

LETTERS TO THE EDITOR

ZUR VERWENDUNG EINKRISTALLINER FASERN IN NEUTRONENBEUGUNGSEXPERIMENTEN

ANTON ZEILINGER

Atominstytut der Österreichischen Hochschulen, Schüttelstraße 115, A-1020 Wien, Österreich

Eingegangen am 2. August 1974

The use of fibres with well defined crystalline properties in neutron diffraction work is discussed. Combined with position-sensitive detectors an energy-analysing system can be constructed.

In den letzten Jahren ist grosses Interesse an der Verbesserung der Neutronenökonomie in Neutronenbeugungsexperimenten zu beobachten. Insbesondere wurde großer Wert auf die Verbesserung der Monochromatoren gelegt. So wurde pyrolytischer Graphit eingeführt<sup>1)</sup>, der in guter Näherung als idealer Mosaikkristall bezeichnet werden kann<sup>2)</sup>. Weitere Arbeiten galten gebogenen Monochromatoren<sup>3-6)</sup>, aus Lamellen zusammengesetzten Monochromatorsystemen<sup>7-9)</sup> und Kristallen mit einem Gradienten in der Gitterkonstanten<sup>10)</sup>. In der vorliegenden Arbeit soll die Möglichkeit der Anwendung einkristalliner Fasern zur Diskussion gestellt werden.

Für die unten vorgeschlagenen experimentellen Anordnungen wird die folgende Struktur der Fasern postuliert. Die Einheitszelle des Kristallgitters soll in einer Richtung viel größer sein als in den anderen Richtungen. Die Normalen auf die Netzebenen mit größtem Abstand, im folgenden „Ebenen 1“ genannt, mögen normal auf die Faserachse stehen. Alle anderen Ebenen können im Raum willkürlich orientiert sein. Viele solcher Fasern werden zu einem Bündel zusammengefaßt, sodaß die Normalen auf die Ebenen 1 auf einem Kreis gleichverteilt sind. Alle anderen Ebenennormalen sind über den ganzen Raumwinkel verteilt. Diese Verteilung wird im allgemeinen jedoch keine Gleichverteilung sein. Im reziproken Raum kann diese Struktur durch einen Kreis umgeben von Kugeln dargestellt werden (abgesehen von Reflexen höherer Ordnung an den Ebenen 1). Die bereits existierenden Kohlenstoffasern besitzen eine Struktur, die der oben postulierten bereits sehr ähnlich ist<sup>11,12)</sup>. Die Ebenen 1 sind hier die hexagonalen Basisebenen. Der Orientierungsgrad ist jedoch wegen Einschlüssen in den Fasern und Verkippen der Fasern untereinander derzeit noch nicht gut genug für die beschriebenen Experimente. Für die industrielle Anwendung strebt man jedoch eine Verbesserung der elastischen Eigen-

schaften an. Da diese mit dem Auftreten von Defekten eng korreliert sind<sup>13)</sup>, kann in der Zukunft mit der Entwicklung von besseren Fasern gerechnet werden.

Trifft ein polychromatischer Neutronenstrahl auf ein senkrecht zur Strahlrichtung gespanntes Faserbündel, so erfolgt bei Reflexion an den Ebenen 1 eine Beugung der Neutronen verschiedener Energien in verschiedene Richtungen, wodurch eine Energieanalyse des einfallenden Strahls ermöglicht wird. Der wesentliche Unterschied gegenüber einem Vielkristall liegt darin, daß die Streuvektoren und damit die Richtungen der gestreuten Neutronen in einer Ebene normal zur Faserichtung liegen. Die Messung ist nur für solche Winkel eindeutig, in denen nicht auch Reflexe anderer Ebenen auftreten können. Wir bezeichnen nun die Netzebenen mit zweitgrößtem Abstand als „Ebenen 2“.

Um nach wie vor Eindeutigkeit zu erzielen, nehmen wir an, daß die Wellenlänge der Neutronen einen Minimalwert nicht unterschreitet. Man erhält dann für

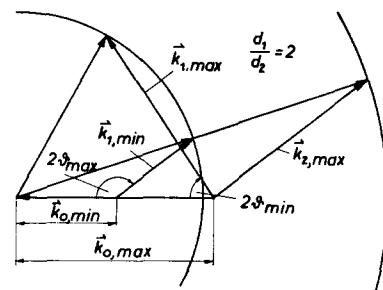


Fig. 1. Neutronenbeugung an einem Faserbündel im Impulsraum. Das Bündel ist so orientiert, daß die reziproken Gittervektoren der Ebenen 1 in der Zeichenebene liegen. Der äußere Kreis ist dagegen der Schnitt der Zeichenebene mit der Kugel, auf der die reziproken Gittervektoren der Ebenen 2 enden. Die Indices 0, 1, 2, beziehen sich auf einfallenden, auf an den Ebenen 1, und auf an den Ebenen 2 reflektierten Strahl. Die Zeichnung ist um  $k_0$  symmetrisch, die untere Hälfte wurde weggelassen.

den Eindeutigkeitsbereich nach der Bragg-schen Gleichung die Bedingung (fig. 1)

$$\frac{|k_{\max}|}{|k_{\min}|} = \frac{d_1}{d_2},$$

$k_{\max}$  – maximaler Wellenvektor im Strahl,

$k_{\min}$  – minimaler noch eindeutig meßbarer Wellenvektor,

$d_1, d_2$  – Netzebenenabstände der Ebenen 1 und 2.

Wird  $k_{\max}$  hinreichend klein gewählt, können keine störenden Reflexe mehr auftreten. Überdies ist dann das Auflösungsvermögen größer wegen des größeren Braggwinkels. Für die Dicke des Faserbündels, die nötig ist, um gute Reflektivität zu erhalten, kann abgeschätzt werden:

$$D \approx \pi/Q,$$

mit

$$Q = \frac{|F_1|^2 \lambda^3}{v^2 \sin 2\vartheta_B},$$

$|F_1|^2$  – Strukturfaktor der Ebenen 1,

$\lambda$  – Wellenlänge der Neutronen,

$v$  – Volumen der Elementarzelle,

$\vartheta_B$  – Braggwinkel.

Hier ist angenommen, daß die einzelnen Fasern so dünn sind, daß die primäre Extinktion vernachlässigt werden kann. Bei Berücksichtigung der sekundären Extinktion ergibt sich sicher eine etwas größere Dicke des Faserbündels. Die Dicke des Faserbündels kann für viele Substanzen in der Gegend eines Zentimeters liegen. Für den (002)-Reflex an Graphit und eine Neutronenwellenlänge von 5 Å beträgt dieser Wert zum Beispiel 4,4 cm.

Ein Faserbündel der beschriebenen Art kann in Verbindung mit einem ortsauflösenden Detektor, der in der Streuebene angebracht ist, als energieanalytisches System für Neutronen eines bestimmten Wellenlängenbereiches betrachtet werden. Es ist hierbei darauf zu achten, daß der Detektor alle beide symmetrisch zum einfallenden Strahl auftretenden gebeugten Strahlen jeder zu messenden Wellenlänge mißt. Bringt man das Faserbündel auf einem Kreisbogen um die Probe an, und verwendet man einen zweidimensionalen ortsauflösenden Detektor, so erhält man gleichzeitig eine Energieanalyse der von der Probe in verschiedene Richtungen gestreuten Neutronen. Es ist anzumerken, daß dann im allgemeinen ein kollimierendes System zwischen Faserbündel und Detektor

anzubringen ist, um Störungen durch Reflexionen an anderen Ebenen zu vermeiden.

Es wurden mit Kohlefasern Röntgen- und Neutronenbeugungsuntersuchungen durchgeführt. Hier führt die mangelnde Güte der vorhandenen Fasern im wesentlichen zu zwei störenden Effekten. Erstens tritt auf Grund der geringen Stapelhöhe der (002)-Ebenen eine Verbreiterung des Reflexes in der Streuebene normal zur Faserachse auf gemäß der Scherrer-Formel (siehe z.B. Ref. 14):

$$B = \frac{\lambda}{Ld \cos \vartheta_B},$$

$B$  – Breite des Reflexes in rad,

$L$  – Stapelhöhe in Vielfachen von  $d$ .

Dies beträgt für Cu K $\alpha$  Strahlung und eine Stapelhöhe von 15, wie sie derzeit üblich ist, immerhin einen Wert von 1,8 Grad. Zum zweiten tritt durch die Verkippen der einzelnen Mikrofasern gegenüber der Achse des Faserbündels eine sichelförmige Verbreiterung der Reflexe aus der Ebene normal zur Achse des Bündels heraus auf. Dieser Wert beträgt einige Grade. Trotz der angegebenen Probleme konnten sehr klar die beiden (002)-Reflexe umgeben von Debye-Scherrer Ringen der anderen Reflexe gemessen werden. Für die oben beschriebenen Experimente benötigt man dann Fasern mit größerer Stapelhöhe, die sehr genau parallel anzuordnen sind.

## Literatur

- 1) T. Riste and K. Otnes, Nucl. Instr. and Meth. **75** (1969) 197.
- 2) B. Dorner and A. Kollmar, J. Appl. Cryst. **7** (1974) 38.
- 3) G. Egert and H. Dachs, J. Appl. Cryst. **3** (1970) 214.
- 4) W. Karas, H. Rauch and E. Seidl, Phys. Stat. Sol. (a) **5** (1971) 397.
- 5) P. Thomas, J. Appl. Cryst. **5** (1972) 78.
- 6) J. Kalus, G. Gobert and E. Schedler, J. Phys. E **6** (1973) 488.
- 7) H. Maier-Leibnitz, Ann. Acad. Sci. Fennicae, Series A, VI. Physica (1967) 267.
- 8) F. Rustichelli, Nucl. Instr. and Meth. **74** (1969) 219.
- 9) F. Frey, Nucl. Instr. and Meth. **115** (1974) 277.
- 10) F. Rustichelli, Proc. IAEA Symp. on Neutron inelastic scattering, Grenoble (1972) p. 697.
- 11) A. Fourdeux, R. Perret and W. Ruland, Intern. Conf. on Carbon fibres, their composites and applications, London (1971) paper no. 9.
- 12) H. M. Hawthorne, Intern. Conf. on Carbon fibres, their composites and applications, London (1971) paper no. 13.
- 13) J. V. Sharp, S. G. Burnay, J. R. Matthews and E. A. Harper, Intern. Conf. on Carbon fibres, their place in modern technology, London (1974) paper no. 5.
- 14) International tables for X-ray crystallography (ed. K. Lonsdale; Birmingham, 1968).