

Experimentálne metódy

Marcel MiGLiERiNi

4. Neutrónová difrakcia

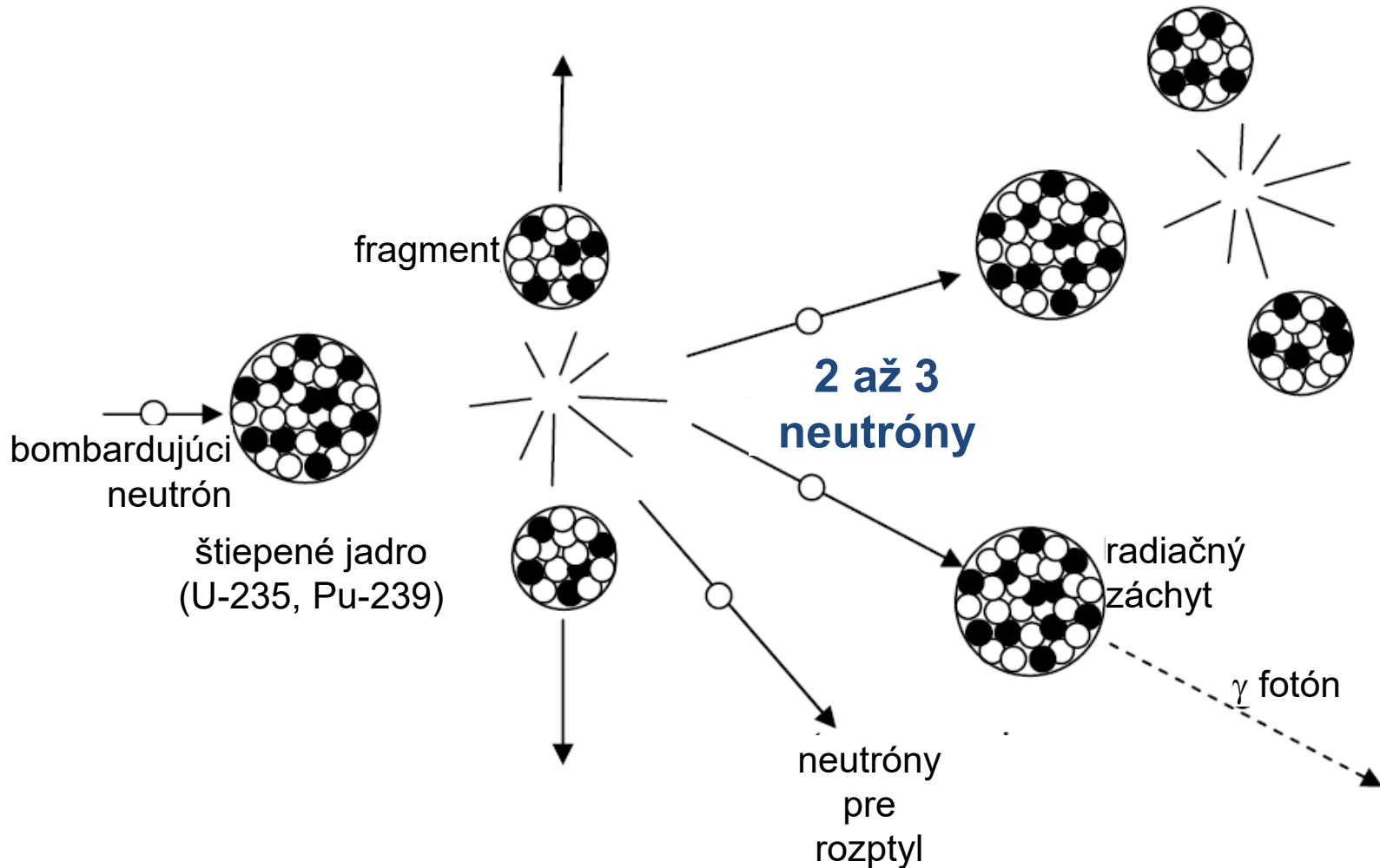
- neutróny
 - zdroje neutrónov
 - interakcie neutrónov s látkou
 - kinematika neutrónov
- účinný prierez
- experimentálne technika

Porovnanie XRD a ND

	rtg. lúče	neutróny
dostupnosť	v laboratóriu	experimentálne zariadenie
doba zberu dát	sekundy – hodiny	hodiny - dni
rozsah teplôt	4 – 1 400 K	4 – 2 000 K (bežne)
uhlová závislosť intenzity dif. žiarenia	klesá s uhlom	žiadna
veľkosť monokryštálov	0.1 – 0.01 mm	1 – 10 cm
množstvo vzorky	1 mg ($\sim 10^{20}$ e-)	$\sim \text{cm}^3$
rôzne prostredia	ťažké	ľahké

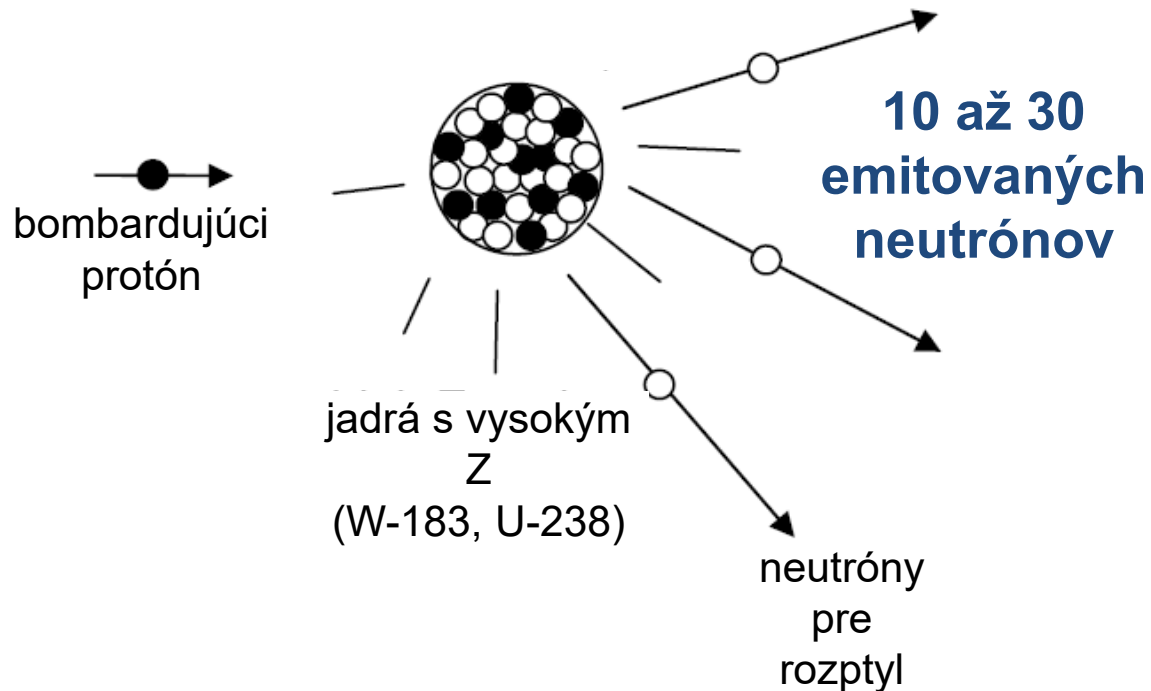
Zdroje neutrónov - výroba

- štiepna reakcia



Zdroje neutrónov – jadrové reakcie

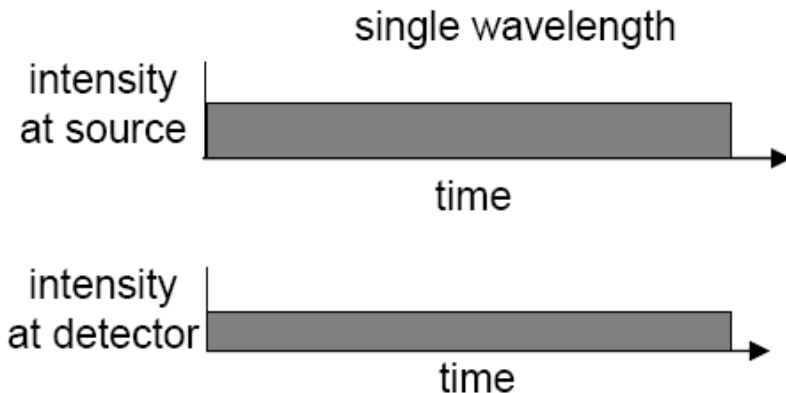
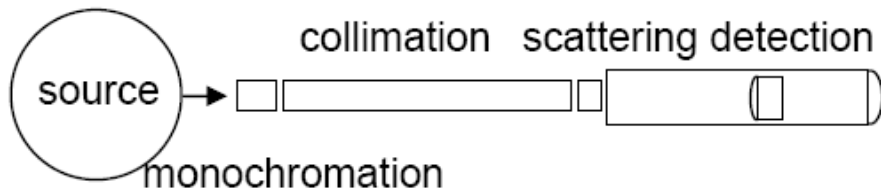
- spalačná jadrová reakcia



Zdroje neutronů – časové hledisko

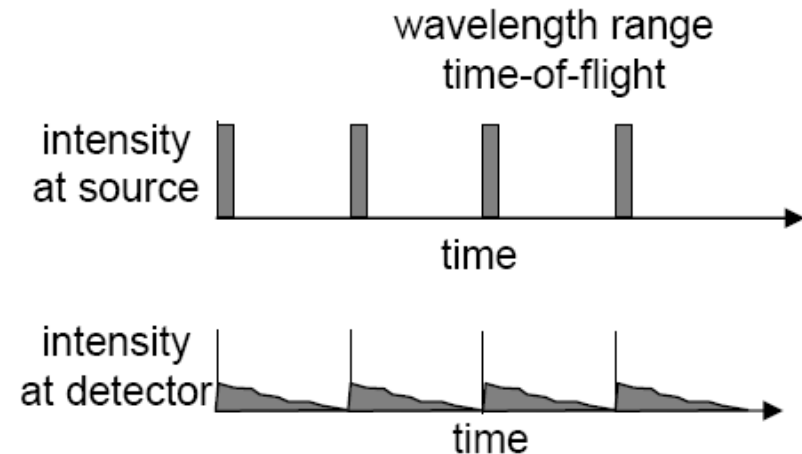
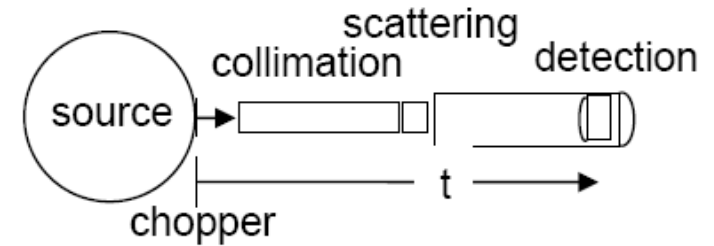
■ spojitý (reaktor)

- meriame **niektoré** neutróny počas **celej** doby



■ impulzný zdroj

- meriame **všetky** neutróny počas **nejakej** doby



Interakcie žiarenia s látkou

■ neutrón

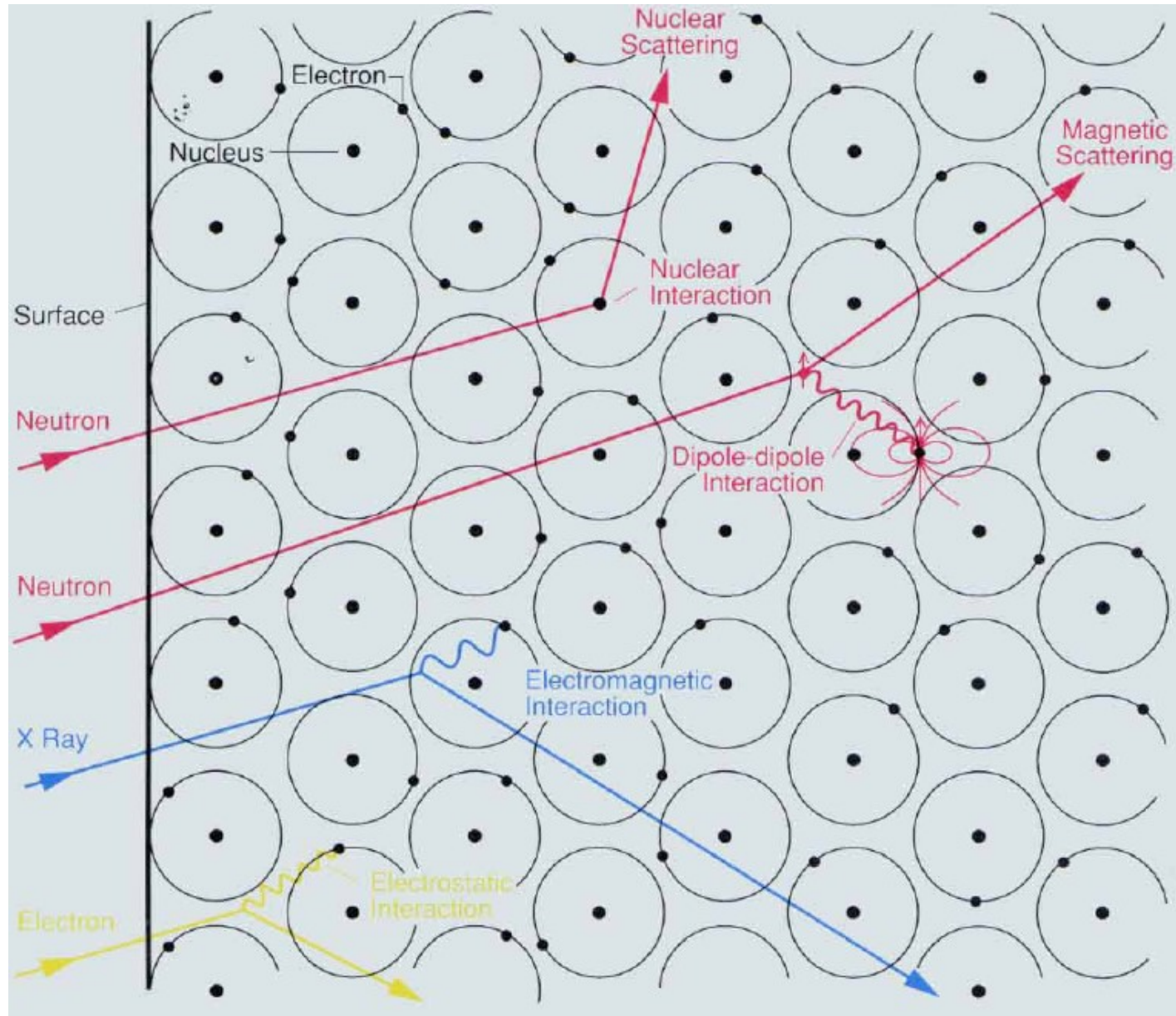
- jadro
- elektróny
 - dipól-dipólová interakcia

■ fotóny

- elektróny
 - elektro-magnetická interakcia

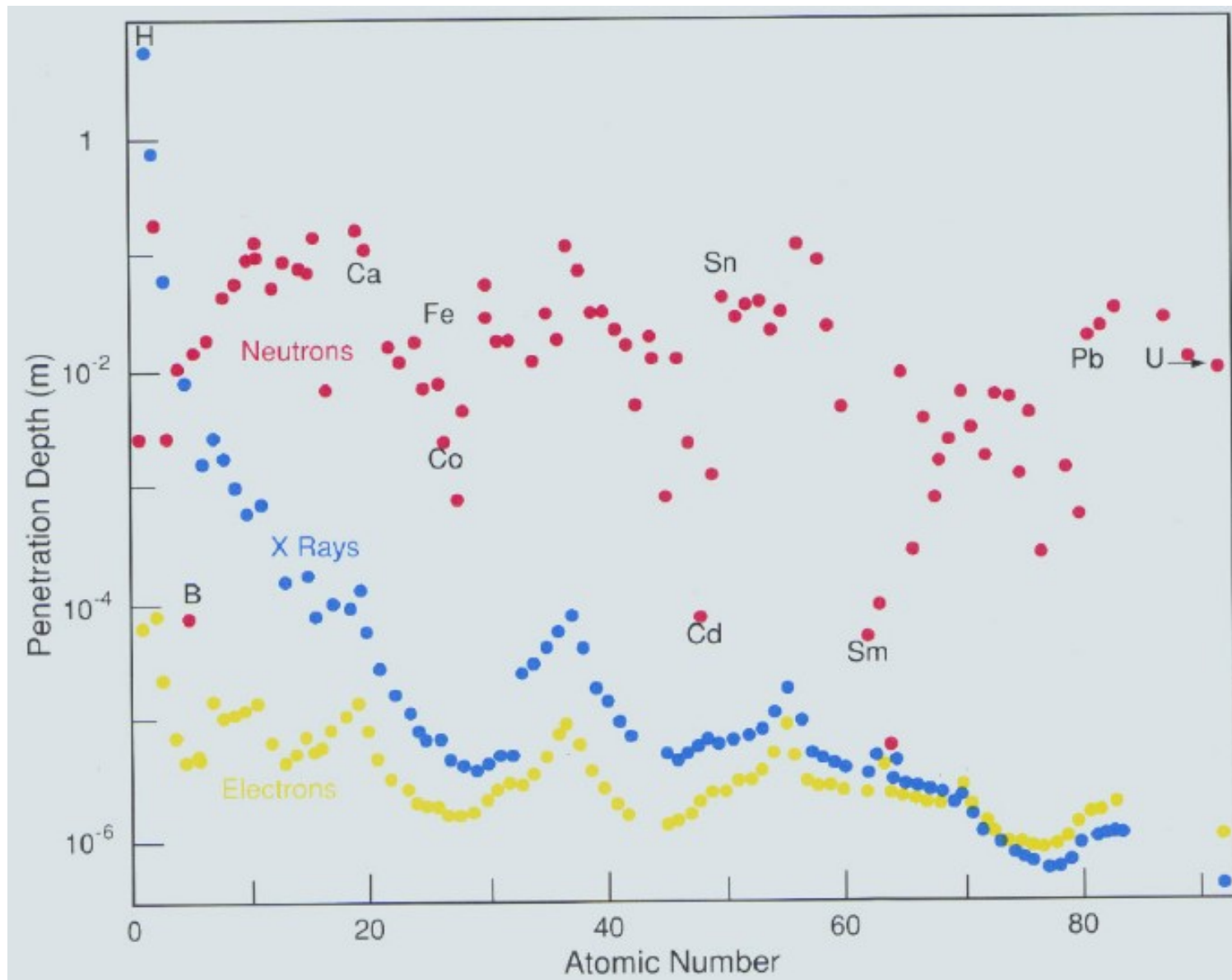
■ elektróny

- elektróny
 - elektro-statická interakcia



Hĺbka vniknutia do látky

- pokles intenzity na $1/e$
- tepelné neutróny



Difrakcia neutrónov

- slabá interakcia neutrónu s jadrom
 - prenikanie neutrónov hlboko
 - kryostat, pec, diamantová cela
- energia neutrónov meV – eV
 - energia molekulových translácií, rotácií, vibrácií
- vlnové dĺžky neutrónov sú porovnateľné s typickými medziatómovými vzdialenosťami (0.05 – 20 Å)
- neutróny majú spin → možnosť štúdia magnetických štruktúr

- intenzita difraktovaného žiarenia závisí od:
 - kvality atómov (atómové číslo, spinový stav)
 - geometrie štruktúry

Experiment

■ rozptyl neutrónov

- zmena smeru pohybu
- zmena momentu
- kinetická energia
 - zmenená
 - nezmenená

■ vzorka je umiestnená do lúču neutrónov

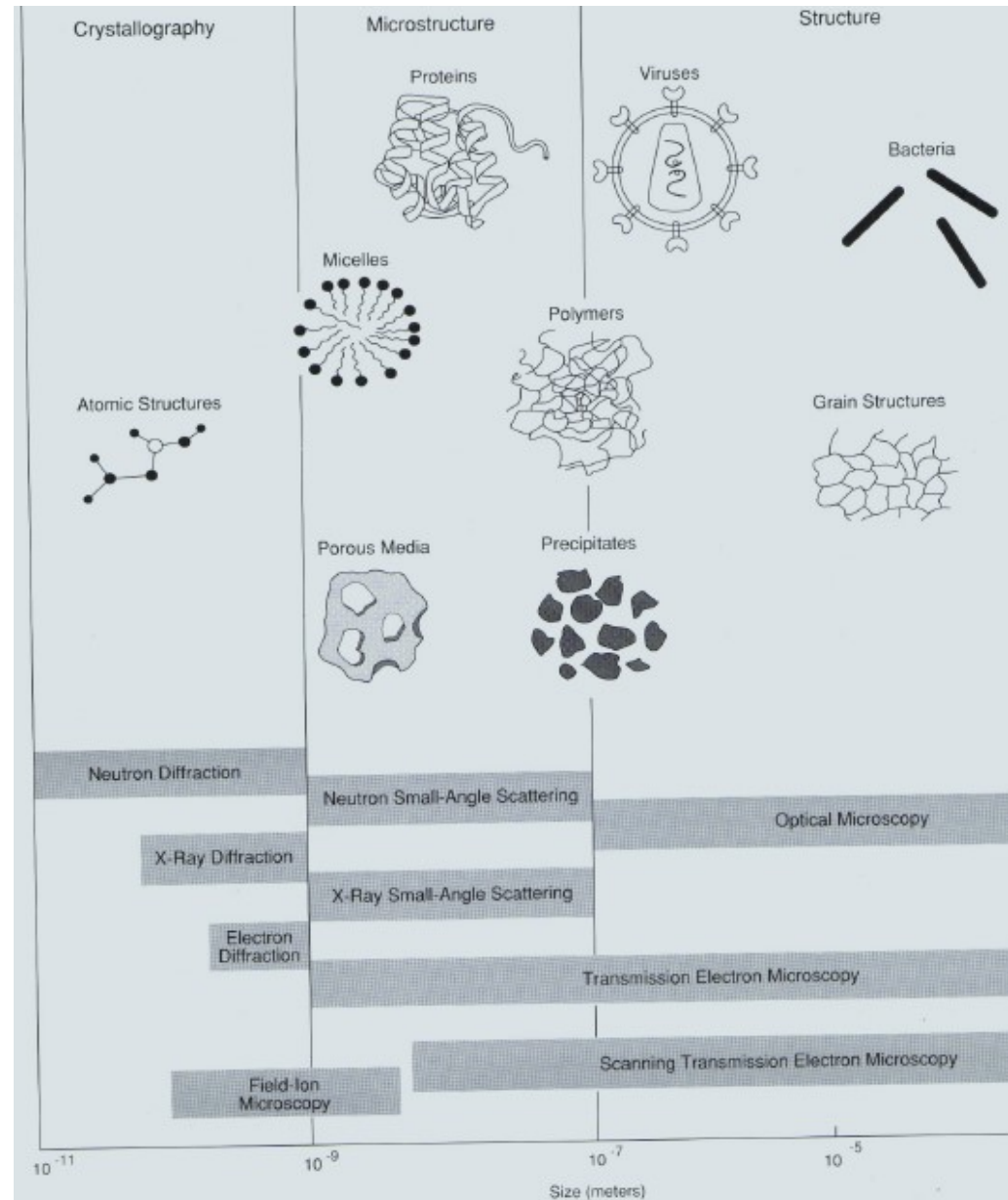
- registrácia rozptýlených neutrónov

■ neutrónová difrakcia

- určenie štruktúry

■ neutrónová spektroskopia

- určenie dynamiky



Interakcia neutrónov s látkou

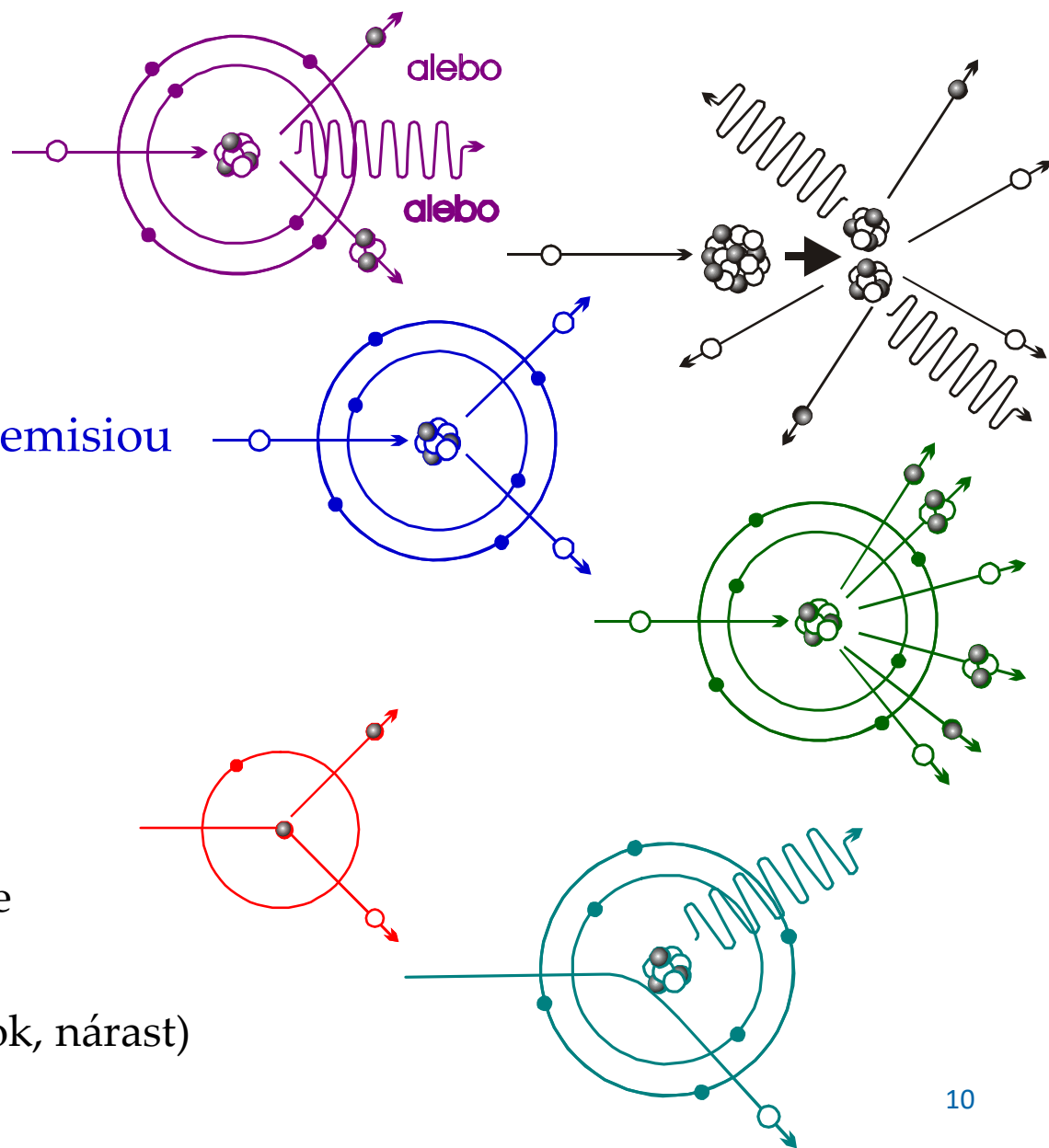
■ transmisia

■ absorpcia

- **radiačný záchyt n^0**
- štiepenie
- absorpcia s následnou emisiou
- „hadronová sprcha“

■ rozptyl

- **pružný** (elastický)
 - žiadna zmena energie
- **nepružný**
 - zmena energie (úbytok, nárast)



Diagnostika pomocou neutrónov

- difrakcia
 - **štruktúra** pomocou neutrónového difraktometra
 - intenzita vs. rozptylový uhol
- spektroskopia
 - **dynamika** pomocou neutrónového spektrometra
 - intenzita vs. rozptylový uhol a prenos energie

Kinematika neutrónov

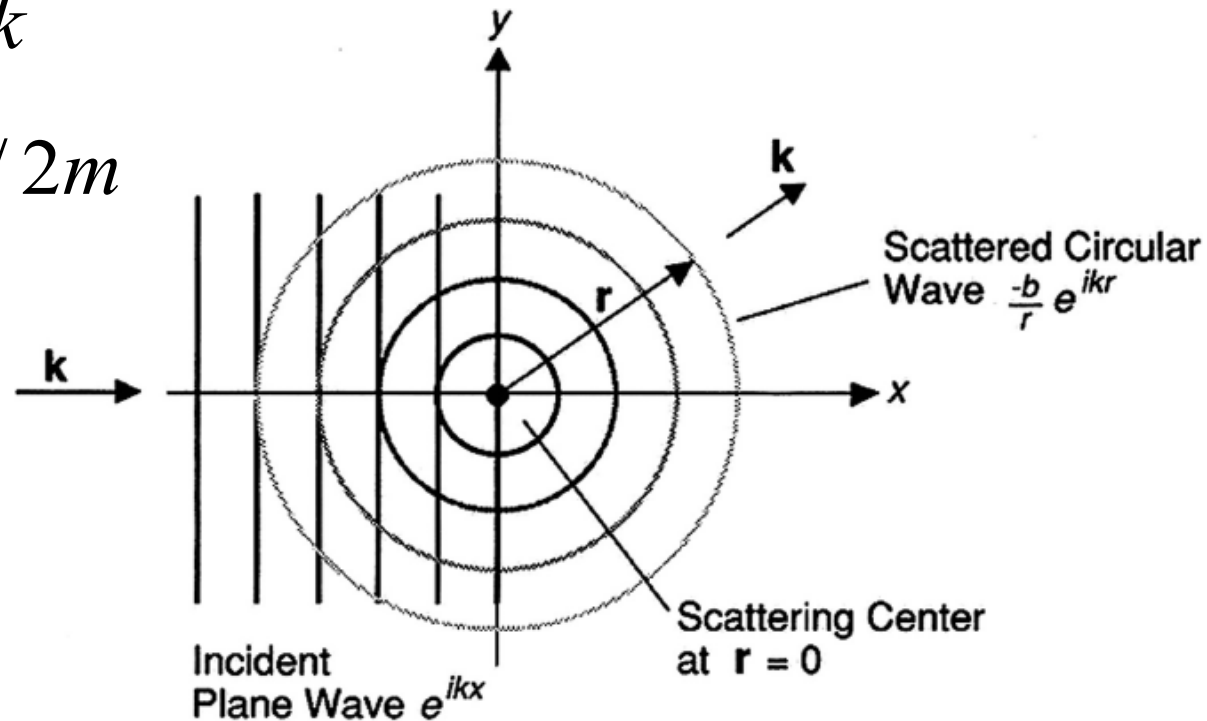
$$p = m.v = h / \lambda = \hbar.k$$

$$E = \frac{1}{2} m.v^2 = \hbar^2 .k^2 / 2m$$

$$k = 2\pi.m.v / h$$

$$\sigma = 4\pi.b^2$$

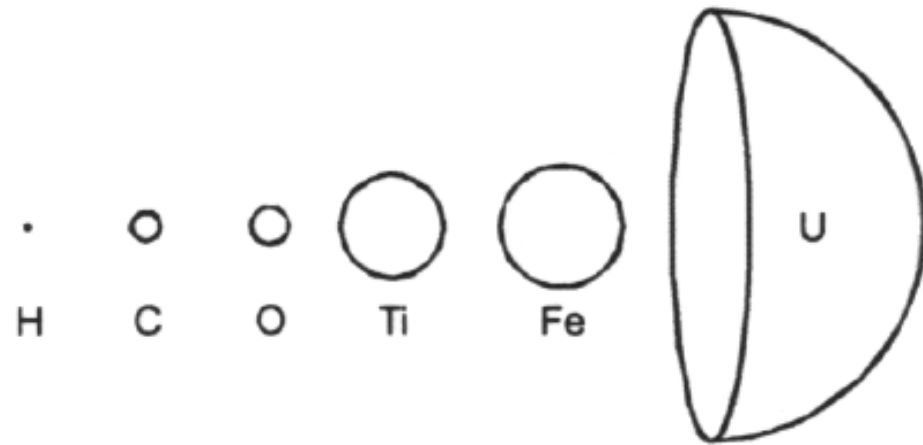
$$1 \text{ barn} = 10^{-28} \text{ m}^2$$



k – vlnový vektor
 m – hmotnosť neutrónu
 v – rýchlosť neutrónu
 σ – účinný prierez
 b – rozptylová dĺžka

Rozptylová délka - b

- fotóny:
 - interagujú s elektrónovým oblakom

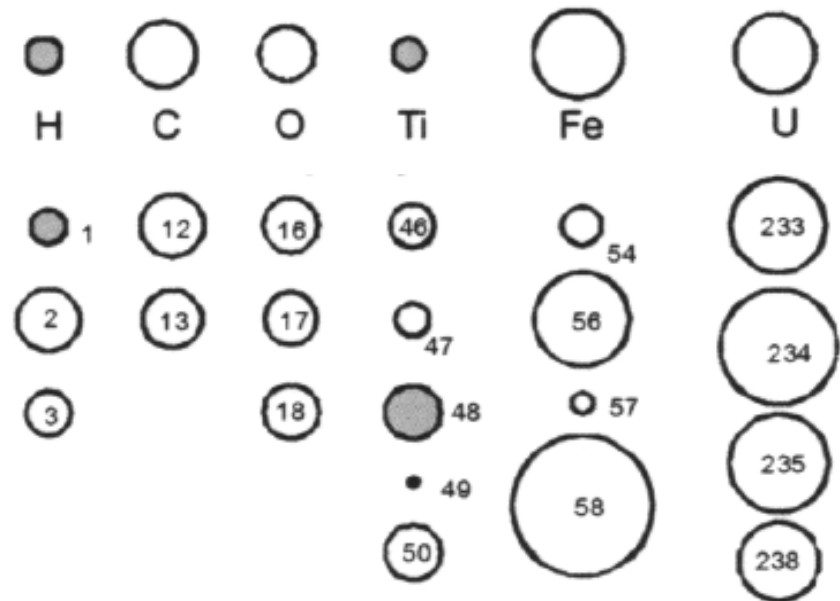


- neutróny
 - interagujú s jadrom

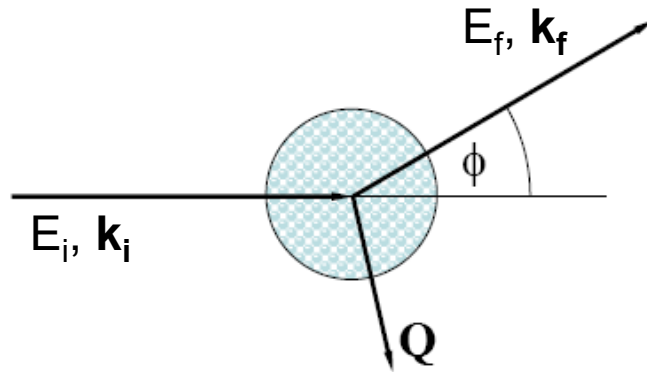
- priemerná b

- izotopicky závislá

šedá farba - b negatívne



Neutrónový rozptyl



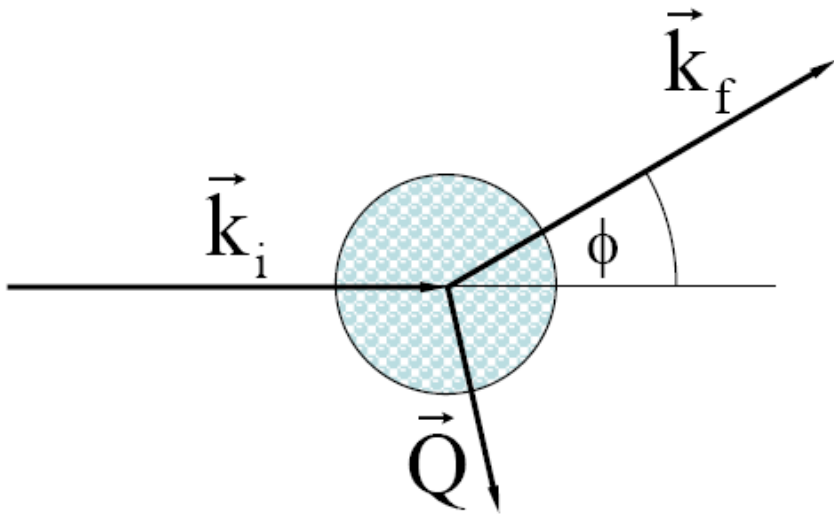
- prenos energie: $E = E_i - E_f$
- rozptylový vektor: $\mathbf{Q} = \mathbf{k}_i - \mathbf{k}_f$

- rozptyl
 - pružný
 - nepružný

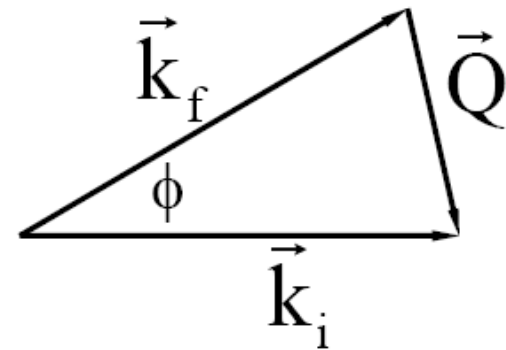
Pružný rozptyl

- $E = 0$
- $k_i = k_f$
- $Q = 2k_i \cdot \sin(\phi/2)$

reálny priestor



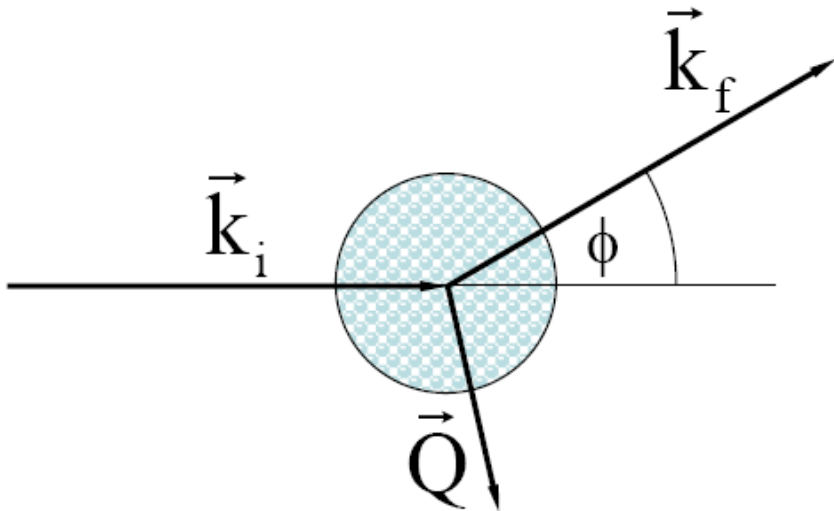
recipročný priestor



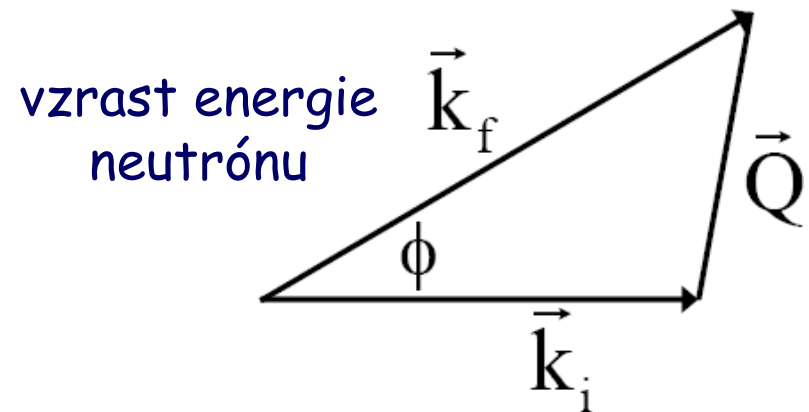
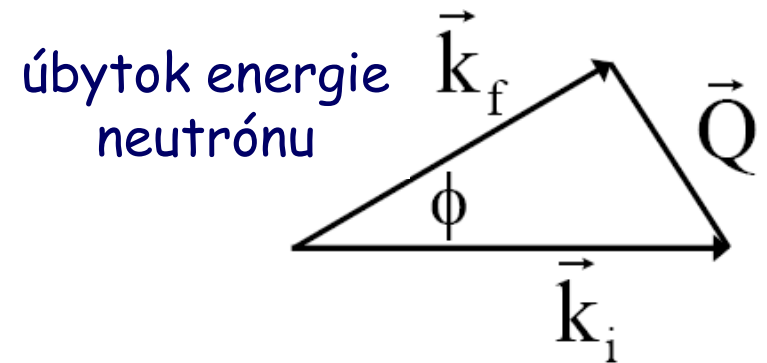
Nepružný rozptyl

- $E \neq 0, \quad k_i \neq k_f$
- $Q = (k_i^2 + k_f^2 - 2k_i \cdot k_f \cdot \cos\phi)^{1/2}$
- pri konštantnom ϕ :
 - veľkosť aj smer Q sa menia

reálny priestor

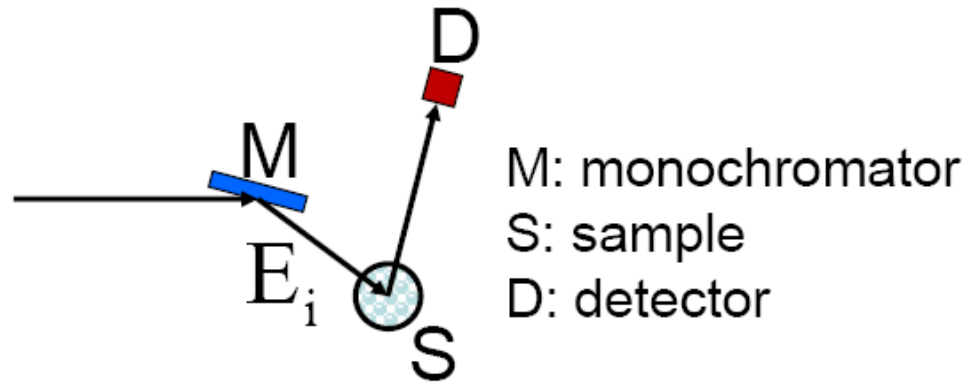


recipročný priestor

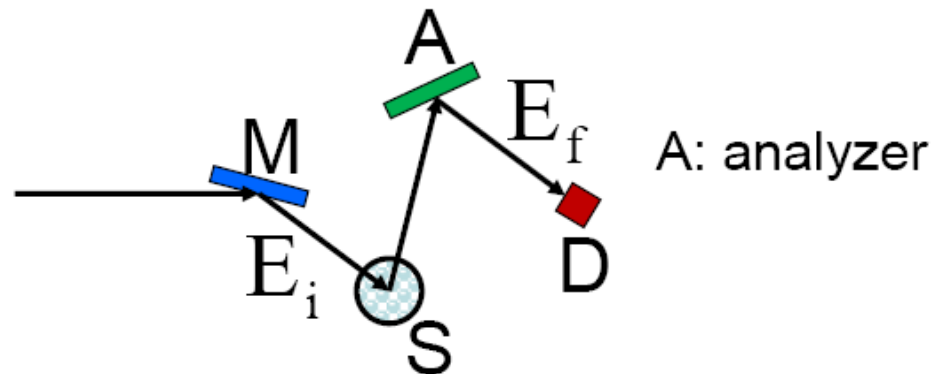


Rozptyl

- úplný rozptyl
 - meraný pomocou difraktometra
 - žiadna analýza prenosu energie

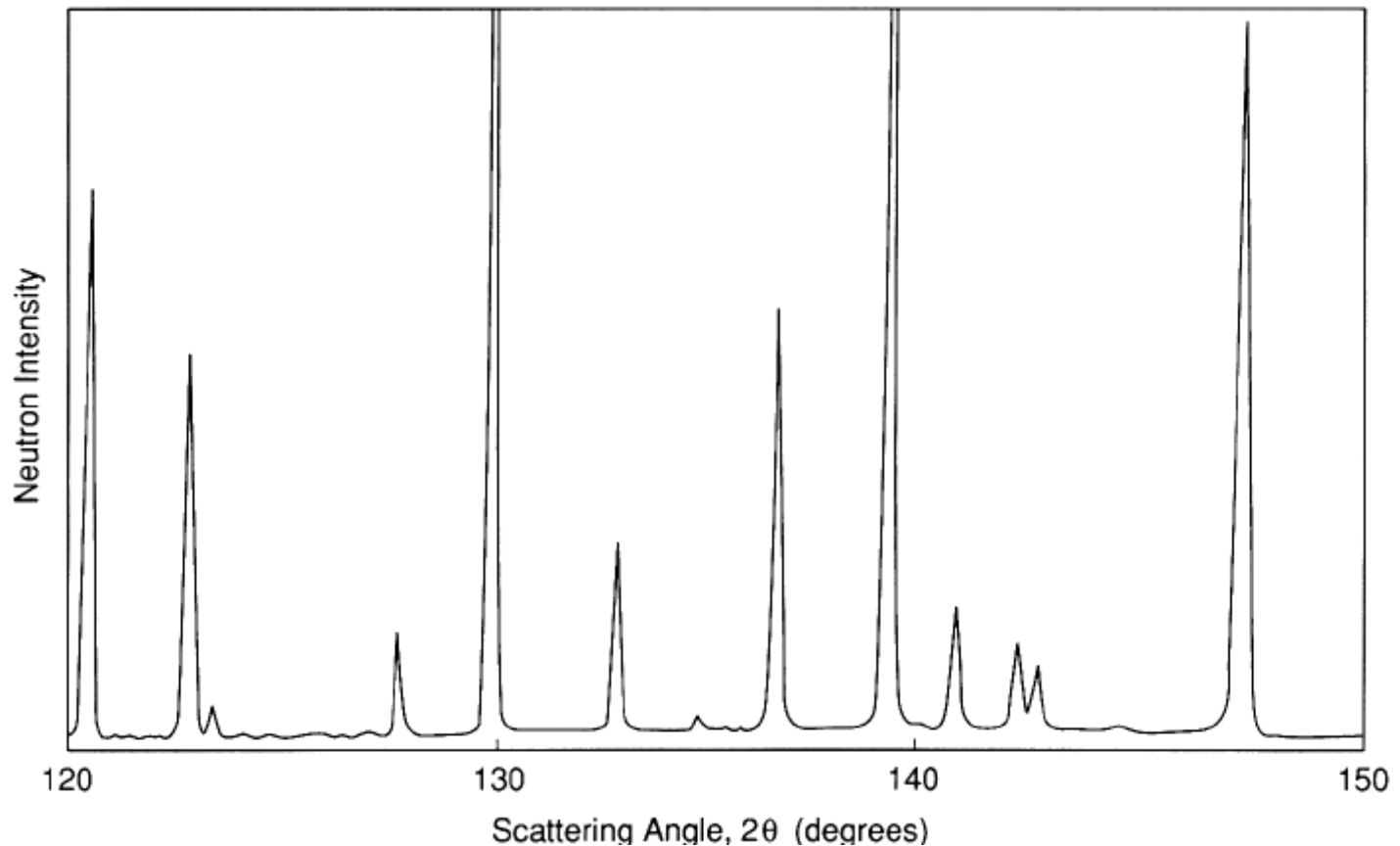


- pružný a nepružný rozptyl
 - meraný spektrometrom



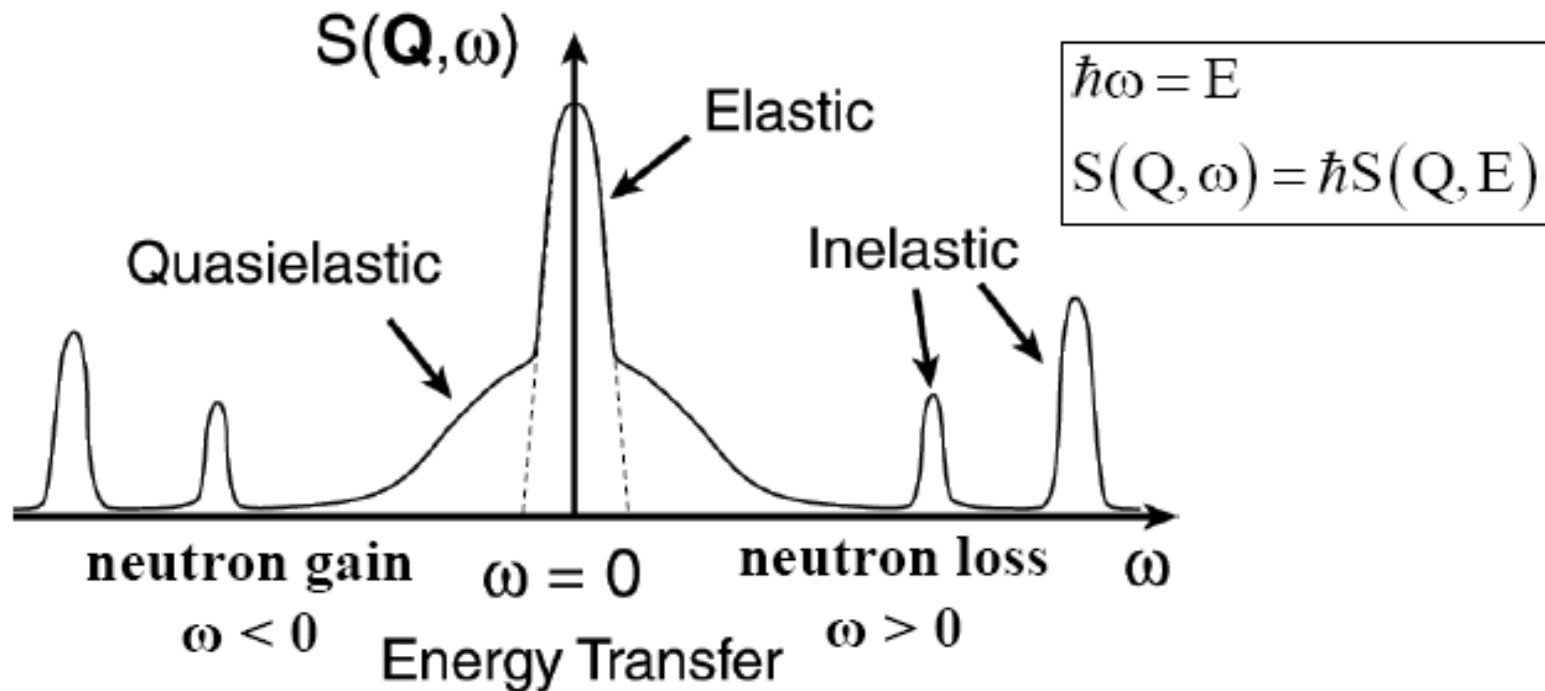
Pružný rozptyl

- meranie štruktúry
- Braggovské reflexie
- $n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin(\phi/2)$



Nepružný rozptyl

- meranie dynamiky
- pre $E = 0 \rightarrow$ kvázielastický neutrónový rozptyl
- $S(Q, E)$ – dynamický štruktúrny faktor



Účinný prierez

- neutróny sú:

- transmitované $\rightarrow p_T$
- absorbované $\rightarrow p_A$
- rozptýlené $\rightarrow p_S$

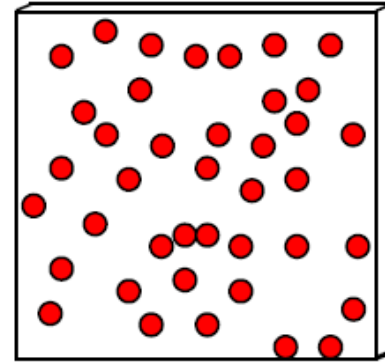
s pravdepodobnosťami:

p_T, p_A, p_S

- σ_S – mikroskopický účinný prierez [m^2]
- Σ_S – makroskopický účinný prierez [m^{-1}]

$$p_S = \frac{N\sigma_S}{A} = \frac{N\sigma_S t}{V} = \Sigma_S t$$

$$\Sigma_S = \rho\sigma_S$$



$$p_A = \Sigma_A t$$

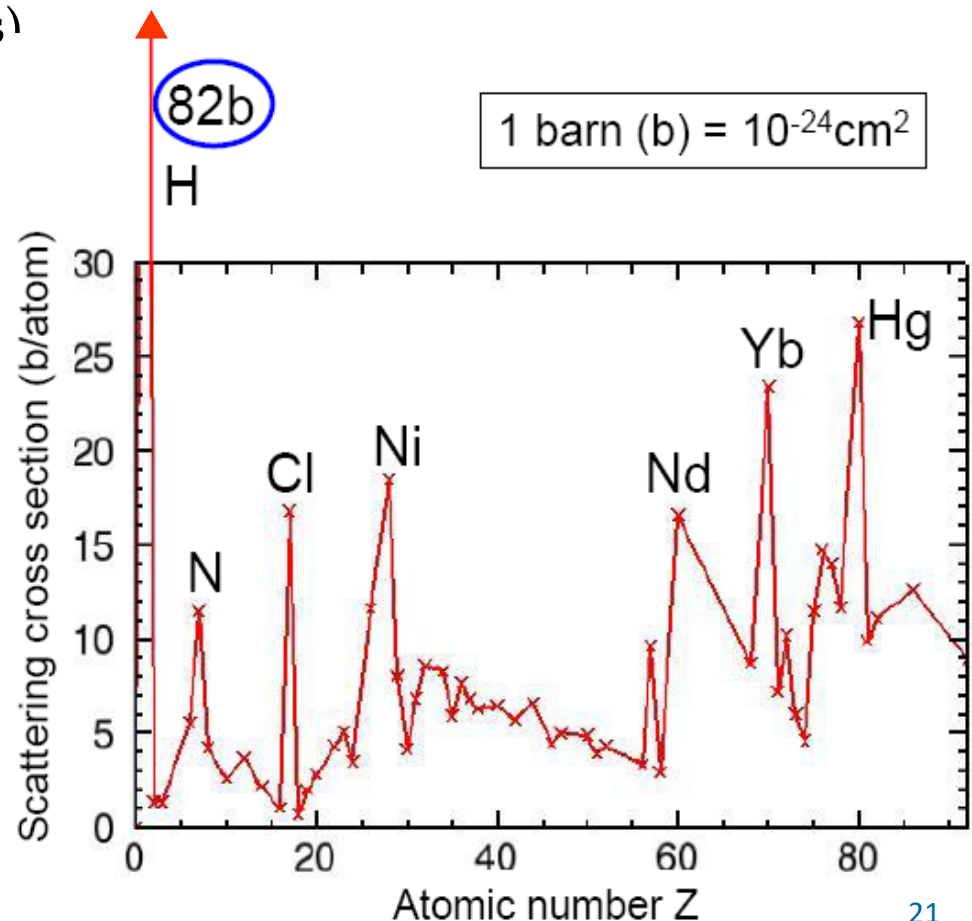
$$p_T = 1 - \Sigma_T t$$

$$\Sigma_T = \Sigma_A + \Sigma_S$$

N – počet atómov na ploche – A
 t – hrúbka vzorky V – objem
 ρ – objemová početnosť (= N/V)

Rýchlosť rozptylu

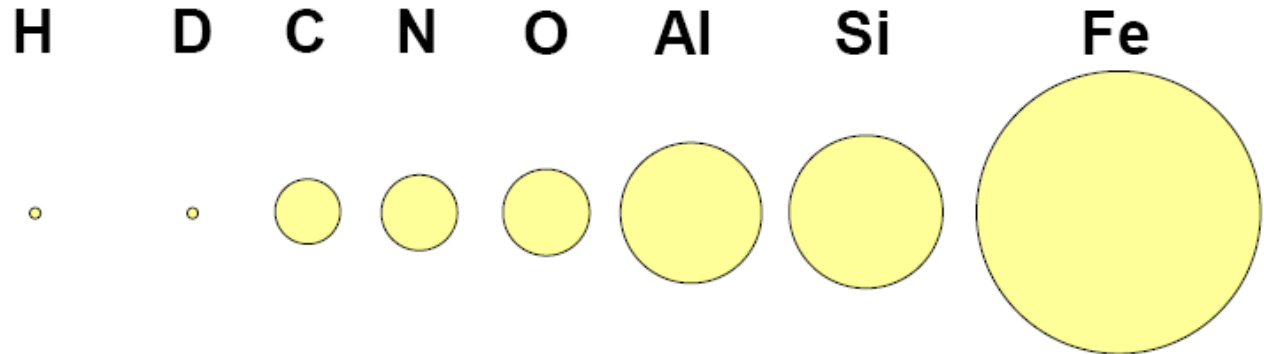
- $I_S = I_0 \cdot p_S = (\Phi \cdot A) \cdot \Sigma_S \cdot t = \Phi \cdot V \cdot \Sigma_S = \Phi \cdot N \cdot \sigma_S$
 - $I_0 = \Phi \cdot A$ (n/s)
 - Φ – neutrónový tok (n/cm²/s)
 - A – plocha lúča neutrónov
- $I_S = \Phi \cdot N \cdot \sigma_S \cdot f$
- $I_A = \Phi \cdot N \cdot \sigma_A \cdot f$
- $I_T = \Phi \cdot A \cdot \exp(-\Sigma_T \cdot t)$
 $f = (1 - e^{-\Sigma_T t}) / \Sigma_T t$
- po rozptyle možný:
 - únik neutrónu
 - absorpcia
 - ďalší rozptyl



Porovnanie účinných prierezo rozptylu

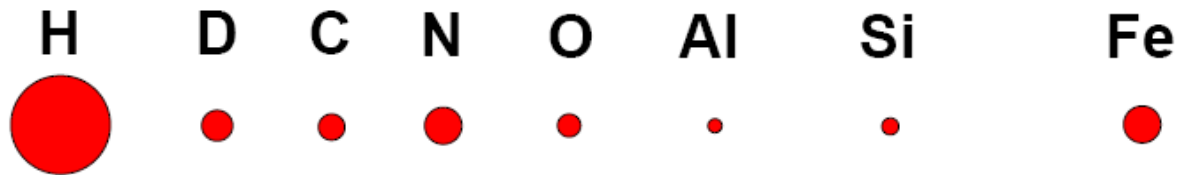
■ pre fotóny

- (ak $Q = 0$)
- mení sa s Q a Z^2



■ pre neutróny

- slabá závislosť na Q a Z



Účinný prierez absorpcie

- malý pre väčšinu prvkov
- výnimky: ^3H , ^6Li , ^{10}B , ^{113}Cd , ^{157}Gd
- $\sigma_A \approx 1/v \approx \lambda$

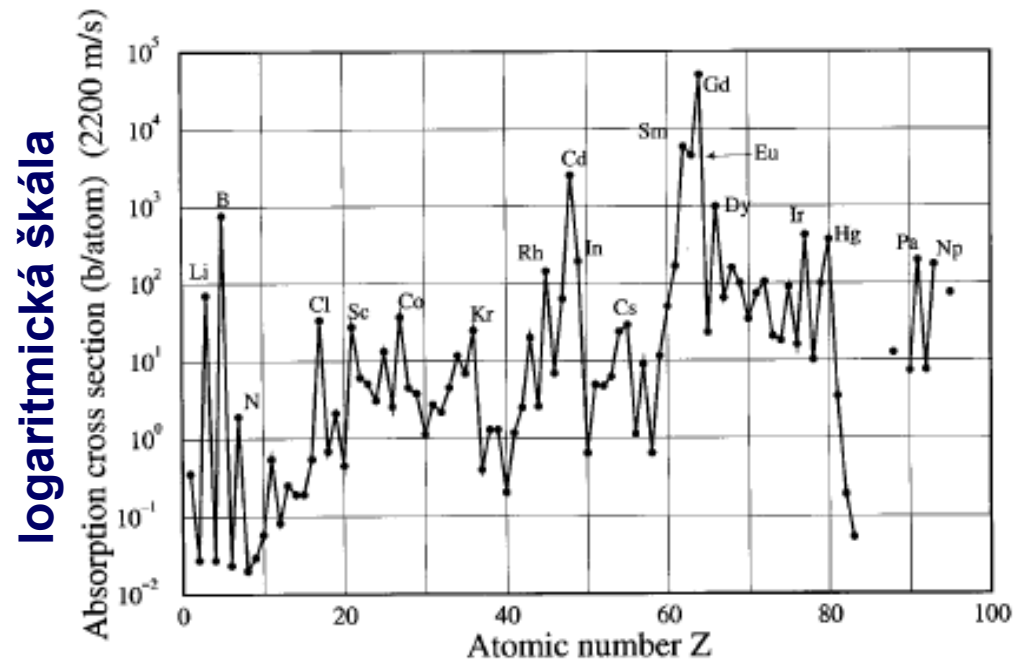
- príklady

- transmisia:

- 1 mm Al: 99 %
 - 0.5 mm Cd: 0.3 %

- rozptyl:

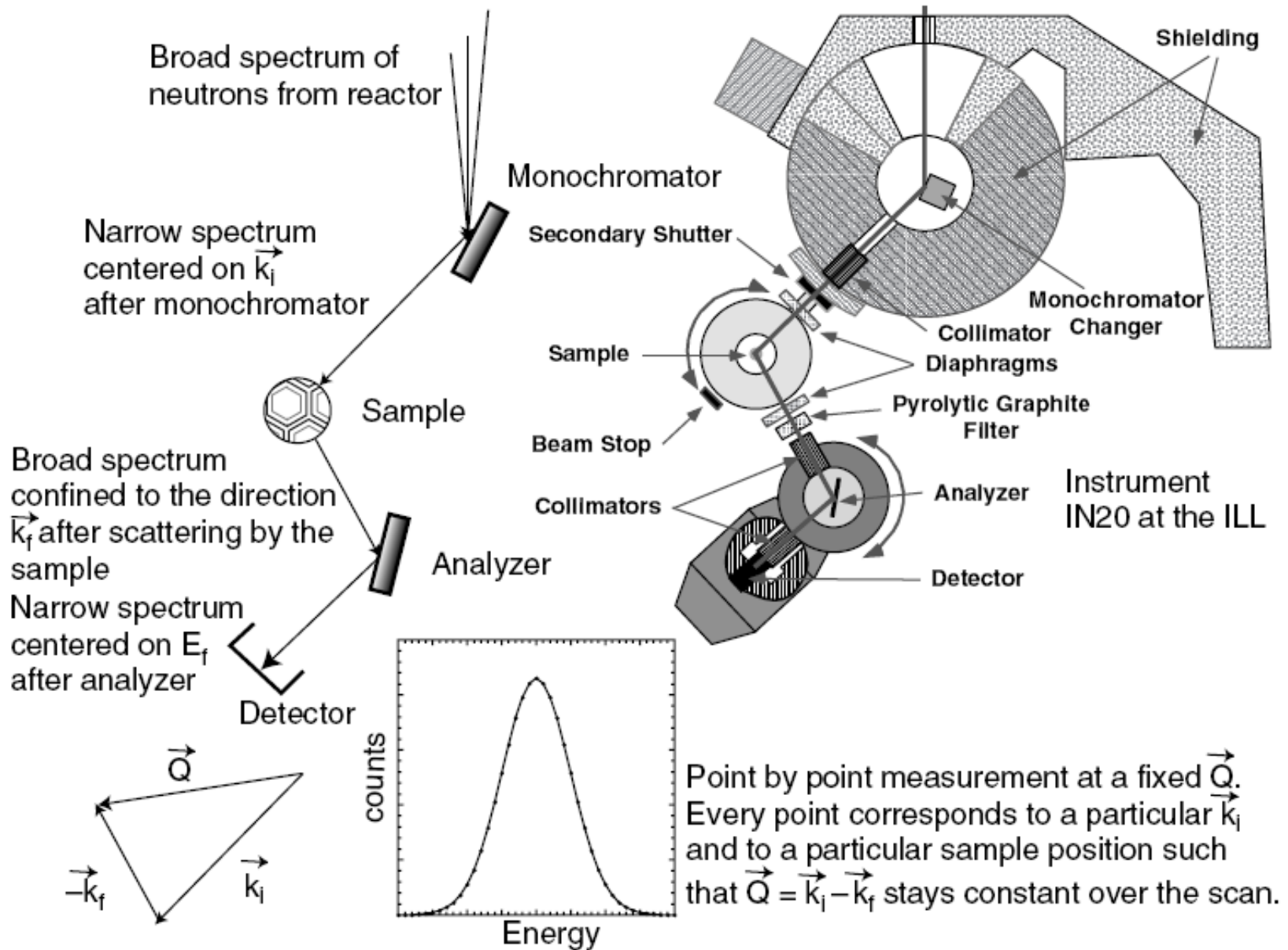
- 0.1 mm vody: 5.5 %
 - 1 m suchý vzduch: 4.8 %
absorbuje 0.7 %



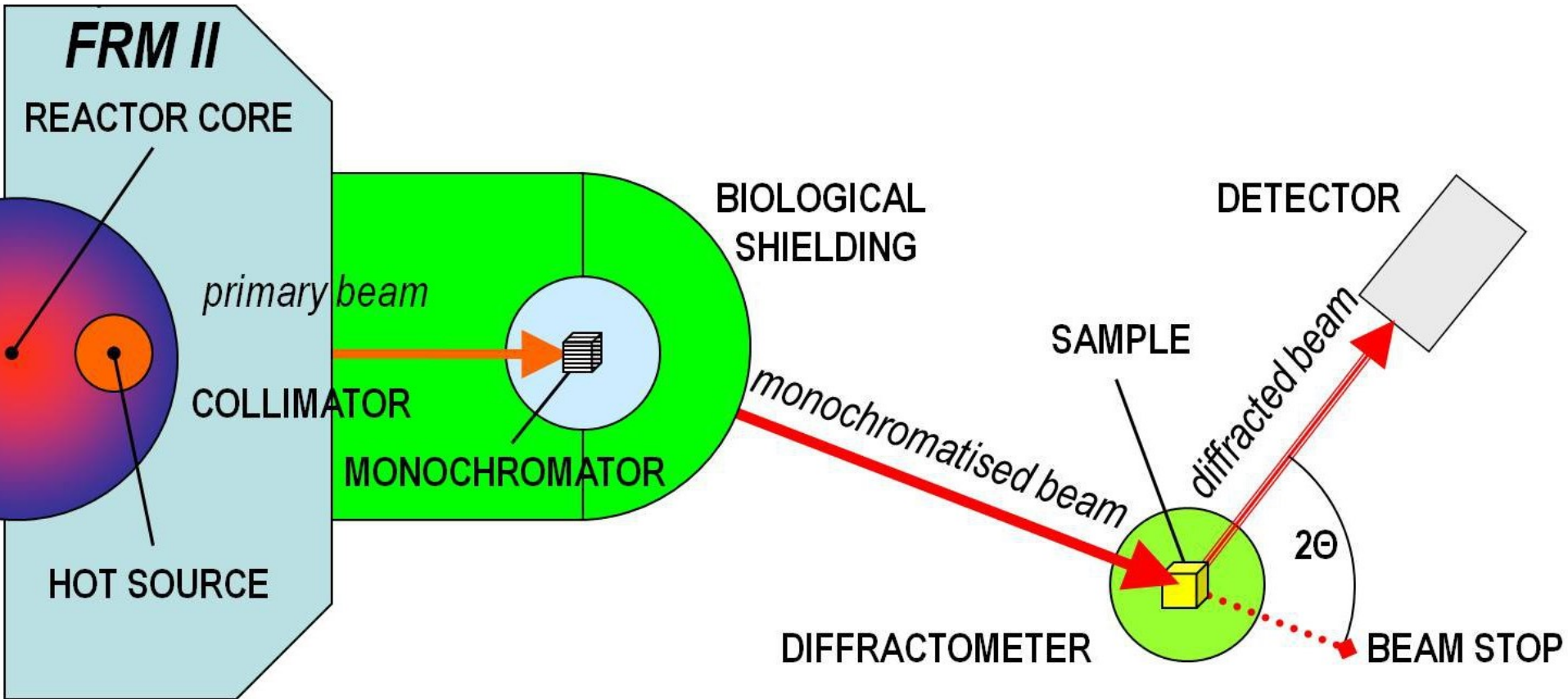
Použitie

- štruktúra a dynamické vlastnosti
 - kovy, izolanty, polovodiče, sklá, magnetické materiály, supravodiče, hélium, plastické kryštály, molekulárne tuhé látky, rozpustené soli, biomolekuly, voda, polyméry, ...
- podmienky merania
 - teplota 0.05 až 1 600 K, tlak do 2.5 GPa, magnetické pole do 11.5 T, elektrické pole do 6 kV, kontrolovaná vlhkosť
- výhody
 - vlnové dĺžky porovnateľné s medziatómovými vzdialenosťami
 - časové a priestorové súvislosti atómových a molekulárnych pohybov
 - magnetické interakcie umožňujú štúdie magnetických materiálov

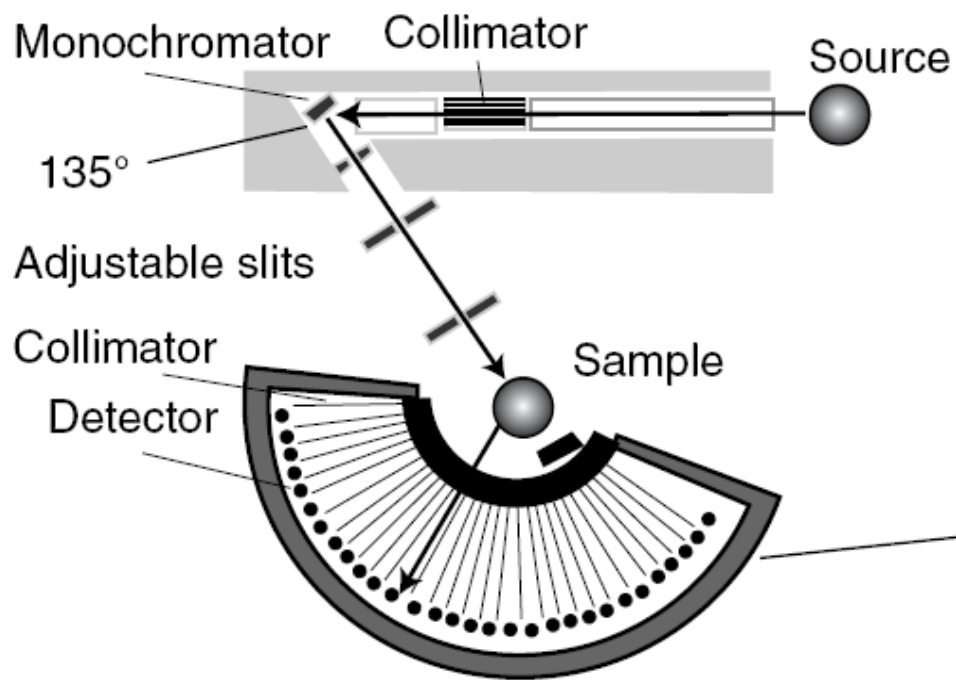
Prístrojové vybavenie



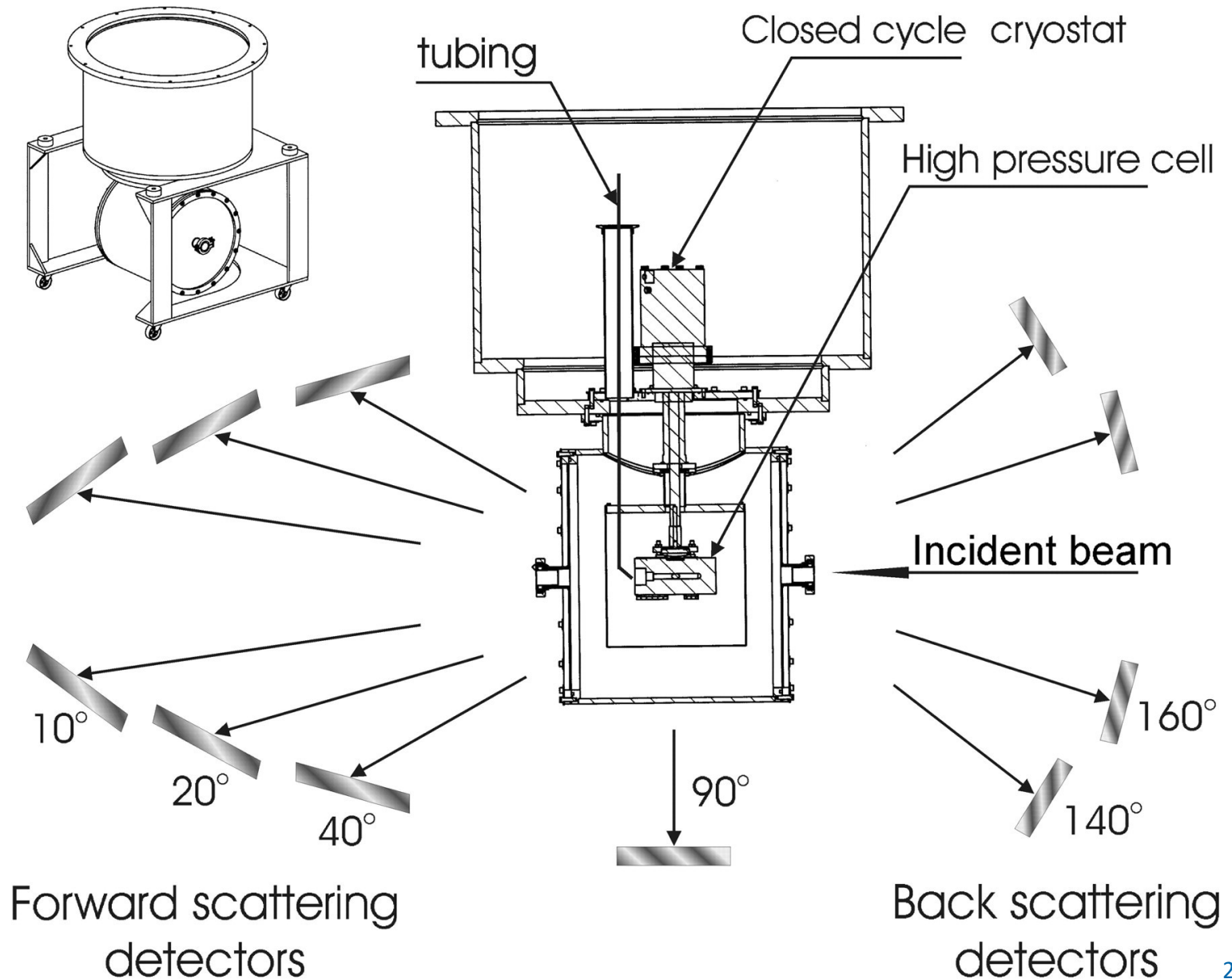
Difraktometer



Vysokorozlišovací difraktometr



Geometrické usporiadanie



TOF diffraktometer

