

# Pokroky matematiky, fyziky a astronomie

---

Stanislav Vratislav

Využití rozptylu tepelných neutronů ve výzkumu pevných látek a v průmyslové praxi

*Pokroky matematiky, fyziky a astronomie*, Vol. 41 (1996), No. 6, 318--331

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/137608>

## Terms of use:

© Jednota českých matematiků a fyziků, 1996

Institute of Mathematics of the Academy of Sciences of the Czech Republic provides access to digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain these *Terms of use*.



This paper has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics Library* <http://project.dml.cz>

# Využití rozptylu tepelných neutronů ve výzkumu pevných látek a v průmyslové praxi

*Stanislav Vratislav, Praha*

## 1. Úvod

Neutrony se uplatňují v celé řadě odvětví, z nichž je možno jmenovat výrobu elektrické energie, produkci radioizotopů, lékařskou terapii a diagnostiku, biofyziku, výzkum a analýzu technických materiálů a další. Metodiky rozptylu tepelných neutronů se využívají ve výzkumu vlastností pevných látek, při studiu strukturních a vazebních charakteristik v základním i aplikovaném výzkumu.

Znalost struktury materiálu patří mezi základní poznatky nezbytné pro studium a vysvětlování makroskopických fyzikálních vlastností. Strukturní informace mají velkou důležitost ve fyzice pevných látek i v materiálovém výzkumu. Difrakční metodiky (rentgenová, neutronová, elektronová) patří mezi mikroskopické analytické metody, které podávají informace o stavu atomů, molekul a elektronového uspořádání. Významnou měrou přispívají k získávání poznatků o chemické a magnetické struktuře látek i jejich změn v závislosti na extrémních podmínkách (teplota, tlak, magnetické pole), v nichž se zkoumané vzorky nacházejí. Charakteristiky interakcí zmíněných druhů záření jsou určující pro oblasti využití ve výzkumu vlastností pevných látek a v materiálovém výzkumu.

První pokusy a kvalitativní důkazy difrakce neutronů byly provedeny v roce 1936. Neutrony, které byly emitovány zdrojem Ra-Be, se průchodem vrstvou parafínu zpomalovaly na energie tepelné a difrakce proběhla na monokrystalu MgO [1]. Rychlý rozvoj těchto metodik spojených s rozptylem neutronů nastal až po roce 1945, kdy se začalo se stavbou výzkumných jaderných reaktorů, které jsou využívány jako dostatečně intenzivní zdroje neutronů. V současné době je ve světě řada významných výzkumných center zaměřených na aplikace neutronového rozptylu ve studiu vlastností pevných látek a rozvíjejících uplatňování těchto metodik v materiálovém výzkumu i v průmyslové praxi. Jde např. o střediska v USA (Argonská, Brookhavenská, Los Alamoská národní laboratoř), ve Velké Británii (Harwell, Rutherfordská laboratoř), ve Francii (Institut Laue-Langevina, CNRS), v Rusku (Spojený ústav jaderných výzkumů).

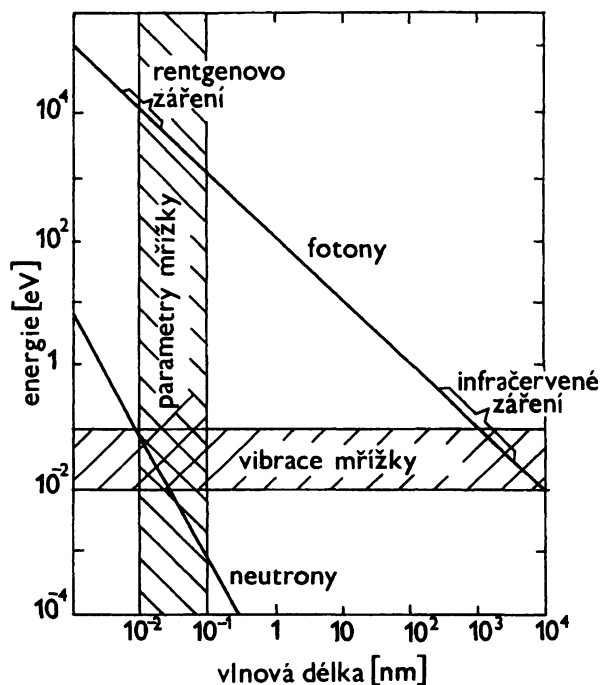
---

Prof. Ing. STANISLAV VRATISLAV, CSc. (1939), katedra inženýrství pevných látek, FJFI ČVUT, Břehová 7, 115 19 Praha 1.

V Československu začal rozvoj využívání neutronové difrakce v roce 1966. Difrakto-  
metr typu KSN-2 [2] instalovaný u horizontálního kanálu reaktoru LVR-15 (v době  
instalace označení VVRS-M) byl do plného provozu uveden v roce 1968. Je součástí  
laboratoře neutronové difrakce katedry inženýrství pevných látek FJFI ČVUT, která  
se zabývá vědeckovýzkumnou a pedagogickou činností v této oblasti. Výzkumná čin-  
nost je zaměřena na určování strukturních charakteristik, magnetického uspořádání  
a jeho transformací, mezi technické aplikace se řadí kvantitativní texturní analýza ve  
spojení se studiem anizotropie některých fyzikálně-mechanických vlastností. Při řešení  
vědeckovýzkumných projektů byla v laboratoři vychována řada studentů inženýrského  
a postgraduálního studia i aspirantů. Dalším pracovištěm v této oblasti je oddělení  
neutronové fyziky (dr. P. Mikula) ÚJF AV ČR, kde je rozvíjena neutronová optika [3]  
a metodiky spojené s měřením zbytkových napětí [4], interferometrií [5] a malouhlovým  
rozptylem neutronů [6].

## 2. Charakteristiky interakcí neutronů

Oblasti uplatnění metodik spojených s rozptylem tepelných neutronů jsou determi-  
novány rozptylovými a absorpčními charakteristikami [1, 7, 8].



Obr.1. Vztah mezi energií a vlnovou délkou pro elektromagnetické záření a tepelné neutrony. Jsou zaznamenány oblasti hodnot typických pro mřížkové parametry a excitační energie vibrací v krystalových mřížkách.

Vlnové délky tepelných neutronů (odpovídající energie 0,075 eV) nabývají hodnot kolem 0,1 nm, jsou tedy souměřitelné s meziatomovými vzdálenostmi v krystalech

a jejich energie je téhož řádu jako energie kmitů krystalové mřížky. Interval energie a vlnových délek využitelných pro výzkum strukturních parametrů a vibrací v krystaloch jsou porovnány na obr. 1 pro rentgenové záření a tepelné neutrony. V této oblasti výzkumu vlastností pevných látek jsou využívány neutrony tepelné a „chladné“. Tepelné neutrony mají energie v oblasti  $10^{-2}$  až  $10^{-1}$  eV, skupina neutronů chladných je ohraničena energií  $5 \cdot 10^{-3}$  eV, která odpovídá hraniční vlnové délce 0,395 nm beryliového polykrystalického filtru.

Neutrony se vyznačují snadnou pronikavostí převážnou většinou materiálů na rozdíl od podstatně nižší pronikavosti rentgenového záření a elektronů. Tato vlastnost činí neutrony necitlivými na povrchové vrstvy a velice vhodnými pro studie rozměrných vzorků s tím, že umožňují získávat informace o stavu vnitřních vrstev nedestruktivním způsobem. Proto neutrony dovolují realizaci experimentů se vzorky, které jsou podrobeny extrémním podmínkám teplotním, tlakovým nebo magnetickému poli. Prozáření větších objemů vede k minimalizaci vlivu velkých zrn a zlepšení statistiky vzorku. Porovnání pronikavosti tepelných neutronů a rentgenového záření pro vybranou skupinu materiálů je sestaveno do tab. 1.

Tab. 1: Rozptylové a absorpční charakteristiky neutronů a rentgenového záření [10]

prvek	neutrony <sup>1)</sup>			rtg <sup>2)</sup>		
	$b$ [ $10^{-12}$ cm]	$\mu$ [ $\text{cm}^{-1}$ ]	$t^{50\%}$ [cm]	$f_x$ [ $10^{-12}$ cm]	$\mu$ [ $\text{cm}^{-1}$ ]	$t^{50\%}$ [cm]
Al	0,35	0,10	7,05	5,69	131	$0,53 \cdot 10^{-2}$
Ti	-0,34	0,45	1,55	9,12	938	$0,74 \cdot 10^{-3}$
Cr	0,35	0,47	1,47	10,10	1814	$0,38 \cdot 10^{-3}$
Fe	0,96	1,12	0,62	11,50	2424	$0,29 \cdot 10^{-3}$
Co	0,25	2,40	0,29	12,20	2980	$0,23 \cdot 10^{-3}$
Ni	1,03	1,86	0,37	12,90	407	$0,17 \cdot 10^{-3}$
Mo	0,69	0,48	1,44	21,60	1618	$0,43 \cdot 10^{-3}$
W	0,47	1,05	0,66	42,30	331	$0,21 \cdot 10^{-3}$

<sup>1)</sup>  $\lambda = 0,129$  nm, <sup>2)</sup>  $\lambda = 0,154$  nm,  $f_x$  pro  $\sin(\theta/\lambda) = 5 \text{ nm}^{-1}$

$t^{50\%}$  – vrstva materiálu zeslabující prošlý svazek na polovinu

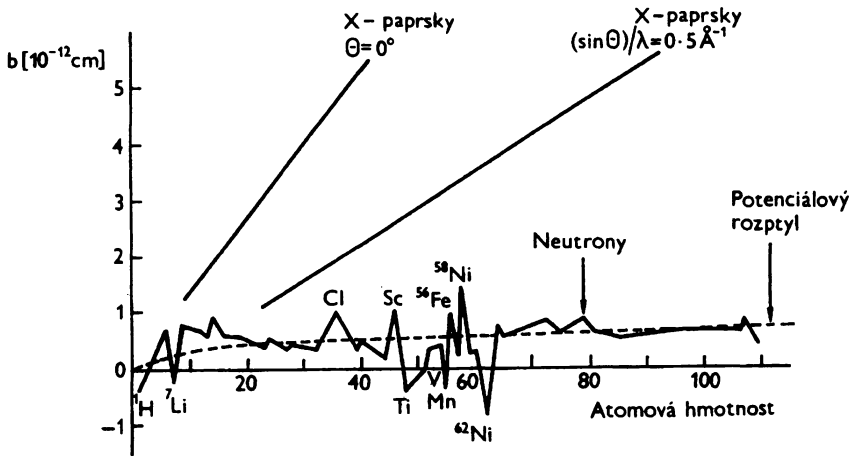
$b$  – amplituda rozptylu pro tepelné neutrony

$f_x$  – atomový rozptylový faktor pro rentgenové záření

$\mu$  – lineární absorpční koeficient

Rozptyl neutronů je jadernou interakcí a skutečnost, že vlnová délka (řádově  $10^{-8}$  cm) svazku tepelných neutronů převyšuje rozměry jádra zhruba o čtyři až pět řádů, vede k izotropní amplitudě rozptylu neutronů, na rozdíl od úhlově závislého atomového rozptylového faktoru pro rentgenové záření. Interakce tepelných neutronů při průchodu prostředím krystalu lze převážně klasifikovat jako slabé a lze je teoreticky popsat na základě Bornovy aproximace prvního řádu. Tyto skutečnosti umožňují poměrně snadný výpočet teoretických intenzit i měření absolutních intenzit, neutrony jsou využívány při testování teoretických modelů formování a popisu textur. Jako

nerelativistické částice vykazující vlnově-částicový dualismus jsou tepelné neutrony ideálním prostředkem pro experimentální ověřování základních poznatků kvantové mechaniky.



Obr. 2. Závislost amplitudy rozptylu neutronů  $b$  na atomové hmotnosti. Neregulární změny  $b$  jsou způsobeny superpozicí rezonanční složky na monotónně rostoucí potenciální složku rozptylu. Pro srovnání je uvedena monotónně rostoucí závislost pro atomový rozptylový faktor  $f_x$ .

Amplituda neutronů není monotónní funkcí hmotového čísla (obr. 2), jde o zcela neregulární závislost, která je výsledkem superpozice rostoucího průběhu složky potenciálního rozptylu a příspěvku složky rezonančního rozptylu. To znamená, že lokalizace atomů lehkých prvků nebo distribuce atomů prvků sousedících v periodické tabulce patří mezi přednosti této metodiky. Izotopová závislost amplitudy rozptylu umožňuje studium vlivů způsobených jednotlivými jádry atomů. Příkladem v tomto směru je vodík a deuterium, jejichž záměny se využívá při strukturních studiích organických i makromolekulárních látek. Jde o studie nejen v oblasti strukturní analýzy, ale i malouhlového rozptylu.

Neutronový rozptyl má i magnetickou složku [9], vznikající jako důsledek vzájemného působení magnetických momentů neutronů a magnetických iontů přítomných v krystalové mřížce. Studium magnetických struktur a jejich transformací v závislosti na teplotě, magnetickém poli i složení vzorků je jednou z dominujících oblastí využití neutronového rozptylu.

Ačkoliv z vnějšího pohledu je podstata neutronové difrakce obdobná rentgenové difrakci, existují zde podstatné rozdíly. Jedním z nich je odlišnost charakteru interakce neutronu s atomem, kdy se neutron rozptyluje na atomovém jádře, kdežto rentgenové záření na elektronovém obalu. Rovněž existence magnetické složky rozptylu neutronů náleží k zásadním přednostem při aplikacích neutronového rozptylu. Mezi dalšími odlišnostmi uvedme pronikavost neutronů ( $10^3$ krát vyšší lineární absorpční koeficienty pro rentgenové záření ve srovnání s neutrony pro převážnou většinu materiálů) a podstatně nižší energie (řádově  $10^{-5}$ krát) tepelných neutronů ve srovnání s rentgenovým

zářením pro stejné vlnové délky, což má význam pro radiační poškození měřených vzorků.

### 3. Využití rozptylu neutronů

Oblasti aplikací difrakce tepelných neutronů na základě rozptylových a absorpčních charakteristik (neregulární závislost amplitudy rozptylu na hmotovém čísle, energie tepelných neutronů srovnatelné s tepelnými vibracemi krystalové mřížky, vysoká pronikavost — viz obr. 1 a 2, tab. 1) lze specifikovat takto [1, 2, 11, 12]:

- Strukturní studie krystalických látek zejména se zaměřením na lokalizaci poloh atomů lehkých prvků (vodík, deuterium, kyslík).
- Strukturní parametry slitin, v nichž participují atomy prvků sousedících v periodické soustavě.
- Výzkum uspořádání magnetických materiálů a parametrů magnetických transformací.
- Studie využívající nepružný rozptyl neutronů pro výzkum kmitů krystalové mřížky.
- Výzkum vlastností technických materiálů: texturní analýza, měření zbytkových napětí, fázová analýza, studium kinetiky rekrystalizačních procesů nebo chemických reakcí (experimenty „in situ“).
- Spektrometrické studie v oblasti tepelných neutronů: měření spekter neutronových zdrojů a měření účinných průřezů pro neutrony v oblasti energií od tepelných do 10 eV.

V posledních letech nacházejí metodiky rozptylu tepelných neutronů stále rozsáhlejší využití v průmyslové praxi [13, 14], i když zdroje neutronů pro difraktometry jsou umístěny v jaderných střediskách (výzkumné reaktory, pulzní neutronové zdroje) a nejsou mobilní. Tento vývoj vyvolává především určitá výjimečnost neutronografických dat a působení pracovníků neutronografických laboratoří mezi potenciálními uživateli. U průmyslových aplikací se uplatňuje zejména vysoká pronikavost neutronů, umožňující nedestruktivní výzkum fyzikálních vlastností v relativně rozměrných vzorcích. Je možno sledovat gradienty měřených fyzikálních veličin v závislosti na hloubce pod povrchem. Tento způsob měření je spojen s využitím vycloněného monochromatického svazku neutronů (tzv. „pencil beam“). Typické rozměry vycloněného objemu jsou např.  $1 \times 1 \times 3$  mm. Dále jde o experimenty „in situ“, při nichž je možno sledovat např. rekrystalizační procesy nebo kinetiku chemických reakcí v reálném čase. Pomocná zařízení pro vytvoření žádaných podmínek, v nichž se vzorek během experimentu nachází (a to např. chemické autoklávy, pícky, kryostaty či magnety nebo tlakové komory), nejsou pro neutronové svazky nijak podstatnou překážkou.

Prášková neutronová difrakce vysokého rozlišení má svoji oblast působnosti zaměřenu na studium strukturního uspořádání v dominantních oblastech vymezených pro neutrony. Uplatňuje se tedy nejen v základním výzkumu, avšak plně i v testování strukturních parametrů a jejich změn pro nové materiály, kdy se hledají způsoby

přípravy těchto nových materiálů s požadovanými vlastnostmi nebo testují vlastnosti výstupních produktů – materiálů. Uplatnění zde nachází zejména prášková neutronová difrakce ve spojení s Rietveldovou procedurou vyhodnocení difrakčních neutronogramů. Význam práškové metody zvyšuje skutečnost, že příprava vhodných monokrystalů je pro řadu materiálů velice obtížná. Dále poskytuje možnost proměřovat vzorek-materiál v technologickém stavu odpovídajícím podmínkám jeho pozdějšího využití (realizováno např. u supravodivých keramik). Práškové vzorky jsou při difrakčním experimentu umísťovány do válcových pouzder o poloměru mezi pěti až dvanácti milimetry, výška pouzdra je 30–60 mm. Pouzdro je zhotoveno z hliníku (zanedbatelná absorpce) nebo vanadu (amplituda rozptylu je téměř nulová). Do této skupiny experimentů náleží rovněž kvantitativní měření minoritních fází, měření gradientů zbytkových napětí a kvantitativní texturní analýza.

Měření vibračí v krystalech pomocí nepružného rozptylu se provádí zejména na tříosém spektrometru nebo s použitím beryliového filtru v oblasti energií od 1 do 1000 meV. Tato energetická oblast odpovídá vibracím či excitacím v krystalové mřížce. Požadovaná informace se získává na základě měření energie neutronů před rozptylem a po něm na vzorku. V průmyslu jsou důležité experimenty na materiálech s obsahem vodíku, jehož vysoký nekoherentní rozptyl dominuje ve změřených neutronogramech. Záměnou vodíku za deuterium se projeví podstatné snížení nekoherentního příspěvku. Porovnáním obou typů diagramů lze získat informace jak z koherentní, tak i nekoherentní složky neutronového rozptylu.

Maloúhlový rozptyl neutronů (SANS) na rozdíl od difrakce neurčuje atomární strukturu, ale determinuje parametry objektů o velikosti 1 až 100 nm. Bývá tedy využíván k určování nehomogenit nebo porosity uvnitř objemu zkoumaných součástí a má dominující úlohu v určení defektů nebo poruch ve vnitřních vrstvách objemných součástí, což opět vyplývá z vysoké pronikavosti neutronových svazků. Maloúhlový rozptyl neutronů nachází široké uplatnění v metalurgii, biologii, petrochemii a průmyslu stavebnin. Metodika je vhodně doplňována metodami spojenými s elektronovým mikroskopem.

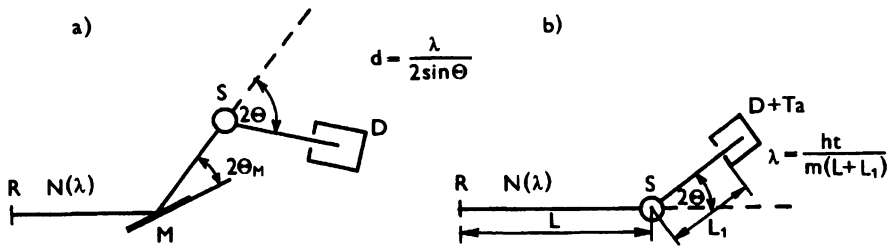
Pro úplnost ještě uvedme neutronovou radiografii jako metodu studia makroskopického uspořádání pomocí průchodu svazku tepelných neutronů přes danou součást. Jde např. o výzkum vztlínání kapalin ve zdivu, prozařování palivových elementů jaderných reaktorů nebo biologických materiálů. Kromě polykrystalických látek lze takto studovat i průchody kapalin a plynů potrubím ve strojních součástech. Záznam neutronogramu se v současné době provádí přes konvertory v digitální formě na TV monitory pomocí PC.

#### 4. Neutronografický experiment

Z Braggovy podmínky vyplývá, že difrakční neutronogramy lze proměřovat ve dvou experimentálních uspořádáních:

a) Především jde o klasické uspořádání experimentu pro neutronovou difraktografii s konstantní vlnovou délkou monochromatického svazku (viz obr. 3a). Z polychroma-

tického spektra vlnových délek vysílaných neutronovým zdrojem vybereme pomocí monochromátoru požadovanou vlnovou délku, po rozptýlu na vzorku je difraktovaný svazek registrován detektorem umístěným na rameni přístroje, které buď krokově, nebo kontinuálně probíhá zvolenou úhlovou oblast  $2\theta$ .



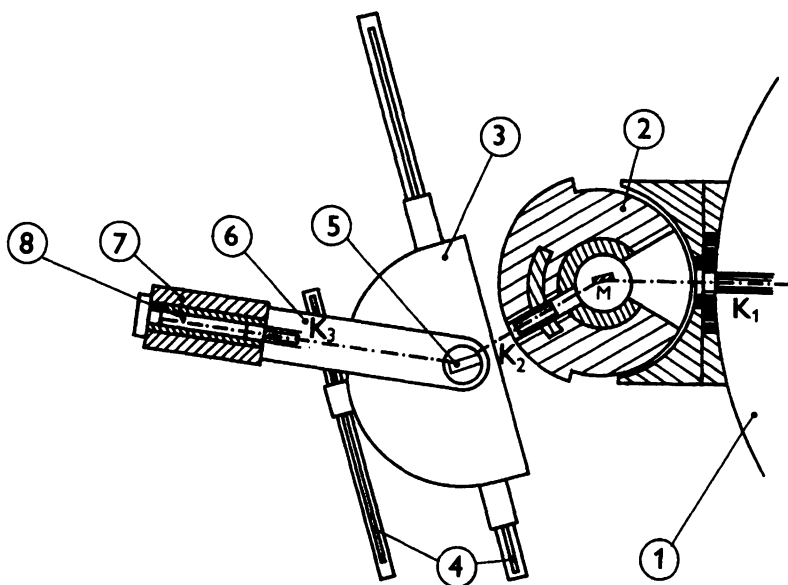
Obr. 3. Difrakční techniky pro experimenty založené na rozptýlu neutronů: a) difrakční technika s konstantní vlnovou délkou neutronového svazku, b) difrakční technika s konstantním rozptylovým úhlem (metoda průletová — „time of flight“).

R – reaktor, M – monochromátor, D – detektor, Ta – časový mnohokanálový analyzátor,  $N(\lambda)$  – spektrální rozložení neutronového zdroje,  $q$  – Braggův úhel,  $d$  – mezivzrostná vzdálenost,  $m$  – hmotnost neutronu,  $l$  – vlnová délka neutronového svazku,  $L$  – vzdálenost (báze) zdroje a vzorku,  $L_1$  – vzdálenost (báze) vzorku a detektoru,  $t$  – čas,  $h$  – Planckova konstanta

b) Přístroje s konstantním úhlem rozptýlu  $2\theta$  (obr. 3b) jsou založeny na využití průletové metody (metoda „time of flight“) [15]. Polychromatické záření pulzního zdroje po průchodu moderátorem dopadá přímo na vzorek, rozptýlené neutrony jsou snímány detektorem pod fixním úhlem  $2\theta$ . Separace dopadajících neutronů v závislosti na vlnové délce je prováděna měřením doby potřebné pro průlet neutronů vymezenou vzdáleností  $L + L_1$ . Tato vzdálenost se nazývá průletovou bází difraktometru typu „time of flight“. Difrakční neutronogram je registrován v závislosti na vlnové délce.

Komponenty zařízení pro difrakční techniku s konstantní vlnovou délkou jsou znázorněny ve schématu na obr. 4. Typ neutronového zdroje a jeho vydatnost má podstatný vliv na řešenou problematiku a rovněž na metodiku vhodnou pro snímání difrakčních diagramů. Převážná většina neutronografických experimentů byla uskutečněna na zdrojích neutronů (jaderných reaktorech) s neutronovým tokem konstantním v čase. Neutronové svazky ze stacionárních reaktorů jsou vyváděny horizontálními kanály, u jejichž ústí je umístěn monochromátor (viz obr. 4). Kanály zasahují do moderátoru, reflektoru i přímo k aktivní zóně reaktoru v závislosti na tom, jaké spektrální rozložení v neutronovém svazku je požadováno. Pro difrakční experimenty je důležitá hodnota toku tepelných neutronů v ústí kanálu. Tok v tomto místě závisí na vydatnosti zdroje a na prostorovém úhlu, pod kterým je z místa monochromátoru „vidět“ povrch zdroje. Prostorový úhel je ještě dále modifikován kolimátorem umístěným v ústí kanálu (kolimátor K1 na obr. 4). Pro typické hodnoty: vzdálenost monochromátoru od povrchu zdroje 4 až 5 m, divergence kolimátoru K1 20, průměr reaktorového kanálu 100 až 200 mm bude činit plocha zdroje  $0,01 \text{ m}^2$  a neutronový tok v místě monochromátoru ve srovnání s tokem na povrchu zdroje bude redukován





Obr. 4. Uspořádání neutronografického difrakčního experimentu.

1 – těleso reaktoru, 2 – stínění monochromátoru, 3 – základna difraktometru, 4 – koleje pro posun základny difraktometru, 5 – stůl se zařízením pro uchycení vzorku, 6 – rameno difraktometru, 7 – stínění detektoru, 8 – detektor

faktorem 3 až  $5 \cdot 10^{-3}$ . Pro výzkumné reaktory středního výkonu můžeme tedy v ústí horizontálního kanálu očekávat tok tepelných neutronů na úrovni  $10^{11}$  n/cm<sup>2</sup> s.

Příkladem reaktoru tohoto typu vybudovaného se záměrem pro studium vlastností kondenzovaných látek je HFR (Institut Laue-Langevin — ILL) v Grenoblu ve Francii. Reaktor s kovovým uranem obohaceným na 93 % U<sup>235</sup> jako palivem, s těžkou vodou jako moderátorem i reflektorem má výkon 57 MW a tok tepelných neutronů v aktivní zóně  $10^{15}$  n/cm<sup>2</sup> s.

V současné době se rozvíjí i využívání pulzních zdrojů neutronů, mezi něž patří: pulzní reaktory a urychlovače. Příkladem je pulzní reaktor IBR-2 instalovaný v SÚJV Dubna. Reaktor je koncipován s rotujícím reflektorem, při průchodu reflektoru kolem aktivní zóny se reaktor stane kritickým a produkuje pulz neutronů. Výkon reaktoru v pulzu jsou 8300 MW, výkon střední činí 4 MW a frekvence opakování pulzů je 5 Hz. Za těchto podmínek se dosahuje hustoty toku tepelných neutronů v maximu pulzu  $10^{16}$  n/cm<sup>2</sup> s.

Pro úspěšné získání informací z difrakčního experimentu je nezbytné, aby použitý difraktometr vykazoval dostatečnou intenzitu neutronového svazku a rozlišovací schopnost [1, 2, 13]. Proto konstrukce jednotlivých částí difraktometru musí dovolovat optimalizaci podle typu zadaného experimentu (strukturní či texturní analýza, měření zbytkových napětí, fázová analýza, měření kmitů krystalové mřížky). Rozhodující význam v tomto směru mají: neutronový zdroj, monochromátor, kolimační systém difraktometru a detektor [2]. Zlepšování parametrů difrakčních zařízení a zrychlení sběru experimentálních dat probíhá v současném období využíváním polohové citli-

vých nebo multidetektorových detekčních systémů a lamelových ohnutých monochromátorů.

Ve srovnání s difraktometry rentgenových paprsků existují u přístrojů pro neutrony určité zvláštnosti, i když základní princip je stejný. Tak zejména neutronové difraktometry jsou v převážné většině budovány individuálně tak, aby byly přizpůsobeny konkrétním podmínkám vývodu neutronového svazku z reaktoru a místním poměrům v reaktorové hale. Další na první pohled zjevnou odlišností je řádově větší rozměrová škála neutronových difraktometrů a podstatně větší hmotnost. Důvodem je pozadí způsobené rychlými neutrony a tvrdým zářením gama přítomné v reaktorové hale a nutnost ochránit detektor před tímto zářením, a tak zaručit dobré experimentální podmínky. Stínění detektoru má hmotnost 200 až 300 kg, konstrukce báze přístroje a ramene difraktometru musí tedy být masivní.

## 5. Zpracování difrakčních neutronogramů

Úspěšná strukturální analýza vyžaduje získání dostatečného počtu intenzivních a rozlišených difrakčních čar. I při velice dobrém rozlišení difraktometru (po optimalizaci jednotlivých komponent difrakčního zařízení) dochází k překryvu difrakčních čar. Tvar difrakčního piků v neutronogramu je konvolucí několika instrumentálních parametrů a mozaikovitosti monokrystalu (monochromátoru) a bývá obvykle aproximován Gaussovou křivkou. Přínos Rietveldovy procedury [16] je v tom, že přistupuje ke zpřesňování parametrů struktury přímo na základě profilu difrakčního neutronogramu a ne přes určování integrálních intenzit difrakčních čar. Polohy všech difrakčních linií jsou v podstatě určeny nejvýše šesti parametry odpovídajícími charakteristice krystalové mřížky zkoumaného vzorku: rozměry elementární buňky ( $a$ ,  $b$ ,  $c$ ) a úhly ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ). Polohy difrakčních linií je charakterizována třemi parametry:  $U$ ,  $V$ ,  $W$ , které závisí na vlastnostech optického systému difraktometru a vlastnostech monochromátoru. Pozadí difrakčních neutronogramů se aproximuje pomocí polynomů  $n$ -tého stupně v úhlových oblastech bez difrakčních čar. Soubor zpřesňovaných parametrů je tedy rozdělen do dvou skupin. První obsahuje instrumentální charakteristiky a mřížkové parametry, do druhé skupiny patří soubor strukturálních parametrů vyhodnocovaného vzorku. Pro každý bod difrakčního diagramu  $2\theta$  počítá Rietveldova procedura příspěvky od všech difrakčních čar, které v tomto bodě diagramu přispívají k intenzitě, a srovnává celkový vypočtený příspěvek  $y_i(\text{calc})$  s příslušnou pozorovanou intenzitou  $y_i(\text{obs})$ . Strukturální parametry, které určují  $y_i(\text{calc})$ , jsou upřesňovány na základě minimalizace rozdílu mezi experimentálním a vypočteným profilem neutronogramu. Pro strukturální analýzu na základě difrakčních neutronogramů se používá řada počítačových kódů: RIET-N [2], GSAS [17]. Další oblast zpracování difrakčních dat je spojena s kvantitativní texturní analýzou, kde se z experimentálně určených přímých pólových obrazců určuje třírozměrná orientačně-distribuční funkce ODF, na niž navazuje výpočet anizotropie fyzikálních vlastností. Kódy pro tyto účely (TODFN-C, TODFN-H) byly vypracovány v laboratoři neutronové difrakce [18, 19].

## 6. Vědeckovýzkumné problematiky vázané k difrakci neutronů

Využití difrakce tepelných neutronů bude demonstrováno na výsledcích výzkumné problematiky řešené v laboratoři neutronové difrakce FJFI ČVUT. Aplikace metodik neutronografické strukturní analýzy se soustředily zejména na technicky perspektivní materiály: zeolity, iontové vodiče, magnetické materiály a vysokoteplotní supravodiče. V rámci kvantitativní texturní analýzy se laboratoř zabývá studiem přednostní orientace technicky velmi důležitých materiálů, jakými jsou např. orientované transformátorové plechy nebo materiály ze slitin na bázi zirkonia, které mají uplatnění v jaderné technice. Popis textury pomocí třídímní orientáčně-distribuční funkce (ODF) je výchozím předpokladem pro studium korelace mezi texturním uspořádáním a směrovou anizotropií některých fyzikálních vlastností, např. elasticity, plasticity nebo magnetické anizotropie. Uplatnění nachází tato metodika (s určením ODF) při testování výrobních postupů i v teorii textur a jejich modelování.

### 6.1. Strukturní analýza a magnetické uspořádání

V rámci výzkumu zeolitů byla upřesněna struktura řady syntetických vzorků typu Na-Y a Na,H-Y zejména se zaměřením na lokalizaci poloh vodíku a upřesnění poloh kationtů. Určení vazeb vodíku k základnímu strukturnímu skeletu má zásadní význam pro vysvětlení sorpčních a katalytických vlastností těchto materiálů. Výsledky jsou shrnuty do prací [20, 21], které stále nacházejí značnou odezvu u odborné veřejnosti a jsou často citovány. Zeolity nacházejí uplatnění především v průmyslové chemii jako molekulární síta a katalyzátory. Kromě syntetických byly studovány i zeolity přírodní, z nichž např. kaersutit [22] nachází využití v těžebním průmyslu.

Zcela prioritní postavení má neutronová difrakce ve studiu magnetického uspořádání látek a jeho transformací. Jde o metodu, která podává přímé informace o poloze, velikosti a směru magnetických momentů v krystalové mřížce. Mezi materiály, které jsme z této oblasti studovali, patří ferity [23], chromity [24], hexaferity [25] a perovskity typu Pr-Ca-Mn-O [26] a Pr-Sr-Mn-O [27]. Získané poznatky byly uplatněny v teoretickém výzkumu a u materiálů využívaných v elektrotechnickém průmyslu i při jejich přípravě. U všech těchto magnetických sloučenin byla zpřesněna struktura a určeno magnetické uspořádání v závislosti na teplotě a složení vzorků.

Velice významnou oblastí výzkumu jsou v posledních letech vysokoteplotní supravodiče. Výzkum v laboratoři neutronové difrakce FJFI byl zaměřen na dva typy: Y-Ba-Cu-O [28] a na pětiprvkový supravodič: Bi-Sr-Ca-Cu-O [29, 30]. Zde je předmětem výzkumu vazba Cu-O, která podstatným způsobem ovlivňuje supravodivé mechanismy. Je proto nezbytné určit strukturní charakteristiky těchto látek. Získané poznatky jsou využity v teorii (pro vysvětlení supravodivých jevů) a dále v modifikaci postupů přípravy nových materiálů. Neutronová difrakce podstatným způsobem přispěla k určení poloh kyslíku v těchto sloučeninách a tím i k charakteristice vazeb měď-kyslík [28]. Poznamenejme, že materiály s novými supravodivými vlastnostmi lze připravovat substitucemi kationtů nebo řízením obsahu kyslíku [31, 32]. Před-

mětem našeho výzkumu typu Bi-Sr-Ca-Cu-O bylo určení modulované struktury. Zde v důsledku proměnné valence iontu Bi dochází k umístění dodatečných atomů kyslíku v krystalové mřížce [29]. Stanovili jsme parametry této modulované struktury a ověřili její stabilitu v oblasti do teplot 1000 K [30]. Tyto práce jsou hojně citovány v odborné literatuře.

## 6.2. Kvantitativní texturní analýza

V oblasti texturní analýzy se neutrony uplatňují ve výzkumu hrubozrnných materiálů, v kvantitativní texturní analýze pomocí orientačně distribuční funkce a ve sledování kinetiky rekrytalizačních procesů.

Orientované transformátorové plechy byly studovány ve spolupráci s Válcovými plechy Frýdek-Místek se záměrem otestovat technologické postupy pro přípravu vzorků s lepšími magnetickými vlastnostmi, které jsou silně ovlivněny výslednou přednostní orientací. Výhodou neutronové difrakce je rovněž skutečnost, že je možno proměřovat vzorky v různých etapách výrobního procesu. Výroba trafo-plechů probíhá v pěti operacích a po každém mezistupni je možno tento vzorek proměřit na neutronovém difraktometru a určit vliv provedené výrobní operace na texturu. Jde tedy o nedestruktivní metodiku. Dále zdůrazníme korelaci mezi texturou a konečnou fyzikálně-mechanickou či jinou vlastností vzorku. Tato korelace, ať už je žádaná nebo ne, úzce souvisí s anizotropií těchto vlastností. U orientovaných křemíkových plechů požadujeme určitý typ textury (textura Gossova typu) a tím zaručení minimálních magnetických ztrát. Na základě kvantitativní texturní analýzy ve spojení s třírozměrnou orientačně distribuční funkcí lze tuto anizotropii určit. Výsledky výzkumu těchto orientovaných křemíkových ocelí jsou shrnuty v [33].

Další oblastí výzkumu přednostní orientace byly slitiny na bázi zirkonia. Šlo o texturní analýzu trubek používaných jako materiál pro pokrytí palivových elementů jaderných reaktorů. Byly provedeny experimenty jak s následným vyhodnocením třírozměrné ODF [34, 35], tak i s pomocí inverzních pólových obrazců [36]. Byl sledován vliv tepelného a mechanického zpracování na vlastnosti těchto zirkoniových materiálů, a to zejména na korozi a pevnost. Zajímavý experiment byl proveden se vzorky získanými z trubek Zircaloy-4 [36], které byly podrobeny tahovým zkouškám a studována textura před tahovou zkouškou a po ní v oblasti blízké místu porušení materiálu.

Je třeba konstatovat, že je k dispozici propracovaná metodika texturní analýzy, která umožňuje uplatnění neutronové difrakce v této oblasti materiálového výzkumu. Jde o přímé a inverzní pólové obrazce a zejména o třídimenzionální distribuční funkci orientace (ODF) krystalitů. Jsou vypracovány experimentální metodiky i počítačové kódy (postupy pro zpracování naměřených dat do přímých nebo inverzních pólových obrazců, výpočet funkce ODF, určení anizotropie vybraných fyzikálně-mechanických vlastností) [18,19].

## 7. Pedagogická činnost

Laboratoř se v rámci vědecké činnosti podílí i na výchově posluchačů katedry inženýrství pevných látek. Výukové plány v rámci oboru fyzikální inženýrství (specializace inženýrství pevných látek) byly sestaveny s ohledem na využití možností laboratoře a posluchači inženýrského a postgraduálního studia zde pracují na úkolech v rámci diplomových a doktorandských prací. Výuka v rámci doktorandského studia probíhá ve spolupráci s tuzemskými i zahraničními institucemi. Zároveň jsou v laboratoři prováděna speciální praktika z fyziky pevných látek. Laboratoř navštěvují i exkurze z jiných vysokých škol.

Studenti zde získají znalosti týkající se využití difrakčních metod (zejména difrakce tepelných neutronů) ve fyzice pevných látek i v materiálovém výzkumu (strukturní analýze, texturní analýze a měření napětí), dále pak realizace experimentů v rámci výzkumu vlastností pevné fáze difrakčními metodami, seznámí se zde s principy automatického řízení experimentu a sběru dat. V neposlední řadě získají představu o jaderném středisku s výzkumným reaktorem, kde se využívá metodik rozptylu neutronů ke studiu vlastností pevné fáze a v materiálovém výzkumu.

## 8. Závěr

Metodiky rozptylu tepelných neutronů přinesly v uplynulých padesáti letech významné poznatky o strukturním uspořádání a vazebních zákonitostech v pevných látkách. Tato experimentální metoda se stále více uplatňuje v materiálovém výzkumu i průmyslové praxi. Významným oceněním přínosu tohoto vědního oboru bylo udělení Nobelovy ceny za fyziku pro rok 1994 dvěma průkopníkům, kteří významně přispěli k rozvoji této vědecké oblasti. Clifford G. Shull provedl zásadní experimentální práce zaměřené na strukturní analýzu a určení magnetického uspořádání spolu s určením základních konstant pro interakce neutronů. Naproti tomu Bertram N. Brockhouse se věnoval využití nepružného rozptylu ve studiu vibrací krystalové mřížky a navrhl a použil základní uspořádání pro tyto experimenty založené na třísém neutronovém spektrometru.

Příkladem významných výsledků z posledního období může být výzkum uskutečněný pomocí práškové neutronové difrakce ve spojení s Rietveldovou profilovou difrakční analýzou zaměřený na objasnění strukturního uspořádání vysokoteplotních supravodičů [22, 24, 25, 31].

Na katedře inženýrství pevných látek FJFI ČVUT bylo vybudováno pracoviště s experimentálními a vyhodnocovacími procedurami pro neutronografickou strukturní analýzu, studium magnetického uspořádání a jeho transformací i kvantitativní texturní analýzu. V řadě výzkumných projektů, jejichž výsledky se setkávají s ohlasem odborné veřejnosti, byla prokázána prospěšnost a přínos metodiky neutronové difrakce v oblasti výzkumu vlastností pevné fáze i v aplikacích zaměřených na materiálový výzkum.

Laboratoř má významnou úlohu v pedagogickém procesu. Jde o teoretickou a zejména experimentální výuku posluchačů oboru fyzikální inženýrství zaměřenou IPL na za-

řízení KSN-2, a to ve strukturním a texturním výzkumu, výzkumné úkoly posluchačů, diplomové a doktorandské práce v rámci výukových programů katedry inženýrství pevných látek FJFI ČVUT.

Důležitou složkou rozvoje laboratoře je spolupráce s tuzemskými i zahraničními institucemi. Jde o společný a komplexní výzkum vlastností materiálů uvedených výše a o využívání unikátních zařízení jednotlivých laboratoří. Z tuzemských institucí jmenujme ÚJV Řež a ústavy AV ČR: FzÚ, ÚJF a ÚFCH. Zahraniční spolupráce probíhá se Spojeným ústavem jaderných výzkumů v Dubně, s ILL v Grenoblu, s IFA v Kjelleru apod.

## L i t e r a t u r a

- [1] BACON, G. E.: *Neutron Diffraction*. 3rd ed. Oxford, Clarendon Press (1975).
- [2] VRATISLAV, S., JIRÁK, Z.: Českoslov. čas. fyz. B 29 (1979), 846.
- [3] MIKULA, P., LUKÁŠ, P., STRUNZ, P.: Physica B 213 & 214 (1995), 845.
- [4] VRÁNA, M., MIKULA, P., COPPOLA, R.: Materials Letters 22 (1995).
- [5] LUKÁŠ, P., MIKULA, P., IOFFE, A., ŠAROUN, J.: Z. Phys. A 348 (1994), 243.
- [6] STRUNZ, P. et al.: J. de Physique IV, C7 (1993), 1439.
- [7] SQUIRES, G. L.: *Introduction to the Theory of Thermal Neutron Scattering*. Cambridge University Press, Cambridge (1978).
- [8] SEARS, V. F.: Neutron News 3 (1992), 26.
- [9] COLLINS, M. F.: *Magnetic Critical Scattering*. Oxford University Press, Oxford, 1989.
- [10] SCHMANK, M. J., KRAWITZ, A. D.: *Metallurgical Transactions*. A 13A (1982), 1069–1076.
- [11] *Neutron Scattering*. In: Methods of Experimental Physics, vol. 21 (A–C), eds. Price, D. L. and Sköld, K., Academic Press, Inc., London, 1989.
- [12] HIGGINS, J. S., BENOIT, H. C.: *Polymers and Neutron Scattering*. Oxford Sciences Publications, Clarendon Press, Oxford, 1994.
- [13] HEWAT, A. W.: *Proceedings of the International School of Physics Enrico Fermi*. Industrial and Technological Applications of Neutron Diffraction, Lerici, La Spezia, Italy, 1990.
- [14] *Neutron Diffraction Techniques for Non-destructive Evaluation*. In: Nondestructive Testing and Evaluation, eds. Windsor, C. G. and Palmer, S. B., Vol. 5 (1990), 305–426.
- [15] WINDSOR, C. G.: *Pulsed Neutron Scattering*. Taylor & Francis, London, 1981.
- [16] *The Rietveld Method*. Ed. Young, R. A., IUCr Monographs on Crystallography No. 5, Oxford University Press, Oxford, 1995.
- [17] VON DREELE, R. B., LARSON, A. C.: GSAS, LAUR 86–748, Los Alamos National Laboratory, 1994.
- [18] VRATISLAV, S., DLOUHÁ, M., JEŘÁBEK, J.: Jaderná energie 29 (1983), 316.
- [19] DLOUHÁ, M., VRATISLAV, S.: Výzkumná zpráva KIPL FJFI (1988).
- [20] JIRÁK, Z., VRATISLAV, S., ZAJÍČEK, J., BOSÁČEK, V.: J. Catalysis 49 (1977), 112.
- [21] JIRÁK, Z., VRATISLAV, S., BOSÁČEK, V.: Zeolites 3 (1980), 255–261.
- [22] JIRÁK, Z., VRATISLAV, S., PECHAR, F.: Cryst. Res. Technol. 21 (1986), 1517.
- [23] JIRÁK, Z., VRATISLAV, S.: Czech. J. Phys. B 24 (1974), 642.
- [24] VRATISLAV, S., JIRÁK, Z., ZAJÍČEK, J., ANDRESEN, A. F.: J. M. M. M.. 5 (1977), 41.
- [25] KALVODA, L., DLOUHÁ, M., JIRÁK, Z., VRATISLAV, S.: J. M. M. M.. 87 (1990), 243.
- [26] JIRÁK, Z., VRATISLAV, S., KRUPÍČKA, S., ŠIMŠA, Z., DLOUHÁ, M.: J. M. M. M.. 53 (1985), 153.
- [27] KNÍŽEK, K., JIRÁK, Z., POLLERT, E., ZOUNOVÁ, F., VRATISLAV, S.: Journal of Solid State Chemistry 100 (2792), 292–297.

- [28] JIRÁK, Z., POLLERT, E., TRÍSKA, A., VRATISLAV, S.: *Phys. Stat. Sol. (a)* 102 (1987), K61.
- [29] BESKROVNYJ, A. I., DLOUHÁ, M., JIRÁK, Z., VRATISLAV, S., POLLERT, E.: *Physica C* 166 (1990), 79.
- [30] BESKROVNYJ, A. I., DLOUHÁ, M., JIRÁK, Z., VRATISLAV, S.: *Physica C* 171 (1990).
- [31] HEWAT, A. W.: *Neutron News* 1 (1990), 28–32.
- [32] HOHLWEIN, D.: *Proceedings of the International School of Crystallography (20th course), Materials and Crystallographic Aspects of High Tc Superconductivity*, (1993) p. 106–122.
- [33] VRATISLAV, S., DLOUHÁ, M., KALVODA, L., ŽIDEK, A., CHUDĚJOVÁ, E.: *Metallurgical Journal* 43 (1988), 730.
- [34] VRATISLAV, S., DLOUHÁ, M., JERÁBEK, J., KALVODA, L.: *Kovové materiály* 22 (1984), 733.
- [35] VRATISLAV, S., DLOUHÁ, M., KALVODA, L., MAREK, J.: *Kovové materiály* 27 (1989), 152.
- [36] DLOUHÁ, M., KALVODA, L., VRATISLAV, S., ČECH, B.: *Kovové materiály* 29 (1990), 289.

## František Josef Studnička a Americký klub dam

*Martina Němcová, Praha*

František Josef Studnička byl prvním profesorem matematiky s českým vyučovacím jazykem na pražské univerzitě. Narodil se roku 1836 v Janově u Soběslavi. Po studiu na gymnáziu v Jindřichově Hradci (maturita 1857) a na filozofické fakultě vídeňské univerzity (doktorát 1861) působil krátce jako soukromý učitel v Miskowitz (dnešní Myslkovice, asi 2 km od Janova). Od roku 1862 byl suplujícím profesorem matematiky a fyziky na vyšším německém gymnáziu v Českých Budějovicích. V roce 1864 požádal o místo asistenta na Polytechnickém ústavu království českého. Nastoupil jako honorovaný docent vyšší matematiky a analyticky

mechaniky k prof. Gustavu Skřivanovi (1831–1866); po jeho smrti byl jmenován řádným profesorem.

V roce 1871 změnil František Josef Studnička své působiště. Byl jmenován řádným profesorem matematiky pražské univerzity. Po rozdělení univerzity přešel na její českou část. Tam byl až do své smrti v roce 1903 jediným řádným profesorem matematiky; více než třicet let tak ovlivňoval výuku matematiky na české univerzitě. Velký vliv měl rovněž na přípravu a výchovu středoškolských profesorů.

František Josef Studnička byl jedním z našich nejvýznamnějších popularizátorů

---

Mgr. MARTINA NĚMCOVÁ (1971) je doktorandkou v Matematickém ústavu Karlovy univerzity, Sokolovská 83, 186 00 Praha 8.