. Таким образом, сплав в наиболее твердом состоянии имеет максимальное сечение рассеяния в данном диапазоне переданных импульсов.
11. Изменение структуры сплава в нанометровом масштабе при температуре отжига 450 °С происходит в течение 8-ми часов. При меньших температурах отжига изменений структуры не наблюдается.
12. Использование камер высокого давления системы поршень-цилиндр из данного сплава для МУРН затруднено вследствие сильного рассеяния в малые углы. Однако, возможно использование данных камер для МУРН на поляризованных нейтронах, особенно для рассеяния с переворотом спина. В магнитных полях использование данных камер может быть оправдано.

В заключении, я бы хотел выразить благодарность моим научным руководителям Э.А. Коптелову и Р.А. Садыкову, руководству ИЯИ РАН и лично академику В.А. Матвееву за поддержку данной работы, а также всем моим коллегам, которые помогали мне во время создания установки и детекторов. Хотелось бы поблагодарить также сотрудников ускорительного и экспериментального комплексов ИЯИ РАН за обеспечение работы нейтронного источника «ИН-06». Отдельную благодарность хотелось бы выразить А.И. Иоффе и М-С. Аппаву из Юлихского центра нейтронного рассеяния (JCNS), Германия, за предоставленную мне возможность провести измерения на установке KWS-II на исследовательском реакторе FRM-II.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Felcher G.P. // Phys. B 1999. V. 267-268. P. 154-161.
2. Grigoriev S.V., Chetverikov Yu.O., Lott D. et al. // Phys. Rev. Lett. 2008. V. 100. P. 197203.
3. Lauter-Pasyuk V., Lauter H.J., Toperverg B.P. et al.// Appl. Phys. A. 2002. V. 74. Suppl. P. 528-530.
4. Dyadkina E.A., Grigoryeva N.A., Vorobiev A.A. et al. // Phys. B 2009. V. 404. P. 2547–2549.
5. Seydel T., Tolan M., Ocko B. M. et al. // Phys. Rev. B 2002. V. 65, P. 184207.
6. Charlton T. R., Dalgliesh R. M., Ganshin A. et al. // Физика низких температур. 2008. Т. 34. № 4-5. С. 400-403.
7. Vorobiev A., Gordeev G., Major J. et al. // Appl. Phys. A. 2002. V. 74. Suppl. P. 817-819.
1. I.Ion, A.M.Bondar, Yu.Kovalev, C.Banciu, I.Pasuk, A.Kuklin. The influence of nanocarbon-coated iron on the mesophase. Поверхность. 2006, №6, с.84-88.
5. B.Grabcev, M.Balasoii, D.Bica and A.I.Kuklin. "Determination of the Structure of magnetite particles in a ferrofluid by small angle neutron scattering method." J. of Magnetohydrodynamics, 1994, V. 30, P. 156-162.
6. S. Rols, E. Anglarret, J. L. Sauvajol et al., Appl. Phys. A., 1999, V. 69, P. 591-596.
7. W. Zhou, M. F. Islam, H. Wang et al., Chem. Phys. Lett., 2004, V. 384, P. 185-189.
8. V. S. Molchanov, O. E. Philippova, A. R. Khokhlov et al., Self-Assembled Networks Highly Responsive to Hydrocarbons, Langmuir, 2007, V. 23, P. 105-111.
9. Plestil, H.Pospisil, A.Sikora, I.Krakovsky and A.I.Kuklin, Small-angle neutron scattering and differential scanning calorimetry study of associative behaviour of branched poly(ethylen oxide)/poly(propylen oxide) copolymer in aqueous solution, J.Appl.Cryst., 2003, V. 36, P. 970-975.
10. D. Mukherji, D.D. Genovese, P. Strunz et al., J. Phys.: Cond. Matt., 2008, V. 20, P. 104220.
11. K. Osamura, H. Okuda, K. Asano et al., J. De Phys. I, 1993, V. 3, P. 317-320.
12. U. Gerold, A. Wiedenmann, U. Keiderling et al., Phys. B., 1997, V. 234-236, P. 995-996.
13. A. Islamov, C.R. Haramagatti, H. GIBHARDT et al., Pressure-induced phase transitions in micellar solutions, Phys. B, 2006,, V. 385–386, P. 791–794.
14. Э.М.Косачева, Д.Б.Кудрявцев, Р.Ф.Бакеева, и др., Агрегация в водных системах на основе разветвленного полиэтиленimina и катионных поверхностно-активных веществ., Коллоидный журнал, 2006, Т. 68, №6, С. 784-791.
15. R. Efremov, G. Shiryayeva, G. Bueltdt, et al., SANS investigations of the lipidic cubic phase behaviour in course of bacteriorhodopsin crystallization, J. of Cryst. Grow., 2005, V. 275, e1453–e1459.
16. D. Uhrikova, N. Kucerka, A. Islamov et al., Small angle neutron scattering study of the lipid bilayer thickness in unilamellar dioleoylphosphatidylcholine liposomes prepared by the cholate dilution method: n decane effect. Biochim. Biophys. Acta, 2003, V. 78411, P. 1-4.
17. G. P. Felcher, Phys. Rev. Lett., 1984, V. 52, P. 1539-1542.
18. В. К. Игнатович. Нейтронная оптика. М.: Наука, 2006, 360 с.
19. C. Fermon et al. X-ray and neutron reflectivity. Berlin: 1999, Springer-Verlag, 530 p.

20. Д. И. Блохинцев. Основы квантовой механики. СПб.: Лань, 2004, 672 с.
21. Y. Zhu (Ed.) Modern techniques for characterizing magnetic materials. Berlin: 1999, Springer-Verlag, 600 p.
22. L.G. Parratt, Phys. Rev., 1954, V. 95, P. 359-369.
23. Д.И. Свергун, Л.А. Фейгин. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние. М.: Наука, 1986, 280 с.
24. Ю.В. Кульвелис, В.А. Трунов, В.Т. Лебедев и др., Поверхность. 2009, №5, С. 55-62.
25. E. Fermi, L. Marchal, Phys. Rev., 1947, V. 71, P. 66-677.
26. M. Burgy, G. Ringo, Phys. Rev. 1951, V. 84, P. 1160-1164.
27. A. Mc Reynolds, Phys. Rev. 1951, V. 84, P. 969-972.
28. С.П. Кузнецов. Диссертация на соискание уч. степени к.ф.-м.н. 01.04.16. М.:ФИАИ, 1990, 128 с.
29. В.Г. Гринев, А.И. Исаков, Н.Ю. Ковалева и др., Высокомолекулярные соединения, 1998, Т. 40А, С. 1763-1767.
30. M. Gupta, T. Gutberlet, J. Stahn et al., Pramana- J. of Phys., 2004, V. 63, P. 57-63.
31. D.G. Bucknall, J. Penfold, J.R.P. Webster. SURF - A second generation reflectometer. Proc. ICANS XIII, PSI Proceedings 95-02, 1995, V. 1, P. 123.
32. <http://www.isis.stfc.ac.uk/instruments/crisp/>
33. M. James, A. Nelson, A. Brule, J.C. Schulz, Journal of Neutron Res. 2006, V. 14, P. 91-108.
34. S. Mattauich, U. Rücker, D. Korolkov et al., ANNUAL REPORT 2008, Forschungs-Neutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II), München, Germany
35. R. Kampmann, M. Haese-Seiller, V. Kudryshov et al., Phys. B., 2003, V. 335, P. 274-277.
36. <http://www.mf.mpg.de/en/abteilungen/dosch/frmII/index.shtml>
37. F. Mezei, R. Golub, F. Klose et al., Physica B: Condensed Matter, 1995, V. 213-214, P. 898-900.
38. R. Cubitt, G. Fragneto, Appl. Phys. A., 2002, V. 74 (suppl.), P. 329-331.
39. <http://www.ill.eu/instruments-support/instruments-groups/instruments/figaro/>
40. <http://hanaro.kaeri.re.kr/english/ref.htm>
41. A. Schreyer, R. Siebrecht, U. Englisch, U. Pietsch, H. Zabe, Physica B: Condensed Matter, 1998, V. 248, P. 349-354.
42. www.ill.fr/YellowBook/EVA/
43. Physica B: Condensed Matter, 2004, V. 350, P. E767-E769.
44. C. Fermon, F. Ott, G. Legoff et al., Physica B: Condensed Matter 2000, V. 283, P. 37.
45. <http://www.sg.tudelft.nl/live/pagina.jsp?id=39ddb32-14b3-42a1-91d615ef6eff317f&lang=en>
46. H. Ambaye, R. Goyette, A. Parizzi et al., Neutron News, 2008, V. 19, P. 11-14.
47. J.F. Ankner, X. Tao, C.E. Halbert et al., Neutron News, 2008, V. 19, P. 14-16.
48. www.ncnr.nist.gov/instruments/NG7refl
49. www.ncnr.nist.gov/instruments/ANDRrefl
50. N. Torikai, M. Furusaka, H. Matsuoka et al., Appl. Phys. A, 2002, V. 74 (suppl.) P. 264-266.
51. T. Masayasu, E. Yasuo, Phys. B, 1999, V. 267-268, P. 185-189.
52. V.G. Syromyatnikov, N.K. Pleshanov, V.M. Pushenkov et al., Four-Modes Neutron Reflectometer NR-4M Preprint 2619: Gatchina, PNPI RAS, 2005, 47 p.

53. А.К. Раджабов, Г.П. Гордеев, Л.А. Аксельрод и др., Кристаллография 2007, Т. 52. № 3. С. 585-589.
54. Д.А. Корнеев, В.И. Боднарчук, С.П. Ярадайкин, Рефлектометр поляризованных нейтронов «Рефлекс-П» Сообщения ОИЯИ 2002, РЗ-2002-189.
55. В.Л. Аксёнов, К.Н. Жерненко, С.В. Кожевников и др., Спектрометр поляризованных ней-тронов РЕМУР на импульсном реакторе ИБР-2. Препринт Д13-2004-47. Дубна: ОИЯИ, 2004, 15 с.
56. M.V. Avdeev *et al.* 2010 Project of the new multifunctional reflectometer GRAINS with horizontal sample plane at the IBR-2M pulsed reactor in Dubna *J. Phys.: Conf. Ser. V.* 251 p. 012060
57. В. С. Литвин, А. П. Булкин, С. И. Калинин, Р. А. Садыков, В. А. Ульянов, В. А. Соловей, М. Р. Колхидашвили, В. А. Трунов, Э. А. Коптелов. Нейтронный рефлектометр-малоугловой спектрометр «Горизонт» на импульсном источнике нейтронов ИН-06. Поверхность. Рентгеновские, синхронные и нейтронные исследования. 2010, №11, стр. 3-11.
58. J.M. Carpenter, D.F.M. Mildner, *Nucl. Instr. and Meth.* 1982, V. 196. P. 341-348.
59. D.A. Korneev, *Nucl. Instr. and Meth.*, 1980, V. 169. P. 65-68.
60. J. Kohlbrecher and W. Wagner, *J. Appl. Cryst.*, 2000, V. 33, P. 804-806.
61. <http://kur.web.psi.ch/sans2/>
62. R.K. Heenan, J. Penfold, S.M. King *et al.*, *J. Appl. Cryst.*, 1997, V. 30, P. 1140-1147.
63. <http://www.isis.stfc.ac.uk/instruments/sans2d>
64. <http://www.isis.stfc.ac.uk/instruments/nimrod>
65. <http://www.frm2.tum.de/en/science/diffractometer/sans-1/index.html>
66. A. Radulescu *et al.* KWS-2, the high intensity / wide Q-range small-angle neutron diffractometer for soft-matter and biology at FRM II *J. Phys.: Conf. Ser.* 2012 v. 351 p. 012026
67. <http://flnp.jinr.ru/204/>
68. <http://neutrons.ornl.gov/instruments/SNS/EQ-SANS/>
69. <http://www.ill.eu/instruments-support/instruments-groups/instruments/d11/>
70. <http://www.ill.eu/instruments-support/instruments-groups/instruments/d22/>
71. <http://www-llb.cea.fr/en/fr-en/pdf/paxy-llb.pdf>
72. С.П. Кузнецов, А.Д. Перекрестенко, Инженерная физика 2007, № 2 С. 39-48.
73. http://www.helmholtz-berlin.de/user/neutrons/instrumentation/neutron-instruments/v12a_en.html
74. Ю.Г. Абов, Н.О. Елютин, Д.В. Львов и др. ЖТФ, 2003, Т. 73, №8, С. 71-77.
75. V.I. Mikerov, A.V. Vinogradov, I.V. Kozhevnikov *et al.*, *Phys. B*, V. 174, P. 174-176
76. В. И. Микеров, Н. Н. Железнов, В.В. Конашенков и др., ПТЭ, 1996, №1, С. 20-24.
77. Ю.О. Четвериков. Развитие методики спин-эхо малоуглового рассеяния нейтронов для исследований конденсированного состояния. Диссертация на соискание уч. степени к.ф.-м.н. 01.04.01. М.:ПИЯФ, 2011, 115 с.
78. Ю.В. Рябов, М.И. Грачев, Д.В. Каманин, В.С. Литвин и др., Импульсный нейтронный источник на протонном пучке Московской мезонной фабрики. Физика твердого тела, 2010, Т. 52. № 5. С. 957-960.
79. А.П. Жуков, А.Д. Перекрестенко, Н.М. Соболевский и др., Спектры нейтронов импульсного источника нейтронов ИН-06 ИЯИ РАН. Препринт № 1140, М.: ИЯИ РАН, 2005, 18 с.

80. А.А. Алексеев, В.С. Литвин и др. «Экспериментальные спектры нейтронов нейтронографических установок импульсного источника нейтронов ИН-06 ИЯИ РАН» Препринт ИЯИ РАН № 1305/2011, М. 2011, 16с.
81. А.Д. Перекрестенко, В.А. Трунов, В.А. Ульянов, А.П. Булкин. Многофункциональный нейтронный малоугловой спектрометр (рефлектометр) «Горизонт». Рабочее совещание «ПРОГРАММА ИССЛЕДОВАНИЙ НА НЕЙТРОННОМ КОМПЛЕКСЕ ИЯИ РАН». 1-3 марта 2006г. ИЯИ РАН г.Троицк.
82. В.И. Марин, С.И. Поташев, А.А. Алексеев, В.С. Литвин и др. «Система регистрации для нейтронографических экспериментов по методу времени пролета на импульсных источниках нейтронов ИЯИ РАН» Препринт ИЯИ РАН №1328/2012 М.: 2012, 22 с.
83. G. Zsigmond, K. Lieutenant, Neutron News. 2002, V. 13. № 4. P. 11-14.
84. H. Bordallo, K. Herwig, G. Zsigmond, Nucl. Instr. and Meth. A. 2002, V.491 P. 216-225.
85. G. Zsigmond, K. Lieutenant, F. Mezei, Nucl. Instr. and Meth. A. 2002, V. 74, P. 224-225
86. A. Radulescu, A. Ioffe, Nucl. Instr. and Meth. A. 2007, V. 586, P. 55-58.
87. Y. Han, S. Choi, T. Kim, C. Lee, H. Kim, Phys. B. 2006, V. 385-386, P. 1177-1179.
88. L. Feng, W. Hong-li, Y. Tong-hua, Z. Li, C. Dong-feng, Atomic Energy Science and Technology, 2008, V. 42, P. 101-106.
89. В.С. Литвин, В.А. Трунов, А.П. Булкин, В.А. Ульянов, В.А. Соловей, М.Р. Колхидашвили, С.И. Калинин, Р.А. Садыков, Э.А. Коптелов. НЕЙТРОННЫЙ РЕФЛЕКТОМЕТР – МАЛОУГЛОВОЙ СПЕКТРОМЕТР “ГОРИЗОНТ” НА ИМПУЛЬСНОМ ИСТОЧНИКЕ НЕЙТРОНОВ ИН-06. ПОВЕРХНОСТЬ. РЕНТГЕНОВСКИЕ, СИНХРОТРОННЫЕ И НЕЙТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ, 2010, № 11, с. 3–8.
90. В.А. Кудряшев, А.П. Булкин, В.Я. Кезерашвили, и др., Нейтроноводная система реактора ПИК. Препринт № 421, Ленинград: ЛИЯФ, 1978, 18 с.
91. В.А. Кудряшев, В.Я. Кезерашвили. Метод расчета изогнутого по окружности нейтроновода. Препринт № 608, Ленинград: ЛИЯФ, 1980, 42 с.
92. K. Zeitelhack, C. Schanzer, A. Kastenmueller et al., Nucl. Instr. And Meth. A. 2006, V. 560. P. 444-453.
93. В. С. Литвин, А. А. Столяров, Р. А. Садыков. РЕЗУЛЬТАТЫ МОДЕЛИРОВАНИЯ И ИЗМЕРЕНИЯ ПЕРВЫХ СПЕКТРОВ НА НЕЙТРОННОМ РЕФЛЕКТОМЕТРЕ-МАЛОУГЛОВОМ СПЕКТРОМЕТРЕ «ГОРИЗОНТ» НА ИМПУЛЬСНОМ ИСТОЧНИКЕ НЕЙТРОНОВ ИН-06. Препринт ИЯИ РАН №1365/2013, М.: 2013, 15 с.
94. А.А. Алексеев, Э.А. Коптелов, С.П. Кузнецов, Ю.А. Лапушкин, В.С. Литвин, И.В. Мешков, Р.А. Садыков. Многофункциональный нейтронный спектрометр на импульсном источнике ИН-06 ИЯИ РАН. Краткие сообщения по Физике. В печати.
95. А.И. Исаков, С.П. Кузнецов, А.Д. Перекрестенко, И.П. Сапошников, С.Ф. Сидоркин, Ю.Я. Стависский. Многофункциональный нейтронный спектрометр для интенсивного импульсного источника нейтронов Московской мезонной фабрики. Препринт №18 ФИАН, М.: 1994, 42 с.
96. С.Н. Ишмаев, И.П. Садыков, А.А. Чернышов «Выбор и оптимизация замедлителя для импульсного источника нейтронов» препринт ИАЭ №2019 М. 1970, 57 с.
97. A new time-of-flight neutron reflectometer and SANS instrument GORIZONT at IN-06 spallation neutron source. V.S. Litvin, V.A. Trounov, V.A. Ulyanov, A.P. Boulkine, S.I. Kalinin, A.A. Alekseev, R.A. Sadykov, E.A. Koptelov. *J. Phys.: Conf. Ser.* v. 340, p. 012032.

98. В.С. Литвин. ПЕРВЫЕ ИСПЫТАНИЯ НЕЙТРОННОГО РЕФЛЕКТОМЕТРА-МАЛОУГЛОВОГО ДИФРАКТОМЕТРА <<ГОРИЗОНТ>> ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУР И НАНОМАТЕРИАЛОВ. Сборник трудов VIII Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов" с. 182-183.
99. С.Ф. Сидоркин, Э.А. Коптелов. Нейтронный комплекс ИЯИ РАН. Импульсный источник, идеология, история создания, возможности развития. Препринт ИЯИ РАН № 1280/2011, М. 2011, 36с.
100. M. James et al., J. Neut. Res., 2008, V. 14, P. 91.
101. R.V. Knott et al., Nucl. Instr. and Meth. A., 1997, V. 392, P. 62-67.
102. J. Fried et al., Nucl. Instr. and Meth. A., 2002, V. 478, P. 415-419.
103. А.В. Белушкин, А.А. Богдзель, В.В. Журавлев, и др., Разработки газонаполненных позиционно-чувствительных детекторов тепловых нейтронов в ЛНФ ОИЯИ. ФТТ. 2010, № 5, С. 961-964.
104. В.А. Андреев, Г.А. Ганжа, Е.А. Иванов, и др., Газонаполненные позиционно-чувствительные детекторы тепловых нейтронов в ПИЯФ РАН. ФТТ. 2010, № 5, С. 964-969.
105. В.А. Benetzky, A.D. Perekrestenko, S.I. Potachev et. al., Multiwire two-dimensional detector for slow neutrons. Preprint INR - 1107/2003. Moscow: 2003, INR RAS, 4 p.
106. V. Souvorova, T. Schneidera , B. Schmidta et al., Nucl. Instr. and Meth. A. 2003, V. 515, P. 220-225.
107. Z. Henderson, R. Openshaw, R. Faszer, et al., IEEE Trans. on Nucl. Phys. 1988, V. 35, P. 477 – 482.
108. G. Gavrilov, A. Krivchitch, E. Kuznetsova et al., Nucl. Instr. and Meth. A. 2002, V. 478, P. 259-262.
109. C.W.E. Van Eijk et al., Nucl. Instr. and Meth. A, 2004, V. 529, P. 260-267.
110. E.S. Kuzmin et al., J. of Neutron Res., 2002, V. 10, P. 31-41.
111. K. Kuroda, Nucl. Instr. and Meth. A, 2004, V. 529, P. 280-286
112. J. Rhodes et al., Nucl. Instr. and Meth. A, 1997, V. 392, P. 315-318.
113. R. Engels, U. Clemens, G. Kemmerling et al., Nucl. Instr. and Meth. A, 2009, V. 604, P. 147-149.
114. V.I. Mikerov, I.A. Zhitnik, A.A. Isakov et al., A two-coordinate high-resolution detector for registering thermal neutron images. J. Moscow Phys. Soc., 1992, V. 2, P. 181-188.
115. V.I. Mikerov, W. Waschowski, A two-dimensional detector for fast neutron fields imaging. Nucl. Instr. and Meth. A, 1999, V. 424, P. 48-52.
116. В.И. Микеров, А.В. Андреев, И.А. Житник и др., Реализация радиографии на быстрых нейтронах на стационарном генераторе с помощью ПЗС-детектора. ПТЭ, 2000, № 2, С. 29-32.
117. M. Dietze, J. Felber, K. Raum, C. Rausch, Intensified CCDs as position sensitive neutron detectors. Nucl. Instr. and Meth. A, 1996, V. 377, P. 320-324.
118. A. Sinha, B.D. Bhawe, C.G. Panchal et al., Exploratory studies on neutron radiography with a small neutron source using a nuclear scintillation imaging technique. Nucl. Instr. and Meth. A, 1996, v. 377, P. 32-36.
119. A. Gorin et al., Nucl. Instr. and Meth. A, 2002, V. 479, P. 456-460.

120. K. Sakai et al., Nucl. Instr. and Meth. A, 2004, V. 529, P. 301-306.
121. M. Katagiri et al., Nucl. Instr. and Meth. A, 2004, V. 529, P. 313-316.
122. T. Nakamura et al. A wavelength-shifting-fibre-based scintillator neutron detector implemented with the median point calculation method. JINST, 2012, 7, C02003.
123. В.С. Литвин, А.Д. Беляев, С.М. Игнатов, В.Г. Недорезов, Р.А. Садыков, А.А. Алексеев, Е.В. Кузнецова, В.Л. Кузнецов, В.Н. Марин, В.И. Иванов. Применение сцинтилляторов на основе ZnS(Ag)/⁶LiF и LiI(Eu) в сочетании с кремниевыми фотоумножителями в детекторах тепловых нейтронов с высоким координатным и временным разрешением. Известия РАН. Серия физическая. 2009, Т. 73, №2, С. 230-232.
124. T. Tojo and T. Nakajima. // Nucl. Instr. And Meth. 1967, 53, 163-166.
125. D. McNally, V. Golovin, Review of Solidstate Photomultiplier Developments by CPTA and Photonique SA. Nucl. Instr. and Meth. A, 2009, V. 610, P. 150-153.
126. <http://jp.hamamatsu.com>
127. <http://zecotec.com>.
128. <http://www.srim.org>.
129. Литвин В.С., Караевский С.Х., Недорезов В.Г. «Прототип 2-координатного детектора нейтронов на основе сцинтиллятора ZnS/LiF спектросмещающих световодов и лавинных фотодиодов». Препринт ИЯИ РАН №1324/2012. М.: 2012, 12 с.
130. O. Mineev et al., Scintillator counters with multi-pixel avalanche photodiode readout for the ND280 detector of the T2K experiment., Nucl. Instrum. Meth. A, 2007, V. 577, P. 540-551.
131. А.Л. Проскуряков, Диссертация на соискание ученой степени к.ф.-м.н. 01.04.16. М.: ИЯИ РАН, 1998, 104 с.
132. Г.И. Бритвич, В.Г. Васильченко, Ю.В. Глинский и др., Прототип детектора нейтронов на основе боросодержащего пластического сцинтиллятора. Препринт ИФВЭ № 2004-9, Протвино, 2004, 22 с.
133. В.С. Литвин, С.И. Поташев, В.И. Разин, Р.А. Садыков. Позиционно-чувствительный проволочно-стриповый детектор тепловых и холодных нейтронов с борным конвертером. Известия РАН. Серия физическая. 2011, Т. 75, №2. стр. 252-255.
134. А.В. Клячко, Н.М. Наумова, С.И. Поташев и др. «Система многопроволочных пропорциональных камер и аппаратура сбора данных для спектрометрии частиц средних энергий», ПТЭ, 1996, № 5, с. 31-34.
135. Г.Д. Алексеев, В.В. Круглов, Д.М. Хазис. Самогасящийся стримерный разряд в проволочной камере, ФЭЧАЯ, 1982, Т. 13, № 3, с. 702-748.
136. K. Jelen et al. Gas gain in MSGCs with Ar/CO₂/CF₄ mixtures. Nucl. Instr. and Meth. A., 1997, V. 392, P. 80-82.
137. Y. Uwatoko, S. Todo, K. Ueda, A. Uchida et al. Material properties of Ni–Cr–Al alloy and design of a 4 GPa class non-magnetic high-pressure cell. J. Phys.: Condens. Matter, 2002, V. 14, P. 11291–11296.
138. R.A. Sadykov, N.S. Bezaeva, A.I. Kharkovskiy, et al. Nonmagnetic high pressure cell for magnetic remanence measurements up to 1.5 GPa in a superconducting quantum interference device magnetometer. Rev. Scient. Instr., 2008, V.79, P. 115102.
139. Б.В. Мотовилов (ред.). Прецизионные сплавы. Справочник. М.: Наука, 1974, 521 с.
140. В.А. Петров, В.Ф. Суховаров, Р.Д. Стократов. Об особенностях выделения

- γ' -фазы в сплаве 40ХНЮ. Известия ВУЗов. Физика. 1983 №8, с. 110-111.
141. В.А. Петров, В.Ф. Суховаров, Р.Д. Стократов. Исследование реакции прерывистого выделения фаз в Ni-Cr-Al-сплаве. Известия ВУЗов. Физика, 1984, №6, с. 24-28.
 142. В.А. Петров, В.Ф. Суховаров, Р.Д. Стократов. Формирование структуры при нагреве аморфного либо ультрамелкозернистого сплава. Известия ВУЗов. Физика. 1984 №9, с. 104-105.
 143. В.А. Петров, В.Ф. Суховаров, Р.Д. Стократов. Комплексная реакция рекристаллизации и распада в Ni-Cr-Al сплаве. ФММ, 1984 том. 57, №1, с. 127-130.
 144. Влияние структурно-фазовых состояний на сверхпластические и прочностные свойства сплавов 40ХНЮ и 67КН5Б : диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук : 01.04.07 / Д. Ерболатулы; Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова, Алматы: 2005, 148 с.
 145. В.А. Петров, В.Ф. Суховаров, Р.Д. Стократов. Магнитные свойства сплава 40ХНЮ. ФММ 1983, т. 56, №1, с. 72-76.
 146. В.Л. Аксенов, А.М. Балагуров, УФН, 1996, т. 166, с. 985.
 147. Р.А. Садыков, В.С. Литвин, А.В. Гулютин, В.П. Глазков, А.А. Алексеев, М-С. Арравоц, А. Ioffe. Исследование структуры сплава 40ХНЮ методом нейтронной дифракции и малоуглового рассеяния нейтронов. Сборник трудов IV международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», с. 849-850.
 148. V. Pipich, QtiKWS (2012), <http://www.qtikws.de>
 149. Е.А. Порай-Кошиц, Диффузное рассеяние рентгеновских лучей под малыми углами, УФН. 1949, Т. 39. № 4. С. 573-612.
 150. G. Beaucage. Approximations Leading to a Unified Exponential/Power-Law Approach to Small-Angle Scattering. *J. Appl. Cryst.* (1995). **28**, 717-728.
 151. Р.А. Садыков, В.С. Литвин, А.И. Харьковский, М-С. Арравоц, А. Ioffe. Исследование кинетики отжига сплава 40ХНЮ методом малоуглового рассеяния нейтронов. Сборник трудов IV международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», с. 850-851.
 152. Е.А. Koptelov, Yu.V. Ryabov, A.A. Alekseev, S.F. Sidorkin, M.I. Grachev, V.A. Fedchenko, R.A. Sadykov, Yu.B. Lebed, V.S. Litvin, et. al. A complex of complementary pulsed neutron sources, neutron and radiographic nano-diagnostic instruments at the Institute for Nuclear Research RAS. *Journal of Physics: Conference Series*, V 291, 2011, pp. 12012-12017.
 153. И.К. Кикоин (ред.). Таблицы физических величин. Справочник. М.: Атомиздат, 1976, 1008 с.
 154. [http://cpta-apd.ru/RUdoc/Low-noise amplifier.html](http://cpta-apd.ru/RUdoc/Low-noise%20amplifier.html)

ПРИЛОЖЕНИЕ А
Вкладыш в шиберный колодец

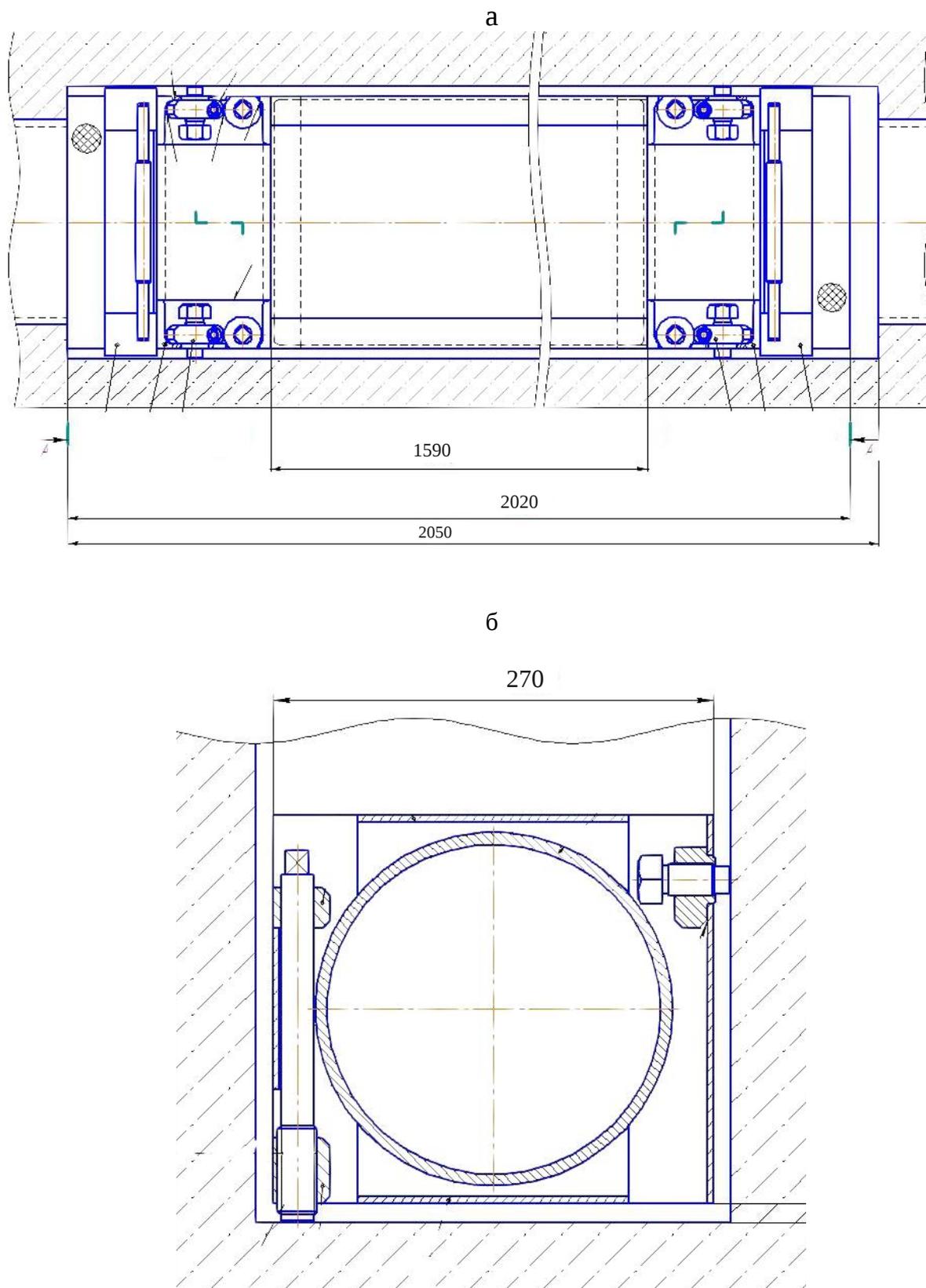


Рис. 1. Вкладыш в шиберный колодец. Продольный (а) и поперечный (б) разрезы.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Усилитель для лавинных фотодиодов

Маломощный импульсный предусилитель производства фирмы «ЦПТА», г. Москва [129], предназначен для работы с лавинными фотодиодами. Схема подключения предусилителя, рекомендованная производителем [158], представлена на рис. 1. Варьируя емкости $C2$ и $C3$ можно получить желаемое время интегрирования. Было выбрано время интегрирования 1 мкс и, соответственно, емкости $C2$ и $C3$ 1 нФ.

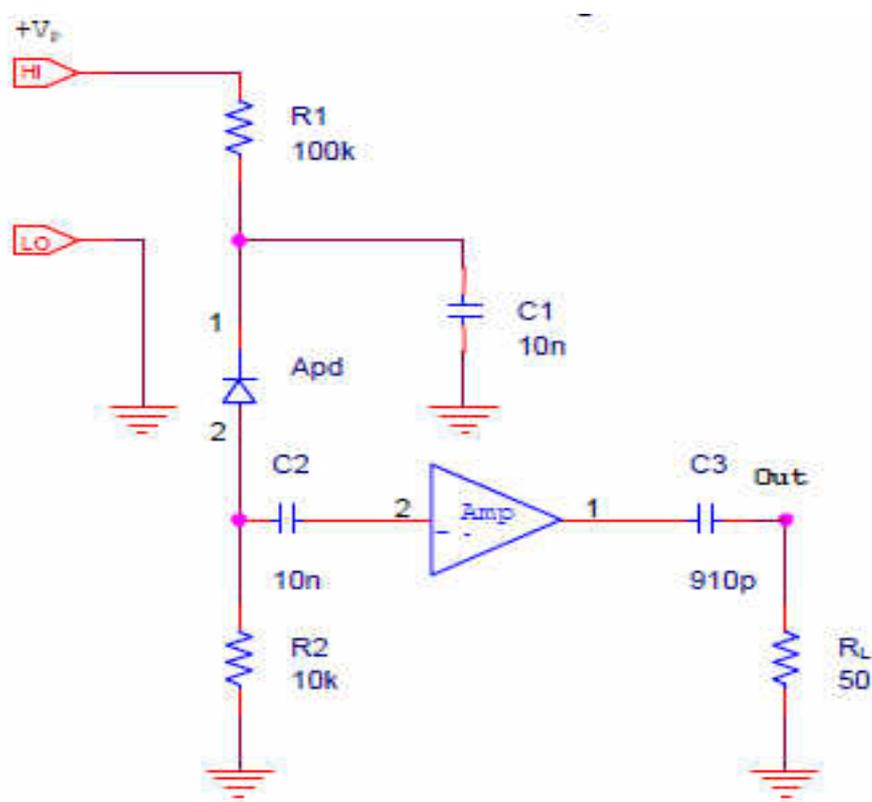
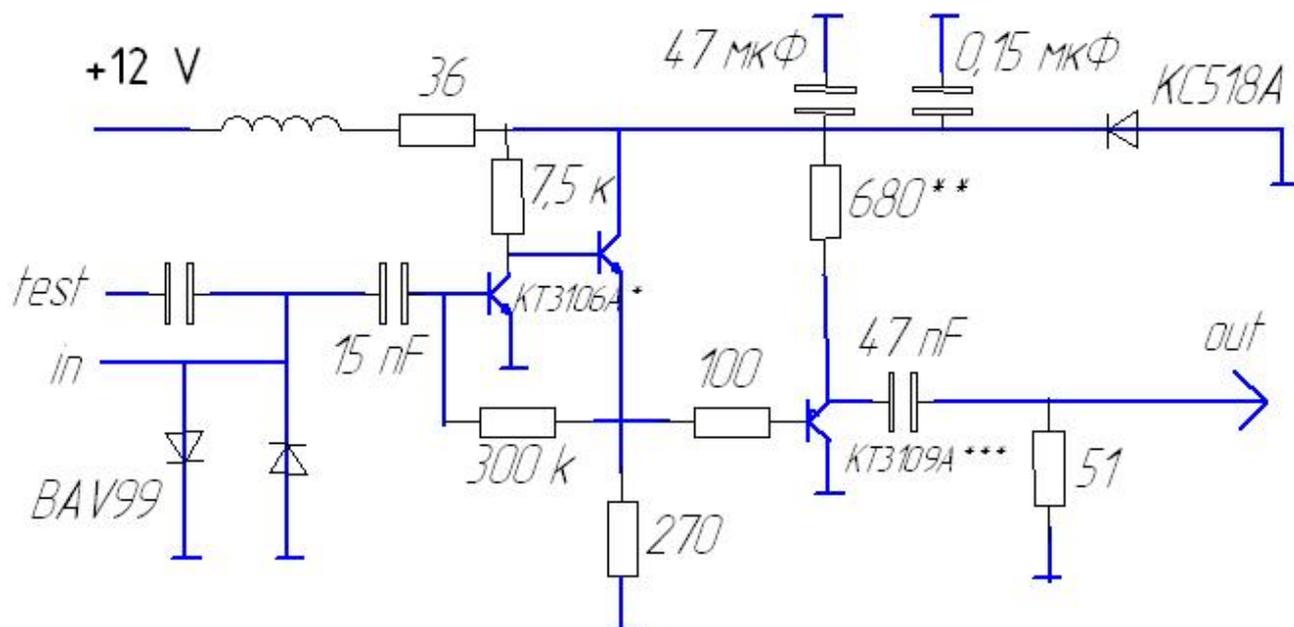


Рис. 1. Схема подключения лавинного фотодиода и предусилителя.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Схема предусилителя для пропорциональной камеры

Разработка: А.Н. Волков ИЯИ РАН.



Примечания.

1. транзистор КТ 3106А был заменен на BC847С.
2. транзистор КТ 1309А может быть заменен на КТ363.
3. Сопротивление 680 Ом в выходном каскаде может быть уменьшено 200-300 Ом для повышения максимального выходного напряжения.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

Программа расчета ионизационных потерь тяжелых заряженных частиц в веществе

Для увеличения быстродействия программы заранее рассчитываются таблицы коэффициентов, содержащие синусы и косинусы направляющих углов траектории частицы. Заранее рассчитываются таблицы коэффициентов интерполяции. Последующие вычисления производятся в несколько арифметических действий, которые выполняются по указателям над величинами из таблиц.

Подпрограмма вычисляет энергию **Eout** вылетающей частицы **p** (0-протон, 1-альфа-частица, 2- литий-7) с начальной энергией **Ein** при прохождении слоя вещества **Subst** с плотностью **ro** в слое толщиной **dx**.

Энергия частицы вычисляется с использованием таблицы ионизационных потерь [157]. При этом используются как прямая так и обратная интерполяция таблиц, которая выполняется подпрограммой **Coefficient**.

```
double Eout(double ro, double dx, double Ein, int Subst, int p)
{
  int i0, k, ch0;
  double t, tE, tW, dt, Om, Om1, O, W, E, DDD, sD, AA, a01, th, tg;

  t=dx*ro; // mg cm^-2 //
  E = Ein;

  if(E < Tab[0][1][p]) i0 = 0;
  else {i0 = 1; while ( E > Tab[0][i0][p] && i0 < nodes ) i0++; i0--;}

  do
  {
    W=Tab[0][i0][p];
    tE=E*(b0[Subst][i0][p]+b1[Subst][i0][p]*E/2.0+b2[Subst][i0][p]*E*E/3.0);
    tW=W*(b0[Subst][i0][p]+b1[Subst][i0][p]*W/2.0+b2[Subst][i0][p]*W*W/3.0);
    dt=tE-tW;

    if(t<dt)
    { //thin layer t<dt
      if(a2[Subst][i0][p] != 0.0)
      { //a2<>0
        DDD=4.0*a0[Subst][i0][p]*a2[Subst][i0][p]
          -a1[Subst][i0][p]*a1[Subst][i0][p];
        sD=(DDD>0.0) ? sqrt(DDD) : sqrt(-DDD);

        if(DDD != 0.0)
        {
          Om=(2.0*a2[Subst][i0][p]*E+a1[Subst][i0][p]);
          if(DDD>0.0)
          { //DDD>0
            tg=tan(-0.5*t*sD); Om1=(Om+sD*tg)/(sD-Om*tg);
          } else
          { //DDD<0
```

```

    th=tanh(0.5*t*sD); Om1=(Om+sD*th)/(sD+Om*th);
  }
  E=0.5*(Om1*sD-a1[Subst][i0][p])/a2[Subst][i0][p]; t=0.0;
} else
{ //DDD=0
O=1.0/(1.0/(a1[Subst][i0][p]+2.0*a2[Subst][i0][p]*E)-0.5*t)
-a1[Subst][i0][p];
E=0.5*O/a2[Subst][i0][p]; t=0.0;
}
} else
{ //a2=0
a01=(a1[Subst][i0][p] != 0.0) ? a0[Subst][i0][p]/a1[Subst][i0][p] : 0.0;
E=(a1[Subst][i0][p] == 0.0) ? E-a0[Subst][i0][p]*t :
(E+a01)*exp(-a1[Subst][i0][p]*t)-a01;
t=0.0;
}
} else
{ //thick layer t>dt
if(i0>0)
{
E=Tab[0][i0][p]; W=(i0<2) ? 0.0 : Tab[0][i0-1][p]; i0--; t=t-dt;
} else {t=0.0; E=0.0;}
}
} while((t > 0.0 && E > 0.0) && (i0 >= 0 && i0 < nodes));

return E;
}

```

Данная подпрограмма вычисляет коэффициенты прямой ($d_r=0$) и обратной ($d_r<>0$) квадратичных сплайн-интерполяции таблицы ионизационных потерь для частицы p . Для вычисления коэффициентов использовался метод определителей.

```

void Coefficients(int d_r, int p)
{
int i0, j0; double Det, Det0, Det1, Det1_0, Det1_1, Det1_2, Det2, Y0, Y1, Y2;

for(j0 = 1; j0 < n; j0++)
{
for(i0 = 1; i0 < (nodes - 2); i0++)
{
Det= Tab[0][i0+2][p] * Tab[0][i0+1][p] /
Tab[0][i0][p] * (Tab[0][i0+2][p] - Tab[0][i0+1][p])
+ Tab[0][i0+2][p] * (Tab[0][i0][p] - Tab[0][i0+2][p])
+ Tab[0][i0+1][p] * (Tab[0][i0+1][p] - Tab[0][i0][p]);

Y0 = (d_r == 0) ? Tab[j0][i0][p] : 1.0 / Tab[j0][i0][p];
Y1 = (d_r == 0) ? Tab[j0][i0+1][p] : 1.0 / Tab[j0][i0+1][p];
Y2 = (d_r == 0) ? Tab[j0][i0+2][p] : 1.0 / Tab[j0][i0+2][p];
}
}
}

```

```

Det0=
Tab[0][i0+1][p] / Tab[0][i0][p]*Tab[0][i0+2][p]*Y0*(Tab[0][i0+2][p]
- Tab[0][i0+1][p])
+ Tab[0][i0+2][p] * (Tab[0][i0][p] - Tab[0][i0+2][p]) * Y1
+ Tab[0][i0+1][p] * (Tab[0][i0+1][p] - Tab[0][i0][p]) * Y2;

Det1_0=Tab[0][i0+2][p]/Tab[0][i0][p]*Y1*Tab[0][i0+2][p]
- Tab[0][i0+1][p]/Tab[0][i0][p]*Y2*Tab[0][i0+1][p];
Det1_1=Y2*Tab[0][i0][p] - Tab[0][i0+2][p]/Tab[0][i0][p]*Y0*Tab[0][i0+2][p];
Det1_2=Tab[0][i0+1][p]/Tab[0][i0][p]*Y0*Tab[0][i0+1][p] - Y1*Tab[0][i0][p];
Det1=Det1_0 + Det1_1 + Det1_2;

Det2= Y2*Tab[0][i0+1][p]/Tab[0][i0][p]-Y1*Tab[0][i0+2][p]/Tab[0][i0][p]
+ Y0*Tab[0][i0+2][p]/Tab[0][i0][p]-Y2
+ Y1-Y0*Tab[0][i0+1][p]/Tab[0][i0][p];

if(Det != 0.0)
{
if(d_r==0)
{
a0[j0-1][i0][p]=Det0/Det; a1[j0-1][i0][p]=Det1/Det;
a2[j0-1][i0][p]=Det2/Det;
} else
{
b0[j0-1][i0][p]=Det0/Det; b1[j0-1][i0][p]=Det1/Det;
b2[j0-1][i0][p]=Det2/Det;
}
}
else
{
if(d_r==0)
{
a2[j0-1][i0][p]=0.0;
a1[j0-1][i0][p]=(Y1 - Y0)/(Tab[0][i0+1][p] - Tab[0][i0][p]);
a0[j0-1][i0][p]=Y0 - a1[j0-1][i0][p]*Tab[0][i0][p];
} else
{
b2[j0-1][i0][p]=0.0;
b1[j0-1][i0][p]=(Y1 - Y0)/(Tab[0][i0+1][p] - Tab[0][i0][p]);
b0[j0-1][i0][p]=Y0 - b1[j0-1][i0][p]*Tab[0][i0][p];
}
}
}
if(d_r==0)
{
a0[j0-1][0][p]=a0[j0-1][1][p]; a1[j0-1][0][p]=a1[j0-1][1][p];
a2[j0-1][0][p]=a2[j0-1][1][p];
} else
{
b0[j0-1][0][p]=b0[j0-1][1][p]; b1[j0-1][0][p]=b1[j0-1][1][p];
}

```

```

    b2[j0-1][0][p]=b2[j0-1][1][p];
  }
if(Det != 0.0)
{
  if(d_r==0)
  {
    a0[j0-1][nodes - 1][p]=a0[j0-1][nodes - 2][p]=a0[j0-1][nodes - 3][p];
    a1[j0-1][nodes-1][p]=a1[j0-1][nodes-2][p]=a1[j0-1][nodes-3][p];
    a2[j0-1][nodes-1][p]=a2[j0-1][nodes-2][p]=a2[j0-1][nodes-3][p];
  } else
  {
    b0[j0-1][nodes-1][p]=b0[j0-1][nodes-2][p]=b0[j0-1][nodes-3][p];
    b1[j0-1][nodes-1][p]=b1[j0-1][nodes-2][p]=b1[j0-1][nodes-3][p];
    b2[j0-1][nodes-1][p]=b2[j0-1][nodes-2][p]=b2[j0-1][nodes-3][p];
  }
}
else
{
  if(d_r==0)
  {
    a2[j0-1][nodes-3][p]=a2[j0-1][nodes-2][p]=a2[j0-1][nodes-1][p]=0.0;
    a1[j0-1][nodes-3][p]=(Tab[j0][nodes-2][p] - Tab[j0][nodes-3][p])
      /(Tab[0][nodes-2][p] - Tab[0][nodes-3][p]);
    a0[j0-1][nodes-3][p]=
      Tab[j0][nodes-3][p] - a1[j0-1][nodes-3][p]*Tab[0][nodes-3][p];
    a1[j0-1][nodes-2][p]=(Tab[j0][nodes-1][p] - Tab[j0][nodes-2][p])
      /(Tab[0][nodes-1][p] - Tab[0][nodes-2][p]);
    a0[j0-1][nodes-2][p]=
      Tab[j0][nodes-2][p] - a1[j0-1][nodes-2][p]*Tab[0][nodes-2][p];
    a1[j0-1][nodes-1][p]=a1[j0-1][nodes-2][p];
    a0[j0-1][nodes-1][p]=a0[j0-1][nodes-2][p];
  } else
  {
    b2[j0-1][nodes-3][p]=b2[j0-1][nodes-2][p]=b2[j0-1][nodes-1][p]=0.0;
    b1[j0-1][nodes-3][p]=
      (1.0/Tab[j0][nodes-2][p] - 1.0/Tab[j0][nodes-3][p])
      /(Tab[0][nodes-2][p] - Tab[0][nodes-3][p]);
    b0[j0-1][nodes-3][p]=
      1.0/Tab[j0][nodes-3][p] - b1[j0-1][nodes-3][p]*Tab[0][nodes-3][p];
    b1[j0-1][nodes-2][p]=
      (1.0/Tab[j0][nodes-1][p] - 1.0/Tab[j0][nodes-2][p])
      /(Tab[0][nodes-1][p] - Tab[0][nodes-2][p]);
    b0[j0-1][nodes-2][p]=
      1.0/Tab[j0][nodes-2][p] - b1[j0-1][nodes-2][p]*Tab[0][nodes-2][p];
    b1[j0-1][nodes-1][p]=b1[j0-1][nodes-2][p];
    b0[j0-1][nodes-1][p]=b0[j0-1][nodes-2][p];
  }
}
}
}

```