

Neuer Versuch für das Fortgeschrittenen-Praktikum

Ort: Heißes Einkristalldiffraktometer HEIDI, Experimentierhalle, FRM II

Betreuung: Dr. Martin Meven, Forschungsneutronenquelle Heinz-Maier Leibnitz (FRM II) und RWTH Aachen, Tel: 14828, Email: martin.meven@frm2.tum.de

Strukturbestimmung mittels Neutronen-Diffraktion an einem verzwilligten La_2CuO_4 -Kristalls

Ziel

Neutronen und Röntgenstrahlung werden in der Diffraktion zur Strukturanalyse eingesetzt. Die Bestimmung der atomaren Struktur (Einheitszelle, Lageparameter, mittlere Auslenkungsquadrate) von Kristallen ermöglicht insbesondere ein Verständnis für makroskopische Effekte wie Phasenumwandlungen, magnetische Eigenschaften, etc.

Am Neutronen-Einkristalldiffraktometer (EKD) HEiDi soll dies anhand einer La_2CuO_4 -Probe demonstriert werden. Reines La_2CuO_4 ist ein Isolator, welcher bei Dotierung z. B. mit Strontium supraleitende Eigenschaften bis $T=40\text{K}$ zeigt. In der Hochtemperaturphase ist dieses System tetragonal ($a=b=5.384\text{\AA}$, $c=13.204\text{\AA}$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, Raumgruppe $F4/mmm$). Bei Raumtemperatur dagegen ist das System orthorhombisch ($a=5.409\text{\AA}$, $b=5.357\text{\AA}$, $c=13.144\text{\AA}$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, Raumgruppe $Abma$). Der Phasenübergang zeichnet sich im Wesentlichen durch eine Verschiebung der Sauerstoffatome aus, die mit Neutronenstrahlung besonders gut sichtbar gemacht werden kann. Gleichzeitig findet beim Übergang von der tetragonalen und die orthorhombische Struktur die Bildung einer speziellen Domänenstruktur – der Verzwilligung – statt.

Im Praktikumsversuch soll die Technik der Diffraktion als grundlegende Methode zur Strukturanalyse vorgestellt werden. Dabei werden die Möglichkeiten und Grenzen dieser Technik sowie die speziellen Vorzüge der Verwendung von Neutronenstrahlung aufgezeigt. Die Besonderheiten der La_2CuO_4 -Struktur eignen sich hierfür besonders und erlauben auch die Diskussion von verschiedenen Struktureffekten im Realkristall (Domänenbildung / Verzwilligung, Ordnungs-/Unordnungsphänomene, etc.)

Physikalische Grundlagen

Die Wechselwirkung von Neutronen- oder Röntgenstrahlung mit den einzelnen Streuzentren (Neutronen: Atomkerne, magnetische Momente, Röntgen: Elektronenhüllen) in einer dreidimensionalen periodischen Anordnung von Atomen oder Molekülen (aber nicht nur dort!) ergibt sich ein Interferenzmuster der an den einzelnen Streuzentren abgebeugten Strahlung. Dieses Beugungsmuster wird von der Größe der Einheitszelle, der Lage der Atome in dieser Zelle sowie die Temperatur bestimmt. Bei der Diffraktion wird monochromatische Strahlung verwendet, so dass sich die Lage der Maxima im Beugungsmuster (=Bragg-Reflexe) mit der Bragg-Gleichung beschreiben lässt:

$2d_{hkl} \sin(\Theta) = n\lambda$ mit d_{hkl} = Netzebenenabstand, λ = Wellenlänge, Θ = Beugungswinkel, n = Ordnung des Reflexes

Die verschiedenen Netzebenen in einem Kristall werden mit den Millerschen Indices $h k l$ gekennzeichnet. Die zugehörigen Reflexintensitäten $I_{hkl} \sim |F_{hkl}|^2$ werden durch den Strukturfaktor $F_{hkl} = \sum_{\text{Zelle}} T_i \cdot f_i \cdot \exp(2\pi i \underline{H} \cdot \underline{x}_i)$ bestimmt. T_i repräsentiert den Debye-Waller-Faktor. f_i beschreibt den Wechselwirkungscharakter (Neutronen: Streulänge, Röntgen: Formfaktor). $\underline{H} \cdot \underline{x}_i$ mit $\underline{H} = (h k l)$ beschreibt den Einfluß der i -ten Atomlage auf den Strukturfaktor.

Versuchsdurchführung und Auswertung der Ergebnisse

1. Optische Justierung des Kristalls im Neutronenstrahl (Probenausleuchtung)
2. Reflexsuche und -Zentrierung
3. Profilanalyse von ausgewählten Reflexen (typische Reflexaufspaltungen aufgrund von Verzwillingung)
4. Bestimmung der gemittelten tetragonalen Einheitszelle a_t, c_t
5. Bestimmung der orthorhombischen Gitterparameter a_o, b_o, c_o
6. Messung von Überstrukturreflexen - (hkl)/(khl)-Paare
7. Sammlung eines Bragg-Datensatzes und Auswertung
8. Diskussion der Strukturanalyse von verzwillingten Kristallen (Volumenanteile der Zwillingsdomänen)

Neuer Versuch für das Fortgeschritten Praktikum

Ort: Reflektometer MIRA, Neutronenleiterhalle, FRM II

Betreuung: Dr. Robert Georgii, Forschungsneutronenquelle Heinz-Maier Leibnitz (FRM II) und E21, Tel: 14986, Email: robert.georgii@frm2.tum.de

Titel: Polarisierte Neutronenreflektometrie

Ziel des Versuchs

Im diesem Versuch am polarisierten Reflektometer MIRA soll die chemische und magnetische Struktur senkrecht zur Oberfläche einer Probe mit Hilfe von Neutronenstreuung untersucht werden. Der Versuch wird an dem Instrument selbst, wie ein Nutzerexperiment am FRM II durchgeführt, um den Studenten einen Einblick in die Arbeitsweise an Großforschungseinrichtungen zu geben.

Physikalische Grundlagen

Im Wellenbild der Quantenmechanik breiten sich Neutronen analog zu Licht aus. Das heißt, es gibt ebenfalls die Phänomene der Brechung und Totalreflexion, nur dass der Brechungsindex n der Medien im Allgemeinen < 1 ist und nur gering davon abweicht. Durch Interferenzeffekte, die in den Multilagenn (Multilagern) reflektieren bzw. gebrochenen Neutronenwellen, lässt sich jenseits des kritischen Winkels der Totalreflexion, analog zu elektromagnetischen Reflexionsexperimenten, die chemische (genauer die Isotope) Zusammensetzung der Probe senkrecht zur Oberfläche auf atomarer Größenordnung bestimmen.

Da Neutronen ein magnetisches Moment aufweisen, sind sie auch auf die magnetische Schichtstruktur einer Probe sensitiv. Auch diese Anwendung der Neutronen als Sonden zur Aufklärung der magnetischen Struktur einer Probe ist Teil des Versuchs.

Versuchsdurchführung

Am Versuchstag wird eine Multilayerprobe mit ca. 10 Schichten untersucht. Zunächst muss die Probe im Schlitzstrahl, des bereits vom Betreuer auf die Wellenlänge justierten Instruments, parallel zum und in der Mitte des Strahls ausgerichtet werden. Dies erreicht man durch Scans der Probenposition und des Probenwinkels. Danach wird die reflektierte Intensität gegenüber dem Probenwinkel unter Nachführung des Detektors unter dem zweifachen Winkel bestimmt. Diese Messungen werden unter Nutzung der Instrumentsteuerung wie in einem normalen Nutzerexperiment durchgeführt. Eine Messung wird mit unpolarisierten Neutronen erfolgen, welche Information über die vertikale chemische Zusammensetzung liefert. Für eine zweite Messung wird der Spiegel magnetisiert und es werden polarisierte Neutronen verwendet. Das Reflektionsmuster sieht nun anders aus und durch Polarisationsanalyse kann man die Unterschiede einzelnen magnetischen Schichten zuordnen.

Auswertung

Die Auswertung der Reflektivitätskurven wird unter Zuhilfenahme eines Simulationsprogramms erfolgen. Dies erlaubt durch Fit der Messdaten an eine angenommenen Struktur das Modell zu verfeinern. Diese Auswertung muss während des Versuches stattfinden, um mit deren Hilfe die magnetische Struktur durch dasselbe Verfahren bestimmen zu können.

Neuer Versuch für das Fortgeschrittenen Praktikum

Ort: Thermische Dreiachsenspektrometer PUMA, Experimentierhalle, FRM II

Betreuung: Dr. Klaudia Hradil, Uni Göttingen, Tel.: 14756, Email: Klaudia.Hdradil@frm2.tum.de

Vermessung eines Dispersionszweiges von Germanium mittels inelastischer Neutronenstreuung am thermischen Dreiachsenspektrometer PUMA

Physikalische Grundlagen:

Ein Strahl thermischer Neutronen (Energie ca. 30meV, Impuls ca. 4×10^{-24} kgm/s, dem nach der de Broglie Beziehung eine Wellenlänge bzw. ein Wellenvektor der Länge $k = 2\pi/\lambda$ zugeordnet werden kann, tritt durch ein Strahlrohr aus dem Moderator tank des Reaktors aus. Er trifft auf einen Einkristall mit Netzebenenabstand d , den Monochromator. Der Bragg-Bedingung, $n\lambda = 2d \sin\theta$ folgend findet sich im Winkel 2θ ein monochromatischer Neutronenstrahl (Wellenvektor k_i , Energie E_i), der auf die zu untersuchende Probe trifft. Dort ändern sich gemäß den inelastischen Streugesetzen Richtung und Energie der Neutronen. An einem zweiten Kristall nach der zu untersuchenden Probe, dem Analysator, werden lediglich Neutronen mit dem Wellenvektor k_f bzw. der Energie E_f zum Detektor weitergeleitet. Der Experimentator ist so in der Lage, sowohl den Impulsübertrag ($\mathbf{Q} = \mathbf{k}_i - \mathbf{k}_f$) der Neutronen an der Probe, als auch die Energiemenge, die bei inelastischen Prozessen deponiert wird ($\Delta E = E_i - E_f$), zu bestimmen.

Um vernünftige Zählstatistiken zu erhalten, wird jeweils bei einer fest eingestellten Konfiguration des Gerätes (entspricht einem bestimmten Energie- und Impulsbetrag), gemessen. Die Streufunktion der Probe (\mathbf{Q}, ω) wird so punktweise abgerastert. Dabei werden je nach Konfiguration der Scans \mathbf{Q} oder ΔE konstant gehalten.

Versuchsdurchführung:

Im Rahmen des Versuchs sollen die theoretischen Grundlagen der inelastischen Neutronenstreuung und die experimentellen Techniken zum Vermessen eines Phononen-Dispersionszweiges mittels eines Dreiachsenspektrometers vermittelt werden. Im Rahmen des Versuchs sollen folgende Inhalte vermittelt werden:

- Umgang mit der Bragg-Gleichung
- Zeichnen von Streudreiecken und Bedeutung des reziproken Raumes (Zeichnen von reziproken Gitterkarten des Germaniumgitters für verschiedene Symmetrierichtungen)
- Bedeutung der Auflösungsfunktion eines Dreiachsenspektrometers
- Justagemessungen am Gerät zur Bestimmung der Offsets des Gerätes
- Inelastische Messungen an inkohärenten Streuern (Vanadium)

- Justage eines Germanium Einkristalls und Planung der Messung von Phononen (Wahl von geeigneten Punkten im reziproken Gitter von Germanium unter Berücksichtigung der Auflösungsfunktion anhand von theoretisch berechneten Dispersionszweigen)
- Vermessen eines Dispersionszweiges von Germanium

Auswertung:

- Bestimmung der Energieauflösung des Spektrometers für verschiedene Kollimationen aus den Vanadiumspektren.
- Messungen am Germanium: Eintragen der ausgewerteten Messpunkte mit Unsicherheiten in ein Diagramm (\mathbf{q} , ν) und Vergleich mit Literaturwerten. Beurteilung der Auswirkung der verschiedenen Scantypen auf das Messergebnis.
- Einzeichnen der Lage und Größe der bestimmten Energieauflösung in eine Skizze des Dispersionszweiges von Germanium, Zuordnung zu den gemessenen Scans.

Neuer Versuch für das Fortgeschrittenen Praktikum

Ort: Diffraktometer für mechanische Spannungen Stress-Spec, Experimentierhalle, FRM II
Betreuung: Dr. Michael Hofmann, Forschungsneutronenquelle Heinz-Maier Leibnitz (FRM II) und HMI, Tel: 14744, Email: michael.hofmann @frm2.tum.de

Titel: Eigenspannungsanalyse mit Neutronen

Ziel des Versuchs

In diesem Versuch soll am Diffraktometer Stress-Spec der Eigenspannungsverlauf an einer Biegeprobe mit Hilfe der Neutronenbeugung untersucht werden. Der Versuch wird an dem Instrument selbst, wie ein normales Experiment am FRM II durchgeführt, um den Studenten einen Einblick in die Arbeitsweise an einer Großforschungseinrichtung zu geben.

Physikalische Grundlagen

Mechanische Spannungen sind über die elastischen Materialeigenschaften mit den elastischen Dehnungen verknüpft, d.h. es ändern sich die Abstände und relativen Positionen der Gitterpunkte eines Kristalls oder der Teilvolumina eines Bauteils. Mit Beugungsmethoden können Netzebenenabstände äußerst genau vermessen werden und so Dehnungen und im Material bestimmt werden. Multiplikation der relativen Dehnung mit den entsprechenden Elastizitätsmodul ergibt dann die im Material herrschenden Eigenspannungen. Hierbei kann man mit Neutronendiffraktion aufgrund der gegenüber Röntgenstrahlung grundsätzlich anderen Streumechanismen sehr viel tiefer in Materialien eindringen und Spannungstiefenprofile erhalten. Die Auswertung und Interpretation der diffraktometrischen Dehnungs- und Spannungsbestimmung erfordert grundsätzliche Kenntnisse über Definitionen und Zusammenhänge der Elastizitätstheorie.

Versuchsdurchführung

Am Versuchstag wird eine Aluminiumbiegeprobe untersucht. Zunächst muss die Probe bezüglich des Diffraktometermittelpunktes, der bereits vom Betreuer justiert wurde, ausgerichtet werden. Dies erreicht man durch Eintauchscans in die Probe. Dabei wird der Intensitätsverlauf des Neutronenstrahls beim Eindringen in die Probe bezüglich der Position der Probe, des Streuwinkels und der Absorption im Aluminium bestimmt. Diese Messungen werden unter Nutzung der Instrumentsteuerung wie in einem normalen Nutzerexperiment durchgeführt. Nach der Lagebestimmung wird eine Messung mit der unbelasteten Biegeprobe erfolgen, welche den Referenzwert d_0 bzw. $2\theta_0$ eines Al(311)-Reflexes für die weiteren Messungen liefert. Für die weiteren Messungen wird die Biegeprobe erst elastisch gebogen und dann plastisch verformt und der jeweilige Dehnungsverlauf aufgenommen und die Eigenspannungen berechnet.

Auswertung

Die Auswertung der Dehnungsverläufe erfolgt durch Bestimmung der Reflexlagen der Al(311)-Bragglinie. Mithilfe des Referenzwertes kann die Dehnung ermittelt und über das Hooke'sche Gesetz die Eigenspannungen berechnet werden.

Neuer Versuch für das Fortgeschritten Praktikum

Ort: Flugzeitspektrometer TOFTOF, Neutronenleiterhalle FRM II

Betreuung: Dr. Tobias Unruh, Forschungsneutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II)

Email: tobias.unruh@frm2.tum.de

Titel: Bestimmung der Aktivierungsenergie der CH₃—Gruppen—Rotation einer organischen Verbindung mittels quasielastischer Neutronenstreuung

Ziel des Versuchs

Anhand einer aktuellen Problemstellung aus der molekularen Festkörperphysik soll Einblick in die Methodik der Flugzeitspektroskopie mit kalten Neutronen gegeben werden. Hierbei soll sowohl die Funktionsweise des Flugzeitspektrometers vermittelt als auch eine Messung durchgeführt und ausgewertet werden.

Physikalische Grundlagen

Neutronen werden im wesentlichen an den Atomkernen und nicht, wie z.B. Röntgenstrahlen, an den Elektronen gestreut. Mit Neutronenspektrometern mißt man die Wahrscheinlichkeitsverteilung für die Änderung der Energie und des Impulses von Neutronen aufgrund ihrer Wechselwirkung mit der Probe. Da Energie (hw) und Impuls ($h\vec{q}$) von kalten Neutronen und Gitterschwingungen im selben Wertebereich liegen, lassen sich Atom— und Molekülbewegungen in Festkörpern, aber auch in Flüssigkeiten und Gasen gleichzeitig in ihrer räumlichen Ausdehnung und in ihrem zeitlichen Ablauf beobachten. Periodisch ablaufende Bewegungen (Schwingungen) zeigen hier charakteristische Anregungsenergien (inelastischer Streubeitrag), während diffusive Bewegungen und z.B. auch Molekülrotationen oder rotatorische Bewegungen von Molekülgruppen zumindest für Temperaturen, bei denen $k_B T$ deutlich oberhalb von möglichen energetischen Rotationsbarrieren liegt, eine Verbreiterung der elastischen Linie (quasielastischer Streubeitrag) hervorrufen.

Eine sehr niedrige energetische Rotationsbarriere zeigen kovalent gebundene CH₃Gruppen in organischen Verbindungen. Die entsprechenden rotatorischen Bewegungen können daher bereits bei sehr tiefen Temperaturen beobachtet werden, bei denen die meisten anderen molekularen Bewegungen noch „eingefroren“ sind. Neben der charakteristischen Rotationsfrequenz der CH₃—Gruppen einer entsprechenden Verbindung läßt sich aus deren Temperaturabhängigkeit auch die Aktivierungsenergie für diese Bewegung bestimmen.

Versuchsdurchführung

Zur Bestimmung der Instrumentauflösung und zur relativen Normierung der verschiedenen Detektoren wird zunächst eine Standard Vanadiumprobe gemessen. Währenddessen wird die optimale Probendicke berechnet und ein entsprechender Probenhalter ausgewählt. Als Referenz wird dieser Probenhalter bei mindestens zwei Temperaturen gemessen. Die Probensubstanz wird anschließend in den Probenhalter gefüllt. Die vollstän-

dige Befüllung des Containers wird durch Auswiegen kontrolliert. Das Meßprogramm wird erarbeitet und die Probe anschließend in den Kryostaten eingebracht. Danach wird das Meßprogramm gestartet und bereits nach den ersten Messungen die Auswertung der Daten begonnen. Die einzelnen Schritte der Datenauswertung werden detailliert besprochen.

Auswertung

Die Auswertung selber wird unter Verwendung des Programms IDA (von Joachim Wuttke) durchgeführt.

Neuer Versuch für das Fortgeschrittenen-Praktikum

Ort: Strukturpulverdiffraktometer SPODI, Experimentierhalle FRM II
Betreuung: Dr. Markus Hölzel, Technische Universität Darmstadt, Tel.: 14314,
Email: markus.hoelzel@frm2.tum.de

Phasen- und Strukturanalyse an Bleititanat bei verschiedenen Temperaturen mit Hilfe des Pulverdiffraktometers SPODI

Ziel

Anhand eines praktischen Messbeispiels soll die Durchführung eines Pulverbeugungs-Experiments demonstriert werden. Den Studenten soll ein Überblick über die vielseitigen Anwendungsmöglichkeiten der Neutronenpulverdiffraktometrie vermittelt werden. Weiterhin sollen sie einen Einblick in die Datenauswertung mittels Rietveld-Verfeinerung erhalten.

Grundlagen

Neutronenpulverdiffraktometrie wird komplementär zur Röntgenpulverdiffraktometrie für Phasen- und Strukturanalyse eingesetzt, wie z.B. zur Bestimmung der Phasenzusammensetzung einer unbekannt Probe oder zur präzisen Bestimmung der kristallinen Struktur (Größe der Einheitszelle, Lagen der Atome in der Einheitszelle). Im Unterschied zur Röntgenbeugung ermöglicht die Neutronenbeugung die Untersuchung magnetischer Strukturen. Grundsätzlich besitzt die Neutronenbeugung große Vorteile bei der Lokalisierung leichter Elemente (H, Li, O, N), der Unterscheidung von Elementen ähnlicher Ordnungszahl (z.B. O – N, Fe – Co) oder der Untersuchung thermischer Schwingungen der Atome um ihre Ruhelage.

Pulverdiffraktometrie stellt innerhalb der Neutronenstreu-Methoden eine grundlegende Methode dar, da die Kenntnis der Struktur u.a. auch zur Erforschung der Dynamik der Materie notwendig ist. Weiterhin sind Pulverproben bzw. polykristalline Werkstoffe leichter zugänglich als Einkristalle. Experimente an Pulverproben sind darüber hinaus schnell und einfach durchführbar und erlauben die Charakterisierung unter vielfältigen Probenumgebungen wie hohe und tiefe Temperaturen, magnetische Felder, mechanische Spannungen oder Drücke.

Versuchsdurchführung und Auswertung

Im Rahmen des Praktikumsversuchs sollen Messungen bei verschiedenen Temperaturen im Vakuum-Hochtemperaturofen an Bleititanat (PbTiO_3) durchgeführt werden, um das Phasenumwandlungsverhalten zu charakterisieren. Dieses Beispiel zeigt auch, wie sich Struktur – Eigenschaftsbeziehungen technologisch wichtiger Materialien ableiten lassen. Werkstoffe wie PbTiO_3 und vor allem $\text{Pb}(\text{Ti}/\text{Zr})\text{O}_3$ (PZT) besitzen auf Grund ihrer ferro-, piezo- und pyroelektrischen Eigenschaften und hohen Dielektizitätskonstanten vielfältige technische Anwendungsmöglichkeiten wie z.B. als Generatoren (Zündelemente), Schallwandler (Telefonmikrophone), Sensoren (Druckaufnehmer), Aktuatoren (Biegeelemente, aktive Schwingungsdämpfung), Infrarotdetektoren und in neuerer Zeit auch als Festspeicher.

PbTiO_3 ist bei Raumtemperatur ferro-, piezo- und pyroelektrisch, oberhalb von ca. 750 K paraelektrisch. Die Hochtemperaturphase besitzt die kubische Perowskitstruktur mit der Raumgruppe $Pm3m$. Die Tieftemperaturphase ist tetragonal mit der Raumgruppe $P4mm$.

Folgende Inhalte sollen im Rahmen des Praktikums vermittelt werden:

- Bedeutung der Braggschen Gleichung für die Auswertung von Pulverdiffraktogrammen
- Ableitung der Phasenumwandlung (tetragonal \rightarrow kubisch) aus Veränderungen des Reflexmusters
- Einfluss von Temperaturen auf Pulverdiffraktogramme
- Qualitative Phasenanalyse mit Hilfe von Datenbanken
- Indizierung von Reflexen
- Zusammenhänge zwischen Kristallstruktur und Reflexmuster (Auslöschungen)
- Einblick in Möglichkeiten der Datenauswertung mittels Rietveld-Analyse

Neuer Versuch für das Fortgeschrittenen Praktikum

Ort: Dreiachsenspektrometer PANDA, Experimentierhalle, FRM II

Betreuung: Dr. Peter Link, Forschungsneutronenquelle Heinz –Maier-Leibnitz, Tel.: 14622,

Email: Peter.Link@frm2.tum.de

Vermessung eines Dispersionszweiges von Blei mittels inelastischer Neutronenstreuung am kalten Dreiachsenspektrometer PANDA

Physikalische Grundlagen:

Ein Strahl kalter Neutronen (Energie 2meV-30meV, Impuls ca. 4×10^{-24} kg m/s), dem nach der de Broglie Beziehung eine Wellenlänge bzw. ein Wellenvektor der Länge $k = 2\pi / \lambda$ zugeordnet werden kann, tritt durch ein Strahlrohr aus dem Moderatortank des Reaktors aus. Er trifft auf einen Einkristall mit Netzebenenabstand d , den Monochromator. Der Bragg-Bedingung, $n\lambda = 2d\sin\theta$ folgend findet sich im Winkel 2θ ein monochromatischer Neutronenstrahl (Wellenvektor \mathbf{k}_i , Energie E_i), der auf die zu untersuchende Probe trifft. Dort ändern sich gemäß den inelastischen Streugesetzen Richtung und Energie der Neutronen. An einem zweiten Kristall nach der zu untersuchenden Probe, dem Analysator, werden lediglich Neutronen mit dem Wellenvektor \mathbf{k}_f bzw. der Energie E_f zum Detektor weitergeleitet. Der Experimentator ist so in der Lage, sowohl den Impulsübertrag ($\mathbf{Q} = \mathbf{k}_i - \mathbf{k}_f$) der Neutronen an der Probe, als auch die Energiemenge, die bei inelastischen Prozessen deponiert wird ($\Delta E = E_i - E_f$), zu bestimmen. Die detektierte Zählrate für eine fest eingestellte Konfiguration des Spektrometers (entspricht einem bestimmten Energie- und Impulsübertrag) in Relation zur Intensität des auf die Probe einfallenden Strahls (Monitorrate) stellt einen einzelnen Messpunkt dar. Die Streufunktion der Probe (\mathbf{Q}, ω) wird dann typischerweise punktweise abgerastert (Scan). Dabei werden je nach Konfiguration der Scans \mathbf{Q} oder ΔE konstant gehalten.

Versuchsdurchführung:

Im Rahmen des Versuchs sollen die Grundlagen der inelastischen Neutronenstreuung und die experimentellen Techniken zum Vermessen eines Phononen- Dispersionszweiges mittels eines Dreiachsens-Neutronen-spektrometers vermittelt werden. Im Rahmen des Versuchs sollen folgende Inhalte vermittelt werden:

- Umgang mit der Bragg-Gleichung
- Zeichnen von Streudreiecken und Bedeutung des reziproken Raumes (Zeichnen von reziproken Gitterkarten des Bleigitters für verschiedene Symmetrierichtungen)
- Bedeutung der Auflösungsfunktion eines Dreiachsenspektrometers

- Justagemessungen am Gerät zur Bestimmung der Gerätenullpunkte
Inelastische Messungen an einem inkohärenten Streuern
- Justage eines Blei Einkristalls und Planung der Messung von Phononen (Wahl von geeigneten Punkten im reziproken Gitter von Blei unter Berücksichtigung der Auflösungsfunktion anhand von theoretisch berechneten Dispersionszweigen)
- Vermessen eines Dispersionszweiges von Blei

Auswertung:

- Bestimmung der Energieauflösung des Spektrometers für verschiedene Konfigurationen aus den Vanadiumspektren.
- Messungen am Blei: Eintragen der ausgewerteten Messpunkte mit Unsicherheiten in ein Diagramm und Vergleich mit Literaturwerten. Beurteilung der Auswirkung der verschiedenen Scantypen auf das Messergebnis.
- Einzeichnen der Lage und Größe der bestimmten Energieauflösung in eine Skizze des Dispersionszweiges von Blei, Zuordnung zu den gemessenen Scans.

Literatur:

G. Shirane, S.M. Shapiro, J. Tranquada; Neutron Scattering with a Triple-Axis Spectrometer; Cambridge University Press 2002 (ISBN 0 521 41126 2) (im Bestand der Teilbibliothek Physik)

Neutronenkleinwinkelstreuung an biologischen und synthetischen Molekülen

Skript zu Versuchen an der KWS-2

Ziel des Versuchs ist die Methode Neutronenkleinwinkelstreuung kennen zu lernen. Es werden Strukturen im Bereich von 1 bis 100nm charakterisiert. Die Proben stammen aus dem Bereich Biologie und Weiche Materie.

Teilversuche:

Kontrastvariation von Proteinen in Lösung

Es werden Lösungen des Proteins Lysozyme in Mischungen aus H_2O und D_2O selbst hergestellt. Die Mischung aus leichtem und schwerem Wasser erlaubt die Kontrastvariation Lösungsmittel gegen Protein. Diese Proben werden sofort an der KWS-2 vermessen. Die Streuintensitäten werden auf absolute Einheiten mit unserer Software gebracht. Die erhaltenen ASCII-Daten werden diskutiert, und zur einfachen Auswertung nach Hause mitgegeben (Bitte Memory-Stick mitbringen! Programme zur Tabellenkalkulation wie Excel (Open Office auch möglich) werden vorausgesetzt.). Begriffe wie Form- und Strukturfaktor werden erläutert.

Polymer-Mizellen in Lösung

Diese Probe wird fertig zubereitet gestellt. Die an der KWS-2 gemessenen Daten werden auf absolute Einheiten gebracht. Der Begriff Zylinderradius wird mit Streukurven in Beziehung gesetzt. Wieder werden ASCII-Daten geliefert, und ein Programm zur Tabellenkalkulation vorausgesetzt. Die endgültige Auswertung geschieht zu Hause.

Begriffe:

Protein in Lösung	Kontrastvariation	Form- und Strukturfaktor
Polymer-Mizellen	Radius der zylinderförmigen Mizellen	



Abbildung 1: Darstellung des Proteins Lysozyme, welches eine recht kompakte Form besitzt.

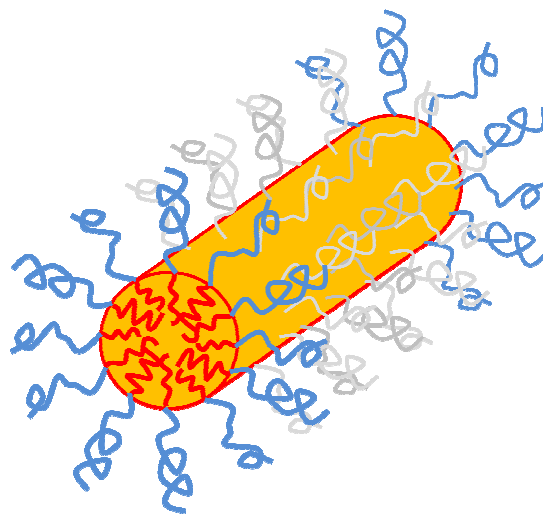


Abbildung 2: Schematische Darstellung einer zylinderförmigen Mizelle, die aus amphiphilen Polymeren aufgebaut ist.

Praktikumsversuch RESI

Neutronenbeugung mit Flächendetektoren: Dynamische Streuphänomene

Durch den Einsatz eines Flächendetektors lassen sich große Bereiche des reziproken Raumes schnell und effektiv messen. Dieser Versuch gibt eine Einführung in Messung und die anschließende Auswertung der Daten. An Hand des Beispiels NiF_2 wird dabei gezeigt, dass insbesondere bei Neutronenstreuexperimenten die kinematische Näherung der Streutheorie nicht immer ausreichend ist, um alle Phänomene zu beschreiben. Es lassen sich zwei Effekte gut beobachten: Extinktion und Umweganregung.

Extinktion

Extinktion ist eine Schwächung des Signals, die hervorgerufen wird durch die Schwächung des einfallenden Strahls durch gestreute Intensität (primäre Extinktion) oder durch Streuung des gebeugten Strahls (sekundäre Extinktion). Im Falle des NiF_2 überwiegt die sekundäre Extinktion. Ein bewährtes Modell, um diese Effekte zu beschreiben, ist das Becker-Coppens-Modell[1].

Umweganregung

Bei geeigneter Orientierung des Kristalls kann ein gebeugter Strahl an einer weiteren Gitterebene gebeugt werden. Dieser Effekt wurde erstmals von Renninger beschrieben. Im Falle des NiF_2 findet man Raumgruppen-verbotene Reflexe mit geringer, aber messbarer Intensität, die sich durch Umweganregung erklären lassen. [2]

[1] P. J. Becker and P. Coppens, *Acta Cryst.* (1974). **A30**, 129-147

[2] M. Renninger, *Z. Phys.* (1937) **106**, 141-176

Neuer Versuch für das Fortgeschrittenen-Praktikum

Ort: Neutronen Spin-Echo Spektrometer J-NSE des JCNS, Neutronenleiterhalle, FRM II

Betreuung: Dr. Olaf Holderer, Jülich Centre for Neutron Science (JCNS),

Forschungszentrum Jülich, Tel (FRM II): 10707, Email: o.holderer@fz-juelich.de

Dynamik gelöster Polymerketten

Ziel:

Ziel des Experiments ist die Messung der Dynamik von Polymerketten, die in Öl gelöst sind mittels Neutron Spin-Echo (NSE) Spektroskopie. Das Ergebnis wird mit dem Zimm Modell der Dynamik einer Polymerkette in Lösung verglichen. Daraus lassen sich Schlüsse über die Diffusion und interne Dynamik der Polymerketten ziehen.

Physikalische Grundlagen:

Neutronenstreuung eignet sich für die Untersuchung weicher Materie wie Polymeren, komplexen Flüssigkeiten oder Gläsern, da der Kontrast zwischen verschiedenen Komponenten der Probe durch Austausch von Wasserstoff (H) mit schwerem Wasserstoff (D) stark beeinflusst werden kann. Elastische Neutronenstreuung gibt Aufschluß über die Struktur in der Probe. Bei der inelastischen Neutronenstreuung wird neben dem Impulsübertrag in der Probe auch die Energieänderung (bzw. Geschwindigkeitsänderung) gemessen. So lassen sich Aussagen über Bewegungen in der Probe treffen.

Mit Hilfe der Neutronen Spin-Echo Spektroskopie läßt sich die intermediäre Streufunktion $S(q,t)$, die Fouriertransformierte der Streufunktion $S(q,\omega)$, bestimmen. Die Geschwindigkeitsänderung des Neutrons beim Streuprozeß wird dabei mit Hilfe des Spins des Neutrons gemessen. Die Technik erlaubt eine sehr hohe Energieauflösung und eignet sich daher zum Studium langsamer Prozesse, z. B. im Bereich der weichen Materie der Polymer-Kettenbewegung in Schmelzen oder der Fluktuation von Tensidmembranen in Mikroemulsionen.

Versuchsdurchführung:

- Kennenlernen der Funktionsweise des Neutronen Spin-Echo Spektrometers
- Messen der elastischen Streuung im relevanten q-Bereich
- Messen der Polymerlösung und Untergrundprobe
- Messen der Auflösungsprobe

Auswertung der Ergebnisse:

1) Die Messung der elastischen Streuung wird in kohärentem und inkohärentem Anteil getrennt.

2) Die Verarbeitung der Rohdaten zur intermediären Streufunktion wird mit der am Spektrometer verfügbaren Software durchgeführt.

3) Interpretation der gewonnenen Daten, z.B. Bestimmung des Diffusionskoeffizienten der Polymerketten.

Neuer Versuch für das Fortgeschrittenen-Praktikum

Ort: Rückstreuспекrometer SPHERES, Neutronenleiterhalle, FRM II

Betreuung: Dr. Gerald Schneider* und Dr. J. Wuttke, Forschungszentrum Jülich GmbH

* E-Mail: g.j.schneider@fz-juelich.de

Methylgruppen-Tunneln in Meta-Xylol: ein Neutronen-Rückstreu-Experiment

Der Großteil unseres Wissens über die Eigenschaften kondensierter Materie beruht auf der Kenntnis der Struktur und der Dynamik auf mikroskopischer Ebene. Besonders Neutronenstreuexperimente leisten einen großen Beitrag zur Erforschung dieses Teilgebiets der Physik. Ziel des Versuchs ist es anhand eines Experiments an einem modernen Spektrometer das prinzipielle Vorgehen zu erlernen. Dazu soll das sogenannte Rückstreuспекrometer SPHERES verwendet werden.

Ziel des Versuchs und Physikalische Grundlagen

Das Rückstreuспекrometer dient zur Erforschung der molekularen Dynamik. Um die Funktionsweise zu verstehen, werden im Praktikum die Grundlagen der inelastischen und quasielastischen Neutronenstreuung vermittelt. Dabei wird erklärt, wie man aus den experimentellen Spektren Aussagen über die molekulare Dynamik und damit über die Potentiale auf molekularer Ebene erhalten kann. In diesem Zusammenhang wird dann deutlich, woher der Name Rückstreuung kommt und die Vorteile der Methode, insbesondere die hohe Energieauflösung, werden dargestellt.

Im eigentlichen Experiment soll die Rotationsdynamik der Methylgruppen von Meta-Xylol untersucht werden. Diese Bewegungsform ist äußerst interessant, da durch einfache Temperaturvariation der Übergang von der Rotation der Methylgruppen zum quantenmechanischen Rotationstunneln studiert werden kann. Bei der Rotation bei hohen Temperaturen spielen quantenmechanische Phänomene keine Rolle, daher kann dieser Bewegungsprozess mit den Mitteln der klassischen Physik verstanden werden. Befindet man sich bei tiefen Temperaturen, so dominiert der quantenmechanische Tunneleffekt.

Vorbereitung, Versuchsdurchführung und Auswertung

Neutronenstreuexperimente benötigen einiges an Vorbereitung. Beispielsweise kommt der Synthese einer geeigneten Probe oftmals eine große Bedeutung zu. In gleicher Weise benötigt die Auswahl und der Einbau einer geeigneten Probenumgebung einige Zeit und Vorbereitung. Um den Versuch in der zur verfügbaren Zeit durchführen zu können, steht bereits zu Beginn des Versuchs eine geeignete Probenumgebung, die Probe und verschiedene Probenhalter zur Verfügung. Nach der Auswahl eines geeigneten Probenhalters kann also direkt mit dem Versuch

begonnen werden. Bei diesem soll die Probe bei zwei verschiedenen Temperaturen untersucht werden.

Aus dem Experiment erhält man eine materialabhängige Streufunktion $S(E)$. Bereits durch einfaches Betrachten der Spektren läßt sich entscheiden, ob klassische oder quantenmechanische Phänomene vorliegen. Zur quantitativen Analyse benötigt man eine Modellfunktion, die sich einerseits aus Modellen für die molekulare Dynamik auf mikroskopischer Ebene berechnen läßt. Andererseits ist das Spektrum auch durch die Auflösung des Geräts beeinflusst. Daher wird erläutert, wie die physikalische Modellfunktion mit der experimentellen Auflösungsfunktion überlagert (gefaltet) werden muss, um die experimentellen Daten zu erhalten.