

**Programme JOUR 2 :**

**8h00 – 8h15            SOLEIL**  
**8h20 – 8h35            ESRF**  
**8h40 – 8h55            Neutrons**  
**...**

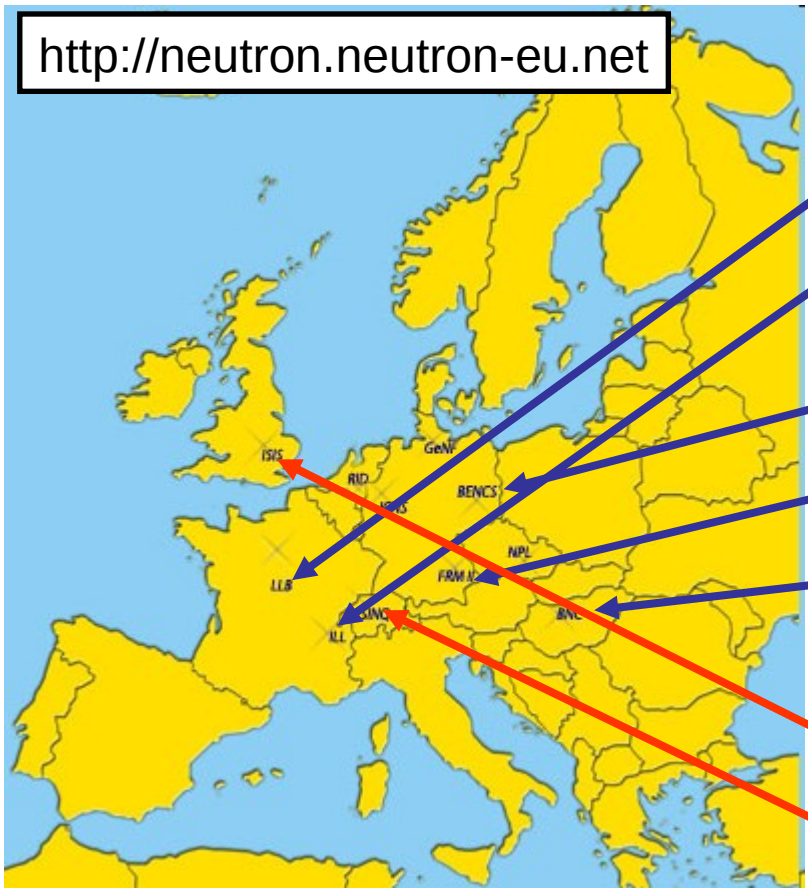
# **NEUTRONS**

**Pourquoi utiliser des neutrons ~~plutôt que~~ en complément des Rayons X ?**

***F. Porcher, Laboratoire Léon Brillouin, CEA/Saclay***

# SOURCES DE NEUTRONS : L'OFFRE

<http://neutron.neutron-eu.net>



## EUROPE (P > 10MW)

|  |              |             |                    |
|--|--------------|-------------|--------------------|
|  | <b>LLB</b>   | <b>14MW</b> | <b>24 spectro.</b> |
|  | <b>ILL</b>   | <b>58MW</b> | <b>45 spectro.</b> |
|  | <b>BENSC</b> | <b>10MW</b> | <b>19 spectro.</b> |
|  | <b>FRMII</b> | <b>20MW</b> | <b>25 spectro.</b> |
|  | <b>BNC</b>   | <b>10MW</b> | <b>13 spectro.</b> |

|  |             |                   |                    |
|--|-------------|-------------------|--------------------|
|  | <b>ISIS</b> | <b>Spallation</b> | <b>37 spectro.</b> |
|  | <b>SINQ</b> | <b>Spallation</b> | <b>19 spectro.</b> |

+ Russie, E-U, Japon, Australie,...

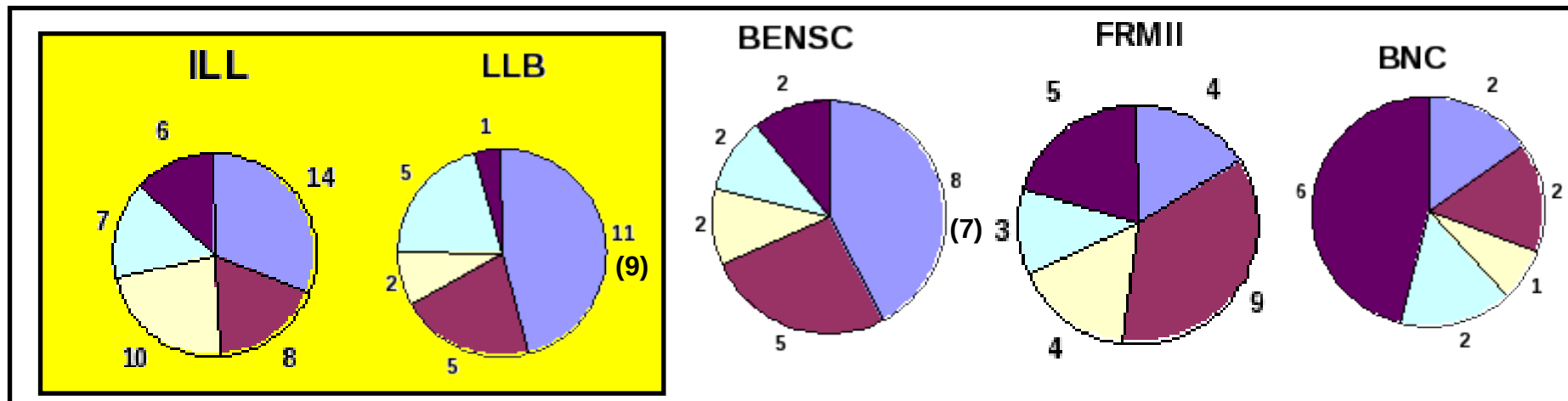
**SYNCHROTRONS ASSOCIES : SOLEIL, ESRF, BESSY, \_\_, \_\_ , DIAMOND, SLS**

**Projet « European Spallation Source » (~2020-2025) : Lund (Suède)  
+ Synchrotron...**

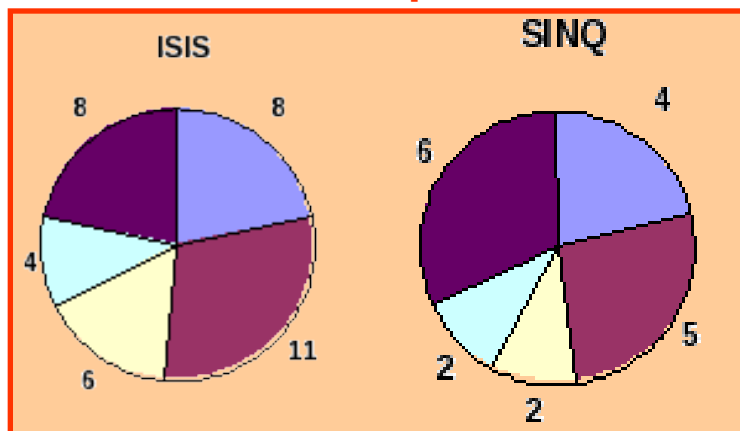


# SPECTROMETRES DISPONIBLES, PAR FAMILLES (approximatif)

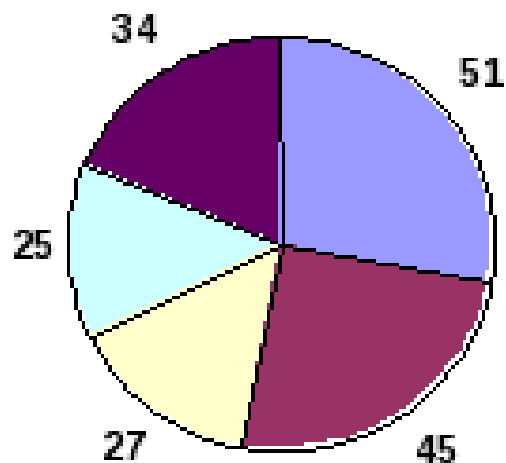
## Réacteurs à flux continu



## Sources de Spallation



## TOTAL



**1/3 : Diffraction**

- Diffraction/Matériaux
- SANS/Reflect.
- TOF/NSE/BS
- 3-axes
- Autres

# ZOOM SUR LA DIFFRACTION

NEUTRONS

CHAUDS

THERMIQUES

FROIDS

LAUE

|                    | ILL<br>(45)                                     | LLB<br>(24)                         | FRMII<br>(25) | BENSC<br>(19)        | BNC<br>(13) | ISIS<br>(37)                     | SINQ<br>(22) |
|--------------------|---|-------------------------------------|---------------|----------------------|-------------|----------------------------------|--------------|
| <b>Monocristal</b> | D3<br>D9<br>D10<br>D15<br>D19<br>D23<br>VIVALDI | 5C1<br>5C2<br>(3T1)<br>6T2<br>(G56) | HEIDI<br>RESI | E2<br>E4<br>E5<br>E6 | PSD*        | SXD<br>ROTAX                     | TRICS        |
| <b>Poudre</b>      | D1A<br>D1B<br>D2B<br>D20                        | 3T2<br>G41<br>G42<br>G61            | SPODI         | E9<br>(V15)          |             | HRPD<br>POLARIS<br>WISH<br>PEARL | HRPT<br>DMC  |
| <b>Matériaux</b>   | SALSA   | 6T1<br>G52                          | STRESS-SPEC   | E3<br>E7             | MTEST       | GEM<br>ENGIN-X                   | POLDI        |

Diffraction à neutrons chauds ou thermiques  $\lambda < 1.54$  ? ?

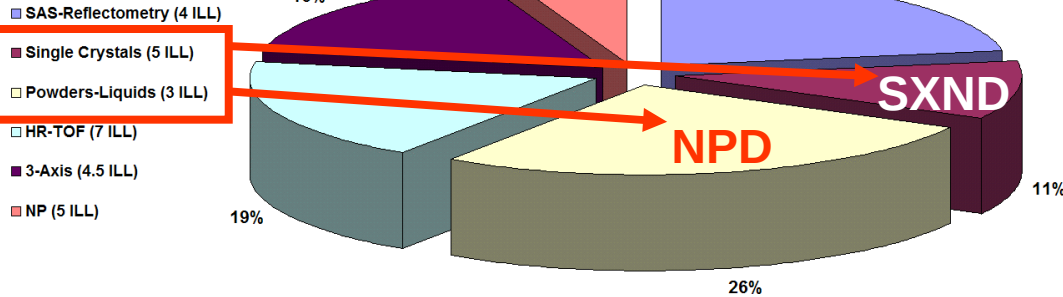
PSD\* :  $\phi = 10^5 \text{ n.cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$

Trouver son spectro. pour une application donnée : **The Neutron Pathfinder**  
 → <http://pathfinder.neutron-eu.net/idb>

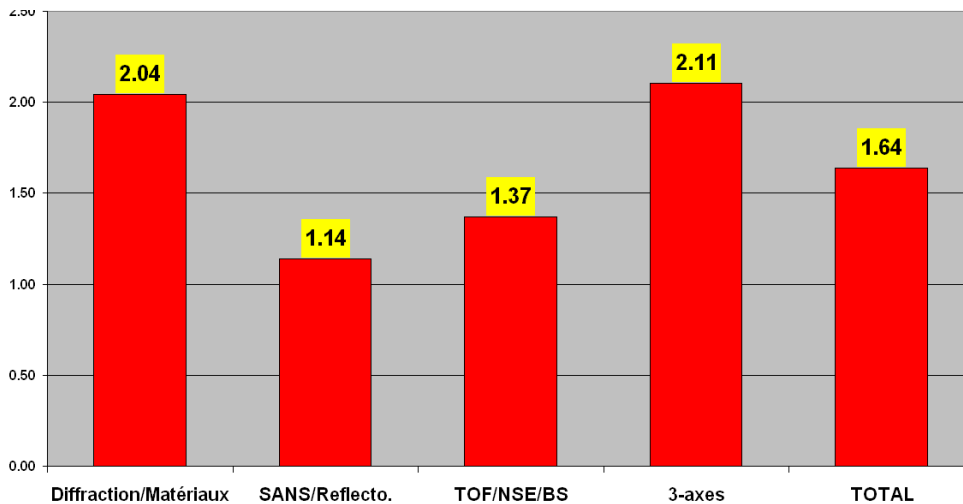
# DEMANDE DE TEMPS DE FAISCEAU

1) **Comités de sélection (2 sessions par an)** Dates variables // installation

## ILL 2004 proposals



**ILL (2009a) :**  
 Surcharge (j) : 1,81 (TOTAL)  
 1,60 (France)



**LLB (2009a) :**  
 Surcharge (j) : 1,64 (TOTAL)  
 2,04 (Diff+Mat)

- |    |                                       |                             |
|----|---------------------------------------|-----------------------------|
| 2) | <b>Procédure d'accès rapide</b>       | Tests, Environnement simple |
| 3) | <b>Accès facturé (Industriel)</b>     |                             |
| 4) | <b>Demande directe à la Direction</b> | Exceptionnel                |

# PRISE EN CHARGE

**Pas de problème de facturation...**

## PRISE EN CHARGE (Labos. Français) :

ILL, LLB :

Guest-house + Transport

FRMII, BENSC, SINQ, ISIS, BNC :

→ FP7/NMI 3 (10% temps)

**Manips. simples NPD (SXND) :**

→ Envoi possible de l'échantillon + conditions de mesures



## SURETE - RADIOPROTECTION

REACTEUR : Installation Nucléaire de Base

ILL : INB 67, LLB : INB 101

→ Régime d'accès restreint

### PROCEDURE D'ACCES :

Délai minimum pour la demande d'accès (LLB)

Français, Européen : 15 jours HNO

Autres : 25 jours ~~HNO.~~

Certificat Médical SST : Autorisation de Travail sous Rayonnement Ionisant)

+ Classification radiologique (A, B, NE) → Suivi dosimétrique

### RADIOPROTECTION :

\* Contamination : EPI, Contrôle en sortie de zone

\* Dosimétrie active (Dosicard : sauf n (!), X)

\* Dosimétrie passive ( Film, TLD, OSL, RPL) : n,  $\gamma$ , X, ...)

Exposition moyenne : < 5 $\mu$ Sv /j (Exposition naturelle ~5 $\mu$ Sv/j )



# ATOUTS ET APPLICATIONS CLASSIQUES DES NEUTRONS (0)

## INCONVENIENTS :

Faible Flux, Faible section efficace de diff. élastique

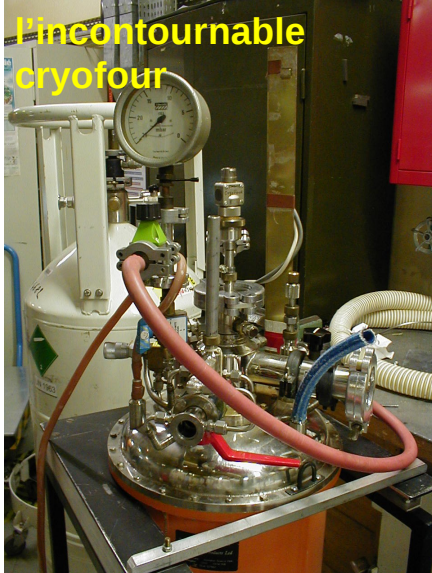
→ Echantillons poudre : g **monoX : > qq 0.1mm<sup>3</sup>**

→ **Limitant**, Mesures longues...

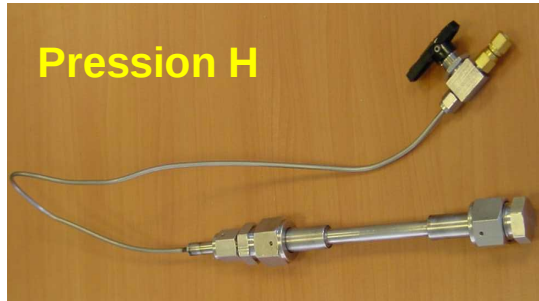
## ATOUT « ZERO » :

Peu d'absorption

→ Environnements complexes, Matériaux massifs



- \* Champ Elect.
- \* Electrolyte
- \* ...



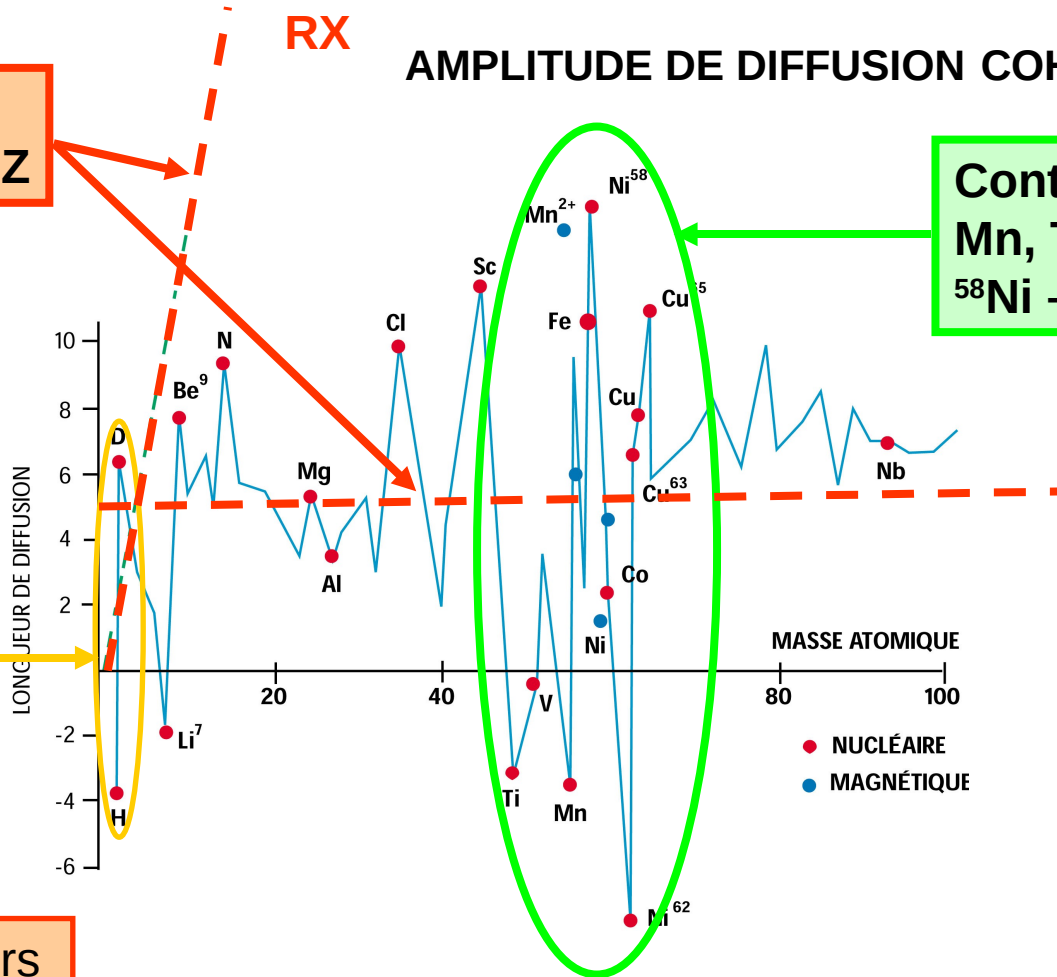


# ATOUPS ET APPLICATIONS CLASSIQUES DES NEUTRONS (1)

## AMPLITUDE DE DIFFUSION COHERENTE

Contraste modéré en Z

Contraste métaux 3d  
 $Mn, Ti, {}^{62}Ni < 0$   
 ${}^{58}Ni - {}^{62}Ni > 0$



Visibilité H ou D  
 Diff. incohérente

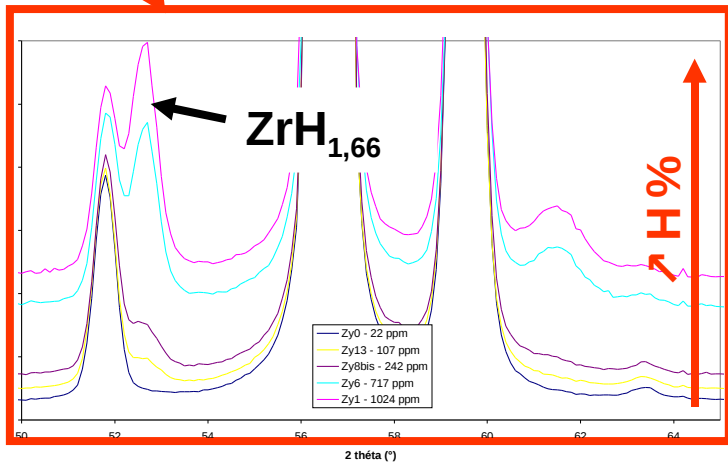
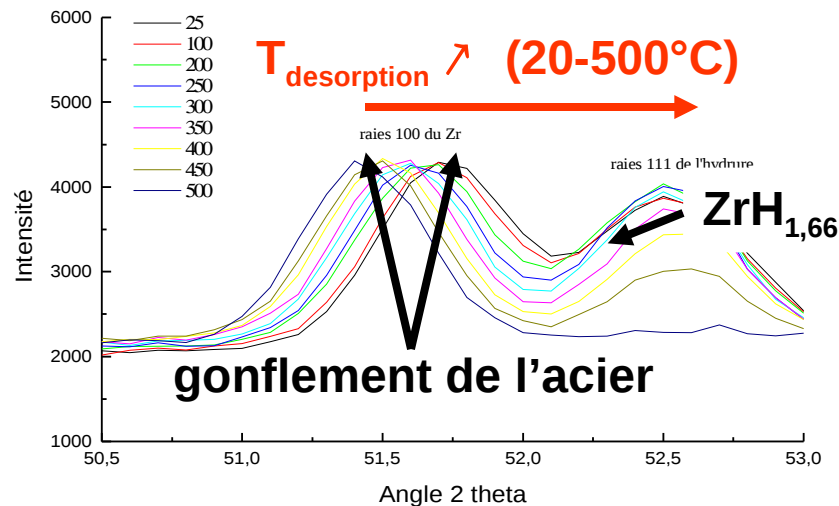
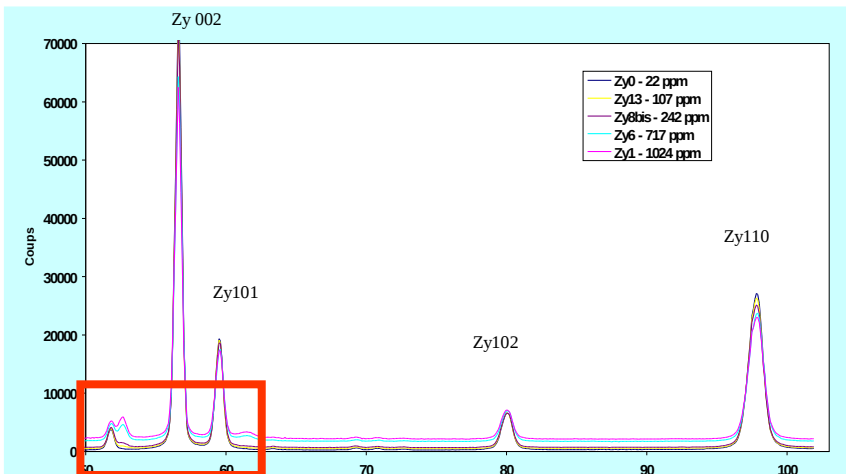
→ Supraconducteurs

→ Matériaux pour le stockage de l'hydrogène (intermétalliques)

→ Matériaux magnétiques (Champ H), « Multiferroïques »

→ Aciers

# Etude en température du Zircaloy4 hydruré



## Diffusion incohérente (H)

$F_m$  : bruit de fond

$$F_m = \alpha \left( \sum_x n_x \sigma_{ix} + A_m \right)$$

$\alpha$  : coef. indép. échantillon  $\rightarrow$  std V

$n_x$  : nb atomes x (x= H ou V)

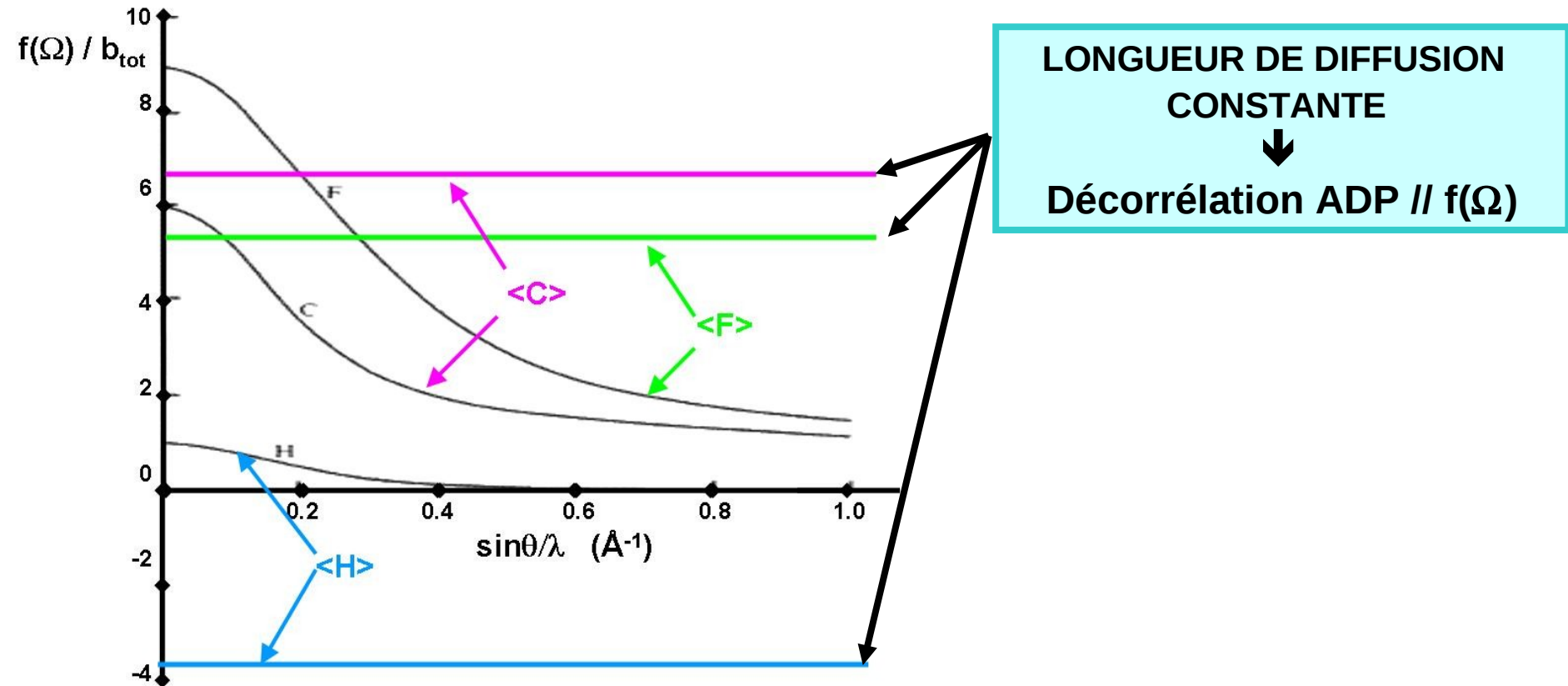
$\sigma_{ix}$  : section efficace incohérente H/V

$A_m$  : Correction (défauts microscopiques, ...).

## Une seule expérience :

- teneur globale en H (phase hydrure, taux dissout dans la phase de lave)
- influence de H sur le gonflement du Zircaloy
- caractérisation cristallographique de  $Zr(Fe,Zr)_2$  et de  $ZrH_{1,66}$

# ATOUPS ET APPLICATIONS CLASSIQUES DES NEUTRONS (2)



- ➔ Conducteurs ioniques, protoniques (SOFC) : ADP, Lacunes
- ➔ Modélisation de la densité de charge (X-n)

## L'atout intrinsèque des neutrons : la sensibilité au magnétisme

$$a(\vec{Q}) = b_0 + \frac{1}{2} b_n \vec{I} \cdot \vec{\sigma} + p f(Q) \vec{m}_\perp \cdot \vec{\sigma} \quad \text{avec}$$

$\downarrow$   $10^{-12}$  cm  $\downarrow$   $\sim 0$  sauf H  $\downarrow$  qq  $10^{-13}$  cm

$F_N$   $F_M (L, S)$

**Intensité diffractée :**

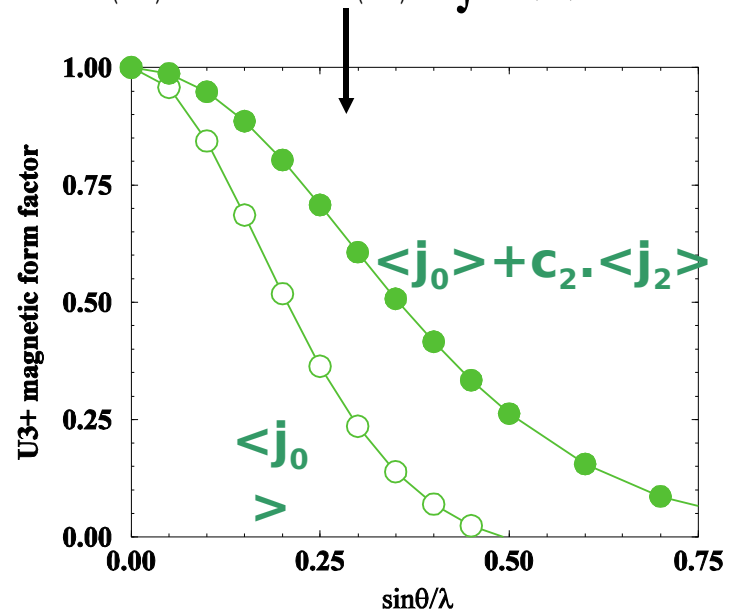
**Non Polarisé :**  $I = F_N^2 + F_M^2$

**Polarisé :**  $I_\pm = (F_N \pm F_M)^2$

$$R = \frac{I_+}{I_-} = \left( \frac{F_N + F_M}{F_N - F_M} \right)^2 \approx 1 + 4 \frac{F_M}{F_N}$$

- ➔ Structure magnétique (NP)
- ➔ Modélisation de la densité de spin (P)

$$M(Q) = m f(Q) = \int M(r) e^{iQ \cdot r} d^3r$$

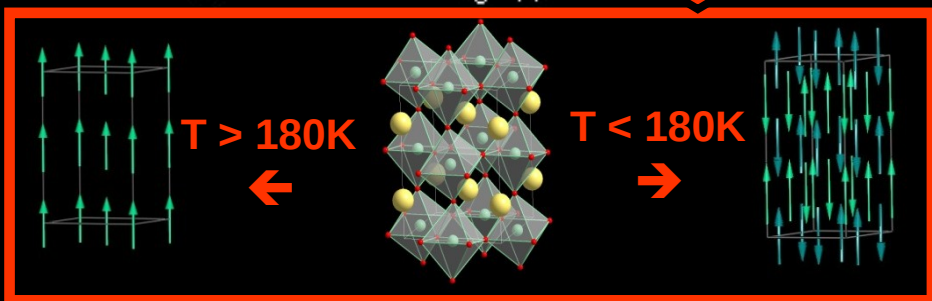
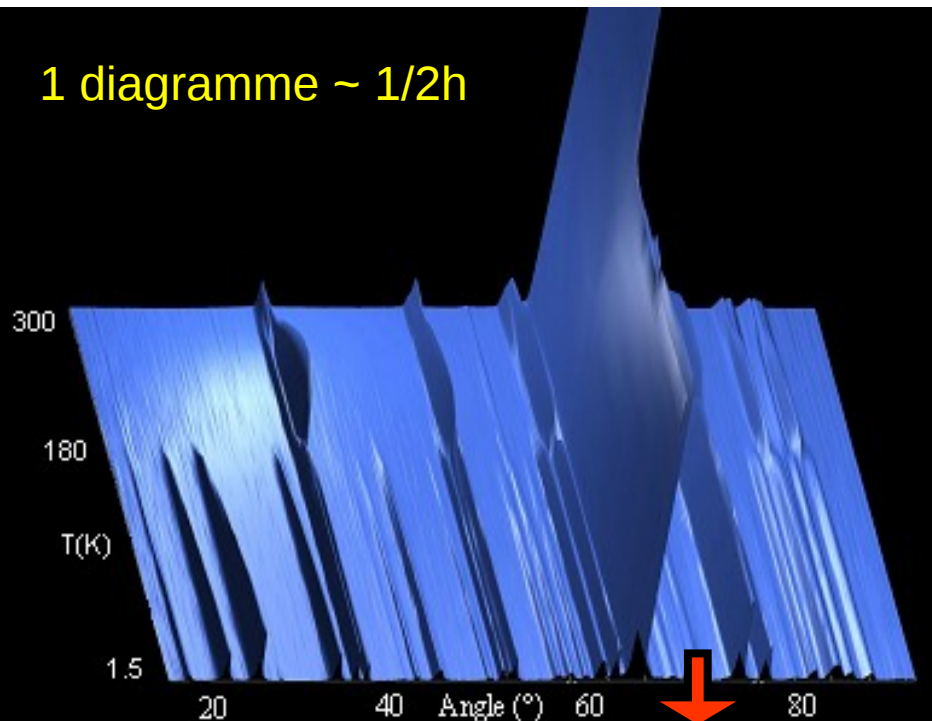


électrons non appariés  
 ➔ densité de spin = moments mag.  
 MEM ou harmoniques sphériques

# STRUCTURES MAGNETIQUES

NPD, Non polarisé → Rapide, standard : Suivi de transitions de phases magnétiques

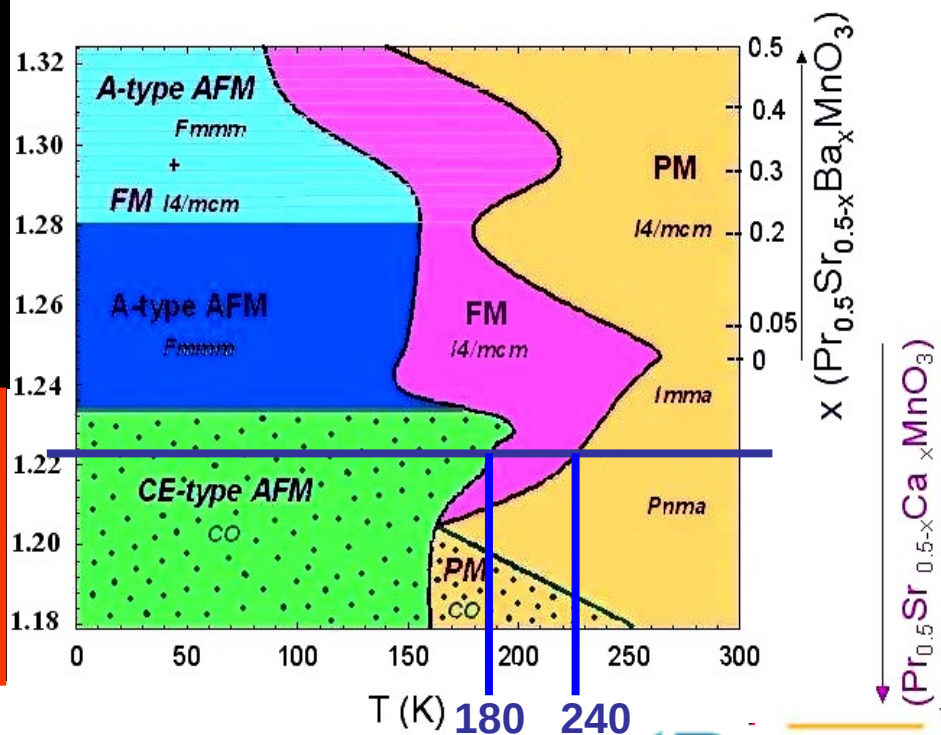
1 diagramme ~ 1/2h



Structures cristallines & magnétiques



Aimantation, résistivité, magnétorésistance



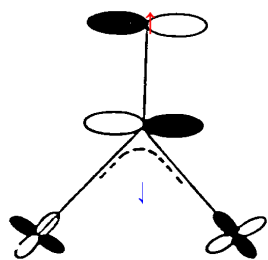
Exemple : CRISMAT, Caen

# Densité de spin

SXD, Polarisé : Détail des chemins d'interaction dans les composés magnétiques

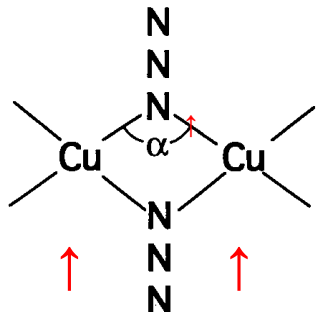
→ Mécanisme de couplage ferro dans un composé  $\text{Cu}_2$  à double pont azide  $\text{N}_3^-$

## 1) Polarisation de spin



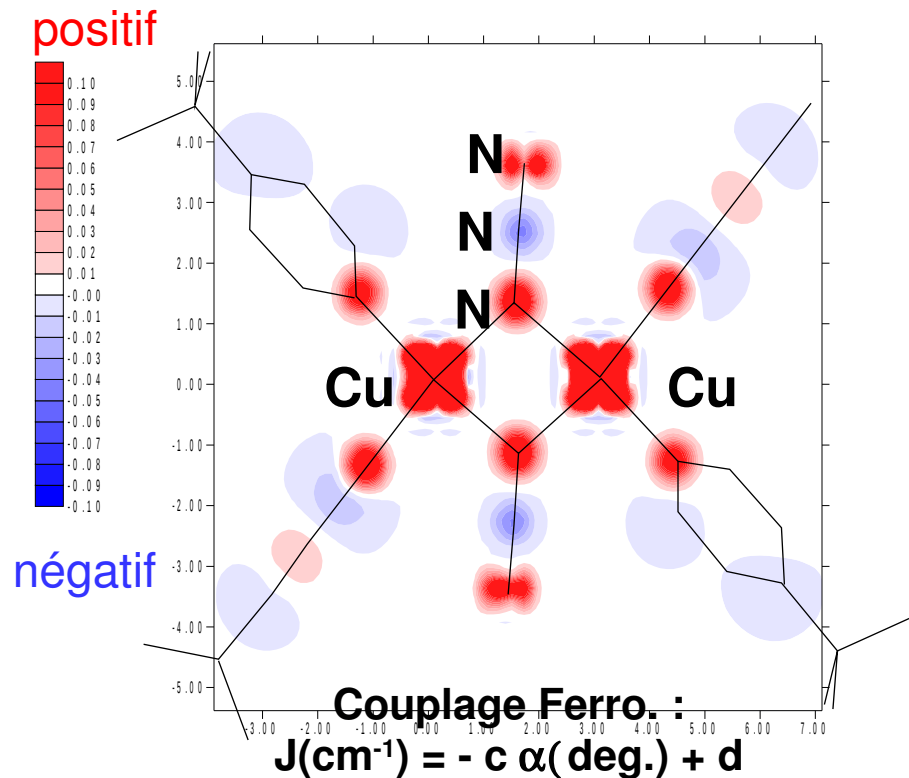
Densité de spin  
**negative**  
sur l'azote pontant

## 2) Délocalisation de spin



Densité de spin  
**positive**  
sur l'azote pontant

D3 (ILL) T = 2.5K, H = 4,6T  $N_{\text{obs}} = 162$



$\alpha \sim 90^\circ$  : Recouvrement des orbitales

## DEMANDES SUR LES DIFFRACTOMETRES « STRUCTURE » (Hors «Matériaux »)

|  |    |
|--|----|
| 1) Environnement Complexe, Absorption                        | 6  |
| 2) Localisation H (Li, B)                                    | 10 |
| 3) Contraste absolu  | 7  |
| 4) Contraste métaux  | 7  |
| 5) ADP   | 1  |
| 6) X-n   | 1  |
| 7) Structures magnétiques (détermination, <u>évolution</u> ) | 40 |
| 8) Densité de spin   | 8  |
| 9) Autres (texture, ...)                                     | 9  |

→ Multiferroïques, GMR, Piles à Combustible !



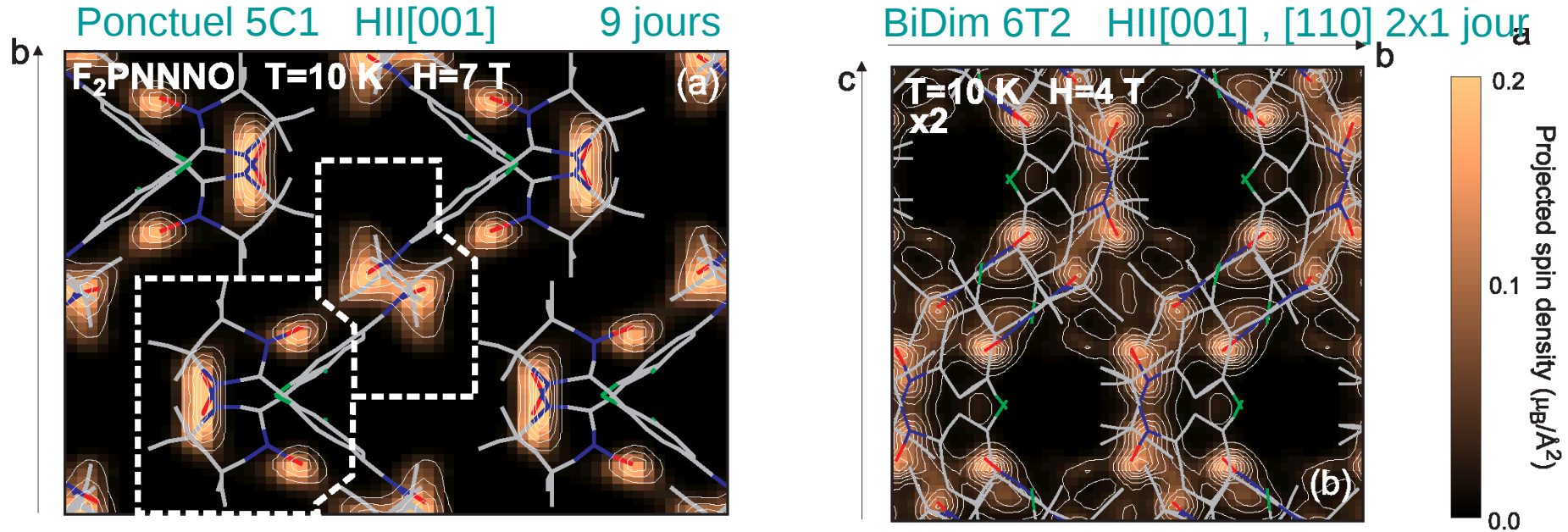
# EVOLUTION

**Source :** Spallation/Réacteur

**Détecteur :** Généralisation des Bidim.  $\text{He}^3$  à détection de position  
→ Pb approvisionnement  $\text{He}^3$  !  
→ Evolution des prog. de traitement des données (cf. RX !)

**Optique :** Benders, Guides elliptiques, Supermirroirs

Densité de spin : Ponctuel vs BiDim

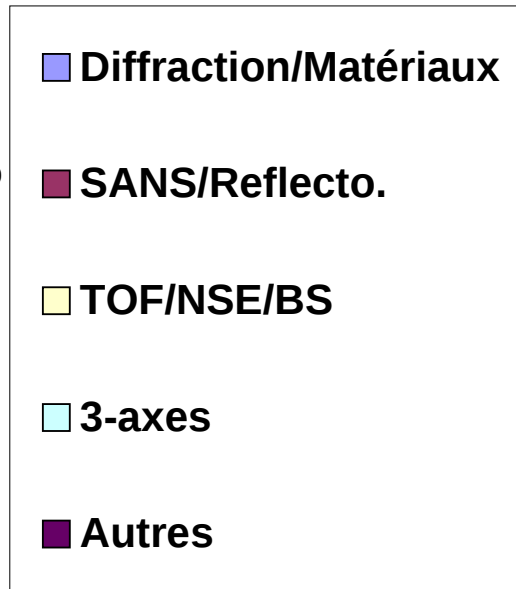
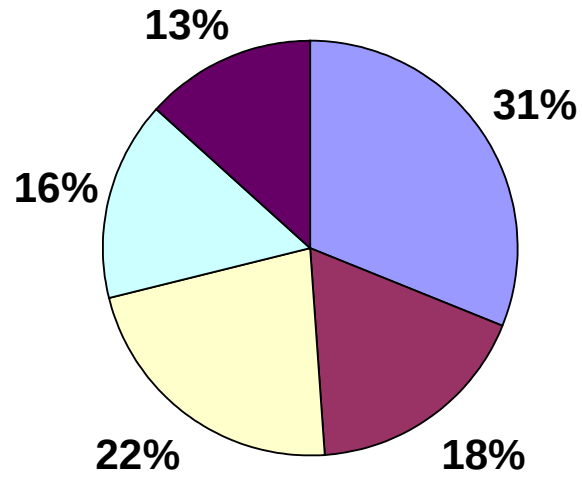


# MERCI POUR VOTRE ATTENTION !



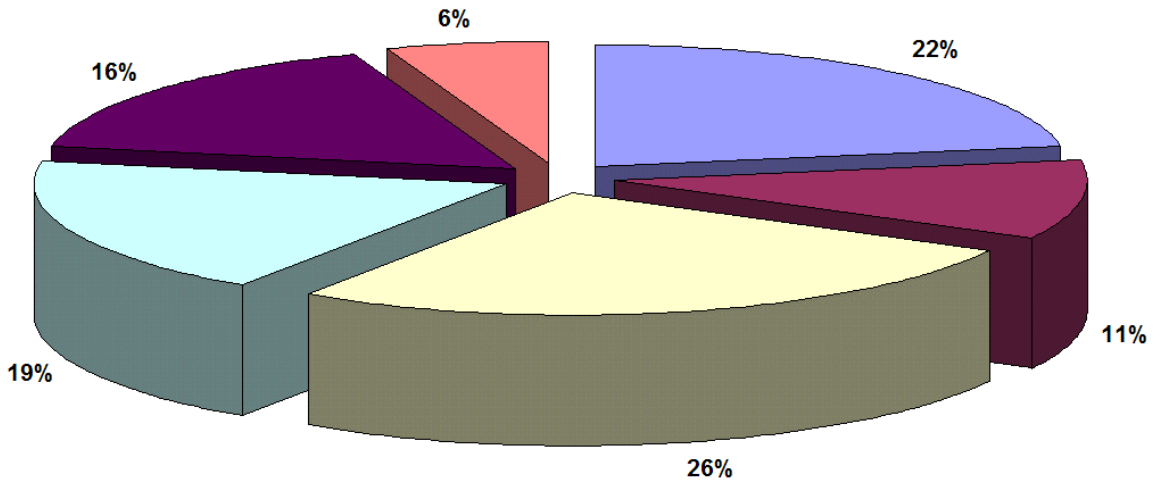
Merci à nos Utilisateurs et à G. André, A. Goukassov, B. Gillon, A. Bataille pour les exemples !!!

# ILL

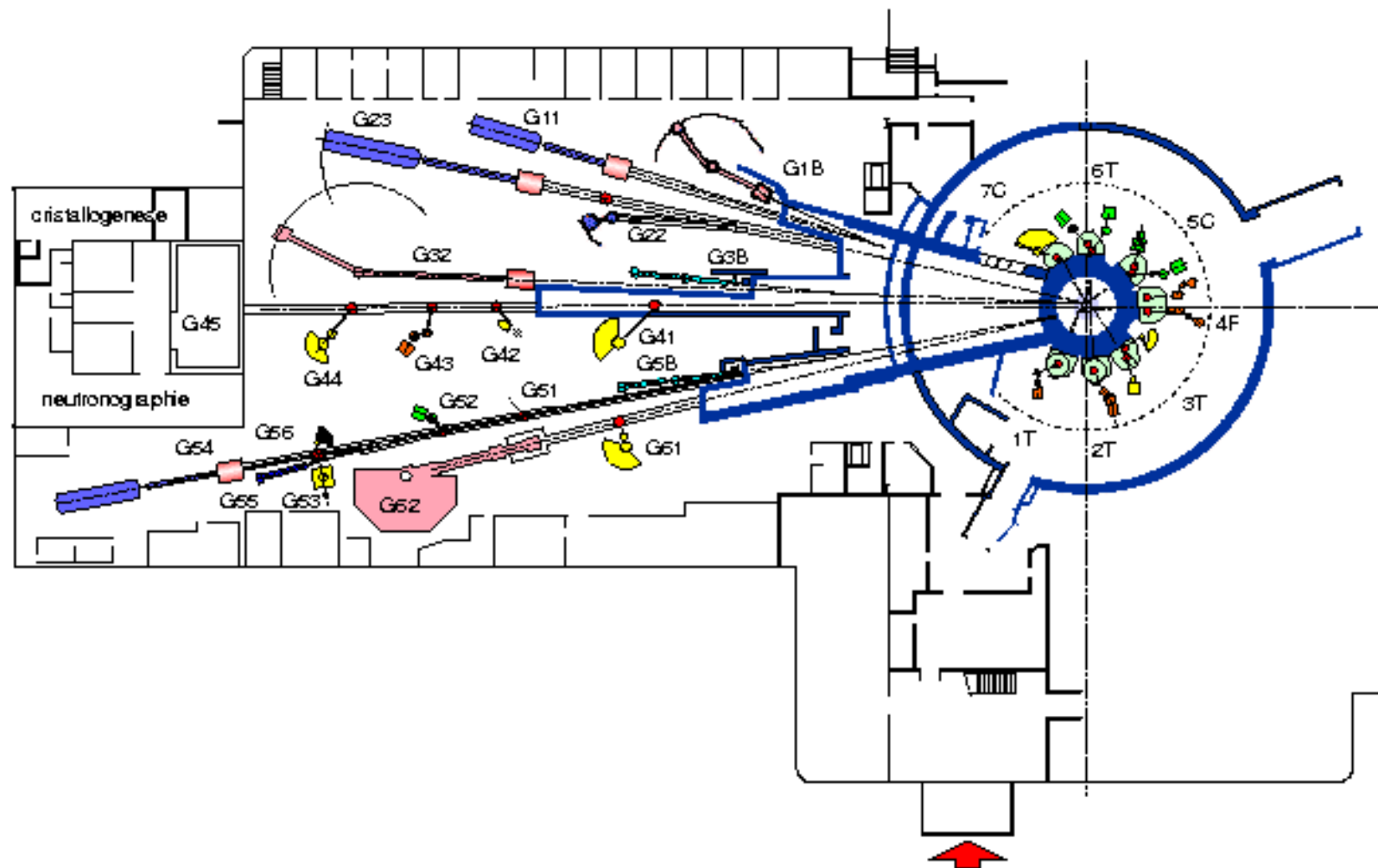


|        | spect | disp |      |
|--------|-------|------|------|
| Diff   | 31    | 37   | 1.19 |
| SANS   | 18    | 22   | 1.22 |
| TOF    | 22    | 19   | 0.87 |
| 3Axes  | 16    | 16   | 1.00 |
| Autres | 13    | 6    | 0.46 |

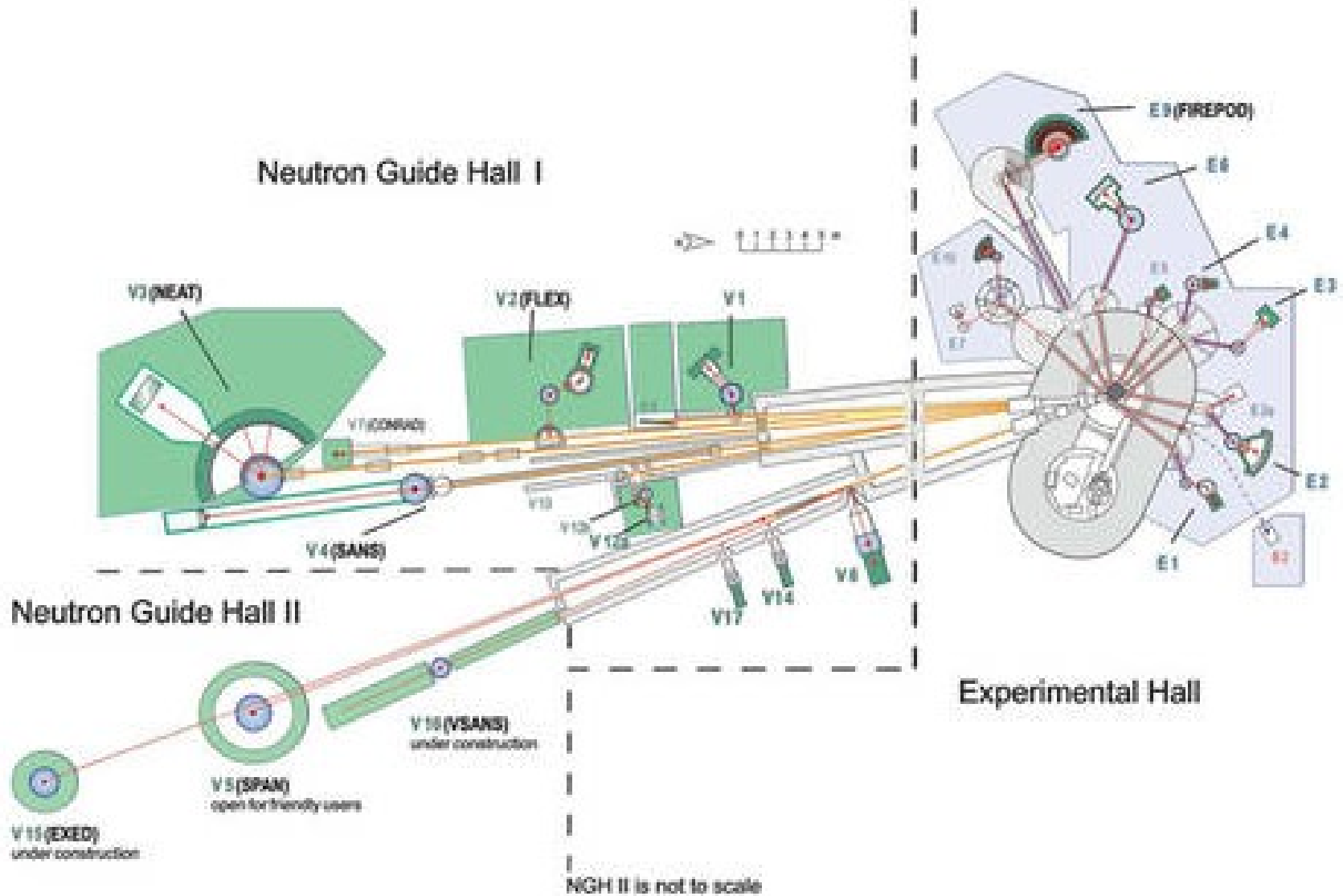
- SAS-Reflectometry (4 ILL)
- Single Crystals (5 ILL)
- Powders-Liquids (3 ILL)
- HR-TOF (7 ILL)
- 3-Axis (4.5 ILL)
- NP (5 ILL)



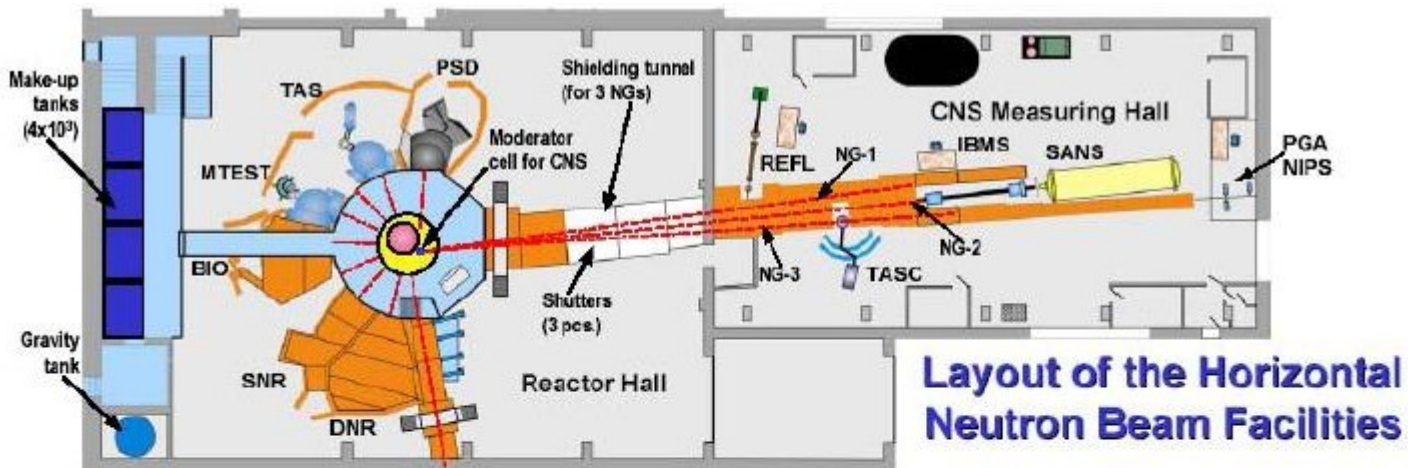
## IMPLANTATION GENERALE DES SPECTROMETRES



# BENSC (Berlin)



# BNC : Budapest Research Reactor (Budapest)



**Layout of the Horizontal Neutron Beam Facilities**

## Facilities in Reactor Hall

- TOF Time-of-flight spectrometer (under construction)
- DNR Dynamic neutron radiography
- SNR Static neutron radiography
- BIO Port used for biological experiments
- MTEST Material testing diffractometer
- TAS Triple axis spectrometer
- PSD Powder neutron diffractometer

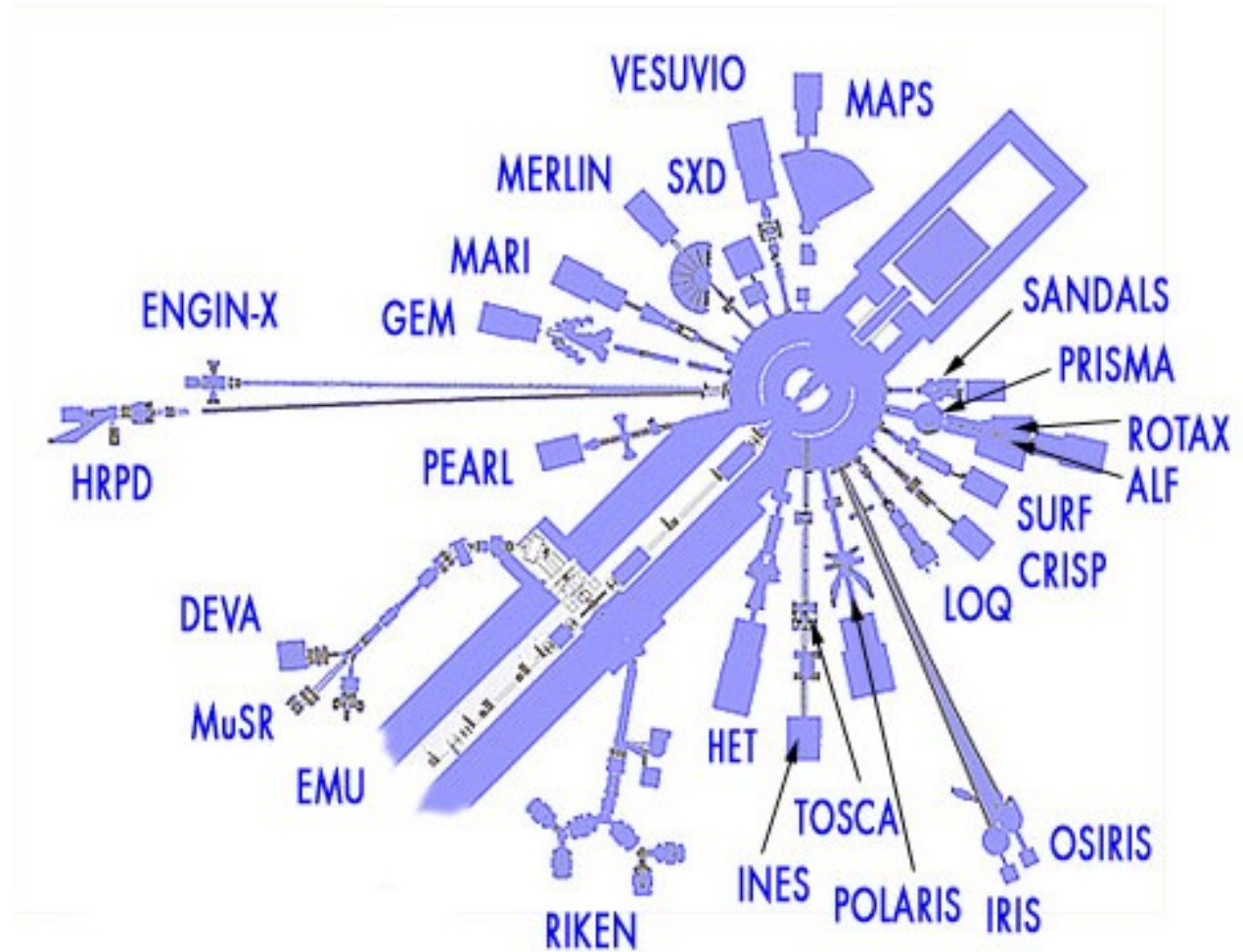
## Facilities in CNS Measuring Hall (with 3 NGs)

- REFL Reflectometer
- TASC Triple axis spectrometer on CNS
- SANS Small-angle scattering spectrometer
- PGAA Prompt gamma activation analysis
- NIPS Neutron-induced prompt gamma-ray spectrometer
- IBMS In-beam Mössbauer spectrometer (under construction)



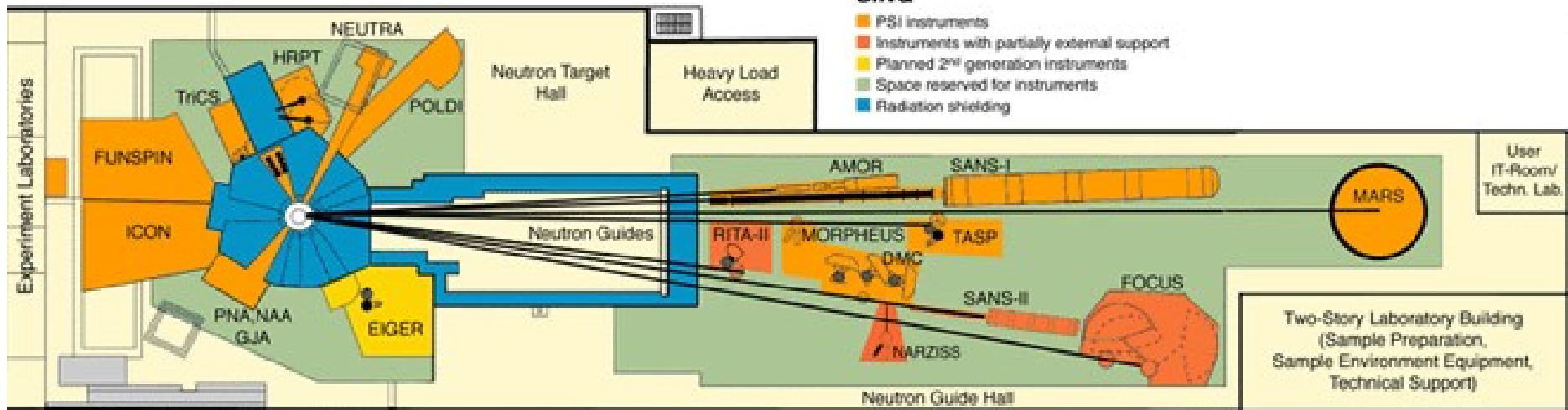
ISIS-Target 1 (Didcot, Oxforshire)

6 instruments sur Target 2 depuis Décembre 2008, dont WISH (struct. mag.)





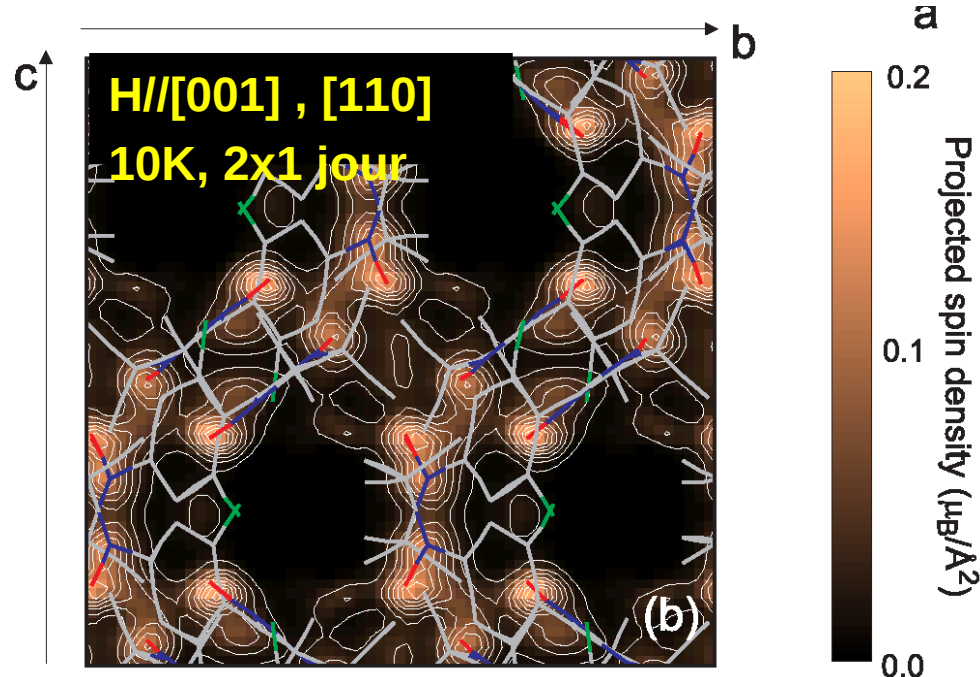
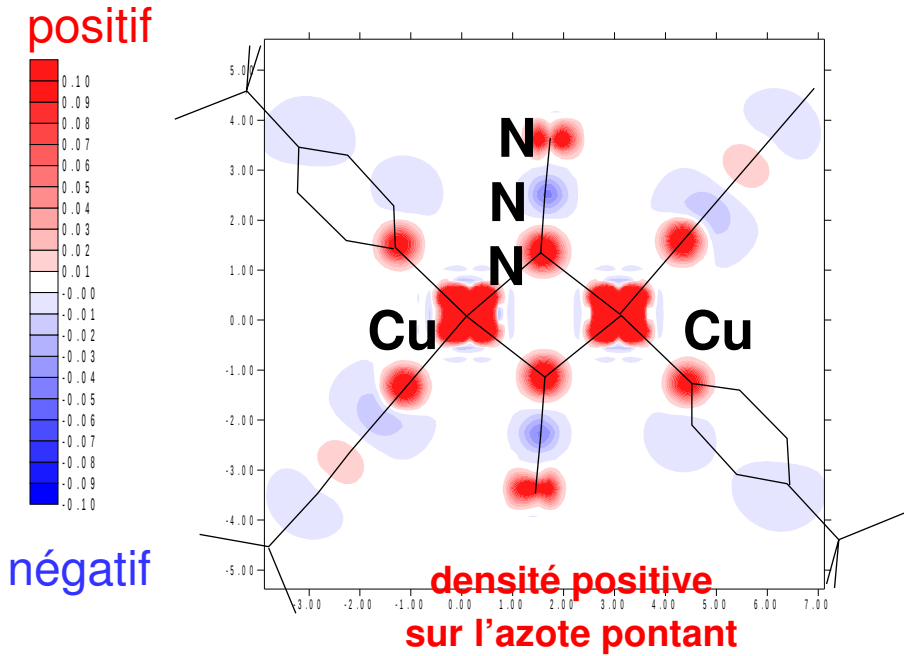
# SINQ (Villingen)



# Densité de spin

Densité de spin : Maximum d'entropie ou décomposition sur des  $Y_{lm}$   
→ Id. densité de charge en RX

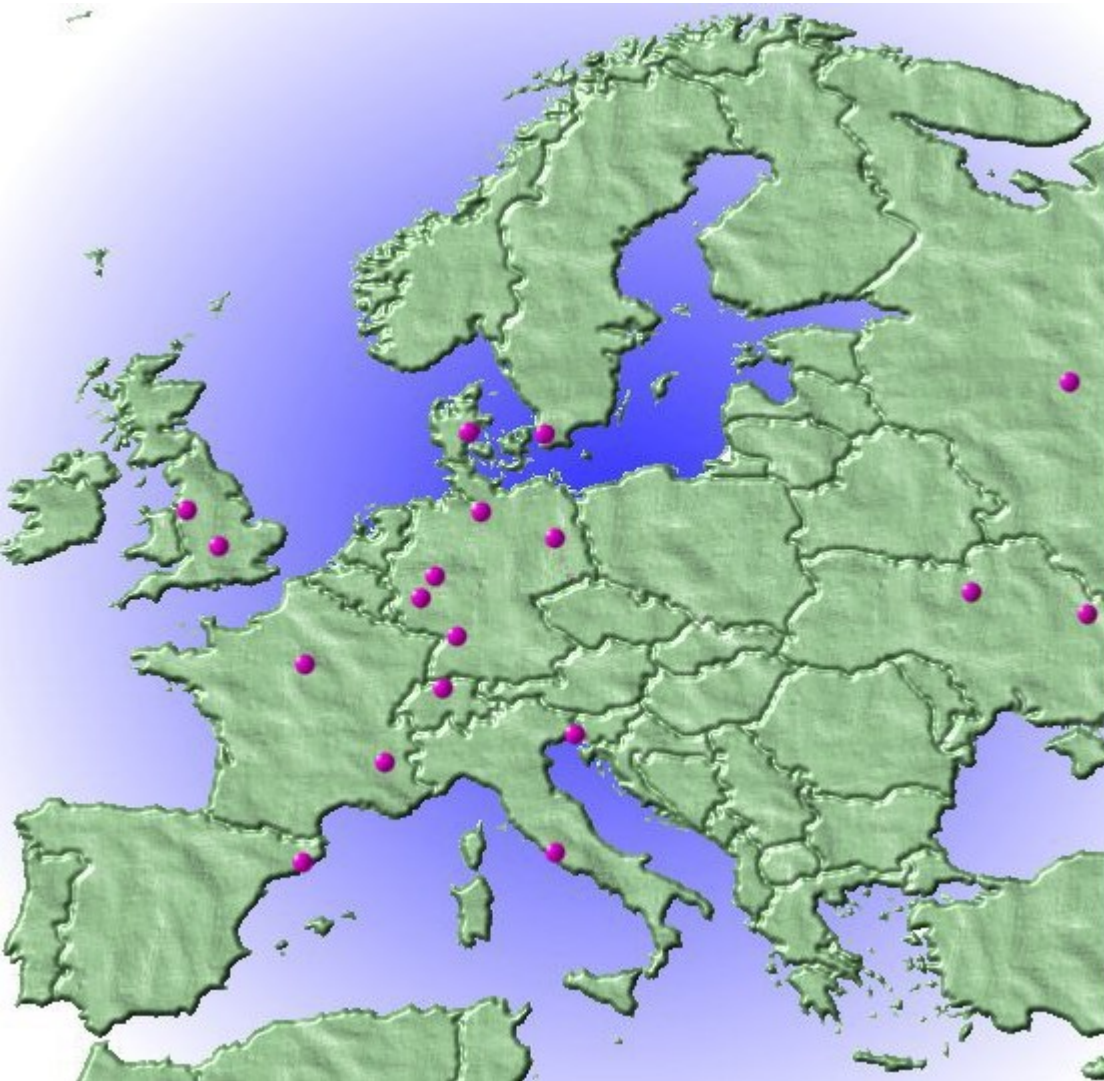
D3 (ILL) T = 2.5K, H = 4.6T  $N_{obs} = 162$



Mesure test sur 6T2 (Déflecteur Bidim.)

mécanisme  
de délocalisation de spin  
( $\alpha = 100.5(6)$  deg.)

## SOURCES SYNCHROTRON (EUROPE)



SRS  
Diamond  
ASTRID-1/2  
MAX I,II, III  
SOLEIL  
ESRF  
CELLS – ALBA  
ELETTRA  
DAΦNE  
SLS  
ANKA  
BESSY  
ELSA  
DELTA  
DESY  
Siberia-1 (KSRS, Kurtchatov Institute)  
DELSY - JINR, Dubna  
TNK - F.V. Lukin Institute, Zelenograd  
ISI-800 – Nat. Acad. of Sciences of Ukraine  
Kharkov Institute of Physics and Technology

# Mécanisme de conduction dans une oxyapatite dopée (Microstructure et Comportement - DRECAM/LLB (Orphée) )

Apatite  $\text{La}_{10-x}\text{A}_x(\text{SiO}_4)_6\text{O}_{2+\delta}$  (A = Ba, Sr ou Ca)

→ Conductivité ionique contrôlée par surstoechiométrie  $\delta$

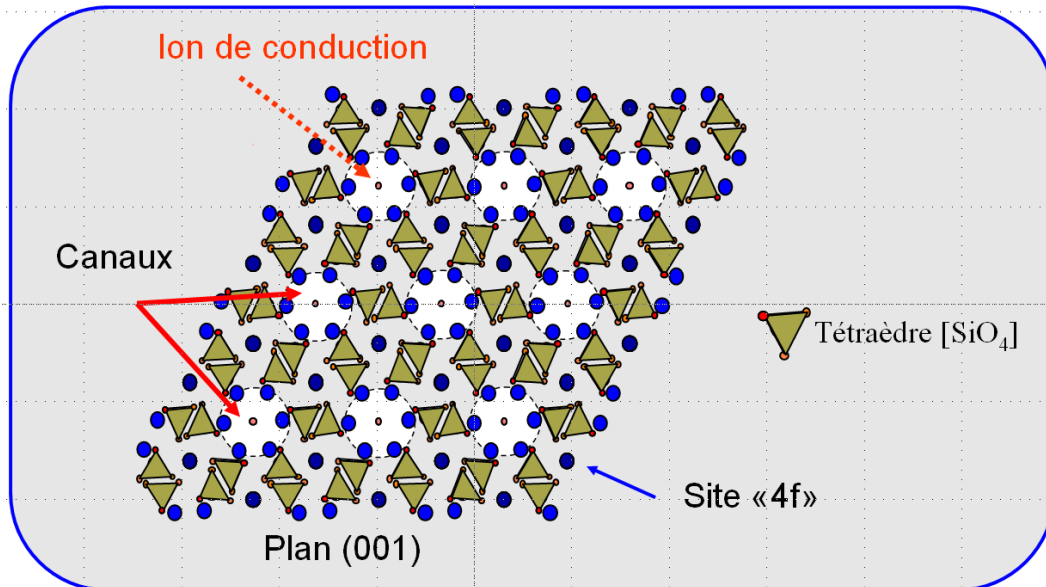
$\delta$  contrôlé par \* Taux de substitution La → A

\* Valence de A

→ Lacunes sur les sites La/Ba

Localisation des Oxygènes supplémentaires ? ⇔ Mécanisme de conduction ?

Contraste  $b(\text{La})=8,24$ ,  $b(\text{Ba})=5,07$ ,  $b(\text{Si})=4,15$  et  $b(\text{O})=5,80$



\* densité nucléaire anisotrope de l'oxygène de conduction

\* Sites préférentiels de substitution

\* Sites préférentiels pour les lacunes