

## Z á p i s

z 80. schůzky Rozhovorů o aktuálních otázkách ve strukturní rentgenografii pořádaných dne 8. března 1967.

- P r o g r a m :
- 1) Referát "Několik experimentálních zkušeností s neutronovou difrakcí na organických monokrystalech (K. Tichý, CSc.)
  - 2) Zpráva "Studijní pobyt v neutronovém oddělení IBJ ve Swierku" (Ing. S. Vratislav)
  - 3) Referát "Stávající možnosti vyhodnocování rentgenogramů na počítači LEO 360" (Ing. Z. Říhánek)
  - 4) Různé

Ad 1) Přednášející úvodem uvedl kriteria, podle kterých byla zvolena látka pro získání zkušeností s neutronovou difrakcí na organických monokrystalech. Popsal metodiku pěstování monokrystalů 4-nitroanilinu vhodných pro neutronovou difrakci a detailně popsal všechna měření a výpočty provedené před zahájením vlastního měření v Institutu Badań Jadrowych ve Warszawě. Na rtg. difraktometru byla provedena identifikace růstových ploch krystalu a z měření pološířky reflexe na vypěstovaných monokrystalech zářením o známé úhlové divergenci byl získán odhad velikosti mosaiky (okolo  $15'$ ) zkoumaných krystalů. Přibližný údaj o velikosti mosaiky byl použit pro orientační výpočet velikosti korekce na sekundární extinkci pro silné reflexe. Ukázalo se, že z celé zóny h0l pouze 2 nejsilnější reflexe by byly extinkcí ovlivněny při tloušťce krystalu 1 cm. Přednášející zdůraznil důležitost absorpčních korekcí pro krystaly obsahující atomy lehkého vodíku. Lineární koeficient u absorpčního faktoru pro pravou absorpci je daleko menší, než skutečný absorpční koeficient, protože k pravé absorpci se přičítá vliv nekoherentního rozptylu na jádrech lehkého vodíku. Pro krystaly 4-nitroanilinu je efektivní lineární absorpční koeficient 200 krát větší než vypočítaný pouze pro pravou absorpci.

Těžiště přednášky spočívalo v popisu experimentálních podrobností a srovnání rtg. a neutronové difrakce po technické stránce. Byl popsán způsob, jakým byla prováděna justáž krystalu

a nastavení štěrbin pro omezení pozadí. Neutronový svazek vystupující z reaktoru byl monochromatizován na reflexi 200 monokrystalu Zn, bylo použito neutronové záření o vlnové délce 0,9074 Å a stručně popsána metoda přesného určení vlnové délky z rozdílu reflexních poloh krystalu pro první a druhý řád odrazu na reflexi 204. Zjišťování integrálních reflexí bylo provedeno měření profilů reflexních křivek po 3 krocích otáčení krystalu. V každé poloze byla intenzita difraktovaného záření měřena 1 min, změření celého profilu trvalo 1/2 hodiny. Nejsilnější reflexe 204 měla ve vrcholu reflexní křivky intenzitu  $10^5$  n/min, pozadí se měnilo od 150 n/min do 100 n/min. V diskusi k tomuto referátu byly nadhozeny zejména následující otázky:

Jaká je pravděpodobnost, že při denterisaci je lehký vodík nahrazen těžkým. (Mezi 95 až 100%, bylo to ověřování NMR).

Jaký efekt bude mít neúplná denterisace při zpřesňování strukturálních parametrů metodou nejmenších čtverců. (Pravděpodobně stejný, jako mají substituenty v isomorfních krystalech. Kdyby se to mělo exaktně respektovat, musily by normální rovnice obsahovat zpřesňování obsazeného faktoru (occupancy factor např.  $K_{2-x}Na_x \dots$ ). Jestliže to nebude respektováno, mohou tím být ovlivněny teplotní faktory, zvláště jestliže denterisace bude neúplná).

Nezpůsobí dopadající svazek neutronů změny ve vzorku. (Tok monochromatizovaných neutronů je příliš nízký, aby to mohlo mít nějaký vliv).

Ad 2) Ve zprávě byly uvedeny některé poznatky a zkušenosti, získané na stáži v neutronovém oddělení IBJ ve Swierku.

V úvodní části byl v přehledu probrán výzkumný program jednotlivých skupin neutronového oddělení a uvedeny typy používaných difraktometrů. Jednotlivé skupiny neutronového oddělení se zabývají následujícími pracemi:

- a) studium struktur práškovou metodou
- b) studium kritického rozptylu neutronů
- c) studium nepružného rozptylu neutronů
- d) studium struktur metodou "time of flight"
- e) studium struktur pomocí polarisovaných neutronů
- f) vývoj nových typů difraktometrů.

Druhá část zprávy se týkala práce ve skupině, zabývající se polarizovanými neutrony. Celá tato aparatura byla instalována u reaktoru EWA ve Swierku a připravena k měření. Byl podán popis a některé parametry jednotlivých částí aparatury (difraktometr, stínění, kolimátor, měřicí a ovládací aparatura, zařízení monochromátoru). Jako monochromátoru bylo použito monokrystalu Co-Fe (200) v transmisi. Monokrystal byl vyříznut ve tvaru destičky o rozměrech 25 x 30 x 3 mm. Byla změřena intenzita a vlnová délka monochromatického svazku:

$$i_0 = 220\ 000\ \text{n/min}$$

$$\lambda = 1,041\ \text{\AA}$$

Pro kolimátor kanálový 20', kolimátor počítače 13,5' pomocí monokrystalu Ge (111) byla naměřena pološířka přístroje 9,1'. Při výběru vhodného monochromátoru bylo proměřeno několik monokrystalů Co-Fe; odrazivost nejlepších dosahovala 6% (vztaženo k monochromatickému svazku) a pološířka odrazové křivky byla kolem 20'. Orientačně byla změřena polarisace neutronového svazku a dosaženo hodnoty 95,9%.

Na ustaveném difraktometru budou prováděna tato měření:

- struktura Ni - pro ověření správné činnosti celého zařízení
- struktura Ni-Fe - struktura  $\text{Ni}_{1-x}\text{Co}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ .

V diskusi k této zprávě byl vznesen dotaz, které karbidy a jaké parametry byly měřeny a jak je uspořádáno zařízení pro "metodu time of flight".

Ad 3) S. Ing. Říhánek referoval o programech, které byly vypracovány pro počítač LEO 360 ve Výzkumném ústavu NHKG. K dispozici je program, který umožňuje provádění analys profilů difrakčních linií metodami Fourierova rozkladu. Sestavení programu umožňuje jeho další snadné úpravy podle speciálních požadavků, případně podle nových praktických zkušeností.

Referující zdůraznil, že přednesený referát se týká pouze popisu programu, ale neřeší vlastní fyzikální problematiku rozkladu difrakčních linií. Vyzval zájemce k navázání pracovních styků.

V diskusi byly zpřesněny některé podrobnosti referátu, bylo polemizováno o vhodnosti metod Fourierovy analýsy, bylo diskutováno o otázkách ukončení Fourierovy řady a adjustace křivek. V závěru byla probírána otázka šetření času při nasazení počítače v této problematice.

Ad 4) S.Ing.Rada si vyžádal **sohlas** účastníků Rozhovorů k zaslání blahopřejného telegramu s. Waňkové k narození jejího syna. Dále informoval přítomné o datu příštích Rozhovorů (11.IV.) a upozornil na prospekty rtg. zařízení některých zahraničních firem, jež přinesl k nahlédnutí.

Zapsali: K.Tichý  
S.Vratislav  
A.Línek

V Praze dne 15.března 1967