

Дифрактометры на реакторе ПИК. Концепция

А.М. Балагуров¹

И.В. Голосовский²

Ю.П. Черненко²

В.Т. Эм³

А.И. Курбаков²

В.Б. Рыбаков⁴

¹ Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Московская обл., Россия

² Петербургский институт ядерной физики НИЦ «Курчатовский институт», Гатчина, Ленинградская обл., Россия

³ НИЦ КИ, Курчатовский институт, Москва, Россия

⁴ Химфак МГУ, Москва, Россия

Совещания по дифракции нейтронов в ПИЯФ – февраль

Максимальная специализация является основной современной тенденцией в конструировании нейтронных дифрактометров

Состав приборной базы лабораторного комплекса НИРК ПИК

1. Создаются в рамках проекта

Создание приборной базы реакторного комплекса «ПИК»

Приборы зала горизонтальных каналов (8 штук)

- 1) Суперпозиционный многосекционный порошковый дифрактометр
- 2) Порошковый многодетекторный дифрактометр тепловых нейтронов
- 3) Четырехкружный дифрактометр

2. Создаются в рамках проекта

Реконструкция лабораторного комплекса научно-исследовательского реакторного комплекса «ПИК»

Приборы нейтроноводного зала (6 штук)

- 1) Многосчетчиковый порошковый дифрактометр холодных нейтронов

Приборы зала горизонтальных каналов (6 штук)

- 1) Дифрактометр поляризованных нейтронов с двумерным детектором POLDI (совместно с ГЦГ, Германия)
- 2) Текстуриный дифрактометр TEX (совместно с ГЦГ, Германия)
- 3) Стресс-дифрактометр ARES (для измерения остаточных напряжений) (совместно с ГЦГ, Германия)

Состав приборной базы лабораторного комплекса НИРК ПИК

1. Создаются в рамках проекта

Создание приборной базы реакторного комплекса «ПИК»

Приборы зала горизонтальных каналов (ГЭК -9)

1) Суперпозиционный многосекционный порошковый дифрактометр

Порошковый дифрактометр высокого разрешения D1

2) Порошковый многодетекторный дифрактометр тепловых нейтронов

Порошковый дифрактометр высокой светосилы D3

3) Четырехкружный дифрактометр

Монокристалльный четырехкружный дифрактометр

Состав приборной базы лабораторного комплекса НИРК ПИК

Приборы нейтронного зала (позиция D2 на нейтроноводе H2)

- 1) Многосчетчиковый порошковый дифрактометр холодных нейтронов
Порошковый дифрактометр высокой светосилы для исследований магнетизма с высоким разрешением в области больших межплоскостных расстояний, исследований микрообразцов, в том числе при высоких давлениях, исследований длиннопериодных и макромолекулярных структур

Приборы зала горизонтальных каналов

- 1) Дифрактометр поляризованных нейтронов с двухмерным детектором **POLDI** (совместно с ГЦГ, Германия)
- 2) Текстульный дифрактометр **TEX** (совместно с ГЦГ, Германия)
- 3) Стресс-дифрактометр **ARES** (для измерения остаточных напряжений) (совместно с ГЦГ, Германия)

Исследования атомной и магнитной структуры на порошковых дифрактометрах

Дифракционные эксперименты с высоким разрешением

Сложность исследуемых систем все время растет и для точного определения атомной и магнитной структуры необходимо как можно более высокое инструментальное разрешение.

Существует много задач, где необходимо высокое разрешение. В частности, *ab initio* определение кристаллических структур из данных порошковой дифракции, когда подходящий монокристалл не может быть получен. Более высокое разрешение дает большие шансы для успешного решения сложных структур, в том числе катализаторов с большими объемами элементарной ячейки, несоразмерных структур, гибридных материалов, многообразных органических веществ, цемента, природных минералов, цеолитов и др. Во многих случаях тонкие структурные детали являются принципиальными и зачастую определяют функциональные свойства.

Разрешение важно для работ по критическим явлениям. При исследовании фазовых переходов небольшое расщепление пика является ведущим индикатором структурных изменений.

Изменения формы дифракционного рефлекса определяют деформации, размер кристаллитов, и характер дефектов. Это важные параметры в материалах, используемых в аккумуляторах, твердых электролитах, ячейках топливных элементов, соединениях, используемых для хранения водорода.

Дифракционные эксперименты с высокой светосилой

- эксперименты, для которых нужна высокая скорость измерений

- (химическая кинетика, исследований фазовых переходов и т.п.)

- эксперименты, когда доступно малое количество образца

(это - количественный фазовый анализ, слабое магнитное рассеяние и водородосодержащие образцы. Многие новые соединения не могут быть синтезированы в достаточном количестве, например, соединения, которые синтезированы при высоком давлении. Другие примеры – это тонкие пленки, эксперименты с ячейками высокого давления, где можно исследовать лишь небольшой объем. В этой же категории находятся эксперименты на наноструктурированных объектах)

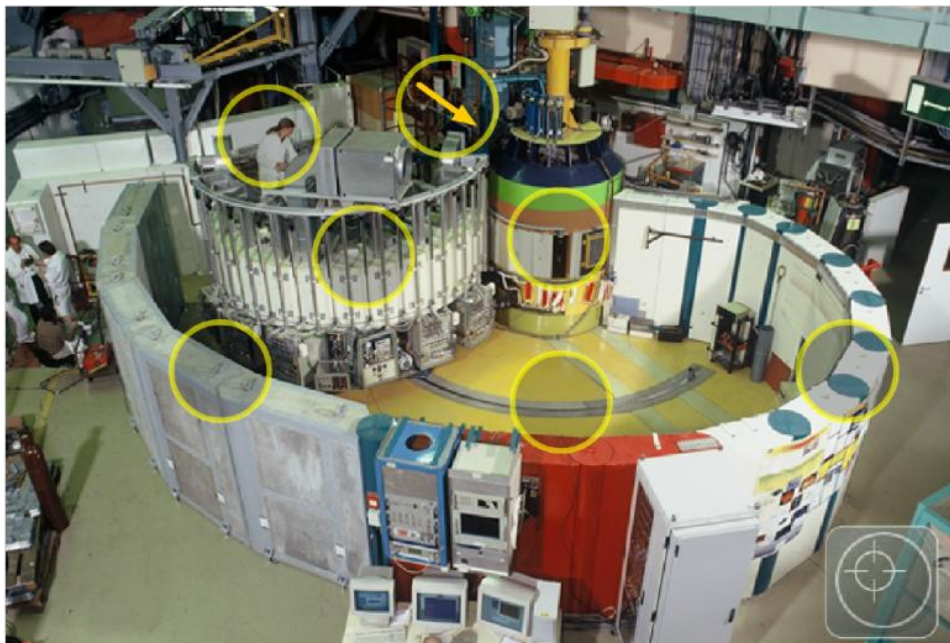
монокристалльных дифрактометрах неполяризованных и поляризованных нейтронов

Главное их преимущество перед дифрактометрами, использующими другие излучения, заключается в том, что они открывают гораздо больше возможностей при изучении тонких особенностей структуры, в частности, **с использованием поляризованных нейтронов.**

Кроме того есть ряд проблем, которые принципиально не решить с помощью порошковой нейтронной дифракции. Например, при фазовом переходе могут возникать сверхструктурные пики, интенсивность которых на порядки слабее основных брегговских. Такие пики невозможно зарегистрировать в порошковой есть ряд проблем, которые принципиально не решить с помощью порошковой нейтронной дифракции.

Чрезвычайно важным является исследование диффузного рассеяния нейтронов, из которого можно получить информацию о ближнем (локальном) порядке в расположении атомов, однако возможности порошковой дифракции здесь весьма ограничены в сравнении с дифракцией на монокристаллах.

Порошковый дифрактометр высокой светосилы D3

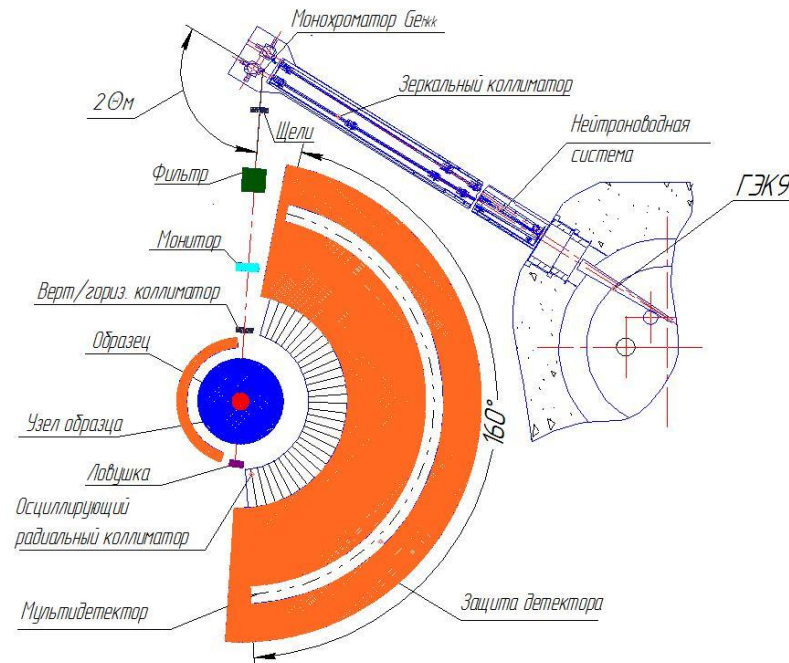


Дифрактометр D20 на реакторе ИЛЛ



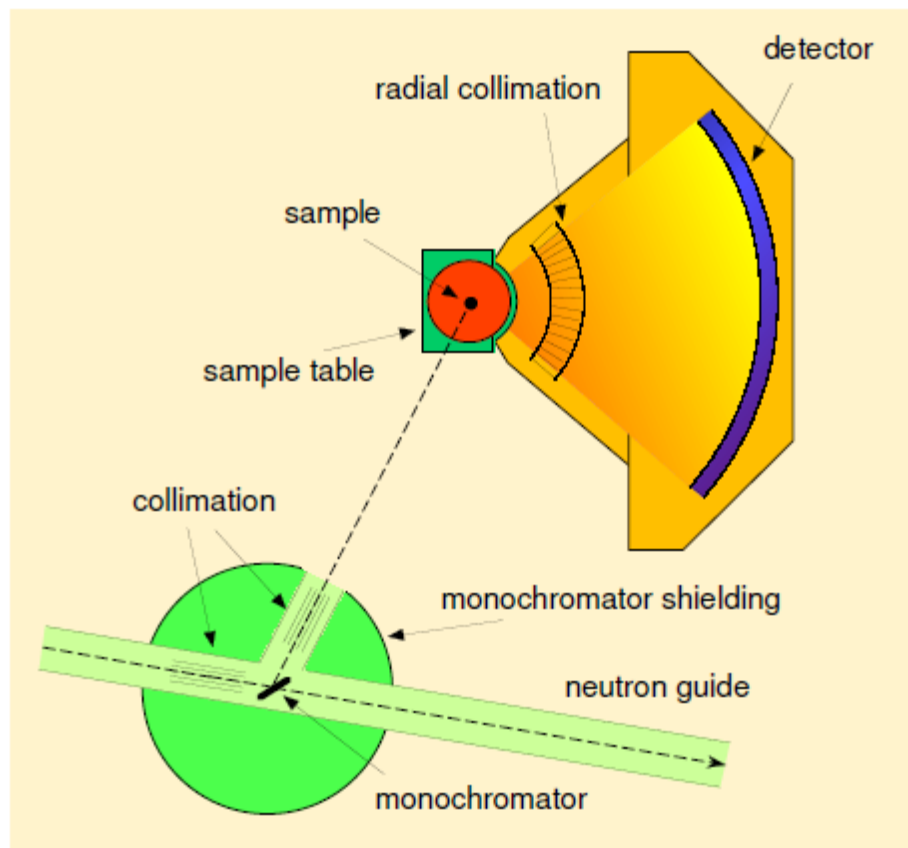
Монтаж микрострипового детектора для D20

Порошковый дифрактометр высокого разрешения D1



Аналогом такого прибора на реакторе ПИК может служить дифрактометр D2B (ILL, Франция) и/или дифрактометр SPODI (FRM-II, Munchen)

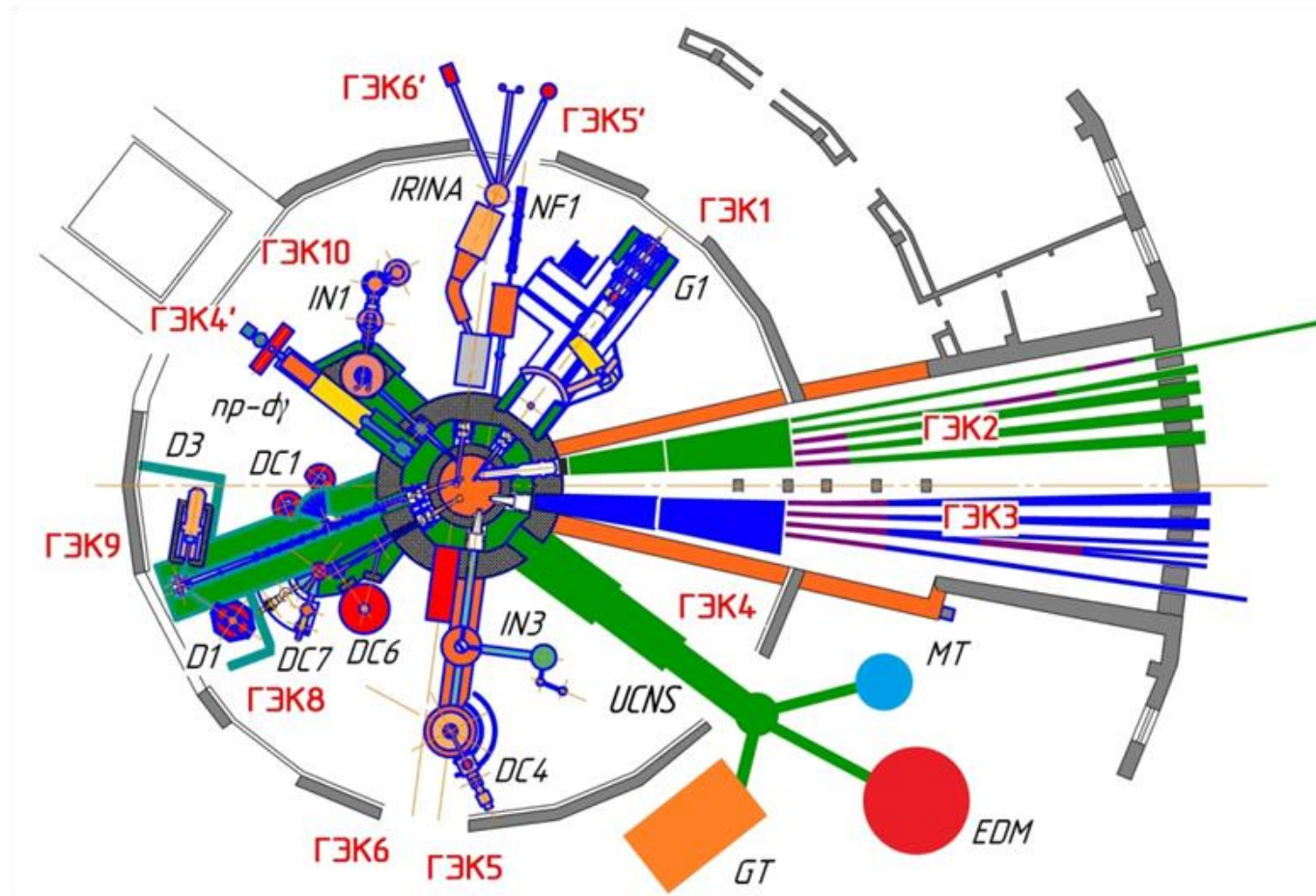
Порошковый дифрактометр холодных нейтронов



Проект DMC-2 (PSI)



Монокристалльный четырехкружный дифрактометр DC-1



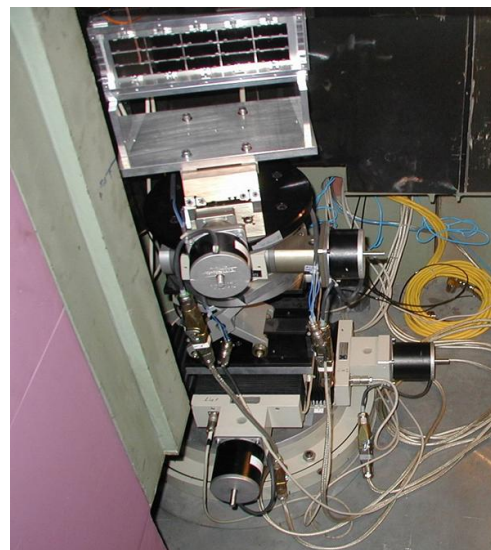
Дифрактометр поляризованных нейтронов с двухмерным детектором POLDI



Дифрактометр предназначен для исследования магнитных структур и спиновых корреляций в области критических явлений в ферро- и антиферромагнетиках. В неполяризованной моде прибор может использоваться как обычный двухосный дифрактометр для исследования кристаллической структуры, а также для ориентировки и аттестации монокристаллов.

Требуется серьезная модернизация, которая подразумевает изготовление приставки для **трехмерного анализа поляризации** и замену «точечного» детектора (счетчик на основе ^3He) на **2D ПЧД**. Предполагается оснащение POLDI ячейкой He^3 в качестве анализатора поляризации нейтронов.

Текстурный дифрактометр TEX



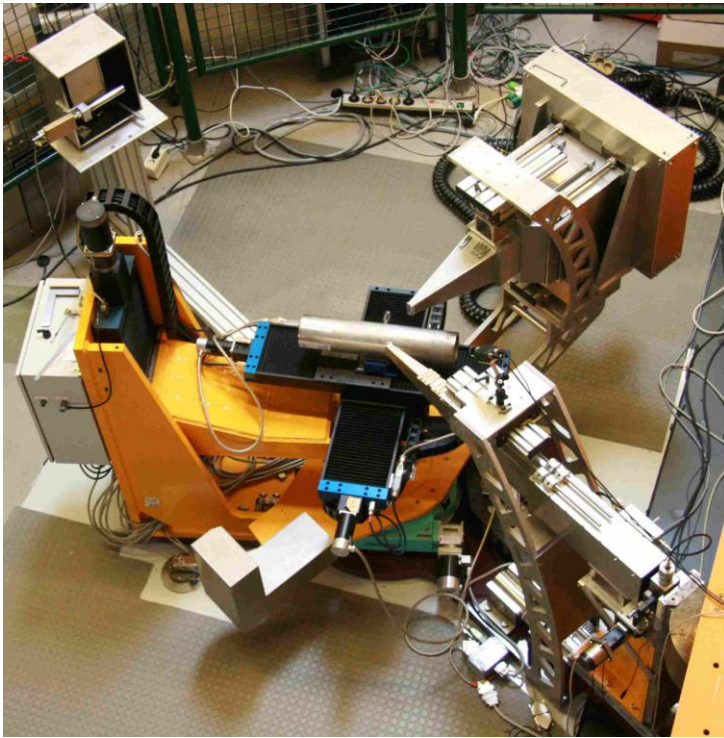
Дифрактометр TEX. Слева – узел образца, справа – узел монохроматора.

В состав дифрактометра входят:

*4х-кружный гониометр с большим кольцом,
большой позиционно-чувствительный детектор,
два фокусирующих монохроматора на двух разных позициях с углами отражения 44° и 94° для работы в разных режимах, определяемых соотношением разрешение/интенсивность.*

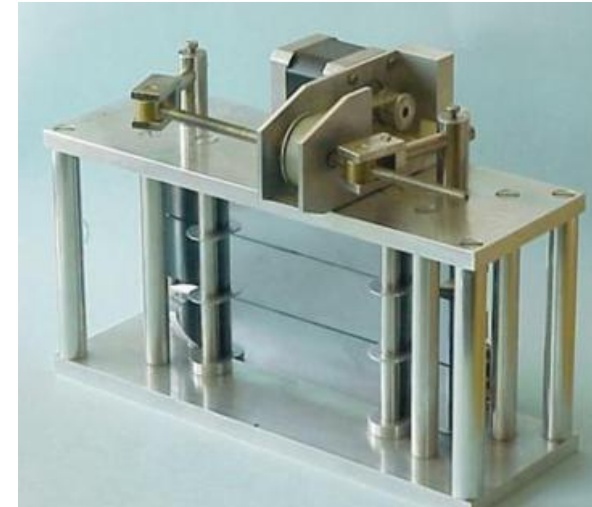
Предусматривается переменное расстояние детектор – образец и возможность подъема детекторной системы на углы до 40 градусов (режим «flat cone»).

Стресс-дифрактометр ARES



Общий вид дифрактометра ARES.

Необходимо будет модернизировать **блок монохроматора** с защитой, чтобы можно было непрерывно изменять угол монохроматора в интервале $30^{\circ} - 90^{\circ}$ и дистанционно производить смену монохроматоров. Прибор будет снабжен набором монохроматоров с двойной фокусировкой из кристаллов кремния с разными отражающими плоскостями, **двух-координатным ПЧД ($300 \times 300 \text{ мм}^2$)** с разрешением $\sim 2 \text{ мм}$ и **набором радиальных коллиматоров** с разным пространственным разрешением. Будет модернизирована система подвижных коллиматоров с кадмиевыми щелями и предусмотрена возможность сменной установки радиального коллиматора перед ПЧД.



Монохроматор с двойной фокусировкой из кремниевых кристаллов дифрактометра ARES.

Следующий этап развития дифракционных приборов

Дифрактометр для исследования длинопериодных и макромолекулярных структур

для решения некоторых биологических задач, связанных, в частности, с созданием наносистем для медицинских приложений. Одним из таких научных направлений являются структурные исследования модельных и биологических мембран, образованных молекулами липидов, обладающих способностью самоорганизовываться в различные наноструктуры.

Период повторяемости слоев составляет обычно десятки ангстрем— **холодные нейтроны**

анализ структуры макромолекулярных кристаллов. В этом случае целесообразно использовать 2D-детектор с цилиндрической геометрией, например, такой как на дифрактометре BIX-3 (JAERI, Япония)

Простота конструкции и небольшие размеры дифрактометра позволяют разместить его в зале наклонных каналов на НЭК-1 от источника холодных нейтронов.

Лауэ - дифрактометр

Нейтронно-радиографические и томографические исследования на пучке холодных нейтронов