

Neutronenbeugung

II. Strukturelle Charakterisierung (Beugung)



Vorlesung: Methoden der Festkörperchemie, WS 2018/2019, C. Röhr

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Einleitung

- ▶ **elastische Wechselwirkung** Neutron (n) \longleftrightarrow Kern
- ▶ **Prinzip** analog zur Röntgenbeugung
- ▶ praktische Verwendung **nach Probenarten**
 - ▶ Pulver-Beugung (Rietveld)
 - ▶ Einkristall-Beugung
- ▶ **Theorie** analog zur Röntgenstreuung

▶ Orte der Reflexe: Bragg'sche Gleichung $|\vec{r}_{hkl}^*| = \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{2 \sin \Theta_{hkl}}{\lambda}$

▶ Intensitäten, für Pulver: $F_{hkl}^2 = I_{hkl} = \frac{I_{hkl}^{roh}}{LPAH_{hkl}}$ mit den Strukturfaktoren

Röntgen: $F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)}$ bzw. n: $F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N b_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)}$

- ▶ Phasenproblem
- ▶ ! ggf. zusätzlich magnetische Wechselwirkungen

Einleitung

- ▶ **elastische Wechselwirkung** Neutron (n) \longleftrightarrow Kern
- ▶ **Prinzip** analog zur Röntgenbeugung
- ▶ praktische Verwendung **nach Probenarten**
 - ▶ Pulver-Beugung (Rietveld)
 - ▶ Einkristall-Beugung
- ▶ **Theorie** analog zur Röntgenstreuung
 - ▶ Orte der Reflexe: Bragg'sche Gleichung $|\vec{r}_{hkl}^*| = \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{2 \sin \Theta_{hkl}}{\lambda}$
 - ▶ Intensitäten, für Pulver: $F_{hkl}^2 = I_{hkl} = \frac{I_{hkl}^{roh}}{LPAH_{hkl}}$ mit den Strukturfaktoren
Röntgen: $F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)}$ bzw. n: $F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N b_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)}$
 - ▶ Phasenproblem
 - ▶ ! ggf. zusätzlich magnetische Wechselwirkungen
- ▶ **apparativ** sehr aufwändig (Erzeugung und Detektion von n)
 - ▶ schwache WW \mapsto mehr Probe/größere Kristalle erforderlich
- ▶ nur verwendet, wenn Röntgen (Labor, Synchrotron) 'nicht ausreicht'
 1. Unterscheidung von im PSE benachbarten Elementen
 2. Ermittlung der Positionen von Leichtatomen
 3. Bestimmung magnetischer Strukturen
- ▶ zusätzlich \mapsto **inelastische Neutronenstreuung** \mapsto s. IR/Raman

Einleitung

- ▶ **elastische Wechselwirkung** Neutron (n) \longleftrightarrow Kern
- ▶ **Prinzip** analog zur Röntgenbeugung
- ▶ praktische Verwendung **nach Probenarten**
 - ▶ Pulver-Beugung (Rietveld)
 - ▶ Einkristall-Beugung
- ▶ **Theorie** analog zur Röntgenstreuung
 - ▶ Orte der Reflexe: Bragg'sche Gleichung $|\vec{r}_{hkl}^*| = \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{2 \sin \Theta_{hkl}}{\lambda}$
 - ▶ Intensitäten, für Pulver: $F_{hkl}^2 = I_{hkl} = \frac{I_{hkl}^{roh}}{LPAH_{hkl}}$ mit den Strukturfaktoren
Röntgen: $F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)}$ bzw. n: $F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N b_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)}$
 - ▶ Phasenproblem
 - ▶ ! ggf. zusätzlich magnetische Wechselwirkungen
- ▶ **apparativ** sehr aufwändig (Erzeugung und Detektion von n)
 - ▶ schwache WW \mapsto mehr Probe/größere Kristalle erforderlich
- ▶ nur verwendet, wenn Röntgen (Labor, Synchrotron) 'nicht ausreicht'
 1. Unterscheidung von im PSE benachbarten Elementen
 2. Ermittlung der Positionen von Leichtatomen
 3. Bestimmung magnetischer Strukturen
- ▶ zusätzlich \mapsto **inelastische Neutronenstreuung** \mapsto s. IR/Raman

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Eigenschaften von Neutronen

	γ (Röntgen, X)	n (Neutronen)
Masse [kg]	0	$1.673 \cdot 10^{-27}$
magnetisches Moment	-	$\frac{1}{2}$
Energie [eV]	10^3 bis 10^6	10^{-3} bis 10^0 0.025 (sog. thermisch n)
Wellenlänge λ [Å]	0.3 bis 3 1.5 (Cu-K $_{\alpha}$)	0.3 bis 20 1.8 (thermische n)
Geschwindigkeit v [m/s]	$c = 3 \cdot 10^8$	2 500 (thermische n)
Wechselwirkung mit	e^- -Hülle (Z-spezifisch)	Kern/Isotop ❶ e^- -Spins ❷
Quellen	Röntgenröhre Synchrotron	Kernreaktor (I) Spallationsquelle (II)

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

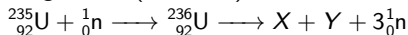
Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Erzeugung I: Kernreaktionen

- ▶ 'gewöhnliche' Leicht- oder Schwerwasserreaktoren
- ▶ Brennstoff: UO_2 oder U-Silicide, angereichert auf ca. 93 % $^{235}_{92}\text{U}$ (HEU^1)
- ▶ Kernreaktionen mit 'langsamen' (0.025 eV) Neutronen²:



- ▶ Energie der gebildeten n: 2 000 000 eV ($v = 20\,000$ km/s)
- ▶ 'schnelle' n werden von $^{238}_{92}\text{U}$ absorbiert
- ▶ Abbremsen der n mit Moderatoren (inelastische Streuung)
[Isotope: ^1H bzw. ^2D (in Wasser), Graphit]
- ▶ für Kettenreaktion \mapsto Multiplikationsfaktor $m = \frac{n_{\text{gebildet}}}{n_{\text{verbraucht}}} = 1$
- ▶ Regelstäbe (Absorption)
(Isotope: ^{10}B , Borcarbid, Cd, Gd, Sm, Eu, Y, Hf)

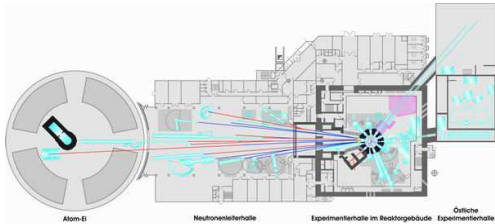
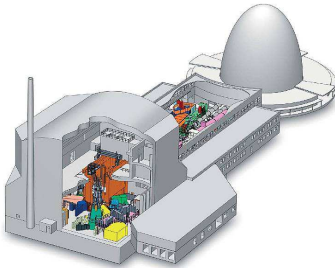
¹ HEU = highly enriched uranium; ² X/Y z.B. $^{144}_{56}\text{Ba}/^{89}_{36}\text{Kr}$

Wirkungsquerschnitte für die Absorption

Isotop	σ in Barn [10^{-24}cm^2]	μ [cm^{-1}]	bei Durchgang durch 1 cm Material verbleiben [%]
^6Li	570	26	0
^{10}B	430	56	0
C	0.003	0.0005	99.95
Al	0.13	0.008	99.2
Fe	1.4	0.12	88.7
^{113}Cd	23 000	1050	0
Gd	20 000	600	0
^{160}Gd	1	0.03	97.0

- ▶ zum Vergleich: Röntgenstrahlung:
 - ▶ allgemein: $\mu = 100 - 4000 \text{ cm}^{-1}$
 - ▶ wichtiges Element mit kleinem μ : Be ($\mu = 2.7 \text{ cm}^{-1}$)

Kernreaktor FRM-II in Garching

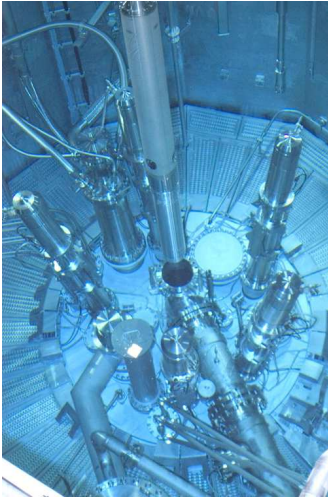


Schema des FRM-II



Reaktorbecken

Kernreaktor FRM-II in Garching



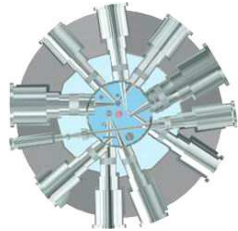
Blick in das Reaktorbecken



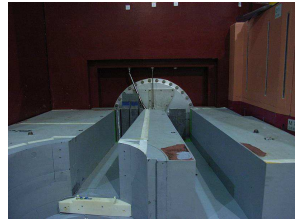
Brennstab

∅: 24 cm

l: 130 cm

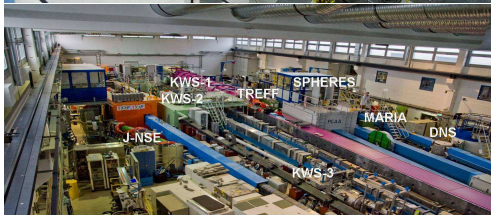
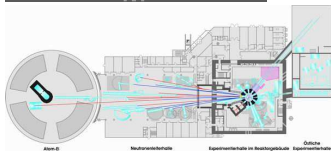
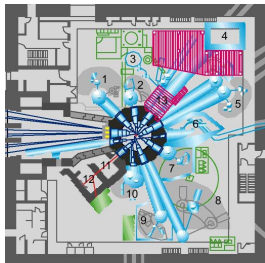


Strahlrohranordnung



Strahlrohrausgang zur Experimentierhalle

FRM-II: Experimentierhalle



Erzeugung von Neutronen II: Spallationsquellen

- ▶ Beschuss eines Targets (U, Hg, Zr, W) mit hochenergetischen Teilchen (meist Protonen mit ca. 1 GeV, Protonenbeschleuniger)
z.B. ^{238}U -Target: ca. 25 n aller Energien (spektrale Verteilung s.u.)
- ▶ n-Pulse von 50-60 Hz.
- ▶ **Filmchen vom ISIS**
- ▶ Experimente mit Zeitauflösung (TOF, Time of Flight)

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} = \frac{h}{mv} \frac{1}{2 \sin \theta} = \frac{ht_{hkl}}{mL} \frac{1}{2 \sin \theta}$$

t_{hkl} : 'Ankunftszeit' am Detektor

L: Abstand Quelle – Detektor

Erzeugung von Neutronen II: Spallationsquellen

- ▶ Beschuss eines Targets (U, Hg, Zr, W) mit hochenergetischen Teilchen (meist Protonen mit ca. 1 GeV, Protonenbeschleuniger)
z.B. ^{238}U -Target: ca. 25 n aller Energien (spektrale Verteilung s.u.)
- ▶ n -Pulse von 50-60 Hz.
- ▶ Filmchen vom ISIS
- ▶ Experimente mit Zeitauflösung (TOF, Time of Flight)

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} = \frac{h}{mv} \frac{1}{2 \sin \theta} = \frac{ht_{hkl}}{mL} \frac{1}{2 \sin \theta}$$

t_{hkl} : 'Ankunftszeit' am Detektor

L: Abstand Quelle – Detektor

- ▶ Vorteile:
 - ▶ effiziente Ausnutzung aller Neutronen
 - ▶ sehr kleine und große Auflösungen möglich
 - ▶ fixer Aufbau von Detektoren und Probenumgebungen (Druckzellen, Magnete, Öfen, Reaktoren usw.)
 - ▶ flexibel, weiter optimierbar

Erzeugung von Neutronen II: Spallationsquellen

- ▶ Beschuss eines Targets (U, Hg, Zr, W) mit hochenergetischen Teilchen (meist Protonen mit ca. 1 GeV, Protonenbeschleuniger)
z.B. ^{238}U -Target: ca. 25 n aller Energien (spektrale Verteilung s.u.)
- ▶ n-Pulse von 50-60 Hz.
- ▶ Filmchen vom ISIS
- ▶ Experimente mit Zeitauflösung (TOF, Time of Flight)

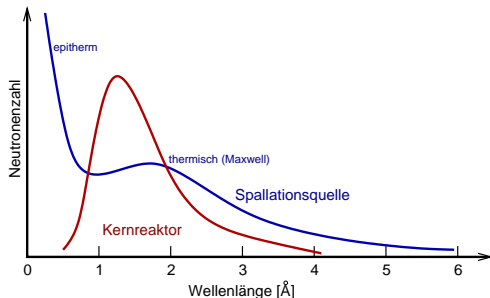
$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} = \frac{h}{mv} \frac{1}{2 \sin \theta} = \frac{ht_{hkl}}{mL} \frac{1}{2 \sin \theta}$$

t_{hkl} : 'Ankunftszeit' am Detektor

L: Abstand Quelle – Detektor

- ▶ Vorteile:
 - ▶ effiziente Ausnutzung aller Neutronen
 - ▶ sehr kleine und große Auflösungen möglich
 - ▶ fixer Aufbau von Detektoren und Probenumgebungen (Druckzellen, Magnete, Öfen, Reaktoren usw.)
 - ▶ flexibel, weiter optimierbar

Neutronenarten, typische Spektren, Einsatz



	T[K]	E [eV]	λ	v [m/s]	Verwendung
hochenergetisch		> 20 MeV			
Spalt-n		2 MeV			Materialtests, Tumorthherapie
epitherm		10-100 eV			Boreinfangtherapie, Isotopenproduktion
heiss	2300	1-10 eV	0.05 nm	5 km/s	HL-Dotierung
thermisch	300	3-150 meV	0.2 nm	2.2 km/s	Isotopenproduktion, NAA, Beugung
kalt	25	0.1-20 meV	0.2-25 nm	600 m/s	Neutronenoptik
ultra-kalt	mK	10^{-6} -0.01 meV	10-1000 nm	5 m/s	Messungen am n

Neutronenquellen weltweit

▶ Reaktoren

- ▶ FRM-II, Garching, Deutschland, 20 MW
- ▶ BER-II (Helmholz-Zentrum Berlin) Berlin (ehem. HMI), 10 MW
- ▶ ILL (Institute Laue-Langevin), Grenoble, Frankreich
- ▶ LLB (Laboratoire Leon Brillouin), Saclay, Frankreich, 14 MW
- ▶ div. kleinere Forschungsreaktoren

▶ Spallationsquellen

- ▶ SINQ (Swiss Spallation Neutron Source), Paul-Scherrer-Institut, Villigen, CH
 - ▶ ISIS (Intense Spallation Isotope Source), England
 - ▶ LANSCE (Los Alamos Neutron Scattering Center), US
 - ▶ KENS (Neutron Science Laboratory), Japan
 - ▶ ESS (European Spallation Source Project) Lund, Schweden (im Bau)
 - ▶ SNS (Spallation Neutron Source), Oak Ridge, US
- ▶ komplette Übersicht vom NIST

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

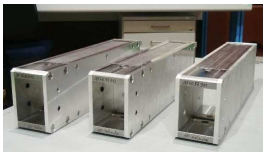
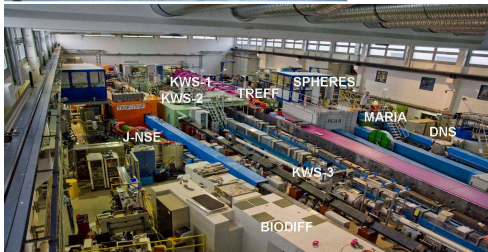
Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Fokussierung/Kollimation: Neutronenleiter

- ▶ Prinzip: Totalreflexion
- ▶ kritische Winkel für thermische n ca. 2°
- ▶ 'Verlust' von schnellen n und γ -Strahlung
- ▶ Standard: sehr ebene Glasplatten mit ^{58}Ni -Beschichtung
- ▶ Superspiegel: 180 dünne Ni/Ti-Schichten

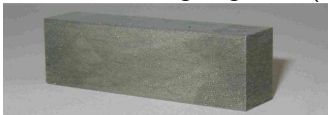


Monochromatisierung: Kristallmonochromator

- ▶ Prinzip: Bragg
- ▶ Positionen/Winkel in der Burg von aussen regelbar



- ▶ z.B. am SPODI: gebogene Ge(551)-Monochromatoren



- ▶ 37 mit Sn verlötete gebogene Ge-Wafer
- ▶ Gesamtdicke: 15 mm
- ▶ Streuwinkel 155°

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

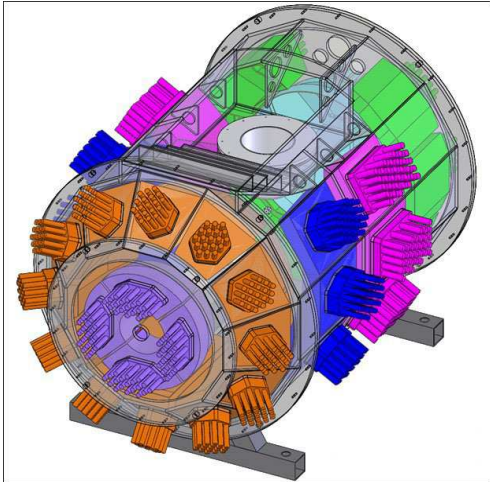
Einkristallbeugung

Literatur, Links

Detektoren (allgemein)

- ▶ Absorption von ${}^1_0\text{n}$ via Kernreaktion und Umwandlung in ${}^1_1\text{p}$ oder α -Teilchen
 - ▶ ${}^1_0\text{n} + {}^3_2\text{He} \longrightarrow {}^1_1\text{p} + {}^3_1\text{T} + 0.77 \text{ MeV}$
 - ▶ ${}^1_0\text{n} + {}^6_3\text{Li} \longrightarrow {}^1_1\text{p} + {}^4_2\text{He} + 4.78 \text{ MeV}$
 - ▶ ${}^1_0\text{n} + {}^{10}_5\text{B} \longrightarrow {}^7_3\text{Li}^* + {}^4_2\text{He} + 2.31 \text{ MeV}$
- ▶ Absorber-Materialien
 - ▶ ZnS-Pulver, gemischt mit B_2O_3 (${}^{10}\text{B}$ angereichert)
 - ▶ BF_3 -Zählrohre
 - ▶ ${}^6\text{Li}$ angereicherte Gläser
 - ▶ ${}^3\text{He}$ -Gasdetektoren
- ▶ erzeugte p oder ${}^4\text{He}$
 - ▶ Ionisation div. Detektormaterialien (z.B. Gase)
 - ▶ Fluoreszenz-Strahlung
 - ▶ Detektor entsprechend Röntgen-Detektoren
- ▶ Bauarten analog Röntgen
 - ▶ Einzelzähler
 - ▶ PSD, Flächenzähler
- ▶ Filmchen vom ISIS

Detektor: Polaris (am ISIS)



Abschirmung, Primärstrahlfänger

- ▶ Abschirmsteine, verschiedene Betonsorten unterschiedlicher Dichte
- ▶ Primärstrahlfänger
 - ▶ z.B. ISIS: ^{10}B -angereicherte B-Carbid + 80 t Abschirmmasse (Beton, Blei usw.)

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

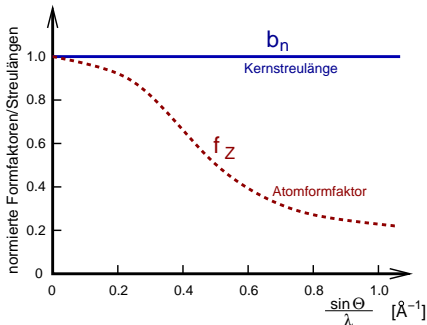
Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Wechselwirkung von n mit Atom-Kernen (nukleare Streuung)

- ▶ starke WW mit praktisch punktförmigen Kernen
- ▶ statt Streufaktorkurven f_j bei Röntgen \mapsto Streulänge b_j , von θ unabhängig

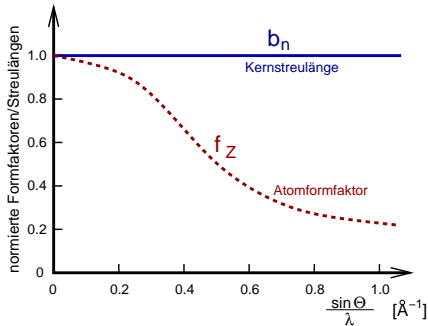


z.B. für Cr:

- ▶ Unterschiede in Streulängen
 - ▶ keine Gänge mit Z
 - ▶ Isotopenabhängigkeit
 - ▶ b auch negativ oder komplex

Wechselwirkung von n mit Atom-Kernen (nukleare Streuung)

- ▶ starke WW mit praktisch punktförmigen Kernen
- ▶ statt Streufaktorkurven f_j bei Röntgen \mapsto Streulänge b_j , von θ unabhängig

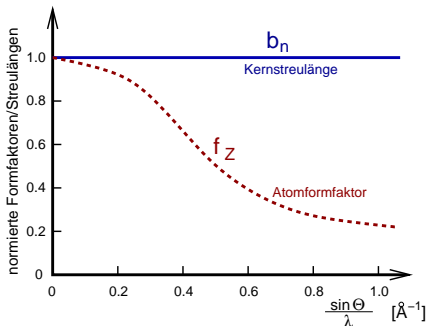


z.B. für Cr:

- ▶ Unterschiede in Streulängen
 - ▶ keine Gänge mit Z
 - ▶ Isotopenabhängigkeit
 - ▶ b auch negativ oder komplex
- ▶ inkohärente Streuung z.B. bei ^1H \mapsto hoher Untergrund
- ▶ hohe Absorption: ^{10}B , Cd, Eu, Gd

Wechselwirkung von n mit Atom-Kernen (nukleare Streuung)

- ▶ starke WW mit praktisch punktförmigen Kernen
- ▶ statt Streufaktorkurven f_j bei Röntgen \mapsto Streulänge b_j , von θ unabhängig



z.B. für Cr:

- ▶ Unterschiede in Streulängen
 - ▶ keine Gänge mit Z
 - ▶ Isotopenabhängigkeit
 - ▶ b auch negativ oder komplex
- ▶ inkohärente Streuung z.B. bei ^1H \mapsto hoher Untergrund
- ▶ hohe Absorption: ^{10}B , Cd, Eu, Gd

Ausgewählte kohärente Streulängen

Isotop	b [10^{-12} cm]
^1H	-0.374
^2D	0.667
O	0.58
Ti	-0.34
^{46}Ti	0.48
^{47}Ti	0.33
^{48}Ti	-0.58
^{49}Ti	0.08
^{113}Cd	$-1.5 + 1.2i$
^{160}Gd	0.03

Elastische Streuung am Kristall

- ▶ analog zur Röntgenbeugung

$$F_{hkl} = \sum_{\text{Atome } j} f_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}$$

- ▶ für n :

$$F_{hkl} = \sum_{\text{Atome } j} b_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}$$

- ▶ damit z.B. Reflexintensitäten in Pulverdiffraktogrammen:

$$I_{hkl} = |F_{hkl}|^2 H_{hkl} LPA$$

- ▶ Strukturverfeinerungen (z.B. Rietveld-Methode) direkt analog zur Röntgenbeugung

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

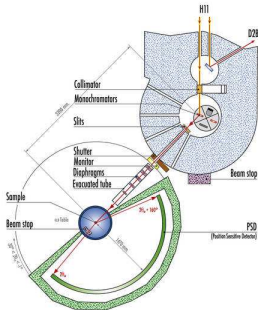
Pulverdiffraktometer SPODI am FRM-II

- ▶ SPODI = **S**tructure **PO**wder **D**iffractometer
- ▶ Monochromator: Ge (551) Wafer
Optimierung auf Fluss oder Monochromatisierung durch unterschiedliche Monochromatorwinkel
- ▶ Proben-Kollimator: planparallele Platten
- ▶ ^3He -Detektorbank
- ▶ 80 Detektoren: Draht, 300 mm vertikaler Detektor
- ▶ Gauss-Profile

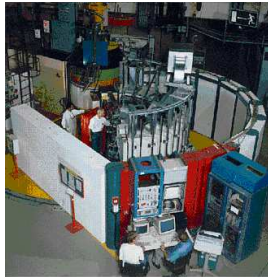


Pulverdiffraktometer D20 am ILL/Grenoble

- ▶ besonders hohe Flussdichte
- ▶ Gesamtflächendetektor (PSD), dadurch sehr schnell



schematischer Aufbau



Gesamtansicht



Detektor

Pulverdiffraktion: Anwendungen

- ▶ **grundlegende Vorteile von Neutronen (gegenüber Röntgen)**
 - ▶ Bestimmung der Positionen von Leichtatomen (H, D usw.)
 - ▶ Trennung quasi-isoelektronischer Elemente (Fe – Co, Al – Si usw.)
 - ▶ Bestimmung magnetischer Strukturen
- ▶ **weitere Vorteile von Neutronen**
 - ▶ aufwändige Probenumgebungen möglich (kaum Absorption)
(*T*- und *p*-abhängige Messungen, magnetische Felder, in-situ-Untersuchungen usw.)
 - ▶ einfachere Analyse thermischer Bewegungen (keine Abhängigkeit von Bindungselektronen usw.)
 - ▶ zeitaufgelöste Messungen

Pulverdiffraktion: Anwendungen

- ▶ **grundlegende Vorteile von Neutronen (gegenüber Röntgen)**
 - ▶ Bestimmung der Positionen von Leichtatomen (H, D usw.)
 - ▶ Trennung quasi-iselektronischer Elemente (Fe – Co, Al – Si usw.)
 - ▶ Bestimmung magnetischer Strukturen
- ▶ **weitere Vorteile von Neutronen**
 - ▶ aufwändige Probenumgebungen möglich (kaum Absorption)
(T - und p -abhängige Messungen, magnetische Felder, in-situ-Untersuchungen usw.)
 - ▶ einfachere Analyse thermischer Bewegungen (keine Abhängigkeit von Bindungselektronen usw.)
 - ▶ zeitaufgelöste Messungen
- ▶ **generelle Vorteile der Pulverdiffraktometrie**
 - ▶ Pulverproben ausreichend
 - ▶ Reflex-Profile \mapsto Informationen zur Teilchengrößenverteilung, Textur, Stress, ...

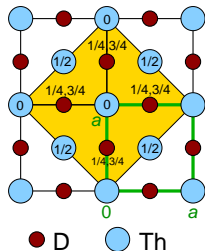
Pulverdiffraktion: Anwendungen

- ▶ **grundlegende Vorteile von Neutronen (gegenüber Röntgen)**
 - ▶ Bestimmung der Positionen von Leichtatomen (H, D usw.)
 - ▶ Trennung quasi-isoelektronischer Elemente (Fe – Co, Al – Si usw.)
 - ▶ Bestimmung magnetischer Strukturen
- ▶ **weitere Vorteile von Neutronen**
 - ▶ aufwändige Probenumgebungen möglich (kaum Absorption)
(T - und p -abhängige Messungen, magnetische Felder, in-situ-Untersuchungen usw.)
 - ▶ einfachere Analyse thermischer Bewegungen (keine Abhängigkeit von Bindungselektronen usw.)
 - ▶ zeitaufgelöste Messungen
- ▶ **generelle Vorteile der Pulverdiffraktometrie**
 - ▶ Pulverproben ausreichend
 - ▶ Reflex-Profile \mapsto Informationen zur Teilchengrößenverteilung, Textur, Stress, ...
- ▶ **generelle Nachteile der Pulverdiffraktometrie**
 - ▶ begrenzte Strukturinformationen durch 1D Daten
 - ▶ Strukturbestimmung sehr schwierig
 - ▶ keine vollständigen Magnetstrukturen

Pulverdiffraktion: Anwendungen

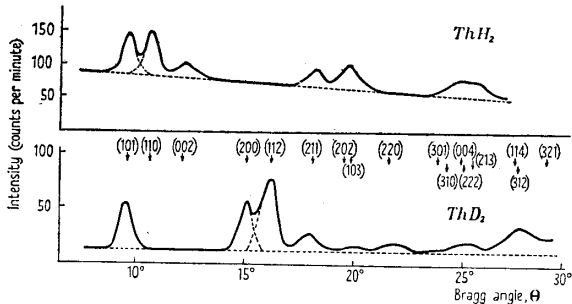
- ▶ **grundlegende Vorteile von Neutronen (gegenüber Röntgen)**
 - ▶ Bestimmung der Positionen von Leichtatomen (H, D usw.)
 - ▶ Trennung quasi-isoelektronischer Elemente (Fe – Co, Al – Si usw.)
 - ▶ Bestimmung magnetischer Strukturen
- ▶ **weitere Vorteile von Neutronen**
 - ▶ aufwändige Probenumgebungen möglich (kaum Absorption)
(T - und p -abhängige Messungen, magnetische Felder, in-situ-Untersuchungen usw.)
 - ▶ einfachere Analyse thermischer Bewegungen (keine Abhängigkeit von Bindungselektronen usw.)
 - ▶ zeitaufgelöste Messungen
- ▶ **generelle Vorteile der Pulverdiffraktometrie**
 - ▶ Pulverproben ausreichend
 - ▶ Reflex-Profile \mapsto Informationen zur Teilchengrößenverteilung, Textur, Stress, ...
- ▶ **generelle Nachteile der Pulverdiffraktometrie**
 - ▶ begrenzte Strukturinformationen durch 1D Daten
 - ▶ Strukturbestimmung sehr schwierig
 - ▶ keine vollständigen Magnetstrukturen

Lokalisierung von Leichtatomen I: historisches Beispiel



Kristallstruktur von ThD_2
 (Projektion auf (001))

Überstruktur von CaF_2 (gelb)
 $I4/mmm$; $a=410$, $c=503$ pm



Neutronenpulverdiagramme von ThH_2 und ThD_2

Lokalisierung von Leichtatomen II: Hausbeispiel (Michael Jehle)

- ▶ $\text{Ba}_{10}\text{Ga}^{[1]}$, auch Ba_{10}Si usw. (VAI₁₀-Typ)
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5^{[2]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{e}^-$

¹: M. L. Fornasini, F. Merlo, *Rev. Chim. Mineral.* **16**, 458-464 (1979); ²: C. Röhr, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **621**, 1496-1500 (1995). ³: B. Huang, J. D. Corbett, *Inorg. Chem.* **37**, 1892-1899 (1998).

Lokalisierung von Leichtatomen II: Hausbeispiel (Michael Jehle)

- ▶ $\text{Ba}_{10}\text{Ga}^{[1]}$, auch Ba_{10}Si usw. (VAI₁₀-Typ)
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5^{[2]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{e}^-$
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_{24}^{[3]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{H}^-$

¹: M. L. Fornasini, F. Merlo, *Rev. Chim. Mineral.* **16**, 458-464 (1979); ²: C. Röhr, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **621**, 1496-1500 (1995). ³: B. Huang, J. D. Corbett, *Inorg. Chem.* **37**, 1892-1899 (1998).

Lokalisierung von Leichtatomen II: Hausbeispiel (Michael Jehle)

- ▶ $\text{Ba}_{10}\text{Ga}^{[1]}$, auch Ba_{10}Si usw. (VAI₁₀-Typ)
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5^{[2]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{e}^-$
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_{24}^{[3]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{H}^-$
- ▶ ?? Ort und Anzahl von Hydrid-Ionen in $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5(\text{H/D})_x (x=?)$

¹: M. L. Fornasini, F. Merlo, *Rev. Chim. Mineral.* **16**, 458-464 (1979); ²: C. Röhr, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **621**, 1496-1500 (1995). ³: B. Huang, J. D. Corbett, *Inorg. Chem.* **37**, 1892-1899 (1998).

Lokalisierung von Leichtatomen II: Hausbeispiel (Michael Jehle)

- ▶ $\text{Ba}_{10}\text{Ga}^{[1]}$, auch Ba_{10}Si usw. (VAI₁₀-Typ)
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5^{[2]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{e}^-$
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_{24}^{[3]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{H}^-$
- ▶ ?? Ort und Anzahl von Hydrid-Ionen in $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5(\text{H}/\text{D})_x (x=?)$
- ▶ Synthese phasenreiner Proben der H- und der D-Verbindungen (mehrere 100 mg)
- ▶ Pulvermessung der H- und D-Probe (Holger Kohlmann, Leipzig)
- ▶ Diffraktometer: Pulverdiffraktometer D20, ILL Grenoble
- ▶ Rietveldverfeinerung

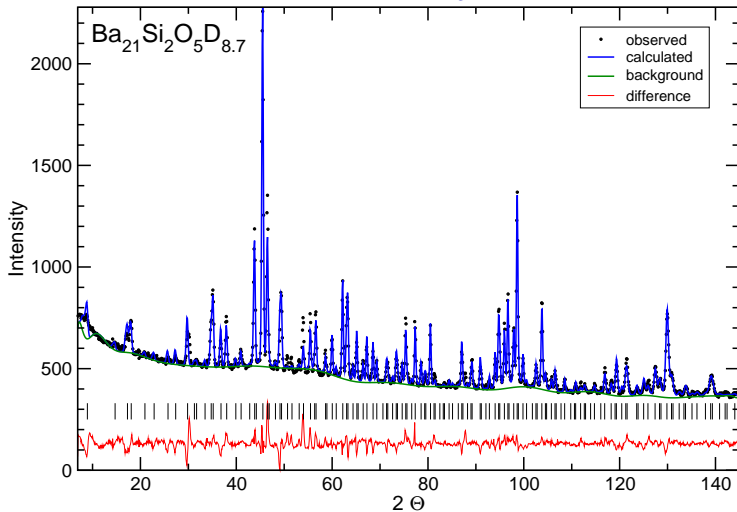
¹: M. L. Fornasini, F. Merlo, *Rev. Chim. Mineral.* 16, 458-464 (1979); ²: C. Röhr, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 621, 1496-1500 (1995). ³: B. Huang, J. D. Corbett, *Inorg. Chem.* 37, 1892-1899 (1998).

Lokalisierung von Leichtatomen II: Hausbeispiel (Michael Jehle)

- ▶ $\text{Ba}_{10}\text{Ga}^{[1]}$, auch Ba_{10}Si usw. (VAI_{10} -Typ)
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5^{[2]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{e}^-$
- ▶ $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_{24}^{[3]} \longrightarrow 21\text{Ba}^{2+} + 2\text{Si}^{4-} + 5\text{O}^{2-} + 24\text{H}^-$
- ▶ ?? Ort und Anzahl von Hydrid-Ionen in $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5(\text{H}/\text{D})_x (x=?)$
- ▶ Synthese phasenreiner Proben der H- und der D-Verbindungen (mehrere 100 mg)
- ▶ Pulvermessung der H- und D-Probe (Holger Kohlmann, Leipzig)
- ▶ Diffraktometer: Pulverdiffraktometer D20, ILL Grenoble
- ▶ Rietveldverfeinerung

¹: M. L. Fornasini, F. Merlo, *Rev. Chim. Mineral.* **16**, 458-464 (1979); ²: C. Röhr, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **621**, 1496-1500 (1995). ³: B. Huang, J. D. Corbett, *Inorg. Chem.* **37**, 1892-1899 (1998).

Lokalisierung von Leichtatomen II: $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_x$



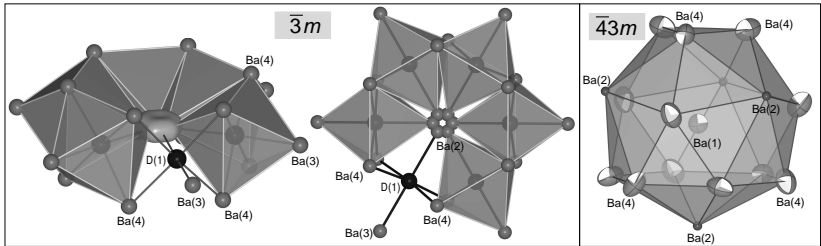
Rietveldverfeinerung des Deuterids^[1]

¹: M. Jehle, A. Hoffmann, H. Kohlmann, H. Scherer, C. Röhr, *J. Alloys Comps* **623** 164-177 (2015).

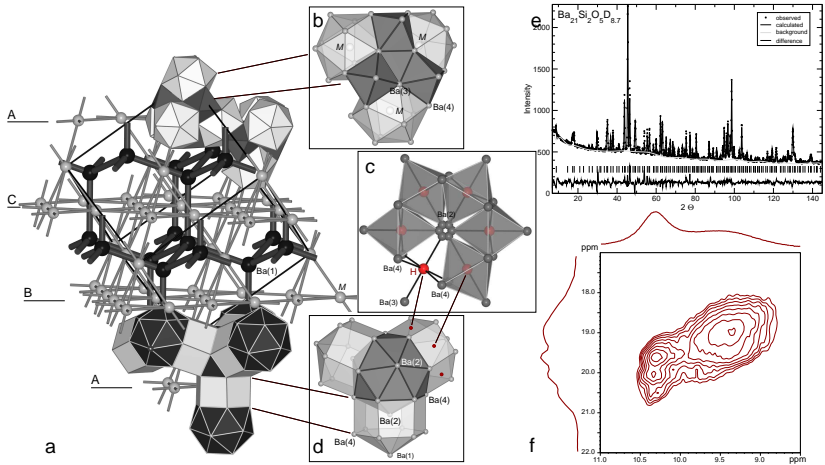
Lokalisierung von Leichtatomen II: $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_x$

Crystal system, Space group	cubic, $Fd\bar{3}m$, No. 227	
Lattice constant [pm]	a	2038.99(3)
Volume of the u.c. [10^6 pm^3]		8477.2(4)
Z		8
Density [g/cm^3]		4.760
Diffractometer		D20, ILL Grenoble, $\lambda = 186.707(2) \text{ pm}$
2θ range [$^\circ$]		3 - 150
No. of data points/reflections observed		1381/289
Refinement		GSAS, EXPGUI
No. of free parameters		58 (6 profile and 32 background param.)
R -Values		$R_p = 0.0271$; $wR_p = 0.0389$, $R(F^2) = 0.0984$
Ba(1) ($8b: \frac{3}{8}, \frac{3}{8}, \frac{3}{8}$)	$U_{iso} =$	154(35)
...		
D (96g: x, x, z)	$x =$	0.4314(2)
	$z =$	0.6298(3)
	$U_{iso} =$	330(10)
	sof =	0.725(6)

Lokalisierung von Leichtatomen II: $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_x$



Lokalisierung von Leichtatomen II: $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_x$



Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Einkristallbeugung

▶ Vorteile gegenüber Pulver

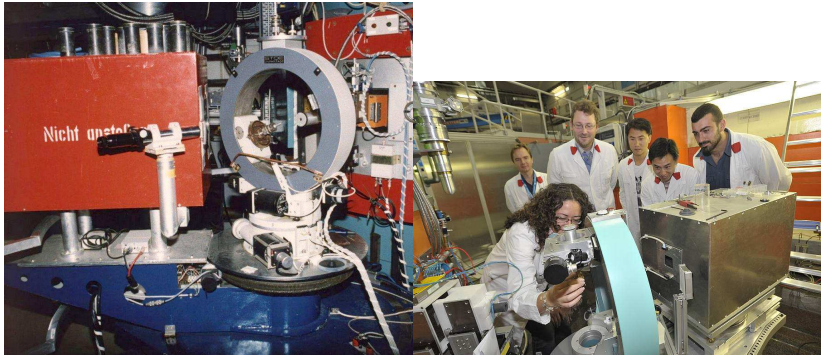
- ▶ komplette Strukturinformationen zugänglich (Strukturlösung einfach)
- ▶ 3D-aufgelöste I -Informationen
- ▶ vollständige Magnetstruktur
- ▶ anisotrope Temperaturfaktoren

▶ Nachteile gegenüber Pulver

- ▶ große Kristalle erforderlich (ca. 1 mm Kantenlänge)
- ▶ sehr aufwändige Messungen

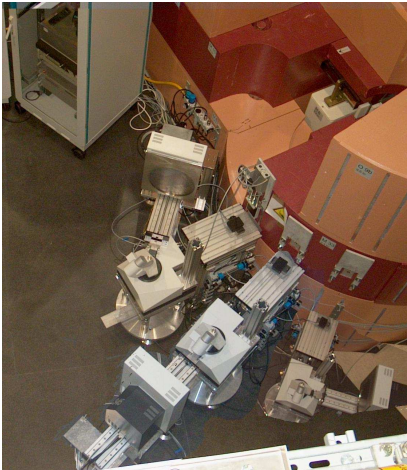
Einkristalldiffraktometer I

- ▶ Standarddiffraktometer, z.B. mit Eulerwiege (HEIDI am FRM-II)



Einkristalldiffraktometer II

- ▶ κ -Geometrie, mit Flächenzähler (RESI am FRM-II)



Einkristalldiffraktometer III

- ▶ Lifting-Counter-Zähler, erlaubt aufwändige Probenumgebungen (ILL)



Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

Wechselwirkung der Neutronen mit der Elektronenhülle

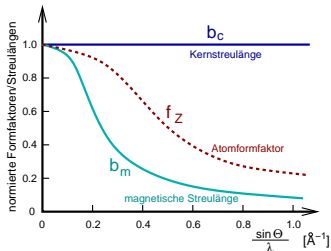
- ▶ $n \mapsto \text{Spin } \frac{1}{2}$
- ▶ magnetisches Moment

$$\mu_n = \frac{e\hbar}{2m_n} g_n \quad (\text{mit } g_n = 1.913)$$

- ▶ Vergleich mit e^-

$$\mu_e = \frac{e\hbar}{2m_e} g_e \quad (\text{mit } g_e = 2)$$

- ▶ WW mit dem Magnetfeld, das durch Spin- und Orbital-Momente der e^- der Atomhülle erzeugt wird (bei 3d-Metallen, Lanthanoiden usw.)
- ▶ e^- -Hülle nicht punktförmig $\mapsto \theta$ -Abhängigkeit wie bei Röntgenbeugung:

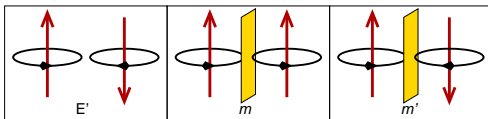


Beschreibung von Magnetstrukturen

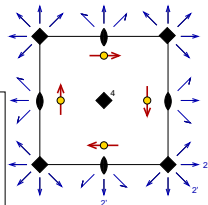
- ▶ 3-dimensionale Ordnung von magnetischen Momenten unterhalb einer Ordnungstemperatur T_o
- ▶ magnetische WW J_{ij} ($E = -J_{ij} S_i S_j$)

1. kristallographische Beschreibung

- ▶ 1421 magnetische Raumgruppen (Shubnikov-Gruppen)
s. G. T. Rado, H. Suhl, *Magnetic Symmetry* Vol. II A, Academic Press New York, 1963.
- ▶ Spinumkehroperator E'

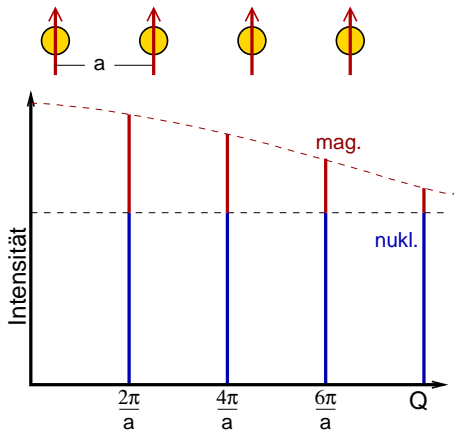


z.B. RG $P42'2'$



- 2. alternative Beschreibung: Propagationsvektor \vec{k} (im reziproken, s.u.)
(q -Vektor der Magnetstruktur)

1D Ferromagnet



▶ ferromagnetisch

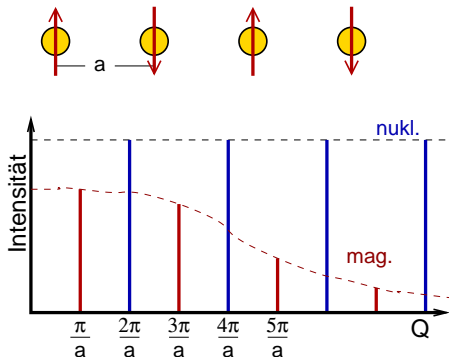
▶ $\vec{k}_N = \frac{2\pi}{a} n$

▶ $\vec{k}_M = \frac{2\pi}{a} n$

▶ \mapsto magnetische Bragg-Reflexe an den gleichen Positionen wie die Kern-Reflexe

▶ gegenüber reiner Kernstreuung θ -Abhängigkeit

1D Antiferromagnet



▶ antiferromagnetisch

▶ $\vec{k}_N = \frac{2\pi}{a} n$

▶ $\vec{k}_M = \frac{2\pi}{2a} n = \frac{\pi}{a} n = \frac{1}{2} \vec{k}_N$

▶ \mapsto magnetische Bragg-Reflexe
zwischen den Kern-Reflexe

▶ magnetische Überstruktur

Propagationsvektor: Definition

- ▶ Ψ_j : magnetisches Moment eines Atoms j in der 0. Elementarzelle der Kernstruktur
- ▶ Def: Das magnetische Moment μ_{jl} der gleichen Atomsorte j in einer Elementarzelle l mit dem Gittervektor $\vec{t}_l = u\vec{a} + v\vec{b}$

▶ soll sich nach $\mu_{jl} = \Psi_j e^{-2\pi i \vec{k} \vec{t}_l}$ ergeben.

▶ 2D Beispiel (s. rechts)

▶ $\Psi_j = [10]$ (Pfeil in \vec{a} -Richtung)

▶ $\vec{k} = (\frac{1}{2}, \frac{1}{2})$.. da ..

▶ z.B. für das Atom am Ende des blauen Pfeils:

$$\mu_{jl} = \Psi_j e^{-2\pi i \vec{k} \vec{t}}$$

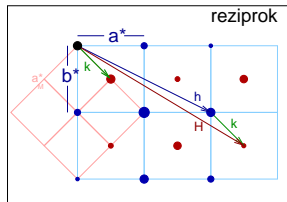
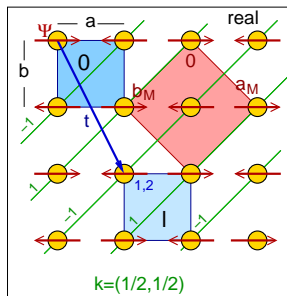
$$= \Psi_j \exp\left\{-2\pi i \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \cdot \left(\frac{1}{2}\right)\right\}$$

$$= \Psi_j \exp\left\{-2\pi i \left(\frac{1}{2} + 1\right)\right\} = \Psi_j e^{-3\pi i} = -\Psi_j$$

▶ grüne Zahlen: Vorzeichen $e^{-2\pi i \vec{k} \vec{t}}$ von μ_j

▶ grüne 'Ebenen' mit jeweils parallelen Spins

▶ verlaufen \perp zu \vec{k}



Propagationsvektor in der Beugung

- ▶ \vec{k} beschreibt Translationssymmetrie der Magnetstruktur (relativ zur Kernstruktur)
- ▶ kristallographisch: \vec{k} transformiert die reziproken Basisvektoren der Kernstruktur in die reziproken Basisvektoren des magnetischen Übergitters
- ▶ für Beugung an Kernen:
 - ▶ reale Basis der Kern-Elementarzelle: $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$
 - ▶ zugehörige reziproke Zelle: $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$
 - ▶ \mapsto Kern-Braggreflexe hkl an den Orten $\vec{h} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$
 - ▶ h, k, l : Millerindizes, geradzahlig

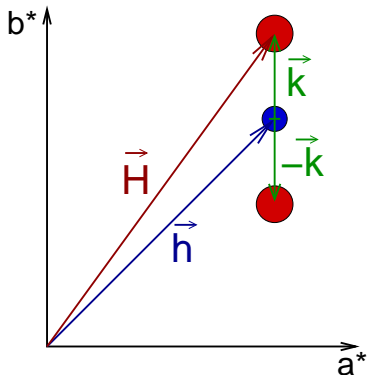
Propagationsvektor in der Beugung

- ▶ \vec{k} beschreibt Translationssymmetrie der Magnetstruktur (relativ zur Kernstruktur)
- ▶ kristallographisch: \vec{k} transformiert die reziproken Basisvektoren der Kernstruktur in die reziproken Basisvektoren des magnetischen Übergitters
- ▶ für Beugung an Kernen:
 - ▶ reale Basis der Kern-Elementarzelle: $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$
 - ▶ zugehörige reziproke Zelle: $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$
 - ▶ \mapsto Kern-Braggreflexe hkl an den Orten $\vec{h} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$
 - ▶ h, k, l : Millerindizes, geradzahlig
- ▶ für magnetische Struktur:
 - ▶ Propagationsvektor \vec{k} : $\vec{k} = k_x\vec{a}^* + k_y\vec{b}^* + k_z\vec{c}^*$
 - ▶ k_x, k_y, k_z zwischen 0 und 1
 - ▶ magnetische Reflexe an den reziproken Orten: $\vec{H} = \vec{h} + \vec{k}$
 - ▶ Magnetreflexe sind Satelliten der Kernreflexe

Propagationsvektor in der Beugung

- ▶ \vec{k} beschreibt Translationssymmetrie der Magnetstruktur (relativ zur Kernstruktur)
- ▶ kristallographisch: \vec{k} transformiert die reziproken Basisvektoren der Kernstruktur in die reziproken Basisvektoren des magnetischen Übergitters
- ▶ für Beugung an Kernen:
 - ▶ reale Basis der Kern-Elementarzelle: $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$
 - ▶ zugehörige reziproke Zelle: $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$
 - ▶ \mapsto Kern-Braggreflexe hkl an den Orten $\vec{h} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$
 - ▶ h, k, l : Millerindizes, geradzahlig
- ▶ für magnetische Struktur:
 - ▶ Propagationsvektor \vec{k} : $\vec{k} = k_x\vec{a}^* + k_y\vec{b}^* + k_z\vec{c}^*$
 - ▶ k_x, k_y, k_z zwischen 0 und 1
 - ▶ magnetische Reflexe an den reziproken Orten: $\vec{H} = \vec{h} + \vec{k}$
 - ▶ Magnetreflexe sind Satelliten der Kernreflexe

Bragg'sche Gleichung



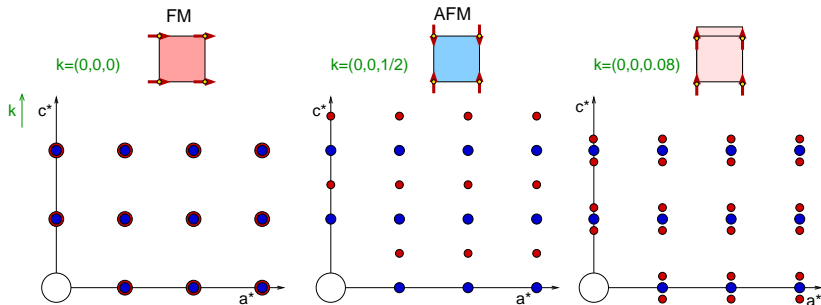
$$\frac{1}{d_{\vec{h}}} = |\vec{h}| = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$$

Kernreflexe \vec{h} = Fundamentalreflexe

Bragg'sche Gleichung für die magnetischen Reflexe

$$\left(\frac{1}{d_{\vec{H}}}\right)^{\pm} = |\vec{H}| = |\vec{h} \pm \vec{k}| = \frac{2 \sin(\theta^{\pm})}{\lambda}$$

Magnetstrukturen im reziproken Raum



Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

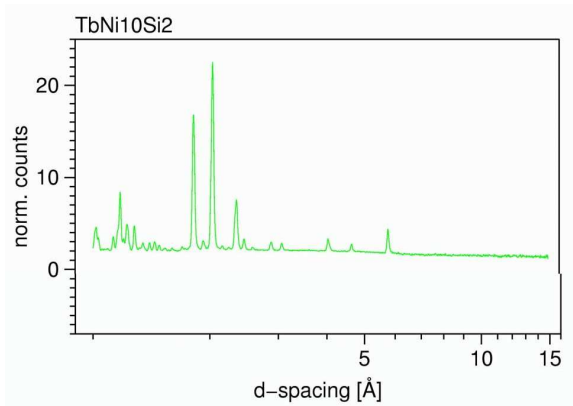
Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Literatur, Links

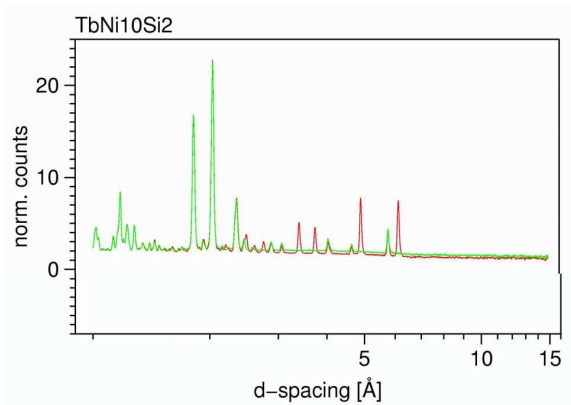
Auswirkungen auf Pulverdiffraktogramme

- ▶ ferromagnetische Ordnung in $\text{TbNi}_{10}\text{Si}_2$ (!! TOF: $d \propto \frac{1}{\sin\Theta}$)



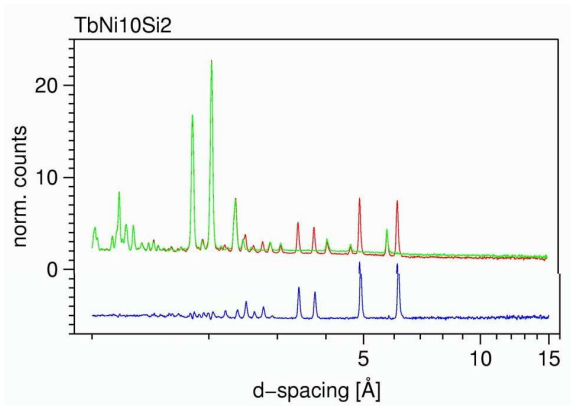
Auswirkungen auf Pulverdiffraktogramme

- ▶ ferromagnetische Ordnung in $\text{TbNi}_{10}\text{Si}_2$ (!! TOF: $d \propto \frac{1}{\sin\Theta}$)



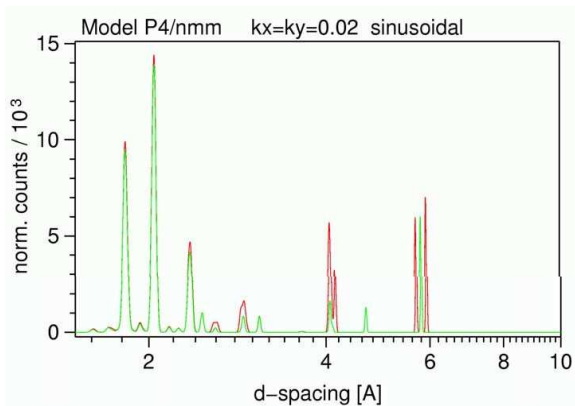
Auswirkungen auf Pulverdiffraktogramme

- ▶ ferromagnetische Ordnung in $\text{TbNi}_{10}\text{Si}_2$ (!! TOF: $d \propto \frac{1}{\sin\Theta}$)

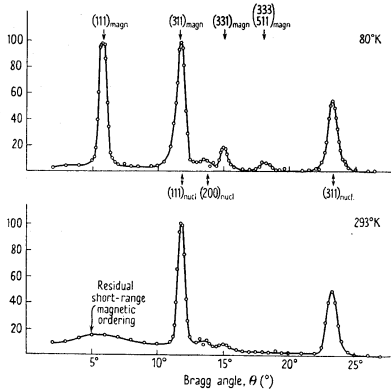


Auswirkungen auf Pulverdiffraktogramme

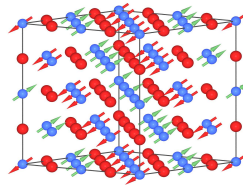
- ▶ mit sinusförmiger Spinänderung ($k=0,0,0.02$)



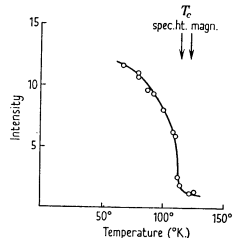
Antiferromagnetische Ordnung: Beispiel MnO



Neutronenbeugungsdiagramm ober/unterhalb der Néel-Temperatur



Magnetische Struktur von MnO ●

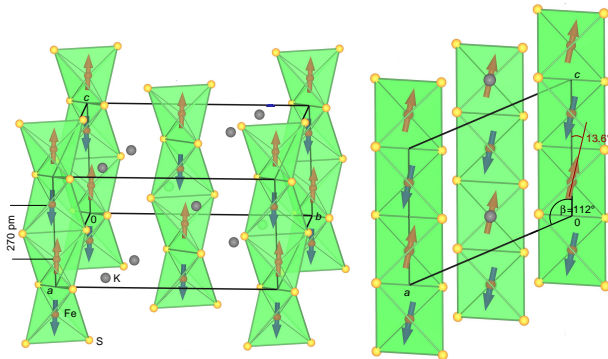


Intensität des magnetischen (111)-Reflexes

Magnetstrukturen von Sulfido-Ferraten

z. B. für $\text{KFe}^{\text{III}}\text{S}_2$ * aus n -Pulveruntersuchungen* bekannt ●

- ▶ $T_N = 251 \text{ K}$
- ▶ Raumgruppe:
 $C2'/c$
- ▶ $\mu_B = 2.29(5)$
- ▶ Kippwinkel
gegen c : 13.6°



*: M. Nishi, Y. Ito, *Solid State Comm.* **30**, 571-574 (1979).

Einleitung

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

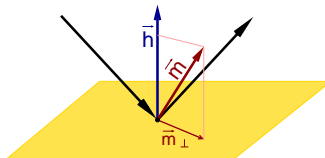
Einkristallbeugung

Literatur, Links

Vollständige Magnetstruktur

▶ Parameter einer Magnetstruktur

1. Typ der magnetischen Wechselwirkung (FM, AFM,...) bzw. k
2. Größe der magnetischen Momente
3. Richtung der magnetischen Momente
 - ▶ in der Beugung 'sichtbare' magnetische Momente
 - ▶ nur der in der Netzebene von h liegende Anteil



▶ Unterscheidung in magnetische – Kern-Streuung

- ▶ magnetische Formfaktoren nehmen mit Streuwinkel ab
- ▶ Intensität magnetischer Reflexe fällt bei Annäherung an die kritische Temperatur
- ▶ Unterschiede bei der Streuung mit polarisierten Neutronen

Magnetstrukturen aus Pulvern/Einkristallen

▶ aus Pulverdaten

1. Verfeinerung der reinen Kernstruktur (oberhalb T_c gemessen)
2. Messung der Magnetstruktur unterhalb T_c
3. Identifizierung der Magnetreflexe (z.B. Differenzbildung)
4. Indizierung der Magnetreflexe \mapsto Propagationsvektor
5. Entwicklung eines Modells für den Magnetismus (z.B. Auslöschungsbedingungen der Magnetreflexe)
6. Verfeinerung des Modells (JANA, GSAS, FULLPROF), entweder
 - ▶ ... im magnetischen Übergitter (magn. Raumgruppe)
 - ▶ ... in höheren Dimensionen, wobei jeder Propagationsvektor k eine weitere Dimension erzeugt

▶ aus Einkristalldaten

- ▶ direkte Messung aller Daten (inkl. k) möglich
Satelliten \mapsto Flächenzähler
- ▶ Intensitäten aller Reflexe (auch der Satelliten)
- ▶ Strukturlösung möglich
- ▶ Verfeinerung wie bei Pulvern, zusätzlich μ als Vektor
- ▶ gerichtete externe magnetische Felder möglich

Magnetstrukturen aus Pulvern/Einkristallen

▶ aus Pulverdaten

1. Verfeinerung der reinen Kernstruktur (oberhalb T_c gemessen)
2. Messung der Magnetstruktur unterhalb T_c
3. Identifizierung der Magnetreflexe (z.B. Differenzbildung)
4. Indizierung der Magnetreflexe \mapsto Propagationsvektor
5. Entwicklung eines Modells für den Magnetismus (z.B. Auslöschungsbedingungen der Magnetreflexe)
6. Verfeinerung des Modells (JANA, GSAS, FULLPROF), entweder
 - ▶ ... im magnetischen Übergitter (magn. Raumgruppe)
 - ▶ ... in höheren Dimensionen, wobei jeder Propagationsvektor k eine weitere Dimension erzeugt

▶ aus Einkristalldaten

- ▶ direkte Messung aller Daten (inkl. k) möglich
Satelliten \mapsto Flächenzähler
- ▶ Intensitäten aller Reflexe (auch der Satelliten)
- ▶ Strukturlösung möglich
- ▶ Verfeinerung wie bei Pulvern, zusätzlich μ als Vektor
- ▶ gerichtete externe magnetische Felder möglich

Literatur und Links

- ▶ M. Mewen, R. Gilles, M. Braden usw.: Unterlagen zum DGK-Workshop, Salzburg (2011).
- ▶ C. Giacovazzo (Ed.): *Fundamentals of Crystallography*, Oxford University Press (2011).
- ▶ H. Weitzel: Skript zur Vorlesung *Neutronenbeugung*, TH Darmstadt, 1984.
- ▶ E. C. Bacon: *Neutron Diffraction*, Clarendon Press, 1975.
- ▶ Web-Seiten von FRM-II, ILL, SINQ, ISIS, PSI usw. (s.o.)