

A kisszögű röntgenszórás és a kisszögű neutronszórás összehasonlítása és alkalmazási lehetőségei

Írta: Gömbös Patrik, Füredi Máté

2018.04.06.

A röntgenszórás és a neutronszórás anyagvizsgálati módszerek, melyek segítségével egy anyagi rendszer szerkezete és egyéb fizikai paraméterei megállapíthatók. A vizsgálat során fókuszált, monokromatikus röntgen-, illetve neutron-sugárnyalábot alkalmazunk, mely a vizsgált mintán áthaladva rugalmasan szóródik. A szórt sugárnyalábot egy detektorral mérjük, a szórási képből pedig következtetni tudunk az anyag tulajdonságaira.

A röntgensugárzás a kb. 10 nm és 10 pm hullámhosszúság közötti fotonokat jelenti, melyek az UV-fotonoknál nagyobb energiával rendelkeznek. Nevét Wilhelm C. Röntgen német fizikusról kapta, aki elsőként tudott élő emberek csontjairól felvételt készíteni [1]. Max von Laue 1909-ben leírta a röntgendiffrakció jelenségét, mely az orvosi alkalmazás mellett napjainkban is a röntgensugárzás legelterjedtebb alkalmazási módja [2].

Röntgensugarakat elektronok és anyagi közegek kölcsönhatásával lehet előállítani, ennek leggyakoribb megvalósítása az ún. röntgenső. Ebben a katódból nagy sebességű elektronok lépnek ki, melyek energiája az anódba (pl. volfrám) ütközve hővé és röntgensugárzássá alakul. Kialakulása szerint megkülönböztetünk fékezési és karakterisztikus röntgensugarakat. A fékezési röntgensugár az elektron energiájának azon része, mely lassuláskor nem hővé, hanem fotonná alakul, ennek spektruma folytonos. A karakterisztikus röntgensugár a kölcsönható atomok elektronfelhőjéből származik, energiája az atomra jellemző diszkrét érték. Nagyobb intenzitású röntgensugárzást szinkrotron-sugárzás formájában lehet előállítani.

A vizsgálat során a monokromatikus sugarak a mintán áthaladva rugalmasan szóródnak. A szóródási szög szerint kétféle módszert különböztetünk. Kisszögű röntgenszórás (SAXS – Small-angle X-ray scattering) esetén a 0,1-10° közötti szórt sugarakat vizsgáljuk, míg efelett, 90°-os szórási szög értékig nagyszögű röntgenszórásról (WAXS – Wide-angle X-ray scattering) beszélünk.

Nagyszögű röntgenszórásnál elsősorban kristályos mintákat vizsgálunk (egy kristály vagy por). A kristállyal való szóródást a Bragg-törvénnyel lehet leírni:

$$2d \sin \vartheta = n\lambda$$

Az egyenletben szereplő d a kristálysíkok távolsága, n egész szám, λ a szóródó röntgensugár hullámhossza, ϑ pedig a kristálysík és a beeső röntgensugár által bezárt szög. Belátható, hogy a vizsgálati szórt sugár és a mintán szóródás nélkül áthaladó sugárnyaláb által bezárt szög 2ϑ , a szórt sugarak detektált intenzitását általában ez utóbbi függvényében adják meg.

A Bragg-törvény következményeképpen a szórt röntgensugarak diffrakciós képet hoznak létre, melyen minden intenzitásmaximum (ún. reflexió) megfelel a kristályrács egy adott síkjának. Az intenzitásmaximumok mintázatából következtetni lehet a kristályszerkezetre, valamint a kristályrácsot felépítő részecskékre.

Kisszögű röntgenszórás esetén a $2\vartheta \leq 10^\circ$ mértékben szórt röntgensugarakat vizsgáljuk, ekkor a minta és a detektor közötti távolság nagyobb, mint nagyszögű röntgenszórás esetén. Ezzel a módszerrel elsősorban kolloid rendszereket és makromolekulákat lehet vizsgálni, melyekben bármilyen halmazállapotú komponens előfordulhat. Pl. szuszpenziók esetén vizsgálható a folyadékközegben eloszlott részecskék méreteloszlása, alakja és fajlagos felülete. Porózus anyagok vizsgálata esetén információt kaphatunk a porozitásról, a pórusok méreteloszlásáról és alakjáról (ezzel a módszerrel akár zárt pórusok is meghatározhatók, amely előny pl. az adszorpciós vizsgálatokkal szemben). Ebben az esetben a diffrakciós kép jellemzően gyűrűs alakú.

A röntgenszórás melletti másik fontos anyagszerkezeti vizsgálati eljárás a neutronszórás. Ennek a módszernek az igazi fejlődését az 1970-es évektől kezdődően, a nagy teljesítményű kutatóreaktorok, majd később a spallációs források építése hozta meg. A neutronszórás ma már mind az alapkutatás, mind a szerteágazó alkalmazott kutatási területek igen hatékony eszköze. Így az eredetileg csak a fizika eszközeként használt neutronszórás jelen van, mint anyagkutatói módszer a tudomány számos területén.

A kisszögű neutronszórás (SANS – Small-angle neutron scattering) módszere az 5° foknál kisebb szögekben szórt neutronokat használja fel, a minta szerkezetétől függő szórás matematikai kiértékelése segítségével. A vizsgálat során neutronnyaláb érkezik a vizsgálandó mintára, ami lehet többek között vizes oldat, szilárd por vagy egykristály. A neutronsugárzás és az anyag kölcsönhatása többféle elektromágneses kölcsönhatás (a neutron mágneses dipólusmomentuma miatt) révén is létrejöhet. A szórást eredményező elektromágneses kölcsönhatás válfajai [3]:

- Az atom elektronfelhőjének elektromágneses tere és a neutron között;
- Az atommag mágneses momentuma és a neutron mágneses momentuma között;
- A mag elektromos erőtere és a neutron mágneses momentuma között;

A szórt neutronok intenzitása függ a szórési szögtől (az elhajlás szögétől). A neutron a hullámhosszához képest minél nagyobb részecskén szóródik, annál kisebb szögben látunk nagy intenzitású szórást. A detektor mozgatásával befogható szögtartomány néhány tized foktól néhányszor tíz fokig tart, ilyen feltételek mellett a vizsgálható részecskék mérettartománya körülbelül

50 Å - 5000 Å (5 - 500 nm). Ez a mérettartomány meghaladja az atomi méretet, az előre szóródó neutron ennek okán az atomi szerkezettől függetlenül szóródik, a szórásképet csak a szóró részecske mérete, illetve alakja határozza meg. A kis szögű neutronszórással vizsgált 5 - 500 nm tartomány nagy hullámhosszú, kis energiájú neutronokat igényel, amelyek roncsolásmentesen haladnak át az anyagon; anyag minőségétől függően kis mértékben elnyelődnek és szóródnak, ami szintén nem befolyásolja a mintát, így olyan esetekben is alkalmazható, amikor kiemelten fontos a minta roncsolásmentes vizsgálata [4].

Kisszögű neutronszórás ott következik be, ahol a mintában a neutron szempontjából különböző fázisok vannak jelen. Itt a „fázison” egy adott térrészre koncentrált azonos neutronszóráshossz-sűrűséget lehet érteni. A szóráshossz nem egyenletesen növekszik az atommag méretével, mint például az elektronokkal kölcsönható röntgenszórás esetében, hanem szélsőségesen atommag függő, hiszen a neutron jellemzően az atom magjával hat kölcsön. Ennek megfelelően egyazon elem izotópjai – tehát méretben hasonló atommagok is – egymástól nagyon különböző szóráshosszakkal rendelkezhetnek. A szórási hossz független a szórési szögtől. A lenti táblázat néhány elem szóráshosszát mutatja be [5].

H	D	C	N	O	P	S
-0.3742	0.6671	0.6651	0.940	0.5804	0.517	0.2847

1. táblázat: Néhány elem (neutron) szóráshossza relatív skálán mérve [5]

A szóráshosszakat a táblázat relatív skálán mutatja be. Látható, hogy a hidrogén és a deutérium szóráshossza jelentősen különbözik. Ez ad lehetőséget az úgynevezett kontrasztvariációra,

amely, hidrogéntartalmú (vagy vizes közegű) minták esetén gyakran alkalmazott eszköz a neutronszórással történő szerkezetkutatásban. A táblázat adatainak tanulsága továbbá, hogy a hidrogén azon kevés elemek közé tartozik, melyeknek negatív szórása van.

A vizsgálandó minta tehát a neutron szempontjából nem lehet homogén; legalább két fázist, az úgynevezett mátrixot és a szóró objektumot kell tartalmaznia. Ekkor a szóró objektum alakjáról, méretéről, orientációjáról, mágneses tulajdonságairól, méreteloszlásáról, az esetleges másodlagos elrendeződéseiről stb. nyerhető információ a kisszögű neutronszórás módszerével.

A neutron és anyag kölcsönhatásának legfőbb tulajdonságai a nagy áthatoló képesség és a roncsolásmentesség, amelyek miatt a neutronszórás előnyöket élvez más módszerekkel szemben. A hidrogén és deutérium magjának neutronnal szembeni egymástól nagyon különböző viselkedése vizes közegben létező anyagok széles skálájának vizsgálatát teszi lehetővé. Biológiai rendszerek esetében a hidrogénatomok deutériumra cserélése a mintára kis hatással van, de neutronszórása jelentősen megváltozik. A kis szögben szóródott neutronok a minta szerkezetét nem egy kiválasztott és megfelelően elkészített felületen „látják”, ahogy például a különböző elektron-mikroszkópiás módszerek, hanem a minta egész térfogatából jövő, átlagolt információt közvetítenek. E vizsgálati módszer ezért fontos kiegészítője a mikroszkópiás szerkezetvizsgálati eljárásoknak.

Kisszögű neutronszórás módszerével gyakran vizsgált rendszerek például a micellák, illetve a mikroemulziók [6] [7]. Vizes közegű rendszerek révén a fent ismertetett kontrasztvariáció hatékonyan alkalmazható az ilyen anyagok vizsgálatához. Más vizes közegű, kolloid mérettartományú rendszerek vizsgálatára is alkalmas eljárás a kisszögű neutronszórás, ilyenek például különböző kopolimerek vizes oldatai [8].

Összefoglalásként elmondható, hogy a kisszögű röntgen-, illetve neutronszórás roncsolásmentes anyagvizsgálati módszerek, melyekkel főként kolloidális (nanométer és mikrométer közötti) mérettartományba eső anyagok vizsgálhatók. A két módszer közötti legnagyobb elméleti különbség, hogy a neutronszórás esetén a szóró objektum elsősorban az atommag, míg röntgenszórás esetén az elektronfelhő. Neutronszórással elsősorban alak, méret, illetve méreteloszlás meghatározás végezhető, röntgenszórással pedig kristályszerkezeti információk nyerhetők.

Források:

- [1] *Otto Glasser, Wilhelm Conrad Röntgen and the Early History of the Roentgen Rays, Norman Publishing (1993)*
- [2] *André Authier, Early Days of X-ray Crystallography, OUP Oxford (2013)*
- [3] *Makai Mihály, Bevezetés a transzportelméletbe (2014)*
- [4] *Len Adél, Füzi János, Darnay Livia, Harmat Péter, Koncz Kálmánné, Rosta László, Nanoszerkezet-vizsgálat kisszögű neutronszórással, Fizikai szemle (2014/1)*
- [5] *SJ Perkins, Structural studies of proteins by high-flux X-ray and neutron solution scattering, Biochemical Journal, 254 (2): 313–27, (1988)*
- [6] *S. H. Chen, Small Angle Neutron Scattering Studies of the Structure and Interaction in Micellar and Microemulsion Systems, Annual Review of Physical Chemistry, 37: 351-399 (1986)*
- [7] *Julian Eastoe, Beatrice M. H. Cazelles, David C. Steytler, Justin D. Holmes, Alan R. Pitt, Trevor J. Wear, Richard K. Heenan, Water-in-CO₂ Microemulsions Studied by Small-Angle Neutron Scattering, Langmuir 13 (26), 6980-6984 (1997)*
- [8] *Kell Mortensen, Structural studies of aqueous solutions of PEO - PPO - PEO triblock copolymers, their micellar aggregates and mesophases; a small-angle neutron scattering study, Journal of Physics: Condensed Matter (1996)*