

Фурье-дифрактометр ФСД в ЛНФ ОИЯИ

Для исследования внутренних напряжений на канале № 11а реактора ИБР-2 в ЛНФ ОИЯИ создан специализированный фурье-дифрактометр ФСД [i, ii] (Рис.1). Данный прибор создавался с учетом накопленного мирового опыта в постановке исследований внутренних механических напряжений в объемных образцах и изделиях. Использовался опыт ПИЯФ, Гатчина (дифрактометр мини-СФИНКС [iii]), GKSS, Геестхахт (дифрактометр FSS [iv]) и ЛНФ ОИЯИ, Дубна (дифрактометр ФДВР [v]) в применении корреляционной фурье-техники в дифракции нейтронов. Все три перечисленные прибора являются TOF-дифрактометрами с использованием быстрого фурье-прерывателя для модуляции интенсивности первичного пучка и применением RTOF-метода [vi] для накопления данных.

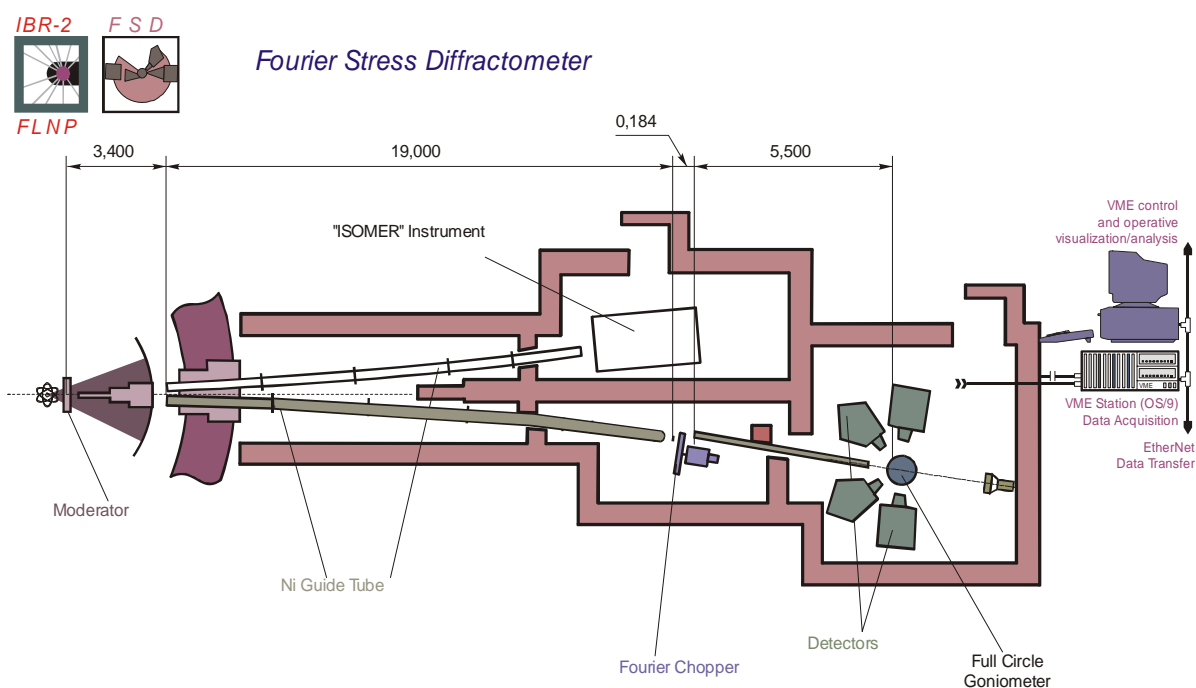


Рис.1. Схема фурье-дифрактометра ФСД на реакторе ИБР-2.

Источником тепловых нейтронов является реактор ИБР-2 с водяным гребенчатым замедлителем, производящий импульсы тепловых нейтронов с частотой 5 Гц и длительностью ~ 320 мкс. Для увеличения светосилы дифрактометра и уменьшения уровня фона от быстрых нейтронов и γ -лучей пучок тепловых нейтронов на образце формируется с помощью фокусирующего изогнутого зеркального нейтронвода, покрытого изотопом ^{58}Ni и состоящего из двух участков: изогнутого с радиусом кривизны 2864.8 м и длиной 19 м и прямого длиной 5.01 м. Фурье-прерыватель состоит из диска ротора диаметром 540 мм, закрепленного на оси двигателя, и пластины статора, установленной на платформе неподвижно. Диск и пластина изготовлены из высокопрочного сплава на основе алюминия. На периферии диска имеются 1024 радиальные щели длиной 60 мм и шириной 0.7026 мм на радиусе 229 мм, заполненные слоем Gd_2O_3 толщиной 0.8 мм. Аналогичные щели сделаны на пластине статора. Таким образом, при максимально достижимой скорости вращения 6000 об/мин быстрый фурье-прерыватель обеспечивает модуляцию интенсивности нейтронного пучка частотой около 100 кГц, при этом эффективная ширина импульса нейтронов около 10 мкс, что и определяет малую ширину функции разрешения данного прибора.

Для обеспечения высокой светосилы дифрактометра необходимо иметь большой телесный угол детекторной системы, при этом вклад детекторной системы в

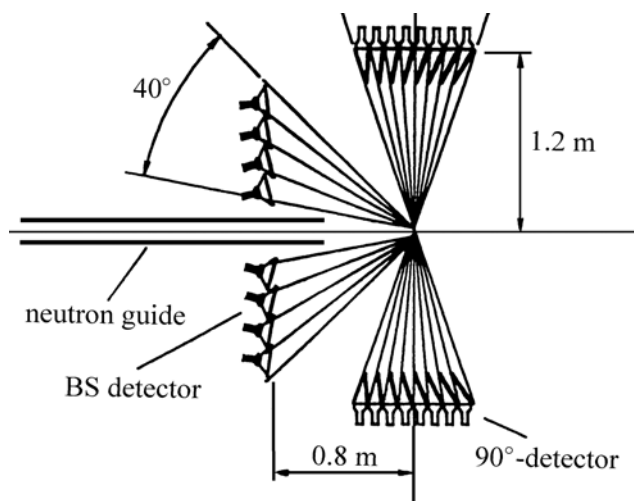


Рис.2. Детекторная система дифрактометра ФСД.

геометрическую компоненту функции разрешения не должен превышать временную компоненту для сохранения высокой разрешающей способности. С этой целью в ЛНФ ОИЯИ были проведены методические исследования, которые позволили разработать принципиально новый тип широкоапертурных детекторов для дифрактометров высокого разрешения на основе сцинтилляционных экранов $ZnS(Ag)/Li^6F$. Отличительной особенностью новой детекторной системы являются два многоэлементных детектора с комбинированной электронно-геометрической фокусировкой при средних углах рассеяния $\pm 90^\circ$.

В финальном варианте детекторная система ФСД будет состоять из двух детекторов с телесными углами ~ 0.16 ср при углах рассеяния $2\theta = \pm 90^\circ$ (Рис.2). При этом каждый из детекторов включает 7 независимых элементов с отдельным выводом электронного сигнала (в настоящее время установлено по 3 элемента в каждом детекторе). За счет гибкости сцинтилляционного экрана поверхность каждого элемента детектора с необходимой точностью аппроксимирует поверхность временной фокусировки рассеянных нейтронов. При этом электронная аппаратура обеспечивает суммирование сигналов от отдельных элементов детектора в единую шкалу времени пролета. Такое комбинированное использование электронной и временной фокусировок рассеянного пучка нейтронов приводит к резкому увеличению телесного угла детекторной системы и, соответственно, ее светосилы при сохранении высокого разрешения по межплоскостному расстоянию на уровне $\Delta d/d \approx 4 \times 10^{-3}$. Для выделения gauge volume внутри исследуемого образца используется многощелевой радиальный коллиматор, изготовленный в ПИЯФ РАН (Гатчина) и имеющий пространственное разрешение 2 мм (Рис.3).

Имеющееся дополнительное оборудование с управлением от ПК дает возможность создавать различные условия на образце. Для проведения экспериментов на ФСД используются 5-осный гониометр "Huber" для точного позиционирования образца, нагрузочное устройство "TIRAtest" (максимальная нагрузка - 60 кН) и зеркальная печь "MF2000" на основе галогенных ламп (максимальная температура - до $1000^\circ C$) с управлением температурой посредством контроллера Euroterm (Рис.4 ÷ Рис.6).

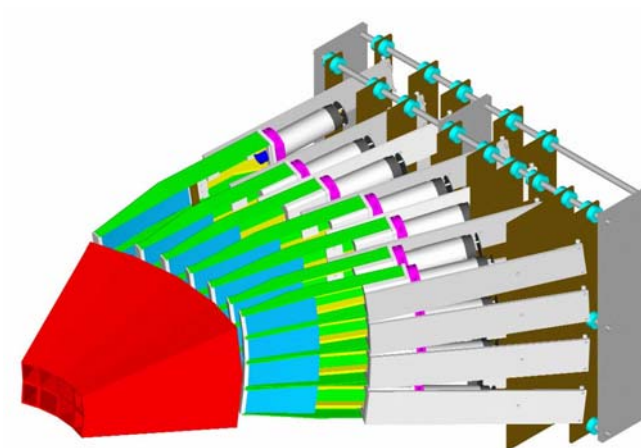


Рис.3. Многоэлементный 90°-детектор ФСД с радиальным коллиматором для изучения внутренних напряжений в объемном изделии.

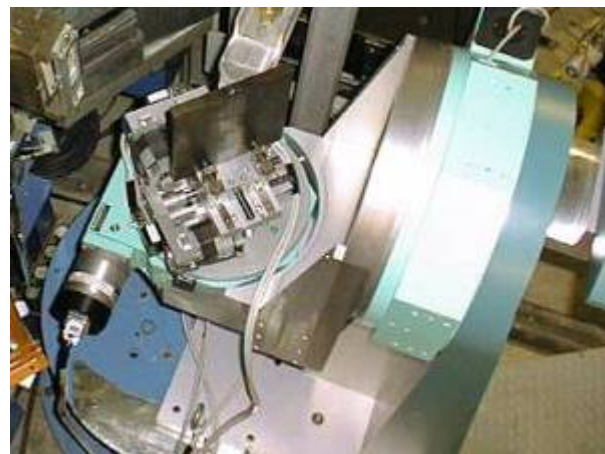


Рис.4. Прецизионный 5-осный гониометр “Huber” для точного позиционирования образца.

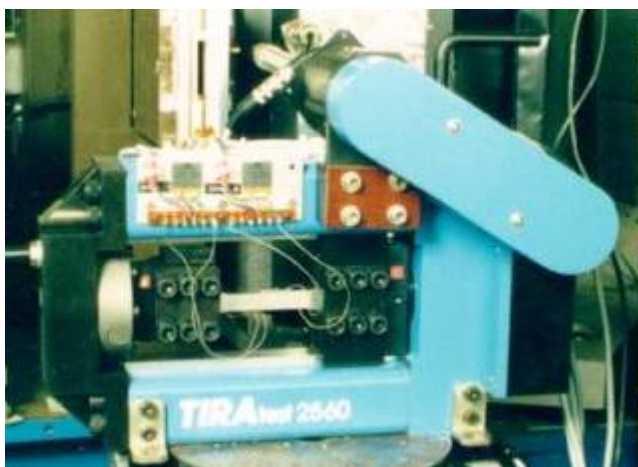


Рис.5. Нагрузочное устройство “TIRAtest” (максимальная нагрузка - 60 кН).

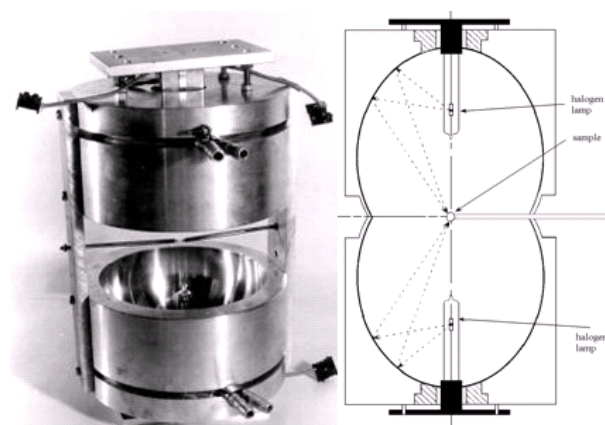


Рис.6. Зеркальная печь “MF2000” на основе галогенных ламп (максимальная температура - 1000°C).

Система автоматизации дифрактометра ФСД [vii] создана на основе VME-компьютера и позволяет осуществлять локальное или дистанционное управление ходом эксперимента.

Полный поток тепловых нейтронов на образце (без прерывателя) составляет около $1.8 \cdot 10^6$ нейтр./см²/сек. Спектральное распределение интенсивности падающего пучка нейтронов позволяет эффективно работать при $\lambda \geq 1.12$ Å. Это позволяет регистрировать дифракционные спектры в интервале $d_{hkl} = 0.63 \div 3.90$ Å при $2\theta = 90^\circ$, что является оптимальным диапазоном для большинства конструкционных материалов, используемых в промышленности. Характерный дифракционный спектр высокого разрешения, измеренный на стандартном образце α -Fe при максимальной скорости вращения фурье-прерывателя $V_{max} = 6000$ об/мин, показан на Рис.7. Соответствующая зависимость функции разрешения дифрактометра от межплоскостного расстояния d_{hkl} представлена на Рис.8.

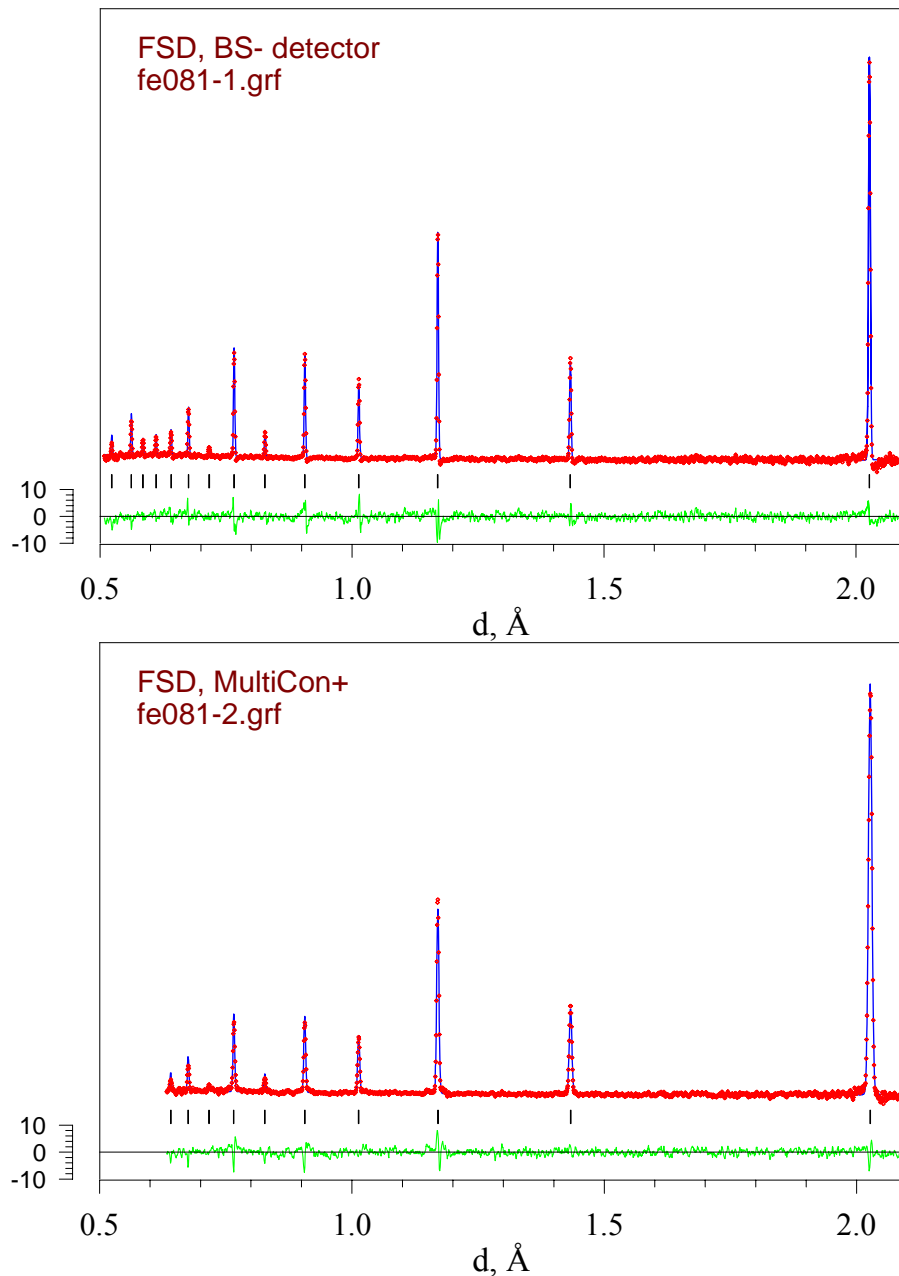


Рис.7. Участок дифракционного спектра от стандартного образца α -Fe, измеренного на ФСД в режиме высокого разрешения детекторами при углах рассеяния при $2\theta=141^\circ$ (вверху) и при $2\theta=90^\circ$ (внизу). Показаны экспериментальные точки, рассчитанная по методу Ритвельда профильная кривая и разностная кривая, отнормированная на среднеквадратичные отклонения экспериментальных точек. Штрихами указаны положения дифракционных пиков.

При максимальной скорости вращения фурье-прерывателя $V_{max}=6000$ об/мин эффективная ширина импульса нейтронов составляет 9.8 мкс, и, соответственно, полное разрешение ФСД равно $\Delta d/d=2.3 \cdot 10^{-3}$ при $2\theta=140^\circ$ и $\Delta d/d=4.0 \cdot 10^{-3}$ при $2\theta=90^\circ$ (для $d_{hkl} = 2 \text{ \AA}$). Эффективная ширина импульса нейтронов, а, следовательно, и временной вклад в функцию разрешения, уменьшается как $1/V_{max}$. Однако при этом уменьшается и амплитуда дифракционных пиков высокого разрешения, что обусловлено наличием геометрического вклада в функцию разрешения. Таким образом, возможен выбор оптимальных параметров дифрактометра в эксперименте, исходя из необходимого уровня разрешения и интенсивности дифракционных пиков (Рис.9).

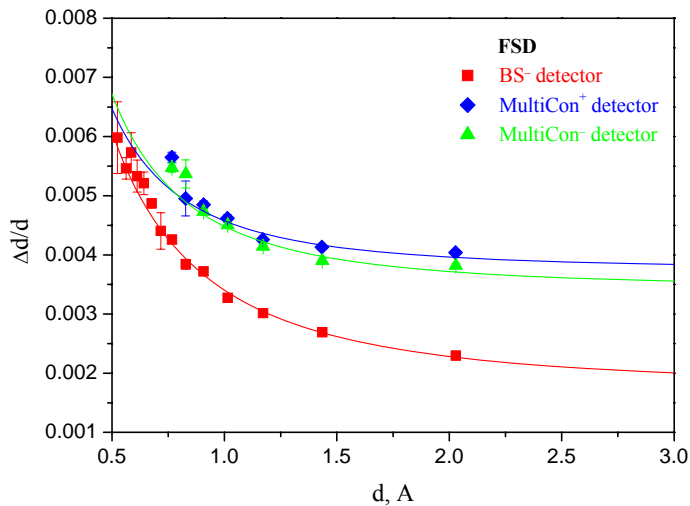


Рис.8. Функция разрешения ФСД для детекторов BS⁻ ($2\theta = \pm 140^\circ$) и ASTRA[±] ($2\theta = \pm 90^\circ$), определенная по дифракции на порошке α -Fe при максимальной скорости вращения фурье-прерывателя $V_{max}=6000$ об/мин. Сплошной линией представлена расчетная кривая.

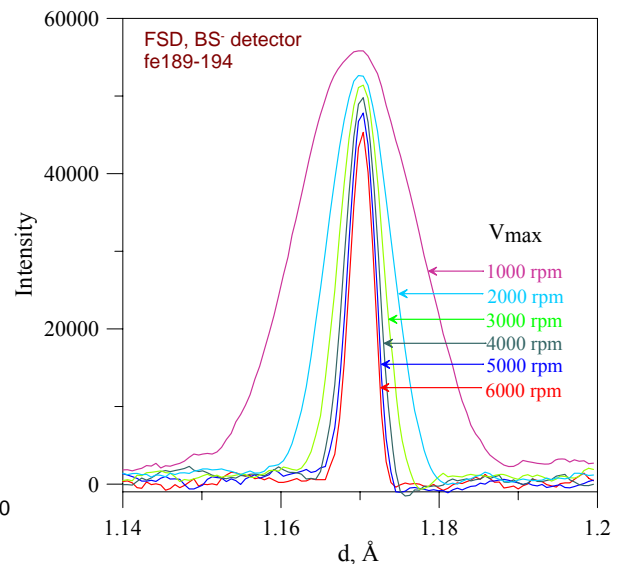


Рис.9. Зависимость формы дифракционного пика высокого разрешения от максимальной скорости разрешения от максимальной скорости вращения фурье-прерывателя (α -Fe, $d=1.17$ Å)

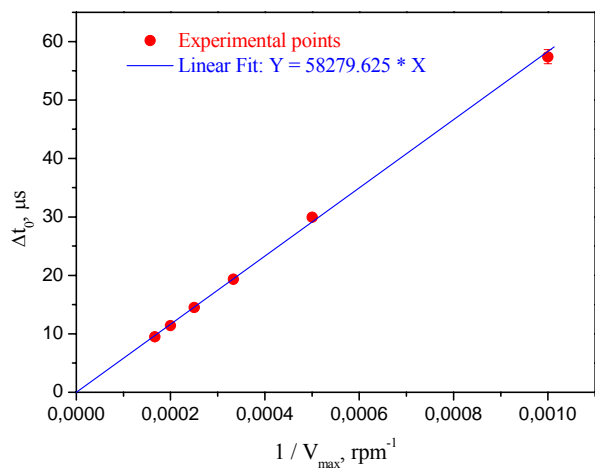


Рис. 10. Зависимость эффективной ширины импульса в режиме высокого разрешения от обратной величины максимальной скорости фурье-прерывателя.

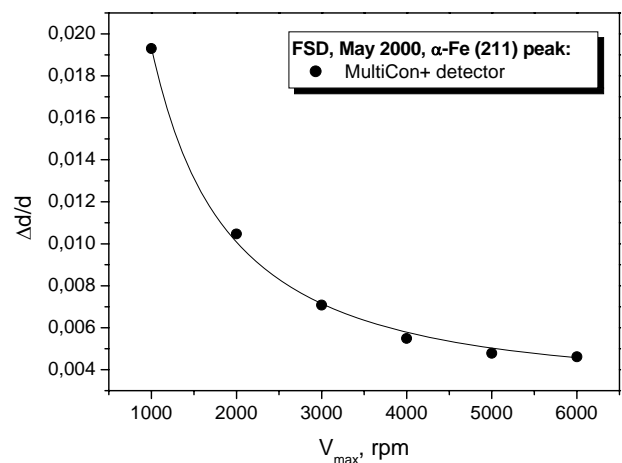


Рис. 11. Зависимость функции разрешения ФСД для детекторов ASTRA[±] ($2\theta = \pm 90^\circ$) от максимальной скорости вращения фурье-прерывателя, определенная по дифракционному пику (211) ($d=1.17$ Å) на порошке α -Fe.

- [i] В.Л. Аксенов, А.М. Балагуров, Г.Д. Бокучава и др., “Нейтронный фурье-дифрактометр ФСД для анализа внутренних напряжений: первые результаты”, Сообщение ОИЯИ Р13-2001-30 (2001).
- [ii] G.D. Bokuchava, V.L. Aksenov, A.M. Balagurov et al., “Neutron Fourier diffractometer FSD for internal stress analysis: first results”, Applied Physics A: Materials Science & Processing, v.74 [Suppl1] (2002) pp s86-s88.
- [iii] P. Hiismaki, V.A. Trounov, O. Antson et al., Neutron Scattering in The ‘Nineties, Conf. Proc., Vienna, IAEA (1985), p.453.

-
- [iv] J. Schroder, V.A. Kudryashev, J.M. Keuter et al., *Neutron Research*, 1994, v.2, p.129.
- [v] V.L. Aksenov, A.M. Balagurov, V.G. Simkin, V.A. Trounov, P. Hiismaki et al., *J. Neutron Research*, 1997, v.5, p.181.
- [vi] P. Hiismaki, H. Poyry, A. Tiitta, *J. Appl. Cryst.* 21 (1988) 349.
- [vii] А.А. Богдзель, Г.Д. Бокучава, В.А. Бутенко и др., “*Система автоматизации экспериментов на нейтронном фурье-дифрактометре ФСД*”, Препринт ОИЯИ Р10-2004-21 (2004).