

На правах рукописи

Тюлюсов Антон Николаевич

**Интерференция в рассеянии тепловых нейтронов на
объектах различной упорядоченности**

Специальность 01.04.07 — Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ



диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Москва 2015

Работа выполнена в Национальном исследовательском центре "Курчатовский институт" Федеральном государственном бюджетном учреждении "Государственный Научный Центр Российской Федерации Институт Теоретической и Экспериментальной Физики"

Научный руководитель: доктор физико-математических наук,
профессор,
член-корреспондент РАН
Абов Юрий Георгиевич
советник директора
НИЦ „КИ“ ГНЦ РФ ИТЭФ

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук,
Франк Александр Ильич,
главный научный сотрудник
Объединенного Института Ядерных Исследований, г. Дубна
кандидат физико-математических наук
Садыков Равиль Асхатович,
заведующий Лабораторией нейтронных исследований
Института Ядерных Исследований РАН, г. Троицк

Ведущая организация: Санкт-Петербургский Политехнический Университет
Петра Великого

Защита состоится 14 . 10 .2015 г. в 15 час. 00 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.130.06 при Национальном исследовательском университете „МИФИ“ по адресу: 115409, Москва, Каширское шоссе, 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте: <http://ods.mephi.ru>

Автореферат разослан __. __. 2015 года.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в двух экземплярах, заверенных печатью организации, по адресу НИЯУ МИФИ.

Ученый секретарь
диссертационного совета
д.ф.-м.н., профессор



Яковлев В.П.

1 ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы исследования

В начале XX-го столетия Эвальдом [1] и Дарвиным [2] были заложены основы динамической теории дифракционного рассеяния рентгеновых лучей идеальной кристаллической решеткой. В последствии появилась более строгая теория Эвальда-Лауэ-Захариасена [3, 4], в которой вместо точечных резонаторов вводится непрерывная распределенная электронная плотность. Позднее, когда актуальной стала задача построения теории рассеяния рентгеновских лучей в реальных кристаллах, Пеннингом и Полдером [5] и независимо Като [6] была рассмотрена эта задача для слабдеформированных кристаллов с использованием модифицированной теории Лауэ-Захариасена.

Следует отметить, что такое общее явление как дифракция, возможно не только для рентгеновских лучей, но и для любых других видов излучения (нейтроны, электроны и др.) с длиной волны соизмеримой с параметром кристаллической решетки. В послевоенные годы, в связи с пуском ядерных реакторов появились технические возможности, позволяющие проводить эксперименты по дифракционному рассеянию нейтронов. Первые результаты были опубликованы Ноулесом [7] в 1956 году. В дальнейшем эти работы проводились в Массачусетском технологическом институте (США), в котором группой Шалла были выполнены первые эксперименты по дифракционному рассеянию нейтронов в идеальных кристаллах. В Европе такие задачи решаются на реакторах HFR в Гренобле (Франция), в Юлихе и Россендорфе (Германия). С конца 60-х годов эксперименты по нейтронной оптике идеальных кристаллов проводят в ИАЭ им. Курчатова и, несколько позднее, на реакторе МИФИ.

В настоящее время нейтрон-дифракционные методики занимают прочные позиции в ряду ядерно-физических методов исследований вещества. В большинстве экспериментов с применением указанных методов используются в том или ином виде щели, то есть ограничения размеров пучка нейтронов в пространстве. Зачастую это диктуется схемой проведения эксперимента. Однако и в тех опытах, где использование щелей не требуется непосредственно, их применяют для улучшения коллимации пучка нейтронов, тем самым увеличивая угловое разрешение экспериментальных методик. До сегодняшнего дня, в силу низкой ($\sim 10^{14}$ нейтрон/см²сек) интенсивности потоков на доступных исследовательских реакторах использовались щели шириной до 100 мкм. Однако появление высокопоточных (несколько единиц на 10^{15} нейтрон/см²сек) реакторов делает возможными более узкие щели. Проведение экспериментов с узкими щелями требует наличия методов контроля за шириной щели.

В оптике идеальных кристаллов хорошо известен эффект аномального пропускания (ЭАП) проникающего излучения. Для рентгеновых лучей ЭАП известен как эффект Борманна [8], а для нейтронов — как нейтронооптический эффект Кагана-Афанасьева [9]. До настоящего момента ЭАП наблюдался по пику на кривой пропускания. Однако

для кристалла с малым поглощением такое наблюдение не представляется возможным, так как в такой схеме величина ЭАП меньше или порядка экспериментальной погрешности.

Другим ядерно-физическим методом исследования вещества с использованием нейтронов теплового спектра является малоугловое рассеяние нейтронов (МУРН) [10, 11]. Наиболее надежные результаты можно получить для монодисперсных систем в условиях однократного рассеяния. Однако, среди твердотельных образцов таковые встречаются крайне редко. Кроме того, исследования толстых образцов (например, в задачах по неразрушающему контролю) приводят к необходимости работать в условиях многократного рассеяния. При этом имеются экспериментальные данные [12], говорящие о неприменимости приближения независимых актов рассеяния [13] к задаче МУРН на объектах с высокой концентрацией неоднородностей. Исходя из вышесказанного отчетливо видна необходимость построения метода извлечения информации из спектров многократного МУРН на плотноупакованных системах.

Реактор ПИК (ПИЯФ НИЦ КИ, Гатчина) представляет собой прибор коллективного пользования не только российского, но и международного значения. Условием плодотворной работы такого исследовательского комплекса важно формирование парка установок. Одним из компонентов канального обеспечения реактора ПИК являются наклонные экспериментальные каналы (НЭК), собранные в зале наклонных каналов, при этом оси НЭКов составляют угол 60° с горизонтом. И, в отличие от зала горизонтальных экспериментальных каналов и нейтронного зала, комплектацию парка установок которого можно считать практически состоявшейся, парк установок на НЭК не вполне сформирован. Поэтому интерес представляет возможность размещения приборов, рассчитанных на горизонтальное положение нейтронного пучка (а это большинство нейтрон-дифракционных установок), в зале наклонных каналов.

Цель работы

Целью работы являлось: 1) наблюдение эффекта аномального пропускания нейтронов на слабопоглощающем кристалле германия в схеме двухкристального нейтронного спектрометра; 2) разработка методов расчета спектров многократного малоуглового рассеяния нейтронов на плотноупакованных гетероразмерных объектах; 3) совершенствование и развитие новых экспериментальных методов нейтрон-дифракционных исследований.

Для достижения вышеуказанных целей потребовалось решение следующих задач:

- получение теоретической оценки влияния эффекта аномального пропускания нейтронов на кривые пропускания, отражения и их сумму в эксперименте на двухкристальном спектрометре при использовании слабопоглощающих кристаллов Ge;
- разработка метода определения относительной эффективности детекторов двухкристального спектрометра;

- экспериментальное наблюдение эффекта аномального пропускания нейтронов на слабопоглощающем кристалле Ge в эксперименте на двухкристальном спектрометре;
- разработка алгоритма численного моделирования пространственного расположения рассеивающих центров в плотноупакованной полидисперсной среде и создание реалистической численной модели образца, используемого в экспериментах;
- разработка алгоритма численного моделирования кривой МУРН на численной модели образца;
- разработка двухкристального блока монохроматизации с использованием антипараллельной схемы и расчет параметров пучка на выходе;
- разработка и создание щели, пригодной для создания пучков нейтронов с апертурой в диапазоне 0–500 мкм;
- разработка метода установления ширины щели, не требующего изменения либо демонтажа спектрометрической схемы;
- изготовление спектрометрических пар на единой монокристаллической базе и проведение численных экспериментов с их применением.

Научная новизна результатов

В схеме двухкристального спектрометра впервые наблюдался эффект аномального пропускания нейтронов на слабопоглощающем кристалле. Впервые предложено использовать величину эффекта аномального пропускания нейтронов для определения относительной эффективности детекторов двухкристального спектрометра.

Впервые получены количественные данные о влиянии корреляции в пространственном расположении рассеивающих центров на спектры многократного малоуглового рассеяния нейтронов. Сравнение с результатами экспериментов по многократному МУРН на мерных порошках Al в схеме двухкристального спектрометра показало совпадение расчетных и опытных данных. Впервые получена оценка ошибки в определении средних размеров рассеивателей, полученных при использовании теории независимых актов рассеяния.

Впервые предложена и теоретически обоснована схема размещения дифрактометров горизонтальной компоновки на наклонных каналах реактора ПИК.

Впервые предложено и теоретически обосновано применение двухкристальной схемы, вырезанной на единой кристаллической базе для исследования малоуглового рассеяния нейтронов.

На защиту выносятся следующие основные положения и результаты

- Экспериментальное наблюдение эффекта аномального пропускания нейтронов на слабопоглощающем кристалле Ge в эксперименте на двухкристальном спектрометре.
- Алгоритм численного моделирования пространственного расположения рассеивающих центров в плотноупакованной полидисперсной среде и создание реалистической численной модели образца, используемого в экспериментах. Алгоритм расчета кривых МУРН на плотноупакованной полидисперсной среде. Зависимость полуширины линии многократного МУРН в зависимости от пространственной концентрации рассеивающих центров с учетом влияния корреляционных эффектов.
- Конструкция блока двойной монохроматизации и поворота пучка для размещения дифрактометров горизонтальной компоновки на наклонных каналах реактора ПИК.
- Конструкция и метод применения щели, пригодной для создания пучков нейтронов с апертурой в диапазоне 0–500 мкм.
- Метод определения относительной эффективности детекторов двухкристального спектрометра, основанный на использовании величины эффекта аномального пропускания нейтронов.
- Схема применения спектрометрических пар на монокристалльной основе в опытах по малоугловому рассеянию нейтронов.

Научно-практическая ценность

До настоящего времени считалось невозможным прямое экспериментальное наблюдение эффекта аномального пропускания при дифракционном рассеянии нейтронов на совершенных монокристаллах Ge. В данной работе описана методика, позволяющая проводить такое наблюдение и приведены экспериментальные данные, подтверждающие успешность применения упомянутой методики. Также приводится развитый в процессе проведения данных опытов метод определения относительной эффективности детекторов двухкристального спектрометра, не требующий демонтажа спектрометрической схемы, который может применяться в различных экспериментах на двухкристальном спектрометре.

Метод малоуглового рассеяния проникающих излучений применяется для исследования объектов, имеющих надатомные размеры, таких, как структурные и магнитные неоднородности в твердых телах, коллоидные частицы и взвеси и тому подобное. Исследование крупномасштабных неоднородностей в последнее время активно ведется с помощью метода ультрамалоуглового рассеяния нейтронов, основанного на использовании двухкристального спектрометра. Наиболее надежные результаты можно получить

при исследовании монодисперсных систем. А условие применимости модели независимых актов рассеяния дополнительно требует достаточно разреженных систем рассеивающих центров. К сожалению, с подобными системами приходится сталкиваться только при изучении некоторых биологических объектов, в то время как твердотельные образцы монодисперсны лишь в исключительных случаях. Более того, для значительной части твердотельных образцов не выполняются условия однократного рассеяния, что, очевидно, приводит к многократности рассеяния — данное обстоятельство усугубляется особой значимостью именно неразрушающих методов изучения объектов (например промышленных изделий), когда становится невозможным расчленение образцов. Исходя из сказанного становится ясно видна необходимость развития метода извлечения информации из спектров многократного малоуглового рассеяния нейтронов на плотноупакованных полидисперсных средах. Как будет показано в данной работе, для получения корректной информации о рассеивающей системе из спектров ММУРН необходимы методы обработки спектров, обеспечивающие учет интерференционных эффектов в рассеянии нейтронов, которые также изложены в данной работе.

В малоугловых экспериментах, проводимых в схеме Уоррена, значительную трудность представляет долговременная стабилизация параллельного положения спектрометрической пары. До настоящего времени применялись различные методы пассивной (например термостатирование установки, виброзащита и т.д.) и активной (основанной на явлении преломления нейтронов различными материалами) стабилизации параллельного положения кристаллов спектрометрической пары. В данной работе предложена и теоретически обоснована методика с использованием спектрометрической пары, вырезанной на единой монокристаллической базе. Показано, что применяя такую конструкцию, возможно проводить измерения как полного (метод Уоррена) так и дифференциального (метод двухкристального спектрометра) сечения малоуглового рассеяния нейтронов, что по нашему мнению, найдет применение в различных экспериментах по МУРН, а также практическое применение в работах по неразрушающему контролю материалов и промышленных изделий.

Апробация работы

Результаты диссертации докладывались на семинарах ИТЭФ, МИФИ, на 4, 7, 10, и 11-й Московской Международной школе физики ИТЭФ; Научных сессиях МИФИ 2002, 2004, 2005, 2006, 2009; Второй, Четвертой, Пятой, Шестой и Седьмой национальной конференции по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования материалов (РСНЭ-99, Москва 1999; РСНЭ-03, Москва 2003; РСНЭ-05, Москва 2005; РСНЭ-07, Москва 2007, РСНЭ-НБИК-09, Москва 2009; РСНЭ-НБИКС-11, Москва 2011); XVII, XVIII, XX, XXI, XXII Совещаниях по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния (РНИКС-17, Гатчина 2002; РНИКС-18, Заречный 2004; РНИКС-20, Гатчина 2008; РНИКС-21, Москва

2010; РНИКС-22, Гатчина 2012), Совещании по использованию рассеяния нейтронов и синхротронного излучения в конденсированных средах (РНСИ-КС-2014, Старый Петергоф, 2014), 45, 47 и 48-й Школах ПИЯФ по физике конденсированного состояния (ФКС-2011, Зеленогорск 2011; ФКС-2013, Зеленогорск 2013; ФКС-2014, Зеленогорск 2014).

Публикации Список работ, опубликованных по теме диссертации, приведен в разделе 4.

Объем и структура диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы. Работа содержит 130 страниц, в том числе 115 страниц текста, 37 рисунков, 16 страниц библиографии.

2 Содержание работы

2.1 Литературный обзор

В главе 1 дается описание современного состояния теории и экспериментальных методов по теме диссертации. В разделе 1.1 дано современное изложение динамической теории дифракции тепловых нейтронов на совершенных кристаллах; описаны основные экспериментальные методы, основанные на применении дифракции на совершенных кристаллах; дан обзор работ, посвященных путям дальнейшего развития динамической теории. В разделе 1.2 изложен метод определения параметров неоднородностей вещества при помощи метода многократного МУРН в модели независимых актов рассеяния; теория, учитывающая наличие пространственных корреляций в расположении рассеивающих центров; описаны особенности метода двухкристального спектрометра применительно к изучению МУРН.

2.2 Наблюдение эффекта аномального пропускания нейтронов на совершенном кристалле Ge, вырезанного в геометрии Брэгга

В главе 2 предлагается способ наблюдения ЭАП нейтронов в схеме Брэгг-Брэгг. Приводятся экспериментальные данные по наблюдению данного эффекта на слабопоглощающем кристалле Ge.

В рентгеновской кристаллооптике хорошо известен эффект аномального пропускания (ЭАП) — эффект Борманна [8, 14], суть которого состоит в наличии области аномально малого (по сравнению со значением среднего потенциала) поглощения вблизи области максимума брэгговского отражения.

Еще в 1947 году Гольдбергер и Зейтц [15] показали глубокую аналогию в процессах дифракции рентгеновских лучей и тепловых нейтронов. Впервые ЭАП в дифракции нейтронов был наблюден Ноулсом в 1956 году на кристалле кальцита [7]. Теоретический анализ такого процесса для случая рассеяния в геометрии Лауэ был проведен Каганом и Афанасьевым в 1965 году [9]. Подробные экспериментальные исследования проведены Зиппелем с сотрудниками [16] и Соменковым и Шильштейном [17].

Кроме геометрии Лауэ, упомянутые работы, объединяет использование материалов сильно поглощающих нейтроны: это InSb [16] и CdS [17]. В работе [16] приводятся для сравнения кривые пропускания на InSb и Ge, соответственно обратные длины поглощения $\mu_{InSb} = 1.95 \text{ см}^{-1}$; $\mu_{Ge} = 0.06 \text{ см}^{-1}$, а с учетом различной толщины d кристаллов $(\mu d)_{InSb} = 1.4$, $(\mu d)_{Ge} = 0.007$. Из представленных результатов было отчетливо видно наличие ЭАП на InSb, и его отсутствие на Ge, что, по-видимому, дало основание Сирсу в [18] заметить, что при дифракции на кристалле Ge это явление невозможно наблюдать экспериментально.

Возникает вопрос о возможности наблюдения и величине ЭАП при дифракции в геометрии Брэгга на слабо поглощающих нейтроны кристаллах, таких как Ge и Si. Эти материалы применяются при создании и двух- и трехкристальных нейтронных спектрометров — инструментов для изучения диффузного и ультрамалоуглового рассеяния, и в некоторых случаях важно знать характер поведения прошедшей интенсивности вблизи угловой позиции кристалла-анализатора $\theta = \theta_B$ (θ_B — угол Брэгга).

Наиболее распространенной методикой при изучении дифракции нейтронов является методика двухкристального спектрометра, которая и была применена при проведении опытов [А3]. При этом, непосредственно на опыте наблюдаются не угловые зависимости самих КДО и КДП, а интенсивности отраженных (I_R) и прошедших через кристалл — анализатор (I_T) нейтронов.

Измерения проводились на универсальном нейтронном дифрактометре, расположенном на реакторе ИРТ МИФИ. Значения I_R и I_T синхронизованы относительно положения кристалла-анализатора, что дает возможность построить зависимость, представляющую собой сумму R - и T -кривых (в дальнейшем S -кривая). Следует отметить, что построение такой же зависимости при последовательной съемке R - и T -кривых невозможно из-за того, что отсутствует возможность привязки кривых относительно оси угловых перемещений.

Синтезированная из R - и T -зависимостей S -кривая имеет очевидный физический смысл. Она также непосредственно связана с величиной потерь нейтронов в кристалле. На рис.1 приведен пример такой кривой, на котором отчетливо виден изучаемый эффект.

Использование схемы эксперимента с одновременной регистрацией интенсивности прошедшего и отраженного пучков позволила впервые зафиксировать ЭАП при ди-

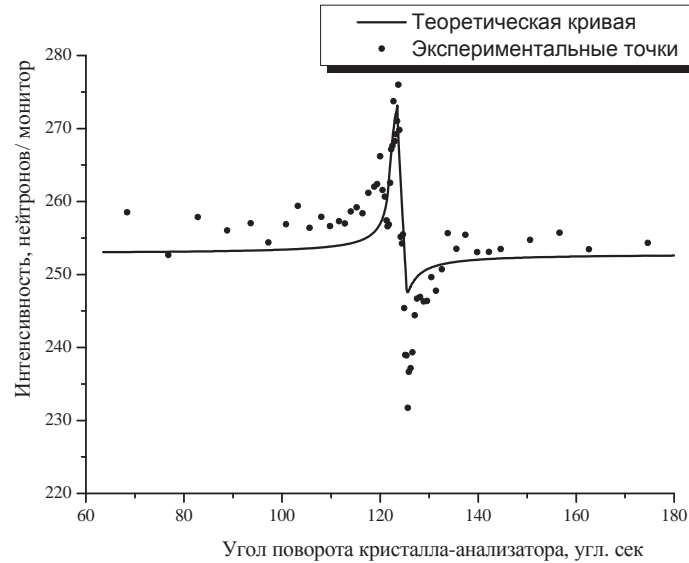


Рис. 1: Пример кривой экспериментальной суммарной кривой (точки) и суммы теоретических кривых отражения и пропускания (линия).

фракции нейтронов в геометрии Брэгга на слабопоглощающем кристалле Ge. Было достигнуто хорошее совпадение теории и результатов опытов.

2.3 Межчастичная интерференция нейтронов при многократном малоугловом рассеянии на плотноупакованной полидисперсной системе

В главе 3 рассматривается влияние корреляционных эффектов на спектры МУРН. В разделе 3.1 дается введение в проблему, в разделе 3.2 описывается вычислительная техника, позволяющая рассчитывать спектры МУРН на плотноупакованных полидисперсных образцах. В разделе 3.3 указанная техника применяется для описания уменьшения полуширины на половине высоты кривой МУРН при увеличении пространственной концентрации рассеивающих центров и показано, что такое сужение связано с наличием корреляционного эффекта. В разделе 3.4 с применением данной техники рассчитываются зависимости полуширины кривых МУРН от толщины образца (кратности рассеяния), проводится их сравнение с такими зависимостями, рассчитанными по теории независимых актов рассеяния. Оба результата сравнены с опытными данными, в результате чего показана неприменимость теории независимых актов рассеяния, которая дает систематическое завышение размеров неоднородностей.

Экспериментальные и теоретические предпосылки данной работы опубликованы в [12, 20]. Основным результатом сообщения [12] состоял в том, что с ростом плотности зерен

n (числа зерен в единице объема) при неизменном N_s происходит сужение экспериментально измеренного углового распределения $I(\vartheta)$ рассеянных нейтронов. Этот эффект не описывается стандартной теорией [22, 13, 23]. Он получил качественное объяснение в статье [20], где были построены общие контуры теории ММУРН в умеренно плотных средах с коррелированным расположением зерен и проведены расчеты для монодисперсных систем. В настоящей работе эти исследования продолжены и, в частности, впервые построена теория ММУРН в полидисперсных средах [A2, A9, A11].

Основываясь на теории [20] была разработана вычислительная методика. Численный эксперимент делится на два этапа — создание реалистической модели образца, использованного в эксперименте, и расчет углового распределения интенсивности ММУРН для этой модели.

Как показано в [A11] зависимость полуширины кривой качания от массы порошка алюминия, рассчитанная с учетом корреляционных эффектов, значительно лучше ложится на экспериментальные данные, нежели график, рассчитанный по теории независимых актов, особенно в той области, где кратность рассеяния нейтронов невелика. Это объясняется тем, что корреляционные эффекты оказывают большее влияние на не рассеянные нейтроны, чем на рассеянные [13], а с ростом кратности, как известно, доля не рассеянных нейтронов экспоненциально убывает.

Вычисленная с учетом пространственных корреляций между расположением неоднородностей ширина линии ММУРН находится в хорошем согласии с экспериментальными данными [A9], в отличие от расчетов в модели независимых актов рассеяния. Это свидетельствует о важности учета корреляционных эффектов в определении параметров рассеивателей из данных ММУРН при высокой концентрации рассеивателей.

2.4 Блок монохроматизации и поворота пучка для наклонного канала реактора ПИК

В главе 4 описан блок монохроматизации и поворота пучка для наклонного экспериментального канала реактора ПИК и его возможное применение на примере универсального нейтронного дифрактометра.

Высокопоточный реактор ПИК, строящийся в ПИЯФ НИЦ КИ (Гатчина), представляет собой установку коллективного использования и является основной базой будущих нейтронных исследований в Российской Федерации. Одним из компонентов канального обеспечения реактора ПИК являются наклонные экспериментальные каналы (НЭК), собранные в зале наклонных каналов, при этом оси НЭКов составляют угол 60° с горизонтом. И, в отличие от зала горизонтальных экспериментальных каналов и нейтронного зала, комплектацию парка установок которых можно считать практически состоявшейся, парк установок на НЭК не вполне сформирован. На примере универ-

сального нейтронного дифрактометра [19] показана возможность размещения приборов, рассчитанных на горизонтальное положение нейтронного пучка, в зале наклонных каналов [А6].

Универсальный нейтронный дифрактометр (целостный рисунок прибора можно найти в [19]), сочетает в себе возможности монокристалльного дифрактометра, трехкристалльного спектрометра и допускает оперирование с совершенными кристаллами (монтаж 2, 3-х кристалльных схем), что позволяет проводить опыты в тепловом спектре нейтронов с секундным угловым разрешением. Подобные приборы не выпускаются серийно, и, из-за сложности методики, в мире существуют единицы подобных установок.

При проведении нейтронографических исследований используются приборы, приспособленные к работе с горизонтальными пучками нейтронов. Тем самым возникает задача поворота нейтронного пучка. В практике нейтрон-дифракционных исследований широко используются монохроматоры, основанные на двукратном отражении либо от совершенных кристаллов, либо от кристаллов, обладающих той или иной степенью мозаичности, в зависимости от необходимого углового и энергетического разрешения. Логичным выходом является совмещение поворота пучка и его монохроматизации в одном устройстве.

Для реализации этого необходимо использовать антипараллельную установку кристаллово-монохроматоров (рис.2) с межплоскостными расстояниями более 3 \AA , и максимальной отражающей способностью. Для каждого отражения будет необходим угол Брэгга, что дает широкий выбор кристаллов и отражений. Использование двойного отражения позволяет получить рефлекс вблизи предполагаемого максимума спектра тепловых нейтронов реактора ПИК, примерно равного $1,2 \text{ \AA}$. Например, для популярного из-за отсутствия второго порядка отражения монохроматора Ge (111) это $\lambda = 1,7 \text{ \AA}$. Отметим, что попытка воспользоваться однократным отражением заставит использовать угол Брэгга в 30° , что, например для этого же отражения приводит к длине волны в $\lambda = 3,2 \text{ \AA}$, что лежит вдали от максимума спектра.

Один из возможных вариантов компоновки универсального нейтронного дифрактометра на НЭК приведен на рис.3. Для случая установки мозаичных кристаллов были определены угловые и энергетические спектры пучка нейтронов на выходе из блока монохроматизации и поворота для различных кристаллов (см. например рис.4 для двух мозаичных кристаллов Ge).

Возможный круг использования двойного монохроматора с поворотом нейтронного пучка не ограничивается рассмотренным случаем нейтронного дифрактометра. Конструкция допускает тиражирование для различных типов установок, общими свойствами которых являлось бы использование нейтронов теплового спектра и монтаж, ориентированный на горизонтальное направление пучка. Круг тематик, которые доступны к исследованиям на такого рода установках, достаточно широк и включает в

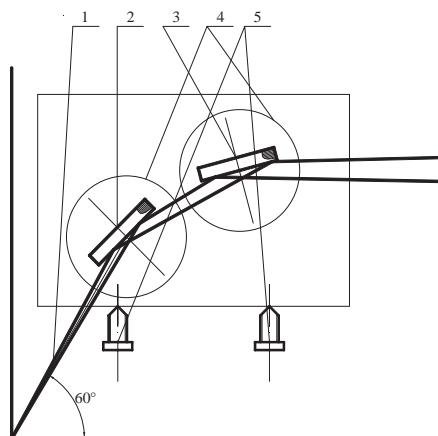


Рис. 2: Схема устройства блока двойной монохроматизации и поворота нейтронного пучка. 1 - пучок нейтронов, 2 - первый кристалл, 3 - второй кристалл, 4 - гониометрические головки, 5 - регулировочные винты.

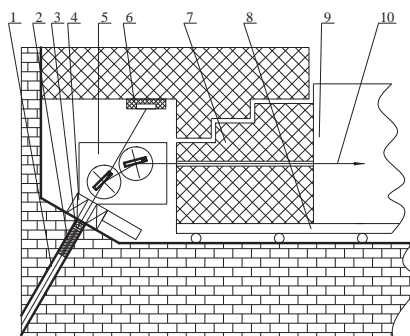


Рис. 3: Вид части УНД в сечении вертикальной плоскостью при его эксплуатации на НЭКе. 1 - наклонный экспериментальный канал реактора ПИК, 2 - коллиматор, 3 - фильтр, 4 - стандартный шибер, 5 - блок двойной монохроматизации и поворота нейтронного пучка, 6 - ловушка пучка, 7 - гетерогенная биологическая защита, 8 - подвижная платформа с виброзащитой, установленная на рельсовом пути, 9 - дифрактометр, 10 - монохроматический пучок.

себя изучение таких веществ и систем, как реакторные материалы, материалы нанотехнологий, металлы и сплавы с заранее заданными свойствами; электронные компоненты; фундаментальные исследования. Эти направления соответствуют приоритетным направлениям развития науки, перечню критических технологий и плану фундамен-

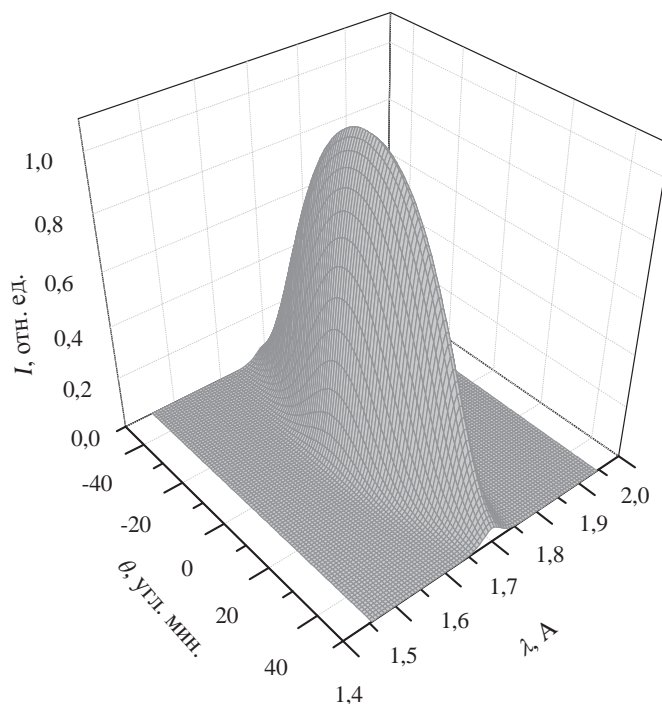


Рис. 4: Угловой и энергетический спектр нейтронов после двукратного отражения от мозаичных кристаллов в антипараллельной позиции.

тальных исследований РАН на период до 2025 г. и Основным научным направлениям фундаментальных и прикладных исследований НИЦ КИ.

2.5 Экспериментальные приложения и методики

В главе 5 приводятся экспериментальные методики, порожденные в процессе опытного решения задач глав 2–4. В разделе 5.1 описана техника работы с узкими пучками нейтронов, предложена конструкция щели и дистанционная методика определения ее ширины. В разделе 5.2 описана методика определения относительной эффективности счета детекторов двухкристального спектрометра, не требующая демонтажа спектрометрической схемы. В разделе 5.3 предлагается конструкция кристаллического прибора, позволяющего достигать долговременной стабильности в положении кристаллов спектрометрической пары и проводить без изменения схемы установки как измерения в методике Уоррена, так и изучение дифференциальных спектров МУРН.

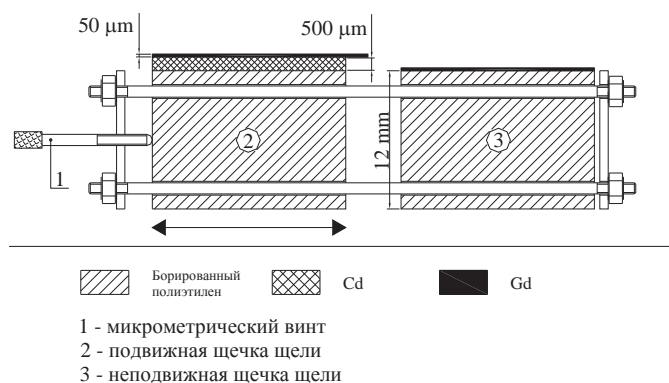


Рис. 5: Конструкция щели для работы на нейтронном пучке. 1 — микрометрический винт, 2 — подвижная и 3 — неподвижные щечки из борированного полиэтилена.

2.5.1 Методика использования тонких щелей в экспериментах на нейтронных пучках

В нейтрон-дифракционных экспериментах часто используются щели. В данном разделе мы опишем один из возможных методов использования достаточно узких щелей, применявшийся в ходе опытов по изучению дифракции узких пучков нейтронов на совершенных кристаллах Ge.

На рис.5 изображена схема конструкции щели. Створки щели были изготовлены в виде пластин из борированного полиэтилена толщиной 12 мм, которые были отшлифованы вдоль канала щели. Одна из пластин создана конструкционно-неподвижной (3). Другая (2) может перемещаться под воздействием микрометрического винта (1). Для усиления поглощения нейтронов на внешние стороны щечек щели были наклеены пластины из гадолиния толщиной 50 мкм, причем на подвижной створке под гадолиниевую пластину подложена кадмиевая толщиной 500 мкм. Стороны пластин Gd (5), образующие створ щели подвергались полировке, кроме того, была отслежена их параллельность.

Однако, очевидно, что ни полировка, ни юстировка на параллельность не могут однозначно решить вопрос установки нуля счета детекторов. Для решения этой проблемы было предложено следующее: пластина Gd на подвижной щечке была выдвинута относительно среза борполиэтиленовой и кадмиевой примерно на 20×30 мкм. Наличие слоя Cd (4) позволило при смыкании створок щели обеспечить заход подвижной пластины Gd на неподвижную и, тем самым обеспечить практически полное перекрытие пучка нейтронов. Это дает возможность сопоставить "нулевую" ширину щели с нулевой интенсивностью счета нейтронов. Такая гипотеза будет использована далее, при изложении методики определения ширины щели. Описанная выше конструкции была

смонтирована на жестком каркасе, позволяющем крепить щель в различных точках установки.

По результатам измерений был построен градуировочный график, представляющий собой зависимость ширины щели от интенсивности счета нейтронов на детекторе прямого пучка. Применяя положение о соответствии нулевого (с точностью до фона) счета детектора полному смыканию створок щели была получена поправка к отсчетам микрометрического винта. Использование в таких целях отраженного пучка невозможно в силу малой интегральной отражающей способности совершенного кристалла.

2.5.2 Методика определения относительной эффективности детекторов двухкристального спектрометра

В экспериментах по малоугловому рассеянию часто используется двухкристальный спектрометр [19, 24]. Для корректного определения параметров неоднородностей вещества необходимо знать относительную эффективность счета детекторов прямого и отраженного пучка. Например, в экспериментах по малоугловому рассеянию нейтронов по методу Уоррена эта величина непосредственно входит в выражения для полного сечения малоуглового рассеяния, знание которого необходимо для определения среднего размера или концентрации неоднородностей [A4]. Предлагается следующий метод определения относительной эффективности счета детекторов. Вначале снимаются кривые качания пустого двухкристального спектрометра (т.е. в отсутствие образца) на отражение и на пропускание. Поскольку съемка происходит одновременно и синхронно двумя детекторами, становится возможным нахождение суммарной кривой путем поточечного суммирования экспериментальных кривых отражения и пропускания. Затем рассчитываются теоретические кривые, после чего проводится аппроксимация экспериментальной суммарной кривой суммой теоретических кривых отражения и пропускания, при которой в качестве параметров подгонки используются нормировочный множитель и относительная эффективность детекторов.

На рис. 1 приведен пример кривой экспериментальной суммарной кривой (точки) и суммы теоретических кривых отражения и пропускания (линия).

В отличие от предлагаемой методики прямое измерение относительной эффективности имеет своим недостатком то, что для такого измерения необходимо передвигать один из детекторов на место второго. Такое передвижение требует, во-первых, демонтажа спектрометрической схемы; во-вторых, принятия специальных мер устранению влияния изменения геометрического фактора положения детектора на эффективность счета нейтронов.

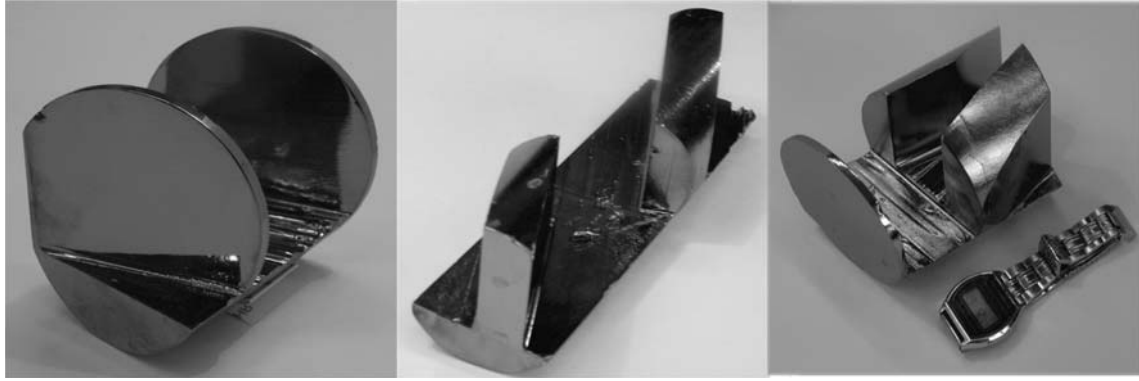


Рис. 6: Кристаллические пары в схеме Лауэ Лауэ (а), в схеме Брэгг Брэгг (б) и Лауэ Брэгг (в), которые вырезаны из единых монокристаллических слитков бездислокационного кремния. Часы приведены для масштаба.

2.5.3 Двухкристальный преобразователь спектра

Эксперименты в схеме двухкристального спектрометра для повышения точности требуют долговременной стабилизации параллельности. В качестве основных способов можно указать пассивную (виброзащита, поддержание термостабильности, например см. [25]) либо активную (введение в пучок дополнительных объектов, например преломляющей призмы [26]). Для решения этой проблемы предлагается использовать конструкцию, применяемую в нейтронной интерферометрии — кристаллическая пара, вырезанная на единой монокристаллической базе [A8].

В настоящее время из бездислокационного монокристалла Si изготовлены кристаллические пары (рис.6), позволяющие реализовать все возможные схемы — Брэгг-Брэгг, Брэгг-Лауэ, Лауэ-Брэгг, Лауэ-Лауэ.

Трехкристальный спектрометр для малоугловых опытов. Пучок, монохроматизированный M, рассеивается O и далее расщепляется S на рассеянную часть, угловое распределение которой сканируется поворотом A, и регистрируется детектором D1, и прямо прошедшие через образец нейтроны, регистрируемые детектором D2. Эта часть содержит как нерассеянные нейтроны, так и испытавшие МУР в угловой диапазон порядка ширины рефлекса. Кроме этого, и те, и другие испытывают поглощение в кристалле-расщепителе S. Сквозь кристалл S проходят нейтроны, рассеявшиеся малоугловым образом на неоднородностях образца O.

Проведение малоугловых опытов с использованием трехкристального спектрометра (рис. 7) представляется следующим. Исследуемые образцы, закрепленные в кассете, помещаются в пространство между кристаллическими пластинами и перемещаются перпендикулярно нейтронному пучку. Детектор D1 при этом фиксирует прямо прошедшие через образец нейтроны, число которых связано с интегральным сечением МУРН, ре-

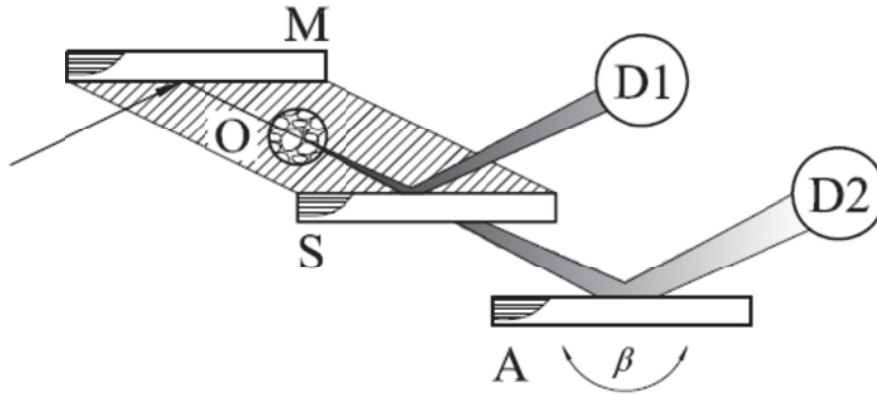


Рис. 7: Трехкристальный спектрометр для малоугловых опытов с использованием кристаллов, вырезанных в геометрии Брэгга. Монохроматор (M), анализатор (A), расщепитель (S) — пластины Si, O — образец, D1, D2 — детекторы полного поглощения, β — угол вращения анализатора A.

ализуя тем самым методику Уоррена [A4]. По завершении серии, образцы, показавшие аномальные результаты, возвращаются на центральную позицию между кристаллами M и S, после чего возможно проведение сканирования малоуглового распределения нейтронов $I(\beta)$ кристаллом A с регистрацией детектором D2, так как это делается в двухкристальной методике. Таким образом, применение схемы Брэгг-Брэгг позволяет совместить методику Уоррена со снятием всего углового спектра с выходом на асимптоту для определенного образца [27].

Использование геометрии Лауэ-Лауэ

Реализация метода Уоррена возможна также в случае использования геометрии Лауэ-Лауэ, преимуществом которой является одновременное измерение интенсивности нейтронов как прошедших через образец, так свободного пучка (рис. 8). Кристаллы M и A, вырезанные в геометрии Лауэ из единого слитка, играют роль спектрометрической пары.

Пучок нейтронов 3, отраженный от S, расщепляется кристаллом A на пучки 6 и 7, интенсивность которых регистрируется детекторами D6 и D7. Скорость счета детекторов, полагая интенсивность пучков 2 и 3 за единицу, можно представить в виде:

$$I_6 = \varepsilon_6 R_A I_7 = \varepsilon_7 T_A \quad (1)$$

здесь и ниже ε_j — соответственно эффективность детекторов D_j ; T и R — коэффициенты прохождения и отражения нейтронов от кристалла M (A) при их падении под углом Брэгга θ_B .

Введем в пространство между кристаллами (M) и (A) образец O, содержащий неоднородности, на которых нейтроны испытывают МУР. Тогда, после прохождения через

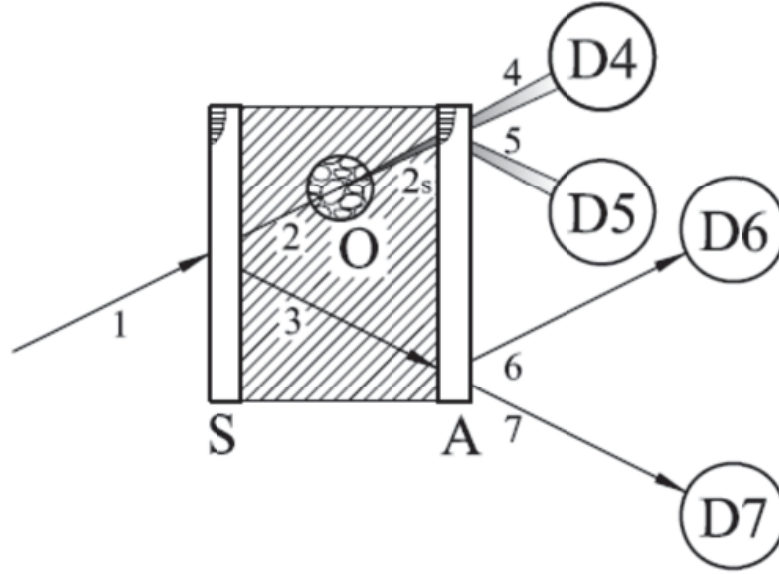


Рис. 8: Реализация метода Уоррена в схеме Лауэ-Лауэ: O — образец, S — кристалл-расщепитель, A — кристалл-анализатор. 1 — падающий пучок, 2, 3 — когерентные пучки после расщепления, 2_S — пучок нейтронов, прошедший через образец, 4, 5 — прошедший и отраженный от кристалла-анализатора пучки, содержащие информацию об образце, 6, 7 — отраженный и прошедший через кристалл-анализатор пучки нейтронов, D_i — детекторы нейтронов ($i = 4-7$).

образец пучок 2_S будет содержать рассеянную и нерассеянную части. В согласии с динамической теорией рассеяния [A1], нейтроны, отклонившиеся на малый угол, лежащий в пределах полного отражения совершенного кристалла (столика Дарвина) $\Delta\theta$, испытывают дифракционное отражение на кристалле A так же, как и не испытывавшие рассеяния. И те, и другие дадут вклад в интенсивность пучка 5, а отклоненные на угол больший, чем $\Delta\theta$ пройдут прямо и, соответственно, дадут вклад интенсивность пучка 4. Поэтому скорость счета детекторов при наличии образца можно представить в виде:

$$I_4 = \varepsilon_4 T_A T_0 T_S + \varepsilon_4 T'_A T_0 (1 - T_S) I_7 = \varepsilon_5 T_0 T_S R_A, \quad (2)$$

где T_0 — коэффициент ослабления пучка образцом, который учитывает выбывание нейтронов за счет всех каналов, кроме МУРН; T'_A — фактор ослабления пучка при прохождении сквозь кристалл A при падении под углом не равным θ_B .

Степень уменьшения интенсивности излучения при прохождении через вещество выражается через коэффициент ослабления S [A4], величину которого можно записать в виде:

$$T_S = \exp(-\Sigma_S L), \quad (3)$$

где Σ_S [см⁻¹] — полное макроскопическое сечение МУРН [28] или, другими словами, линейный коэффициент ослабления, L — толщина образца.

Комбинируя выражения (4) и (5) можно получить соотношение, связывающее экспериментально измеримые величины и макроскопическое сечение МУРН Σ_S :

$$\frac{1}{T_S} = \exp(\Sigma_S L) = \frac{1}{T'_A} \left(\frac{\varepsilon_5}{\varepsilon_6 \varepsilon_4} \frac{I_6 I_4}{I_5} - \frac{I_7}{\varepsilon_7} + T'_A \right). \quad (4)$$

Таким образом, как и для схемы Брэгг-Брэгг, здесь возможно получить информацию о неоднородностях методом Уоррена.

Кроме обсужденных, представляется перспективным вариант, в котором М и А — кристаллы, вырезанные в геометрии Брэгга, а расщепитель S — тонкая пластина в геометрии Лауэ. Эта комбинация позволяет сохранить максимальную плотность потока нейтронов на образце (из-за использования отражения по Брэггу от М) и свести к минимуму поглощение нейтронов, прошедших сквозь расщепитель S на детектор D1, регистрирующий нейтроны, испытавшие МУР, и регистрировать нерассеянные нейтроны детектором D2 при работе по методу Уоррена.

В заключение следует сказать, что разработанная методика, при ее успешной опытной реализации, является хорошим примером использования фундаментальных научных знаний: динамической дифракции и малоуглового рассеяния нейтронов к задачам практического материаловедения.

3 Общие выводы

Использование схемы эксперимента с одновременной регистрацией интенсивности прошедшего и отраженного пучков позволила впервые зафиксировать эффект аномального пропускания при дифракции нейтронов в геометрии Брэгга на слабопоглощающем кристалле Ge с совпадением теоретических и опытных результатов. Полученные результаты возможно использовать при описании экспериментов на двухкристальных дифрактометрах.

Проведенное теоретическое и экспериментальное исследование ММУРН при факторах заполнения $\eta \geq 9\%$ и кратностях рассеяния $N \sim 5-10$ показало наличие эффектов МЧИ. Получено, что в диапазоне $\eta \sim 40\% - 60\%$ эффект МЧИ оказывает значительное влияние на линию ММУРН, изменяя ее ширину в 2 – 3 раза.

Теоретические результаты данной работы показывают возможность численного моделирования спектров ММУРН для плотных полидисперсных образцов, что открывает дорогу для широкого применения микроскопических расчетов при решении соответствующих материаловедческих задач. Сравнение с результатами экспериментов по многократному МУРН на мерных порошках Al в схеме двухкристального спектрометра показало совпадение расчетных и опытных данных. Впервые получена оценка ошибки

в определении средних размеров рассеивателей, полученных при использовании теории независимых актов рассеяния.

Предлагаемая комбинация спектрометрической пары на единой монокристаллической базе и кристалла-анализатора, в случае всех кристаллов, вырезанных по геометрии Брэгга, позволяет совместить измерение полного макроскопического сечения МУРН серии образцов, снимая техническую сложность удержания параллельной позиции, и получение полного углового распределения рассеянных нейтронов, вплоть до асимптотики, что подтверждается данными численного моделирования. Кроме того, описанную спектрометрическую пару, можно использовать в качестве разрезного монохроматора и (или) анализатора в классической схеме двухкристального спектрометра. Данная схема позволяет достигать углового разрешения 10^{-5} рад ($\sim 2''$) и изучать ультрамалоугловое рассеяние в диапазоне векторов рассеяния: $3 \cdot 10^{-3} > q > 3 \cdot 10^{-5} \text{ \AA}^{-1}$.

Для пары Лауэ-Лауэ показана возможность реализации методики Уоррена в геометрии Лауэ-Лауэ, преимуществом которой является одновременное измерение интенсивности нейтронов как прошедших через образец, так и свободного пучка. Пара Брэгг-Лауэ представляется перспективной для дальнейшего изучения в силу того, что в ней совмещается большая отражающая способность первого кристалла с малой толщиной (т.е. малым поглощением нейтронов) второго, что позволяет увеличить измеряемую интенсивность.

Впервые предложена и теоретически обоснована схема размещения дифрактометров горизонтальной компоновки на наклонных каналах реактора ПИК.

Возможный круг использования двойного монохроматора с поворотом нейтронного пучка не ограничивается случаем нейтронного дифрактометра. Конструкция допускает тиражирование для различных типов установок, общими свойствами которых являлось бы использование нейтронов теплового спектра и монтаж, ориентированный на горизонтальное направление пучка. Круг тематик, которые доступны к исследованиям на такого рода установках, достаточно широк и включает в себя как материаловедческие задачи, так и фундаментальные исследования.

4 Список основных публикаций по теме диссертации

- [A1] Ю.Г. Абов, Н.О. Елютин, А.Н. Тюлюсов, Динамическая дифракция нейтронов на совершенных кристаллах, ЯФ, **65**, 1989, (2002).
- [A2] Ю.Г. Абов, Ф.С. Джеббаров, Н.О. Елютин, Д.В. Львов, Ю.И. Смирнов, А.Н. Тюлюсов, Межчастичная интерференция нейтронов при многократном малоугловом рассеянии на плотноупакованной полидисперсной системе частиц, Письма в ЖЭТФ, **78**, 1011 (2003).

- [A3] N.O. Elyutin, Yu.I. Smirnov, A.N. Tyulyusov, Observation of the Effect of Anomalous Neutron Transmission by a Perfect Ge Single Crystal Cut-out for the Use in the Bragg Geometry, *Cryst. Rep.*, **49(S1)**, s55 (2004).
- [A4] Н.О. Елютин, Д.В. Львов, Ю.И. Смирнов, А.Н. Тюлюсов, Использование двухкристального спектрометра в исследованиях малоуглового рассеяния нейтронов по методике Уоррена, *ПТЭ*, **4**, 5, (2007).
- [A5] Н. О. Елютин, Д. В. Львов, Е. В. Ракшун, А. Н. Тюлюсов, Малоугловое исследование оболочек микротопливных элементов, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, No 11, 40, (2010).
- [A6] N.O. Elyutin, D.V. Lvov, A.N. Tyulyusov, On the Possibility of Placing a Universal Diffractometer in an Inclined Channel of the PIK Reactor, *Cryst. Rep.*, **57**, 1200, (2011).
- [A7] Н. О. Елютин, Д. В. Львов, А. Н. Тюлюсов, Развитие методов обработки спектров многократного малоуглового рассеяния нейтронов, *ФТТ*, **54**, 642, (2012).
- [A8] Н. О. Елютин, Д. В. Львов, А. Н. Тюлюсов, Спектрометрические пары на единой монокристалльной основе в опытах по малоугловому рассеянию нейтронов, *ФТТ*, **55**, 1041, (2013).
- [A9] Ю.Г. Абов, Ф.С. Джебпаров, Н. О. Елютин, Д. В. Львов, А. Н. Тюлюсов, Влияние концентрации неоднородностей на многократное малоугловое рассеяние нейтронов, *ЖЭТФ*, **143**, 507, (2013).
- [A10] Н.О. Елютин, Д.В. Львов, Е.В. Ракшун, А.Н. Тюлюсов, Исследование многократного малоуглового рассеяния нейтронов по методу Уоррена, *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, No 6, 90, (2013).
- [A11] Ю.Г. Абов, Ф.С. Джебпаров, Н.О. Елютин, Д.В. Львов, А.Н. Тюлюсов, Изучение многократного ультрамалоуглового рассеяния нейтронов с помощью двухкристального дифрактометра, *ЯФ*, **77**, 1250, (2014).

Список литературы

- [1] P.P. Ewald, The Theory of the Interference of Rontgen Rays in Crystals, *Phys.Zs.*, **14**, 465,1038, 1913.
- [2] C.G. Darwin, The Theory of X-ray Reflexion, *Phyl. Mag.*, **27**, 315, 675, 1914.
- [3] Laue v. M, *Ergebnisse exact. Naturwissensch.*, **10**, 133, 1931 (цит. по [14]).
- [4] Zachariasen W.H, *Theory of X-ray Diffraction in Crystals*. New York: J. Wiley, Sons, 1945.
- [5] Penning P., Polder D., *Phillips Res. Reps.*, **16**, 419, 1961 (цит. по [14]).
- [6] Ando Y. Kato N., Contraction of Pendellosung Fringes in Distorted Crystals, *J. Phys. Soc. Japan*, **21**, 964, 1966.
- [7] J. W. Knowles, Anomalous absorption of slow neutrons and X-rays in nearly perfect single crystals, *Acta Cryst.*, **9**, 61, 1956.
- [8] Borrmann G., *Physik. Z.*, **42**, 57, 1941 Афанасьев А.М., Кон В.Г., Препринт 1890, М. ИАЭ (1969).
- [9] Ю.М. Каган., А.М. Афанасьев, Эффект подавления неупругих каналов ядерной реакции в кристалле в условиях динамической дифракции, *ЖЭТФ*, **49**, 1504, 1965 .
- [10] Е.А. Порай-Кошиц, Диффузное рассеяние рентгеновских лучей под малыми углами, *УФН*, **XXXIX**, 674, 1949.
- [11] Л. А. Фейгин, Д. И. Свергун, *Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние*. Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит., Москва, 1986.
- [12] Ю.Г. Абов, Ю.И. Смирнов, Д.С. Денисов и др., Динамические эффекты в диффузном рассеянии тепловых нейтронов на малодислокационных кристаллах германия, сб. докл. *Нац. конф. РСНЭ*, Дубна 1997, т.2, с.115.
- [13] С. В. Малеев, Б. П. Топерверг, О малоугловом многократном рассеянии на статических неоднородностях, *ЖЭТФ*, **78**, 315, 1980.
- [14] Пинскер З.Г., *Рентгеновская кристаллооптика*. Наука, М., 1982.
- [15] M.L. Goldberger, F. Seitz, Theory of the Refraction and the Diffraction of Neutrons by Crystals, *Phys.Rev.*, **71**, 294, 1947.

- [16] D. Zippel, K. Kleinstuck, G.E.R. Schulze, Pendellosung-Interferenzen mit thermischen Neutronen an Si-Einkristallen, Phys. Lett., **14**, 174, 1965.
- [17] В.Н. Докашенко, С.Ш. Шильштейн, В.А. Соменков, Подавление (n, γ) реакции при резонансном рассеянии нейтронов совершенным кристаллом CdS, Письма в ЖЭТФ, **12**, 80, 1970.
- [18] V.F. Sears, Dynamical theory of neutron diffraction, Canadian J. Phys., **56**, 1261, 1978.
- [19] Ю.Г. Абов, Н.О. Елютин, Д.С. Денисов, С.К. Матвеев, А.О. Эйдлин, Универсальный нейтронный дифрактометр с двухкристальным монохроматором, ПТЭ, №6, 12, 1994.
- [20] Ф. С. Джебпаров, Д. В. Львов, О корреляционных и интерференционных эффектах в многократном малоугловом рассеянии нейтронов, Письма в ЖЭТФ, **72**, 518, 2000.
- [21] G. Molière, Z. Naturforsch, **3a**, 78, 1948.
- [22] G. Bethe, Molière's Theory of Multiple Scattering Phys. Rev., **89**, 1256, 1953.
- [23] J. Schelten, W. Schmatz, Multiple-scattering treatment for small-angle scattering problems, J. Appl. Cryst., **13**, 385, 1980.
- [24] Ю.Г. Абов, Н.О. Елютин, Д.В. Львов, Ю.И. Смирнов, Исследование направленно-кристаллизованной керамики нейтрон-дифракционными методами, Моделирование инструментальной линии двухкристального преобразователя спектра, Тезисы XVII Сессии по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния РНИКС-2002, Гатчина, 137 (2002).
- [25] А.О. Эйдлин, Ю.И. Смирнов, Н.О. Елютин, Ф.Г.Кулиджанов, Высокоэффективные германиевые монохроматоры тепловых нейтронов, ПТЭ, №3, 48, 1988.
- [26] Елютин Н.О., Смирнов Ю.И., Эйдлин А.О., Метод настройки пары идеальных кристаллов в строго параллельную позицию, ПТЭ, **4**, 159, 1992.
- [27] Ю. Г. Абов, Н. О. Елютин, Д. С. Денисов, Ф. С. Джебпаров, Д. В. Львов, С. К. Матвеев, Ю. И. Смирнов, А. О. Эйдлин, Асимптотическое поведение спектров многократного малоуглового рассеяния нейтронов, ЖЭТФ, **114**, 2194, 1998.
- [28] Warren В.Е., A Method for Measuring the Total Power of Small-Angle X-Rays Scattering, J. Applied Phys., **20**, 96, 1949.