

Neutronenbeugung

—

13.2.2012, Internes Seminar – WS 2011/2012, C.R.

Motivation I: DGK-Workshop

- ▶ Deutsche Gesellschaft für Kristallographie (DGK), AK Neutronenstreuung
- ▶ 19.-20.9.2011, Salzburg
- ▶ Organisation
 - ▶ Martin Mewen (FRM-II, Garching)
 - ▶ Günther J. Redhammer (Salzburg)
- ▶ Themen (mit Referenten)
 - ▶ Grundlagen, Pulverbeugung (Ralph Gilles, Garching)
 - ▶ magnetische Strukturen I (Astrid Schneidewind, TU Dresden und Garching)
 - ▶ Einkristallbeugung (Martin Mewen, FRM-II, München)
 - ▶ magnetische Strukturen II (Markus Braden, Universität zu Köln)
 - ▶ inelastische Neutronenstreuung (Markus Braden, Universität zu Köln)
 - ▶ diffuse Streuung (F. Frey, LMU München)
 - ▶ Kleinwinkelstreuung, Imaging (Regine Willumeit, Helmholtz-Zentrum Geestacht)
- ▶ Besichtigung FRM-II in Garching/München

Motivation II: n -Daten von $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5(\text{H/D})_x$ (Michael Jehle)

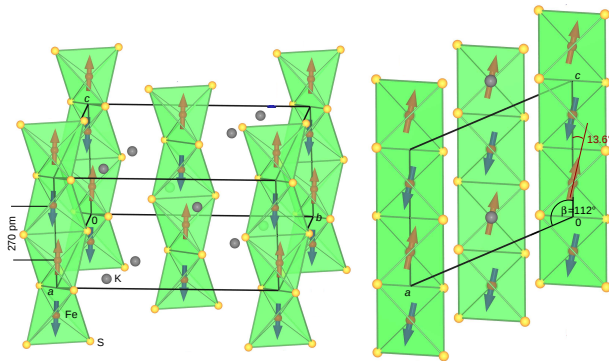
- ▶ ?? Ort und Anzahl von Hydrid-Ionen ($x = ?$)
?? $x = 24^*$: $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_{24} \longrightarrow 21 \text{Ba}^{2+} + 2 \text{Si}^{4-} + 5 \text{O}^{2-} + 24\text{H}^-$
- ▶ Synthese phasenreiner Proben der H- und der D-Verbindungen
(mehrere 100 mg, M.J.)
- ▶ Pulvermessung der H- und D-Probe (Holger Kohlmann, Saarbrücken)
- ▶ Diffraktometer: Pulverdiffraktometer D20, ILL Grenoble
- ▶ Rietveldverfeinerung

*: B. Huang, J. D. Corbett, *Inorg. Chem.* **37**, 1892-1899 (1998).

Motivation III: Magnetstrukturen von Thioferraten (Michael Schwarz)

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, Motivation

Neutronen

- Eigenschaften

- Erzeugung

- Fokussierung, Monochromatisierung

- Detektion

Nukleare Streuung ❶

- Grundlagen

- Pulverbeugung

- Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ❷

- Grundlagen magnetischer Strukturen

- Pulverbeugung

- Einkristallbeugung

Weitere Experimente am FRM-II

Literatur, Links

Einleitung, Motivation

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ❶

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ❷

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Weitere Experimente am FRM-II

Literatur, Links

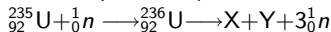
Eigenschaften von Neutronen

	γ (Röntgen)	Neutronen
Masse [kg]	0	$1.673 \cdot 10^{-27}$
Energie [eV]	10^3 bis 10^6	10^{-3} bis 10^0 0.025 (thermisch)
magn. Moment	-	$\frac{1}{2}$
Wellenlänge λ [Å]	0.3 bis 3 1.5 (Cu- K_α)	0.3 bis 20 1.8 (thermisch)
Geschwindigkeit v [m/s]	$3 \cdot 10^8$	2 500 (thermisch)
Wechselwirkung mit	e^- -Hülle (Z-spezifisch)	Kern/Isotop ❶ e^- -Spins ❷

Erzeugung I: Kernreaktionen

- ▶ normale Leicht- oder Schwerwasserreaktoren
- ▶ Brennstoff: UO_2 , angereichert auf ca. 1-4 % $^{235}_{92}\text{U}$

- ▶ Kernreaktionen mit 'langsamen' (0.025 eV) n :



- ▶ Energie der gebildeten n : 2 000 000 eV (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)

(Änderung von λ , inelastische Streuung)

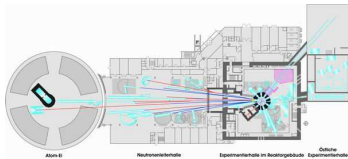
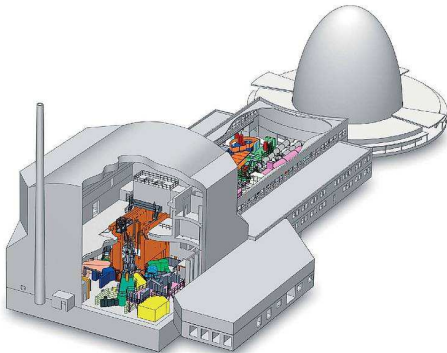
- ▶ für Kettenreaktion $\mapsto$ Multiplikationsfaktor $m = \frac{n_{\text{gebildet}}}{n_{\text{verbraucht}}} = 1$
- ▶ Regelstäbe (Absorption)
(Isotope: ^{10}B , Borcarbid, Cd, Gd, Sm, Eu, Y, Hf)

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
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: $\mu = 100 - 4000 \text{ cm}^{-1}$
- ▶ Be: $\mu = 2.7 \text{ cm}^{-1}$

FRM-II



Schema des FRM-II in Garching



Reaktorbecken

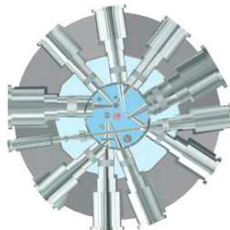
FRM-II



Blick in das Reaktorbecken



Brennstab

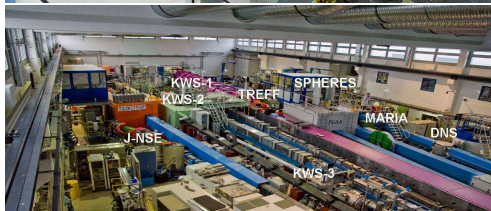
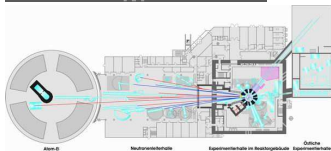
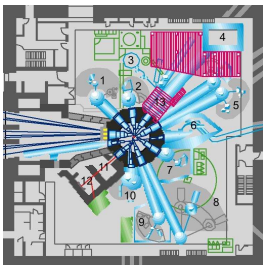


Strahlrohranordnung



Strahlrohrausgang zur Experimentierhalle

FRM-II: Experimentierhalle



Erzeugung 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.)

Erzeugung 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.
- ▶ 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 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.
- ▶ Experimente mit Zeitauflösung (TOF, Time of Flight)

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

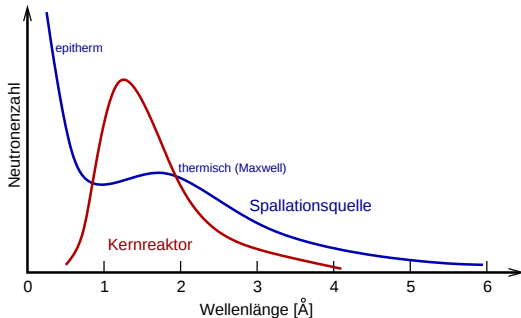
t_{hkl} : 'Ankunftszeit' am Detektor

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

	E [eV]	λ [Å]	v [m/s]
epitherm	8.2	0.1	40 000
heiss	0.33	0.5	7 900
thermisch	0.035	1.5	2 600
kalt	0.00082	10	400
ultra-kalt	$8.2 \cdot 10^{-6}$	100	40



Neutronenquellen weltweit

► Reaktoren

- FRM-II, Garching, Deutschland, 20 MW
- BENSC (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

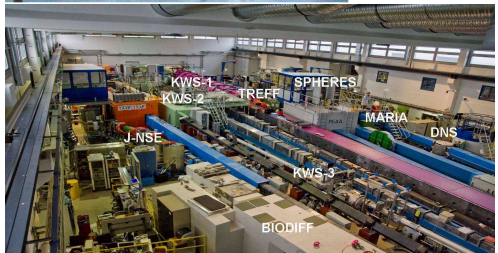
► Spallationsquellen

- SING (Swiss Spallation Neutron Source), Paul-Scherrer-Institut, Villigen, Schweiz
- 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

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

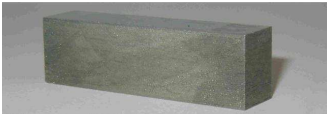


Monochromatisierung: Kristallmonochromator

- ▶ 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°

Detektoren

- ▶ Absorption von n via Kernreaktion und Umwandlung in p oder α -Teilchen
 - ▶ $n + {}^3\text{He} \longrightarrow p + {}^3\text{T} + 0.77 \text{ MeV}$
 - ▶ $n + {}^6\text{Li} \longrightarrow p + {}^4\text{He} + 4.78 \text{ MeV}$
 - ▶ $n + {}^{10}\text{B} \longrightarrow {}^7\text{Li}^* + {}^4\text{He} + 2.31 \text{ MeV}$
- ▶ 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

Einleitung, Motivation

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ❶

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ❷

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

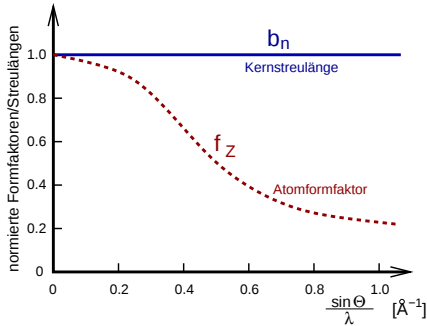
Einkristallbeugung

Weitere Experimente am FRM-II

Literatur, Links

Wechselwirkung von n mit Atom-Kernen (nukleare Streuung)

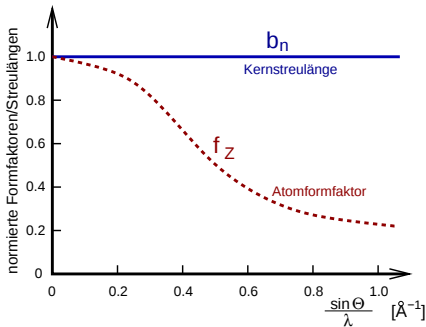
- ▶ starke WW mit praktisch punktförmigen Kernen
- ▶ statt Streufaktorkurven f_j bei Röntgen $\mapsto$ Streulänge b_j , von θ unabhängig



z.B. für Cr:

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

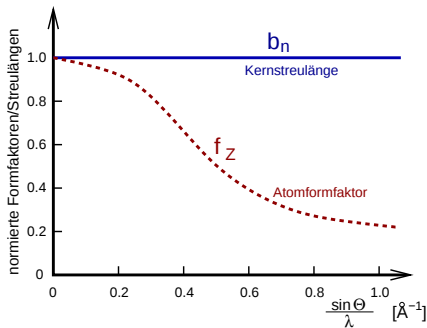


z.B. für Cr:

- ▶ 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

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

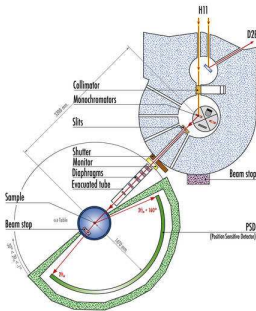
Pulverdiffraktometer SPODI am FRM-II

- ▶ SPODI = **S**tructure **P**owder **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-Profil

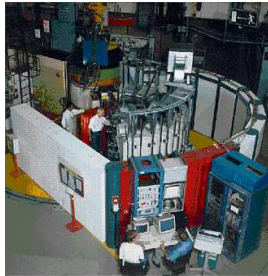


Pulverdiffraktometer D20 am ILL/Grenoble

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



schematischer Aufbau



Gesamtansicht



Detektor

Pulverdiffraktometer GEM und Polaris am ISIS

- ▶ ISIS: gepulste Neutronen (Spallationsquelle)
- ▶ TOF-Experimente
- ▶ GEM (2003) sehr großer Detektor (28 % einer Kugel)
- ▶ Polaris (2012)

Pulverdiffraktion: Anwendungen

- ▶ grundlegende Vorteile von n (gegenüber Röntgen)
 - ▶ Bestimmung der Positionen von Leichtatomen (H, D usw.)
 - ▶ Trennung quasi-isoelektronischer Elemente (Fe – Co, Al – Si usw.)
 - ▶ Bestimmung magnetischer Strukturen

Pulverdiffraktion: Anwendungen

- ▶ grundlegende Vorteile von n (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 n
 - ▶ aufwendige 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

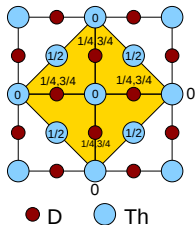
Pulverdiffraktion: Anwendungen

- ▶ grundlegende Vorteile von n (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 n
 - ▶ aufwendige 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, ...

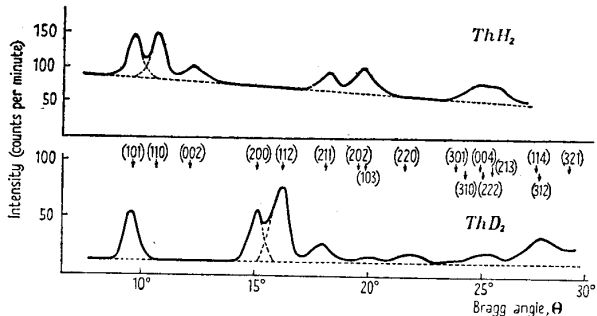
Pulverdiffraktion: Anwendungen

- ▶ **grundlegende Vorteile von n (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 n**
 - ▶ aufwendige 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 praktisch unmöglich
 - ▶ keine vollständigen Magnetstrukturen

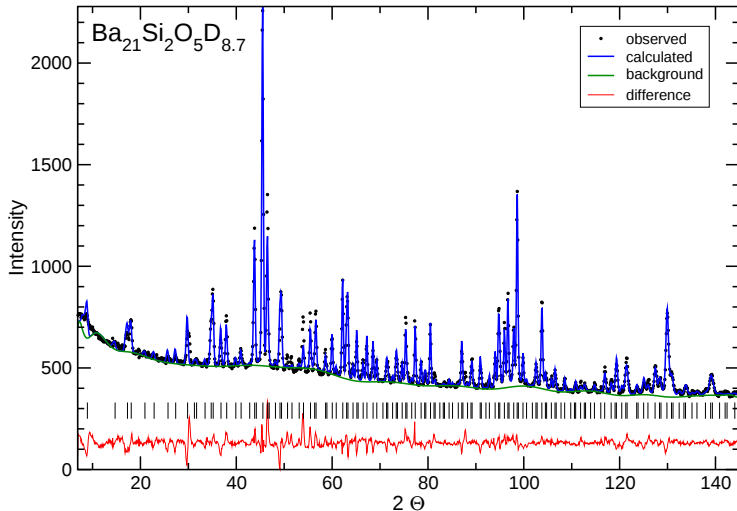
Lokalisierung von Leichtatomen I: historisches Beispiel



Kristallstruktur von
 ThD_2 (Projektion auf
(001))



Neutronenpulverdiagramme von ThH_2 und ThD_2

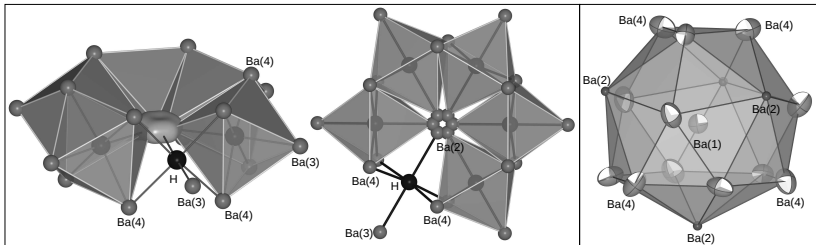
Lokalisierung von Leichtatomen II: $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_x$ 

Rietveldverfeinerung des Deuterids

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. [10^6pm^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: $\text{Ba}_{21}\text{Si}_2\text{O}_5\text{H}_x$

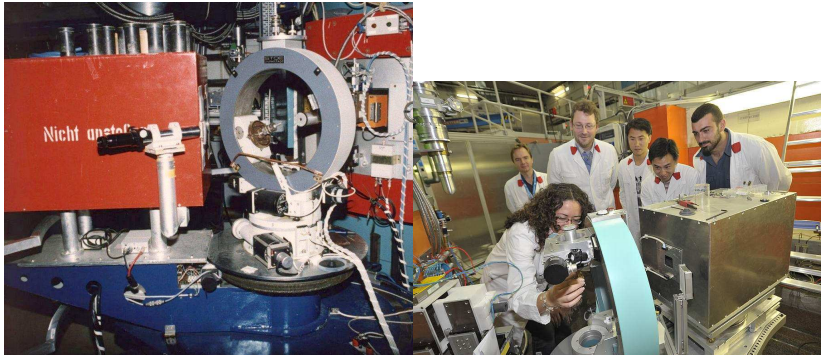


Einkristallbeugung

- ▶ 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 aufwendige Messungen

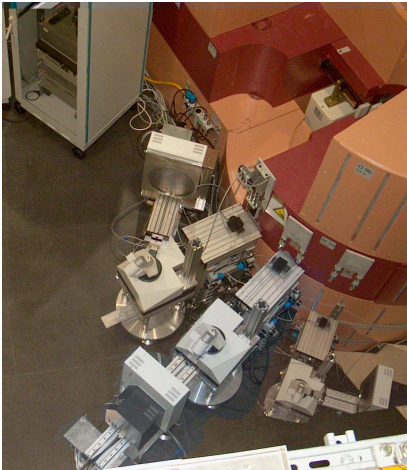
Einkristalldiffraktometer I

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



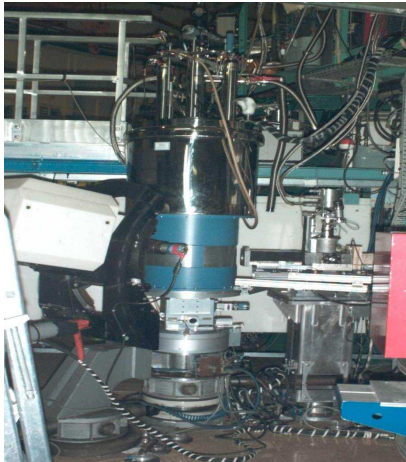
Einkristalldiffraktometer II

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



Einkristalldiffraktometer III

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



Einleitung, Motivation

Neutronen

Eigenschaften

Erzeugung

Fokussierung, Monochromatisierung

Detektion

Nukleare Streuung ①

Grundlagen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ②

Grundlagen magnetischer Strukturen

Pulverbeugung

Einkristallbeugung

Weitere Experimente am FRM-II

Literatur, Links

Wechselwirkung der Neutronen mit der Elektronenhülle

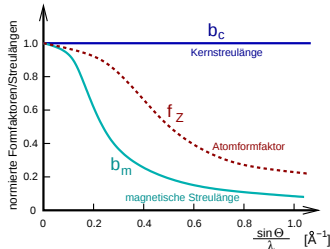
- ▶ $n \mapsto \text{Spin } \frac{1}{2}$
- ▶ magnetisches Moment

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

- ▶ 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 (3d-Metalle, Lanthanoide usw.)
- ▶ e^- -Hülle nicht punktförmig $\mapsto \theta$ -Abhängigkeit wie bei Röntgenbeugung:

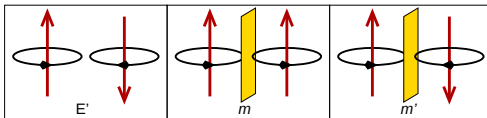


Beschreibung von Magnetstrukturen

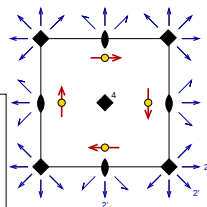
- ▶ 3-dimensionale Ordnung von magnetischen Momenten unterhalb einer Ordnungstemperatur T_o
- ▶ magnetische WW J_{ij} ($E = -J_{ij} S_i S_j$)

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'

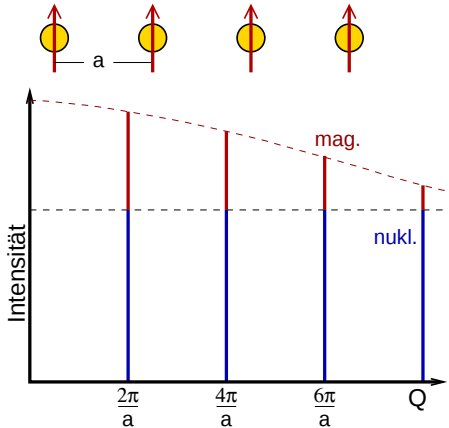


z.B. RG $P42'2'$



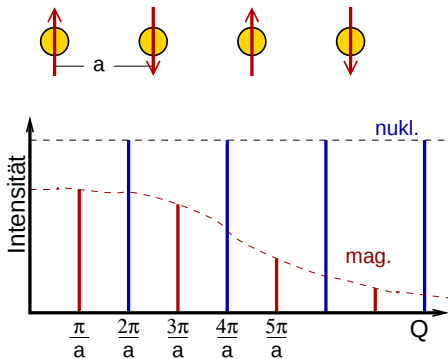
- ### 2. alternative Beschreibung: Propagationsvektor k_M (im reziproken, s.u.)
- (q -Vektor der Magnetstruktur)

1D Ferromagnet



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

-
- A diagram of a 2D lattice with a magnetic field. The lattice is composed of yellow circles (sites) and red arrows (bonds). Green diagonal lines represent the magnetic field. A blue path is shown, starting at a site labeled '0' and ending at a site labeled '1,2'. The path is labeled with 'a' and 't'. A red diamond shape is labeled 'a_m'. The momentum vector $k=(1/2, 1/2)$ is indicated at the bottom.

 $k=(1/2,1/2)$

Propagationsvektor in der Beugung

- ▶ k beschreibt Translationssymmetrie der Magnetstruktur (relativ zur Kernstruktur)

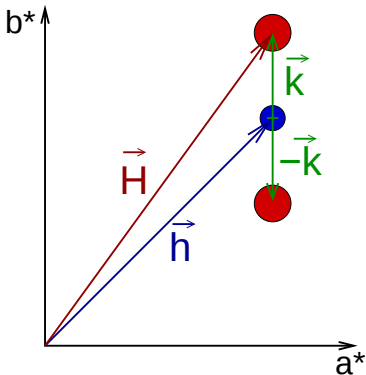
Propagationsvektor in der Beugung

- ▶ k beschreibt Translationssymmetrie der Magnetstruktur (relativ zur Kernstruktur)
- ▶ 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 $\vec{h} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$

Propagationsvektor in der Beugung

- ▶ k beschreibt Translationssymmetrie der Magnetstruktur (relativ zur Kernstruktur)
- ▶ 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 $\vec{h} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$
- ▶ für magnetische Struktur:
 - ▶ Propagationsvektor $\vec{k}$: $\vec{k} = k_x\vec{a}^* + k_y\vec{b}^* + k_z\vec{c}^*$
 - ▶ magnetische Reflexe an den reziproken Orten: $\vec{H} = \vec{h} + \vec{k}$
 - ▶ Magnetreflexe sind Satelliten der Kernreflexe

Bragg'sche Gleichung



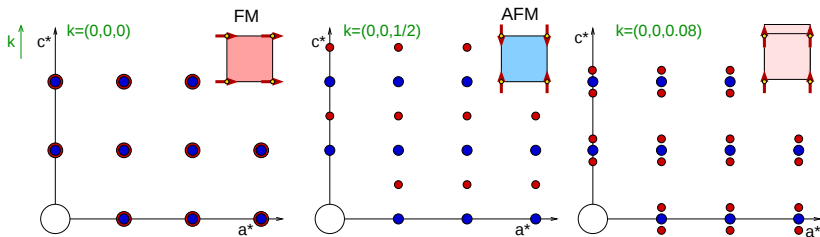
$$\frac{1}{d_{\vec{h}}} = |\vec{h}| = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$$

Kernreflexe $\vec{h}$ = Fundamentalreflexe

Bragg'sche Gleichung für die magnetischen Reflexe

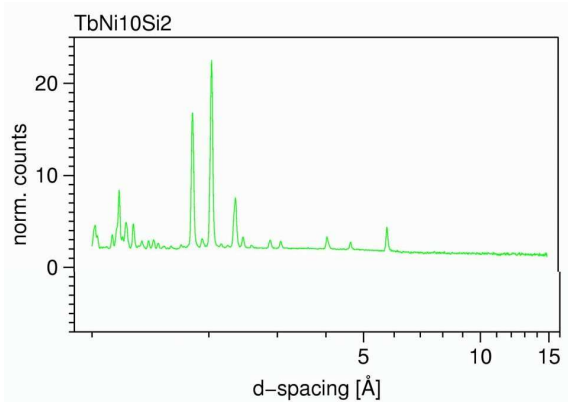
$$\left(\frac{1}{d_{\vec{H}}}\right)^{\pm} = |\vec{H}| = |\vec{h} \pm \vec{k}| = \frac{2 \sin(\theta^{\pm})}{\lambda}$$

Magnetstrukturen im reziproken Raum



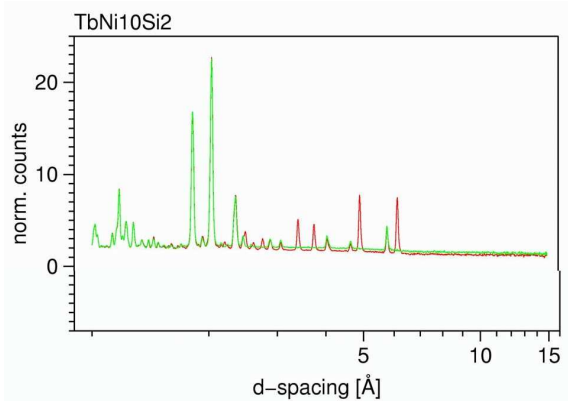
Auswirkungen auf Pulverdiffraktogramme

- ▶ ferromagnetische Ordnung in $\text{TbNi}_{10}\text{Si}_2$



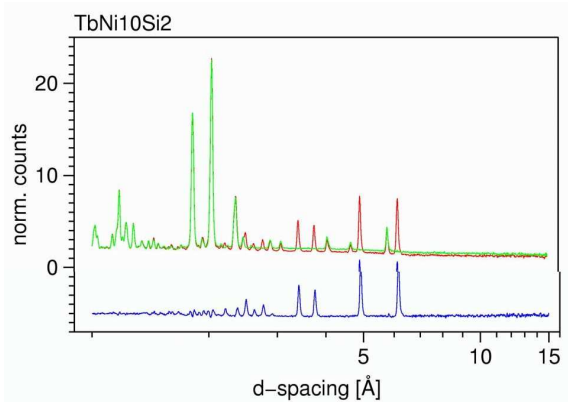
Auswirkungen auf Pulverdiffraktogramme

- ▶ ferromagnetische Ordnung in $\text{TbNi}_{10}\text{Si}_2$



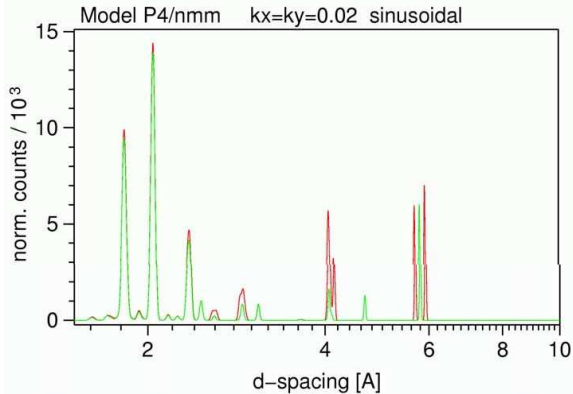
Auswirkungen auf Pulverdiffraktogramme

- ▶ ferromagnetische Ordnung in $\text{TbNi}_{10}\text{Si}_2$

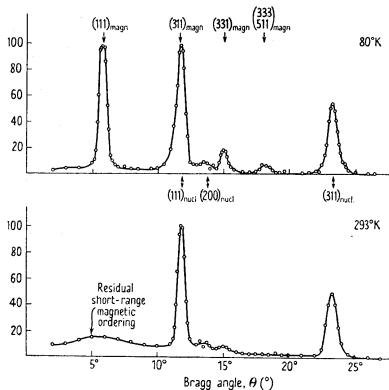


Auswirkungen auf Pulverdiffraktogramme

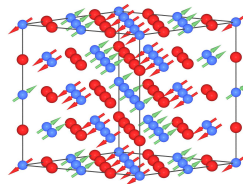
- ▶ mit sinusförmiger Spinänderung ($k=0,0,0.02$)



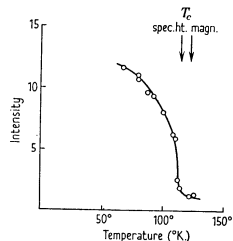
Antiferromagnetische Ordnung: Beispiel MnO



Neutronenbeugungsdiagramm ober/unterhalb der
Neel-Temperatur



Magnetische Struktur von MnO

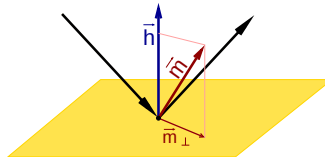


Intensität des magn. (111)-Reflexes

Vollständige Magnetstruktur

► Parameter einer Magnetstruktur

1. Typ der magnetischen Wechselwirkung (FM, AFM,...)
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 (wenn vorhanden)
 - ... in höheren Dimensionen, wobei k die höhere Dimension liefert

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 (wenn vorhanden)
 - ▶ ... in höheren Dimensionen, wobei k die höhere Dimension liefert

▶ 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

Einleitung, Motivation

Neutronen

- Eigenschaften

- Erzeugung

- Fokussierung, Monochromatisierung

- Detektion

Nukleare Streuung ❶

- Grundlagen

- Pulverbeugung

- Einkristallbeugung

Magnetische Streuung ❷

- Grundlagen magnetischer Strukturen

- Pulverbeugung

- Einkristallbeugung

Weitere Experimente am FRM-II

Literatur, Links

Weitere Experimente am FRM-II

- ▶ spezielle Beugungsmethoden, wie z.B.
 - ▶ Beugung polarisierter n (Spinfilter)
 - ▶ Messung von Magnetstrukturen in äußeren Magnetfeldern
 - ▶ ...
- ▶ Inelastische Neutronenstreuung
- ▶ Imaging (Bildgebende Verfahren)
 - ▶ Materialprüfung
 - ▶ Soft-Matter (H/D-Kontraste)
- ▶ n -Kleinwinkelstreuung (SANS) (KWS)
- ▶ div. Spektroskopie mit Neutronen
- ▶ Neutronenanalytik (NAA)
- ▶ Medizinische Anwendungen (Neutroneneinfangtherapie)

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 (2002).
- ▶ 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 (s.v.)