



DIPLOMARBEIT

Realisierung einer modernen „Bonse-Hart Kamera“ für
Ultra-Kleinwinkelstreuung thermischer Neutronen

Ausgeführt am Atominstitut
der Technischen Universität Wien

unter der Anleitung von Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gerald
Badurek und Ass.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Erwin Jericha als
verantwortlich mitwirkenden Universitätsassistenten

durch

Alice Redermeier

2231 Strasshof, Bahnhofstraße 46

11. Mai 2011

Kurzfassung

Das Verfahren der Neutronen-Ultrakleinwinkelstreuung (USANS) zur Strukturuntersuchung wird am Atominstitut der Technischen Universität Wien seit 1977 verwendet. Zum Einsatz gelangt eine Bonse-Hart-Kamera mit zwei dreifach reflektierenden Siliziumperfektkristallen.

Die Aufrüstung der bestehenden Bonse-Hart-Kamera mit State-of-the-Art Präzisionsgeräten und die Überprüfung des neuen Aufbaus sind Gegenstand der vorliegenden Arbeit. Die neuen Präzisionsgeräte ermöglichen die Bewegung der beiden Siliziumkristalle in nunmehr vier Richtungen (Drehen, Kippen, Translation horizontal und vertikal). Darüber hinaus ist die Bonse-Hart-Kamera nun auch mit einem Winkelmessgerät ausgestattet.

Abstract

The technique of Ultra Small Angle Neutron Scattering (USANS) is since 1977 used by the Atominstitut of the Technische Universität Wien. A Bonse-Hart-camera with two three times reflecting silicon crystals is applied.

The upgrade of the existing Bonse-Hart-camera with state-of-the-art precision equipment and the check of the new assembling are tasks of this work. The new precision equipment allows now the movement of the crystals in four directions (rotation, tilting, horizontally and vertically translation). Furthermore the Bonse-Hart-camera is now equipped with a encoder.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
1.1. Wieso Neutronenkleinwinkelstreuung?	1
1.2. Eine kurze Geschichte der USANS am Atominstitut Wien	2
2. Wissenswertes über Neutronen	4
2.1. Neutronen als Teilchen und Wellen	4
2.1.1. Teilcheneigenschaften	4
2.1.2. Welleneigenschaften	5
2.2. Neutronendetektion	6
3. Zur Theorie der Neutronenreflexion an Perfektkristallen	8
3.1. Geometrische Überlegungen	8
3.2. Quantenmechanische Streutheorie	11
3.3. Dynamische Beugungstheorie	15
4. Die USANS am Atominstitut Wien	20
4.1. TRIGA Mark-II Reaktor	20
4.2. USANS Aufbau in Wien	22
4.2.1. Messprozess an der USANS	23
4.2.2. Technische Daten der „alten“ USANS-Anlage	23
5. Experimentelle Realisierung der USANS Wien	24
5.1. Perfektkristalle	24
5.2. Steuern	25
5.2.1. Aktoren	25
5.2.2. Technische Daten der einzelnen Aktoren	26
5.3. Messen	27
5.3.1. Analysatorwinkelmessung	27
5.3.2. Neutronenintensitätsbestimmung	27
5.4. Kommunikation zwischen Computer und Aktoren und Sensoren	29
5.5. Software	30

6. Justierung	33
6.1. Grobjustierung	33
6.1.1. Der erste Versuch	33
6.1.2. Der zweite Versuch	35
6.2. Feinjustierung	35
6.3. Kenndaten der neu justierten USANS	36
7. Winkelfeinjustierung und Winkelfeinmessung	39
7.1. Zusammenhang zwischen Winkelmessung und Winkelansteuerung	39
7.2. Messungen zur Stabilität	41
7.2.1. Motivation	41
7.2.2. Einfluss äußerer mechanischer Faktoren auf die Messergebnisse	42
7.2.3. Langzeitstabilität des Encodersignals	42
7.2.4. Überprüfung, ob die Drift real ist	43
7.3. Messungen zur Überprüfung der Linearität	44
7.3.1. Einfluss der Piezo-Schrittweite auf die Linearität	44
7.4. Kalibrierung des Winkelmessgerätes mittels Gittermessungen	48
7.5. Reproduzierbarkeit der Messergebnisse	51
8. Zusammenfassung und Ausblick	56
Literaturverzeichnis	61
Appendix	64
A. „Handbuch“	64
A.1. Wie man mit der Drift des Peaks umgeht	64
A.2. Computerneustart oder Stromausfall - Was nun?	65
B. Bilder der USANS-Anlage	68
C. Daten nach Gaußfit für Gittermessungen	72

Kapitel 1.

Einleitung

1.1. Wieso Neutronenkleinwinkelstreuung?

Kleinwinkelstreuung ermöglicht die Untersuchung von Strukturen (wie Ausscheidungen und Poren) in Festkörpern in der Größenordnung von rund $30\ \mu\text{m}$ bis zu $1\ \text{nm}$. Verwendet man Neutronen mit Wellenlängen λ von einigen \AA , um sie an der inneren Struktur von Proben zu streuen, so tritt das Beugungsbild bei kleinen (einigen Grad) bis zu sehr kleinen Winkeln (einigen Bogensekunden) auf. Daher werden diese Verfahren SANS (*Small Angle Neutron Scattering*) bzw. USANS (*Ultra Small Angle Neutron Scattering*) genannt. Meist wird statt des Streuwinkels ϑ der Impulsübertrag $q = \frac{2\pi}{\lambda} 2 \sin \frac{\vartheta}{2}$ angegeben, der von der Dimension \AA^{-1} ist.

Neutronen eignen sich besonders als Materiesonden, da sie durch ihre physikalischen Eigenschaften folgende Vorteile haben:

- als ungeladene Teilchen können sie weit in die Probe eindringen
- ihr magnetisches Moment ermöglicht über Wechselwirkung die Untersuchung von magnetischen Strukturen
- ihr Wechselwirkungspotential ist für verschiedene Isotope eines Elementes unterschiedlich.

Um Neutronen in großer Zahl zu produzieren, benötigt man allerdings einen Forschungsreaktor oder eine Spallationsquelle.

1.2. Eine kurze Geschichte der USANS am Atominstytut Wien

- *1977*: Das erste Doppelkristall-Diffraktometer wird am TRIGA Mark-II Reaktor in Wien am Strahlrohr B in Betrieb genommen (Bader (1980)). Als Kristalle dienten Scheiben von Zylinder-Siliziumeinkristallen, deren Längsrichtung eine [100]-Richtung war. Der (400)-Reflex kam zum Einsatz, was bei einem Netzebenenabstand $d_{400} = 1,357 \text{ \AA}$ einem Streuwinkel $2\vartheta = 82,42^\circ$ entspricht.

Experimentell wurde eine Halbwertsbreite von 11 μrad bestimmt, wobei ein theoretischer Wert von 8 μrad für den (400)-Reflex möglich ist. Die Neutronen-Peak-Intensität betrug $500 \text{ cm}^{-2}\text{min}^{-1}$ bei einem Untergrund von 17 Neutronen je Minute.

Der Monochromator war in drei Achsen über Schrittmotoren schwenkbar (Drehung, Verkippung parallel und senkrecht zur Kristalloberfläche), wobei ein Schritt der Motoren jeweils 5 Bogensekunden entsprach. Der Analysator wurde auf einem Theodoliten befestigt mit einer kleinsten Schrittweite von 0,1616 μrad .

Die Winkelvermessung erfolgte optisch. Ein über mehrere Spiegel geleiteter Laserstrahl wurde auf einer ortsempfindlichen Diode detektiert, womit eine Auflösung von 10^{-7} rad erreicht wurde.

- *1991*: Da die Intensität der ersten Anlage nicht die gewünschten Ergebnisse erzielte, wurde eine neue Anlage am Strahlrohr C mit neuen Kristallen errichtet (Zugarek (1991)). 1985 wurde experimentell bestätigt, dass Mehrfachreflexionen die erhöhten Intensitäten in den Flanken der Rockingkurven reduzieren (Schwahn u. a. (1985)). Ein Silizium-Nutenkristall für sechsfach Reflexion wurde geschnitten, der danach geteilt wurde, um zwei identische dreifach reflektierende Nutenkristalle zu erhalten. Als Reflexionsebene kam die (331)-Ebene zum Einsatz.

Auf der optischen Bank wurden zwei Goniometer befestigt, auf denen die beiden Nutenkristalle montiert waren.

Der Monochromator verfügte über ein Zwei-Achsen-Goniometer (Drehen 30° , Kippen 10°), mit einer Winkelauflösung von jeweils $18'' \pm 0,5''$. Der Analysator wurde auf einem Goniometer, das mit einem Präzisionstheodoliten realisiert wurde, befestigt. Die zuvor manuell justierbare Mikrometerschraube wurde durch eine mit Gleichstrommotor angetriebene Mikrometerschraube ersetzt, um auch diesen Teil der Anlage in die Prozesssteuerung zu integrieren. Die Vermessung des Analysatorwinkels erfolgte über einen Encoder auf der Drehachse der Mikrometerschraube. Für den Analysator ergaben sich für die horizontale Drehung eine Winkelauflösung von 0,1513 μrad und für die Kippung eine Auflösung von 0,3477 μrad . Die maximale

Intensität betrug rund 2100 Neutronen je 180 Sekunden, die Halbwertsbreite 3,38 μrad und der Untergrund 0,05 Neutronen je Sekunde.

- *2001*: Entsprechend den Arbeiten von Agamalian (Agamalian u. a. (1997)) wurde das Kristalldesign weiterentwickelt, um parasitäre Intensitäten in den Flanken der Rockingkurve noch weiter zu reduzieren (Villa u. a. (2003)). Die Programme zur Ansteuerung der Motoren wurden von Turbo-Basic auf LabView umgestellt.
- *2011*: Die Ansteuerungselektronik wird komplett durch Präzisionsgeräte ersetzt, wobei besonderes Augenmerk auf die Feinjustierung und die Messung des Analysatorwinkels mit hoher Genauigkeit gesetzt wird. Die angesteuerten Freiheitsgrade entsprechen dabei denjenigen der USANS-Anlage, die seit 1998 (Hainbuchner u. a. (2000)) am Experiment S18 des Institut Laue-Langevin (ILL) in Betrieb ist, die technische Realisierung erfolgt aber mit State-of-the-Art Präzisionsgeräten. Zahlreiche Testmessungen zur Stabilität und zur Reproduzierbarkeit der neuen Anlage werden vorgenommen und sind Gegenstand der vorliegenden Arbeit.

In Tabelle 1.1 sind die Kenndaten der bisherigen USANS-Anlagen gelistet. Es ist hier wichtig anzumerken, dass sich die Ergebnisse für die drei Aufbauten, die den (331)-Reflex verwenden, nicht unmittelbar vergleichen lassen, da auch der Detektorabstand zum Analysatorkristall und Verwendung von Blenden im Strahlengang die Zählraten beeinflussen.

Tabelle 1.1.: Am Atominstitut Wien installierte Kleinwinkelstreuanlagen

Jahr	Kristall- Reflex	Halbwertsbreite theoretisch [μrad]	Halbwertsbreite experimentell [μrad]	maximale Intensität [cps/cm ²]	Untergrund [cps/cm ²]
1977	(400)	8	11	8,3	0,06
1991	(331)	2,897	3,38	8,6	0,037
2001			3,3	9,5	0,025
2011			2,91	6,4	0,031

Kapitel 2.

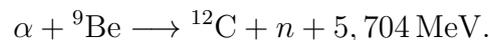
Wissenswertes über Neutronen

Dieses Kapitel verschafft einen kurzen Überblick über den Teilchen- und Wellencharakter der Neutronen. Für die quantenmechanische Beschreibung der Neutronen ist auch die Kenntnis des Wechselwirkungspotenzials erforderlich. Wir beschäftigen uns daher mit den möglichen Wechselwirkungen, denen Neutronen unterliegen. Zum Abschluss werden noch Möglichkeiten zur Neutronendetektion vorgestellt.

2.1. Neutronen als Teilchen und Wellen

2.1.1. Teilcheneigenschaften

Der erste experimentelle Nachweis des Neutrons gelang Sir James Chadwick 1932 durch die Kernreaktion zwischen Beryllium-Atomen und Alpha-Teilchen:



Neutronen bestehen aus einem up- und zwei down-Quarks und sind daher ausgedehnte Teilchen mit einem confinement-Radius von rund 0,7 fm. Das Neutron ist ein Spin 1/2 Teilchen und somit ein Fermion. Durch den Spin verfügt das Neutron auch über ein magnetisches Moment μ_n . Das freie Neutron ist instabil und zerfällt mit einer mittleren Lebensdauer τ über den β^- -Zerfall in ein Proton, ein Elektron und ein Elektronantineutrino.

In der Neutronenoptik verwendet man Neutronen bis zu einer Energie von rund 0,5 eV, für die $v/c < 10^{-5}$ gilt. Daher können wir relativistische Effekte vernachlässigen und die kinetische Energie des freien Neutrons als

$$E_{kin} = \frac{m_n v_n^2}{2} \quad (2.1)$$

Tabelle 2.1.: Wichtige Neutronen-Eigenschaften (aus Nakamura, K. et al. (Particle Data Group) (2010))

Eigenschaft	Wert	
Ruhemasse m_n	1,00866491597(43)	u
magnetisches Moment μ_n	-1,91304273(45)	μ_N^\dagger
mittlere Lebensdauer τ	885,7(8)	s

† Kernmagneton $\mu_N = \frac{e\hbar}{2m_p}$

angeben.

2.1.2. Welleneigenschaften

Laut Louis de Broglie ist jedem Teilchen mit Impuls $p = m \cdot v$ eine Welle mit Wellenlänge λ und der Kreisfrequenz ω zuordenbar:

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{mv} \quad \omega = \frac{E}{\hbar}. \quad (2.2)$$

Setzt man nun diese Beziehung in den Ausdruck für die Energie (Gleichung (2.1)) ein, erhält man:

$$E_{kin} = \frac{h^2}{2m_n\lambda^2} = \frac{\hbar^2 k^2}{2m_n}, \quad (2.3)$$

wobei in der letzten Umformung mit k der Betrag des Wellenvektors über $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ bestimmt ist. Neutronen können also als Materiewellen verstanden werden. Damit ist auch eine quantenmechanische Beschreibung möglich. Betrachten wir ein zeitunabhängiges System, das sich in einem Energieeigenzustand $E = \hbar \cdot \omega$ befindet, so können wir es mittels der zeitunabhängigen Schrödingergleichung

$$\left(-\frac{\hbar^2}{2m} \Delta + V(\mathbf{r}) \right) \psi(\mathbf{r}) = E\psi(\mathbf{r}) \quad (2.4)$$

beschreiben. Um zu wissen, welches Wechselwirkungspotenzial $V(\mathbf{r})$ dabei anzuwenden ist, betrachten wir, welchen Wechselwirkungen Neutronen unterliegen.

- Neutronen haben eine endliche Ruhemasse und unterliegen daher der *Gravitation*,
- Neutronen haben ein magnetisches Moment und nehmen daher auch an der *elektromagnetischen Wechselwirkung* teil,
- Neutronen zerfallen über den Beta-Zerfall der Teil der *schwachen Wechselwirkung* ist und

- Neutronen wechselwirken mit den Atomkernen über die *starke Wechselwirkung*.

Von den oben genannten Wechselwirkungen ist bei unseren Betrachtungen einzig die starke Wechselwirkung wesentlich. Das zugehörige Potenzial ist das Fermi-Pseudopotenzial

$$V(r) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} b \cdot \delta(\mathbf{r}), \quad (2.5)$$

wobei b die gebundene Streulänge darstellt. Trifft eine Welle auf einen einzelnen Atomkern und wird an diesem gestreut, so bezeichnet die gebundene Streulänge b die Phasenverschiebung zwischen einfallender und auslaufender, gestreuter Kugelwelle.

2.2. Neutronendetektion

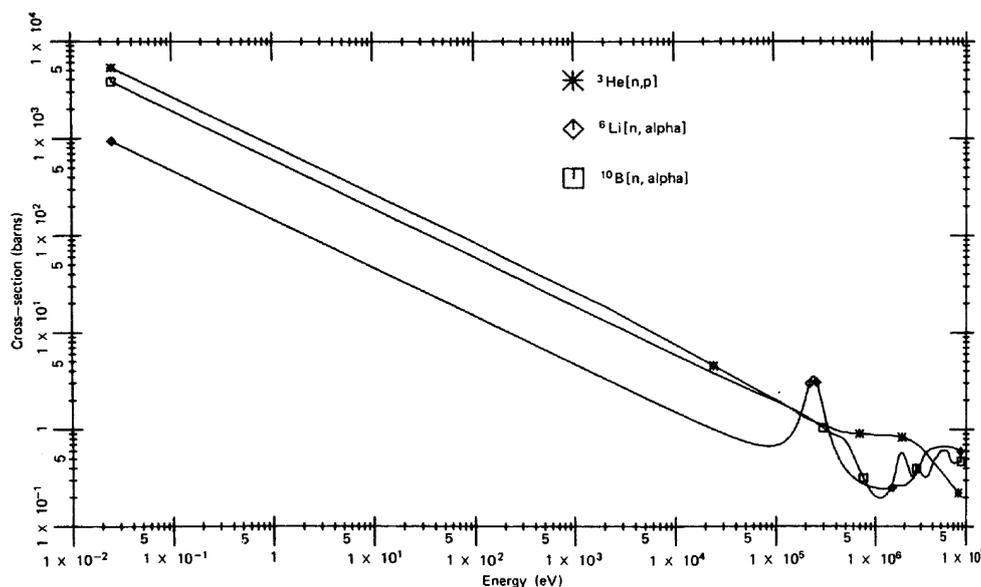
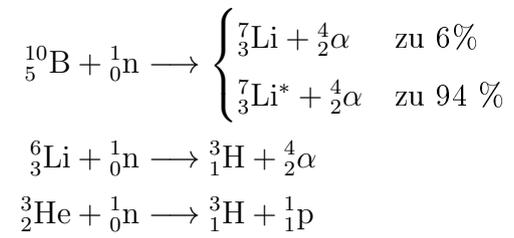


Abbildung 2.1.: Wirkungsquerschnitt einiger für die Neutronendetektion wesentlicher Reaktionen (aus Knoll (2010))

Neutronen sind elektrisch neutrale Teilchen und können daher nicht direkt detektiert werden. Zur Detektion eignen sich Elemente, die Neutronen einfangen und als Folgeprodukt elektrisch geladene Teilchen emittieren - also (n, α)- und (n, p)-Reaktionen. Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Kern ein Neutron einfängt, wird als Absorptionswirkungsquerschnitt bezeichnet und ist sehr von der Neutronenenergie abhängig. Der Wirkungsquerschnitt hat die Dimension einer Fläche und wird in der Kernphysik häufig in barn (10^{-28} m²) angegeben. In den vorliegenden Experimenten detektieren wir thermische Neutronen (Energie $< 0,5$ eV), der Wirkungsquerschnitt der Einfangreaktionen von ^3He , ^6Li und ^{10}B

ist in Abbildung 2.1 als Funktion der Neutronenenergie dargestellt. Der Wirkungsquerschnitt fällt fast über den ganzen Bereich mit $1/v$ (v gibt die Neutronengeschwindigkeit an) ab. Die zugehörigen Reaktionen lauten:



Kapitel 3.

Zur Theorie der Neutronenreflexion an Perfektkristallen

Geometrische Überlegungen zur Beugung von Neutronen an Kristallen führen auf die Bragg'sche Gleichung. Für die eingehendere Diskussion der Beugung verlassen wir allerdings den Real-Raum, um in den reziproken Raum überzugehen. Nach einer Darstellung der Ergebnisse der quantenmechanischen Streutheorie beschäftigen wir uns mit der „dynamischen Beugungstheorie“, die die Form der gemessenen Rocking-Kurven theoretisch beschreibt.

3.1. Geometrische Überlegungen

Bragg'sche Gleichung

In Abbildung 3.1 treffen Neutronen der Wellenlänge λ unter einem Winkel ϑ auf einen Kristall mit Netzebenenabstand d . Konstruktive Interferenz tritt genau dann auf, wenn die Bragg'sche Gleichung

$$n \cdot \lambda = 2d \sin \vartheta \quad \text{mit } n = 1, 2, 3, \dots \quad (3.1)$$

erfüllt ist.

Ewald-Konstruktion

Ein Kristall ist eine periodische Anordnung von Atomen, Molekülen oder Ionen. Zur Beschreibung im realen Raum eignet sich die Kristallstruktur. Diese besteht aus der Basis

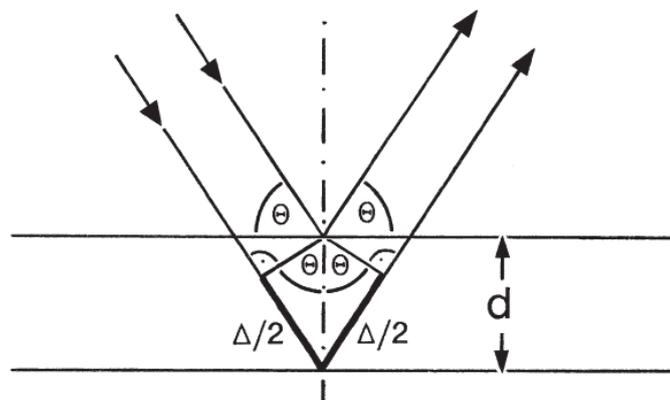


Abbildung 3.1.: Zur Herleitung der Bragg'schen Gleichung. Konstruktive Interferenz tritt nur dann auf, wenn der Gangunterschied Δ ein ganzzahlig Vielfaches n der Wellenlänge λ ist (aus Massa (2007)).

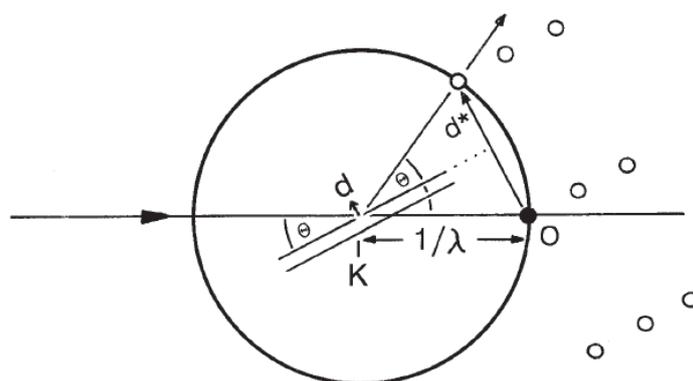


Abbildung 3.2.: Zur Darstellung der Ewald-Konstruktion. Auf der linken Seite ist der reale Raum mit den Netzebenen des Kristalls abgebildet. Rechts ist die Situation im reziproken Gitter dargestellt. Die \mathbf{d}^* sind reziproke Gittervektoren (aus Massa (2007)).

und dem Gitter. Alle Gitterpunkte \mathbf{R} sind durch Linearkombinationen

$$\mathbf{R} = u\mathbf{a}_1 + v\mathbf{a}_2 + w\mathbf{a}_3$$

dreier linear unabhängiger Basisvektoren $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3$ darstellbar. Die Vektoren werden dabei so gewählt, dass die Koeffizienten u, v, w ganzzahlig sind.

Eine Netzebene wird durch die Vektoren $\frac{1}{h}\mathbf{a}_1, \frac{1}{k}\mathbf{a}_2, \frac{1}{l}\mathbf{a}_3$ festgelegt, wobei h, k, l die Miller'schen sind. Zu einer Netzebene gibt es unendlich viele parallele Ebenen, die man Netzebenen-schar nennt. An den Netzebenen finden die Beugungserscheinungen statt. Zur mathematischen Beschreibung ist es günstig, auf das reziproke Gitter überzugehen, da im reziproken Gitter die Netzebenen auf Punkten abgebildet werden.

Die reziproken Gittervektoren \mathbf{H} sind Linearkombinationen der reziproken Basisvektoren $\mathbf{a}_1^*, \mathbf{a}_2^*, \mathbf{a}_3^*$

$$\mathbf{H} = h\mathbf{a}_1^* + k\mathbf{a}_2^* + l\mathbf{a}_3^*, \quad (3.2)$$

und mit den Basisvektoren $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3$ darstellbar als

$$\mathbf{a}_1^* = \frac{2\pi}{V}\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3, \quad \mathbf{a}_2^* = \frac{2\pi}{V}\mathbf{a}_3 \times \mathbf{a}_1, \quad \mathbf{a}_3^* = \frac{2\pi}{V}\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2 \quad (3.3)$$

mit $V = \mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3)$ Volumen der Einheitszelle.

In Abbildung 3.2 ist auf der linken Seite der reale Raum mit den Netzebenen des Kristalls und \mathbf{d} , der die Länge des Netzebenenabstandes d hat und in die Richtung der Flächennormalen zeigt, dargestellt. Auf der rechten Seite ist dieselbe Situation im reziproken Gitter mit den reziproken Netzebenenabstandsvektoren \mathbf{d}^* eingezeichnet. Der Übergang erfolgt dabei in folgenden Schritten:

- In Richtung des einfallenden Strahls wird vom Punkt K aus die Länge $\frac{1}{\lambda}$ abgetragen und erhält den Punkt O .
- Von O aus zeichnet man nun eine Normale auf die Netzebene im realen Gitter - da die realen und die reziproken Vektoren laut ihrer Definition normal aufeinander stehen. Der Abstand zwischen Punkt O und dem Schnittpunkt mit der beugenden Netzebene ist gerade $\frac{d^*}{2}$.
- Verlängert man nun $\frac{d^*}{2}$ in gleicher Richtung um den selben Betrag, so erhält man einen weiteren reziproken Gitterpunkt.
- Zeichnet man nun einen Kreis mit dem Mittelpunkt K und dem Radius $|\mathbf{OK}|$, so erhält man die sogenannte *Ewald-Kugel*.

Liegen nun zwei reziproke Gitterpunkte auf der Ewald-Kugel, so ist die Bragg-Bedingung erfüllt.

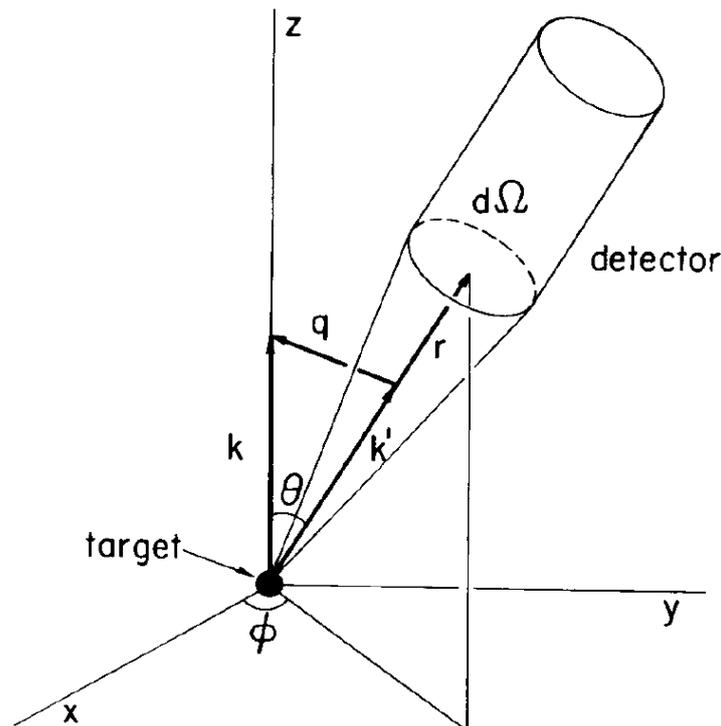


Abbildung 3.3.: Darstellung der Streugeometrie (aus Sears (1989)).

3.2. Quantenmechanische Streutheorie

Problemstellung

Einfallende Teilchen mit Wellenvektor \mathbf{k} wechselwirken mit einem Potenzial $V(\mathbf{r})$ und haben nach der Wechselwirkung den Wellenvektor \mathbf{k}' . Im Fall der Neutronenstreuung sind die einfallenden Teilchen Neutronen und das Potenzial wird durch die starke Wechselwirkung mit den Kernen des Kristalls erzeugt, wobei andere Wechselwirkungsarten vernachlässigt werden.

In Abbildung 3.3 ist die Streugeometrie mit dem einfallendem Wellenvektor \mathbf{k} und dem gestreuten Wellenvektor \mathbf{k}' dargestellt. Detektiert werden die gestreuten Neutronen in einer Entfernung $|\mathbf{r}|$, wobei der Öffnungswinkel des Detektors $d\Omega$ beträgt.

Differentieller Wirkungsquerschnitt

Der differentielle Wirkungsquerschnitt $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ ist das Verhältnis aus der in $d\Omega$ je Zeiteinheit gestreuten Teilchen zu der Anzahl der je Zeiteinheit und je Flächeneinheit einfallenden Teilchen. Unter Berücksichtigung der Stromdichte j , der Anzahl an Teilchen je Zeiteinheit

und je Flächeneinheit, ist der differentielle Wirkungsquerschnitt gegeben durch

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{r^2 (\mathbf{j}_{\text{streu}} \mathbf{e}_r)}{j_{\text{ein}}}. \quad (3.4)$$

Quantenmechanische Formulierung

In großer Entfernung vom Streuort setzt sich die Wellenfunktion aus einer einfallenden ebenen Welle ($\propto e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}$) und einer gestreuten Kugelwelle ($\propto f(\vartheta, \varphi) \cdot \frac{e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}}{r}$) mit der *Streuamplitude* $f(\vartheta, \varphi)$ zusammen. Das asymptotische Verhalten der Wellenfunktion ist für große r mit der Streuamplitude $f(\vartheta, \varphi)$ als

$$\psi_{\mathbf{k}} \xrightarrow{r \rightarrow \infty} e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} + f(\vartheta, \varphi) \cdot \frac{e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}}{r} \quad (3.5)$$

darstellbar. Da das Fermi-Pseudopotenzial als Wechselwirkungspotenzial $V(\mathbf{r})$ nur von sehr geringer Reichweite ist, können wir die Neutronen vor und nach der Streuung als freie Teilchen annehmen. Es ist die zeitunabhängige Schrödingergleichung

$$\mathcal{H}\psi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r}) = E_{\mathbf{k}}\psi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r}) \quad \text{mit} \quad \mathcal{H} = -\frac{\hbar^2}{2m}\Delta + V(\mathbf{r}). \quad (3.6)$$

zu lösen. Die zugehörigen Energieeigenwerte sind

$$E_{\mathbf{k}} = \frac{\hbar^2 k^2}{2m}. \quad (3.7)$$

Formt man nun Gleichung (3.6) folgendermaßen um

$$(\nabla^2 + k^2)\psi_{\mathbf{k}} = \frac{2m}{\hbar^2 k^2} V(\mathbf{r})\psi_{\mathbf{k}}, \quad (3.8)$$

so können wir diese Gleichung mittels der Methode der Green'schen Funktion lösen. Erfüllt eine Green'sche Funktion $G(\mathbf{r}, \mathbf{r}')$

$$(\nabla^2 + k^2)G(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = \delta^3(\mathbf{r} - \mathbf{r}'), \quad (3.9)$$

dann ist eine Partikulärlösung der Gleichung (3.8)

$$\psi_{\mathbf{k}} = \int d^3\mathbf{r}' G^\pm(\mathbf{r}, \mathbf{r}') \cdot \frac{2m}{\hbar^2} V(\mathbf{r}') \cdot \psi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r}'). \quad (3.10)$$

Die Green'sche Funktion $G^\pm(\mathbf{r}, \mathbf{r}')$ ist dabei eine Kugelwelle

$$G^\pm(\mathbf{r}, \mathbf{r}') = -\frac{1}{4\pi} \frac{e^{\pm ik|\mathbf{r}-\mathbf{r}'|}}{|\mathbf{r}-\mathbf{r}'|}, \quad (3.11)$$

wobei für die vorliegende Problemstellung die retardierte Green-Funktion $G^+(\mathbf{r}, \mathbf{r}')$ die richtige Wahl ist, da diese eine auslaufende Welle beschreibt. Die homogene Lösung der Gleichung (3.9) wählt man so, dass sie die einlaufende ebene Welle

$$\psi_{\text{homogen}} = e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} \quad (3.12)$$

ist. Als Wellenfunktion $\psi_{\mathbf{k}}$ erhalten wir die *Lippmann-Schwinger-Gleichung*

$$\psi_{\mathbf{k}} = e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} + \int d^3r' G^+(\mathbf{r}, \mathbf{r}') U(\mathbf{r}') \psi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r}'), \quad (3.13)$$

mit dem reduzierten Potenzial $U(\mathbf{r}) = \frac{2m}{\hbar^2} V(\mathbf{r})$.

Entwicklung für große Abstände r

Betrachten wir elastische Streuung $|\mathbf{k}'| = |\mathbf{k}|$ und berücksichtigt man nun noch, dass der Detektor in großer Entfernung vom Streuort positioniert ist, so vereinfacht sich mit

$$|\mathbf{r}-\mathbf{r}'| = r \sqrt{1 - 2\frac{\mathbf{r}\mathbf{r}'}{r^2} + \frac{\mathbf{r}'^2}{r^2}} \xrightarrow{r \rightarrow \infty} r - \mathbf{e}_r \mathbf{r}' \quad (3.14)$$

die Wellenfunktion $\psi_{\mathbf{k}}$

$$\psi_{\mathbf{k}} \xrightarrow{r \rightarrow \infty} e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} - \frac{2m}{4\pi\hbar^2} \frac{e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}}}{r} \int d^3r' e^{-i\mathbf{k}'\mathbf{r}'} V(\mathbf{r}') \psi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r}'), \quad (3.15)$$

mit $\mathbf{k}' = \mathbf{e}_r k$. Vergleicht man Gleichung (3.5) mit Gleichung (3.15) so erhält man für die Streuamplitude $f(\vartheta, \varphi)$

$$f(\theta, \phi) = -\frac{m}{2\pi\hbar^2} \int d^3r' e^{-i\mathbf{k}'\mathbf{r}'} V(\mathbf{r}') \psi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r}'). \quad (3.16)$$

Für den differentiellen Wirkungsquerschnitt benötigen wir nach Gleichung (3.4) die Wahrscheinlichkeitsstromdichten \mathbf{j}

$$\mathbf{j}_{\text{ein/streu}} = \frac{\hbar}{2mi} (\psi_{\text{ein/streu}}^* \nabla \psi_{\text{ein/streu}} - \nabla \psi_{\text{ein/streu}}^* \psi_{\text{ein/streu}}). \quad (3.17)$$

Setzt man die oben erhaltenen Ausdrücke für die gestreute und die einfallende Wellen-

funktion ein und betrachtet man große Entfernungen r vom Streuzentrum, so ist der differentielle Wirkungsquerschnitt das Absolutquadrat der Streuamplitude

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = |f(\theta, \phi)|^2. \quad (3.18)$$

Born'sche Näherung

In Gleichung (3.13) kommt die Wellenfunktion $\psi_{\mathbf{k}}$ sowohl auf der linken als auch auf der rechten Seite vor. Born schlug daher eine iterative Lösung vor. Für den ersten Iterationsschritt ergibt sich

$$\begin{aligned} \psi_{\mathbf{k}} = & e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} + \int d^3r' G^+(\mathbf{r}, \mathbf{r}') U(\mathbf{r}') e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} \\ & + \int d^3r'' \int d^3r' G^+(\mathbf{r}, \mathbf{r}') U(\mathbf{r}') G^+(\mathbf{r}', \mathbf{r}'') U(\mathbf{r}'') \psi_{\mathbf{k}}(\mathbf{r}''). \end{aligned} \quad (3.19)$$

Setzt man nun diese Iteration erneut in Gleichung (3.13) ein, so erhält man den zweiten Iterationsschritt. Dieses Verfahren kann beliebig fortgesetzt werden und ist als *Born'sche Reihe* bekannt. Nimmt man nur einmalige Wechselwirkung mit dem reduzierten Potenzial $U(\mathbf{r})$ an, so spricht man von der *Ersten Born'schen Näherung*. Die Erste Born'sche Näherung nimmt an, dass die Welle im Kristall nur einmal gestreut wird und vernachlässigt daher die Rückwirkung der gestreuten Welle auf die einfallende Welle. Berechnet man die Streuamplitude nach der Ersten Born'schen Näherung so ergibt sich für elastische Streuung mit dem Streuvektor $\mathbf{q} = \mathbf{k} - \mathbf{k}'$

$$f(\theta, \phi) = -\frac{m}{2\pi\hbar^2} \int d^3r' V(\mathbf{r}') e^{i\mathbf{q}\mathbf{r}'}. \quad (3.20)$$

Die Streuamplitude ist also die Fouriertransformierte des Potenzials. Wendet man die Erste Born'sche Näherung auf das Streuproblem von Neutronen an Perfektkristallen an, so spricht man von der *Kinematischen Beugungstheorie*. Eine zentrale Größe in der Beugungstheorie ist die Reflektivität - das Verhältnis aus reflektiertem zu einfallendem Neutronenstrom. Durch die Annahme von ausschließlich einfacher Reflexion wird die Reflektivität für Kristalle, die dicker als ein μm sind, größer als eins (Sears (1989)) - dass heißt, die Neutronenzählerhaltung wird verletzt. Daher ist die Erste Born'sche Näherung nicht zielführend. Im folgenden Abschnitt wird ein anderer Lösungsansatz vorgestellt, der auch die gegenseitige Wechselwirkung aller angeregter Wellen berücksichtigt.

3.3. Dynamische Beugungstheorie

Ein Perfektkristall ist eine Anordnung periodischer Streuzentren. Daher kann sowohl das Potenzial als auch die Wellenfunktion als gitterperiodische Funktion angeschrieben werden. Das ist der Ausgangspunkt der *Dynamischen Beugungstheorie* (Rauch u. Petrascheck (1976), Rauch u. Petrascheck (1978)).

Zu lösen ist die zeitunabhängige Schrödingergleichung (Gleichung (3.6)). Als Lösungsansatz dienen nun gitterperiodische Wellenfunktionen, die sogenannten *Blochwellen*

$$\begin{aligned}\psi(\mathbf{r}) &= e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} \cdot u(\mathbf{r}) \\ u(\mathbf{r}) &= \sum_{\mathbf{H}} u(\mathbf{H}) e^{i\mathbf{H}\mathbf{r}},\end{aligned}\tag{3.21}$$

mit

$$u(\mathbf{r}) = u(\mathbf{r} + \mathbf{R})\tag{3.22}$$

folgt auch für die Wellenfunktion

$$\psi(\mathbf{r} + \mathbf{R}) = e^{i\mathbf{k}\mathbf{r}} \cdot \psi(\mathbf{r}).\tag{3.23}$$

Das Wechselwirkungspotenzial zwischen Neutron und Atomkern wird wieder durch das Fermi-Pseudopotenzial

$$V(\mathbf{r}) = \frac{2\pi\hbar^2 b_c}{m} \sum_j \delta(\mathbf{r} - \mathbf{r}_j)\tag{3.24}$$

dargestellt. In der kohärenten Streulänge b_c ist der Debye-Waller-Faktor bereits berücksichtigt. Die Vektoren zu den Gitterpositionen werden mit \mathbf{r}_j bezeichnet. Damit man sieht, dass auch das Potenzial gitterperiodisch ist, wenden wir zunächst die Fouriertransformation an

$$\begin{aligned}V(\mathbf{k}) &= \frac{1}{V} \int d^3r V(\mathbf{r}) e^{-i\mathbf{k}\mathbf{r}} \\ &= \frac{2\pi\hbar^2 b_c}{mV_z} \frac{1}{N_z} \underbrace{\sum_{\mathbf{R}_j} e^{-i\mathbf{k}\mathbf{R}_j}}_{\text{Gitterfaktor}} \cdot \underbrace{\sum_{\boldsymbol{\rho}_i} e^{-i\mathbf{k}\boldsymbol{\rho}_i}}_{\text{Strukturfaktor}},\end{aligned}\tag{3.25}$$

mit dem Kristallvolumen $V = N_z V_z$, dem Vektor \mathbf{R}_j zum Nullpunkt der Zelle j und dem Vektor $\boldsymbol{\rho}_i$ vom Nullpunkt der Zelle zum Atom i . Der Gitterfaktor ergibt den Wert 1 ausschließlich für den Fall, dass $\mathbf{k} = \mathbf{H}$ gilt. Der Gitterfaktor F ergibt sich für das

Diamantgitter des Siliziumkristalles zu

$$F = \begin{cases} 8 & \text{falls } h + k + l \text{ durch } 4 \text{ teilbar} \\ 4(1 \pm i) & \text{für } h, k, l \text{ ungerade} \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (3.26)$$

Bildet man nun die Umkehrung der Fouriertransformation, so erhält man

$$V(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{H}} V(\mathbf{H}) e^{i\mathbf{H}\mathbf{r}}, \quad (3.27)$$

dass Potenzial ist also auch gitterperiodisch darstellbar.

Setzt man die gitterperiodischen Ansätze (Gleichung (3.21) und (3.27)) in die zeitunabhängige Schrödingergleichung ein, gelangt man zur *Grundgleichung der Dynamischen Beugungstheorie*

$$\left(\frac{\hbar^2}{2m} (\mathbf{K} + \mathbf{H})^2 - E \right) \cdot u(\mathbf{H}) = - \sum_{\mathbf{H}'} V(\mathbf{H} - \mathbf{H}') \cdot u(\mathbf{H}'), \quad (3.28)$$

mit dem Wellenzahlvektor im Kristall \mathbf{K} . Als Lösung erhalten wir also unendlich viele Wellen, die sich jeweils um einen reziproken Gittervektor \mathbf{H} unterscheiden. Um das Gleichungssystem (3.28) zu lösen, gehen wir von der Bragg-Gleichung (3.1) aus. Deutliche Intensität wird vorliegen, wenn der reflektierte Wellenvektor nahe der Ewald-Kugel liegt. Im Bragg-Fall sind also sowohl der Nullpunkt $\mathbf{0}$ und ein reziproker Gittervektor \mathbf{H} in unmittelbarer Nähe der Ewald-Kugel (Abbildung 3.2). Diesen Fall nennt man *Zweistrahlnäherung*. Für die weitere Vorgehensweise sei auf Rauch u. Petrascheck (1976) verwiesen.

Ergebnis der Dynamischen Beugungstheorie

Die Reflektivität eines dicken Einkristalles und damit die Rockingkurve ergibt sich nach der Dynamischen Beugungstheorie (Rauch u. Petrascheck (1976), Rauch u. Petrascheck (1978)) zu

$$R(y) = \begin{cases} 1 & |y| \leq 1 \\ 1 - \sqrt{a - \frac{1}{y^2}} & |y| > 1 \end{cases} \quad (3.29)$$

mit dem *verallgemeinertem Winkel* y

$$y = \frac{(b-1) \frac{V(\mathbf{0})}{E} + \alpha b}{2\sqrt{|b|} \left| \frac{V(\mathbf{H})}{E} \right|} \quad (3.30)$$

und

$$\alpha = 2(\vartheta_b - \vartheta) \sin(2\vartheta_b) \quad , \quad b = \frac{\cos \gamma}{\cos \gamma_H} \quad (3.31)$$

$$\frac{V(\mathbf{0})}{E} = \frac{4\pi N b_c}{k^2} \quad , \quad \frac{V(\mathbf{H})}{E} = \frac{4\pi b_c |F|}{k^2 a^3}, \quad (3.32)$$

mit der Gitterkonstante des Kristalls a , dem Winkel γ zwischen einfallender Welle und der Flächennormalen und dem Winkel γ_H zwischen reflektierter Welle und der Flächennormalen. Der Bereich $-1 < y < 1$ ist der Totalreflexionsbereich. Diesen Bereich kann man mit Hilfe von $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ als Winkelbereich

$$\Delta\vartheta = \frac{b_c N \lambda^2 |F|}{4\pi \sin(2\vartheta)} \sqrt{\frac{\cos \gamma_H}{\cos \gamma}} \quad (3.33)$$

umformen.

Nutenkristalle

Wenn der Neutronenstrahl in einem Nutenkristall m -fach reflektiert wird, so ergibt sich für die resultierende Reflektivität $R_m(y)$ (Bonse u. Hart (1965))

$$R_m(y) = [R(y)]^m, \quad (3.34)$$

beziehungsweise für die gemittelte Intensitätsverteilung

$$R(y) = \begin{cases} 1 & |y| \leq 1 \\ \left(1 - \sqrt{1 - \frac{1}{y^2}}\right)^m & |y| > 1. \end{cases} \quad (3.35)$$

In Abbildung (3.4) sind die gemittelten, theoretischen Rockingkurven dargestellt. Es ist gut zu erkennen, dass durch Mehrfachreflexion in Nutenkristallen die Flanken in den Rocking-Kurven geringer werden. Bei dem in der USANS-Anlage Wien verwendeten Silizium-Kristall wird Dreifachreflexion verwendet.

Bonse-Hart-Kamera

Da in der Bonse-Hart-Kamera zwei Kristalle (Monochromator und Analysator) verwendet werden, ergibt sich die gemessene Intensität $I(\Delta)$ oder Rockingkurve durch Faltung der

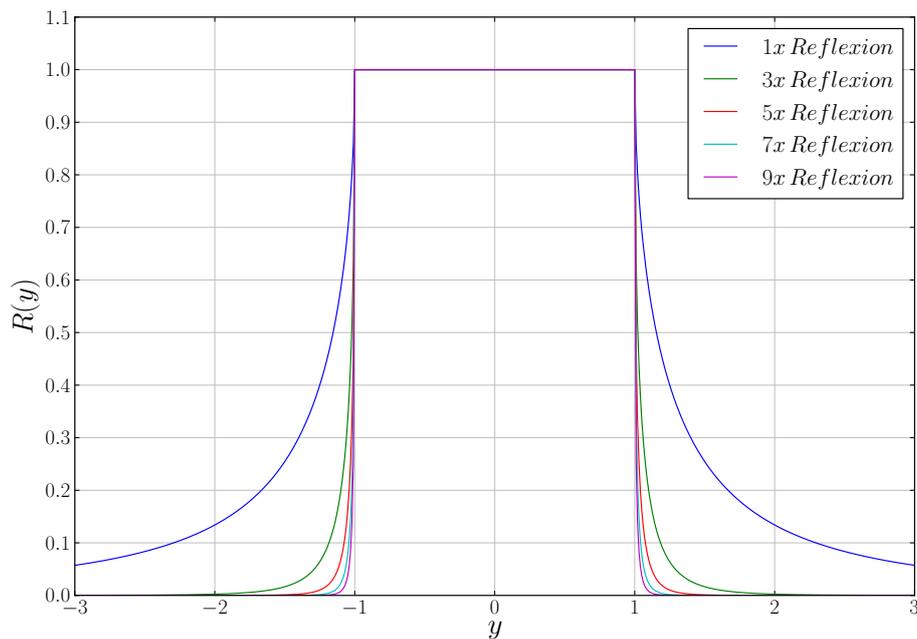


Abbildung 3.4.: Theoretische, gemittelte Rockingkurven für mehrfache Reflexion an einem Nutenkristall

Reflexionskurven der beiden Kristalle

$$I(\Delta) = \int dy [R(y)]^m [R(y + \Delta)]^n. \quad (3.36)$$

Für die Bonse-Hart-Kamera in Wien wird sowohl für den Monochromator- als auch für den Analysatorkristall Dreifachreflexion verwendet. Ein Vergleich der theoretischen Kurve nach Gleichung (3.36) für $m = n = 3$ mit der gemessenen Rockingkurve ist in Abbildung 3.5 dargestellt.

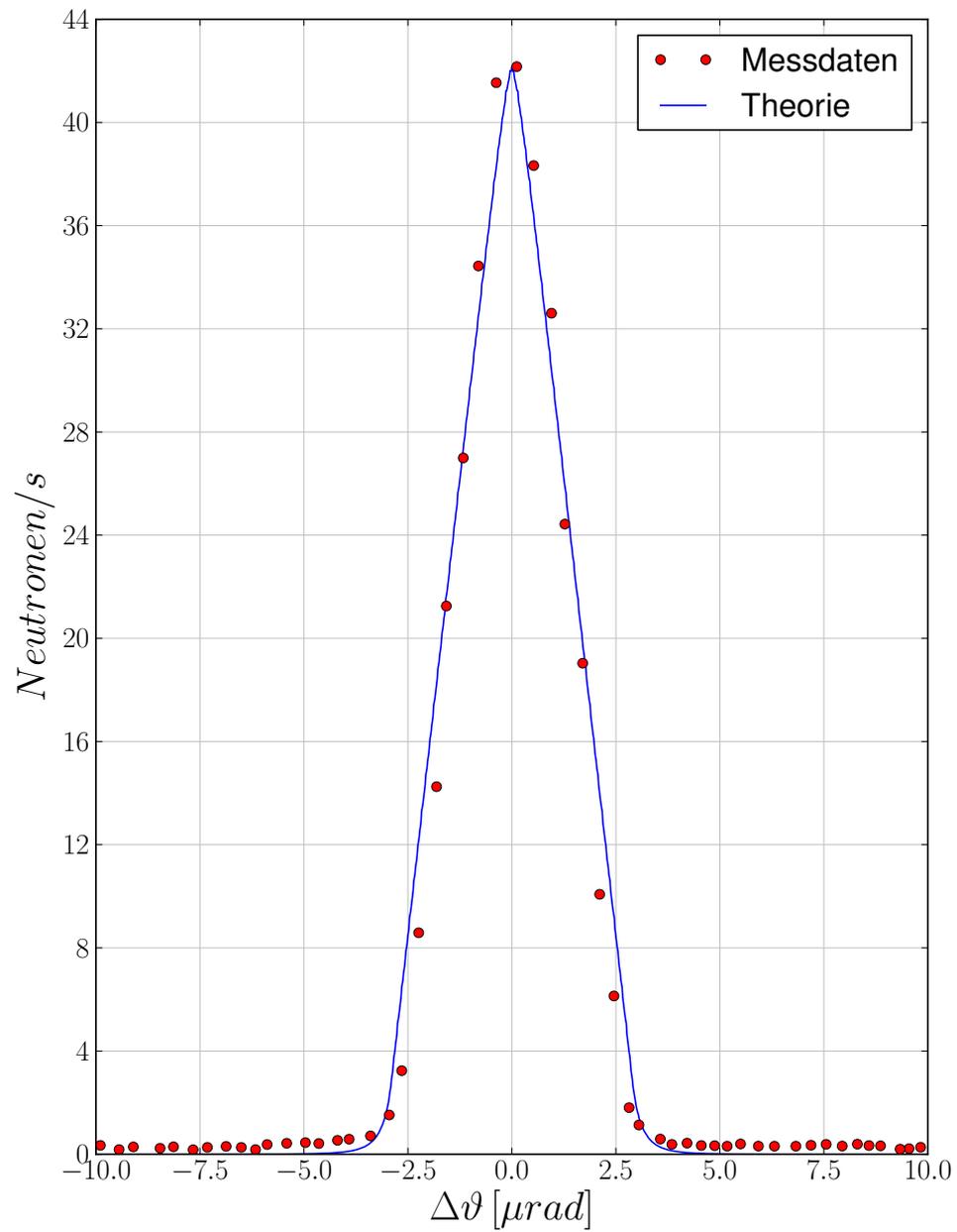


Abbildung 3.5.: Theoretische und gemessene Rockingkurve für jeweils dreifache Reflexion am Monochromator- und am Analysatorkristall.

Kapitel 4.

Die USANS am Atominstitut Wien

In diesem Kapitel wird der TRIGA Mark-II Reaktor, der Forschungsreaktor der als Neutronenquelle dient, vorgestellt. Wir werden dann auf den prinzipiellen Aufbau der USANS-Anlage in Wien eingehen und zum Schluss noch genauere Informationen zum Vorgängeraufbau erhalten.

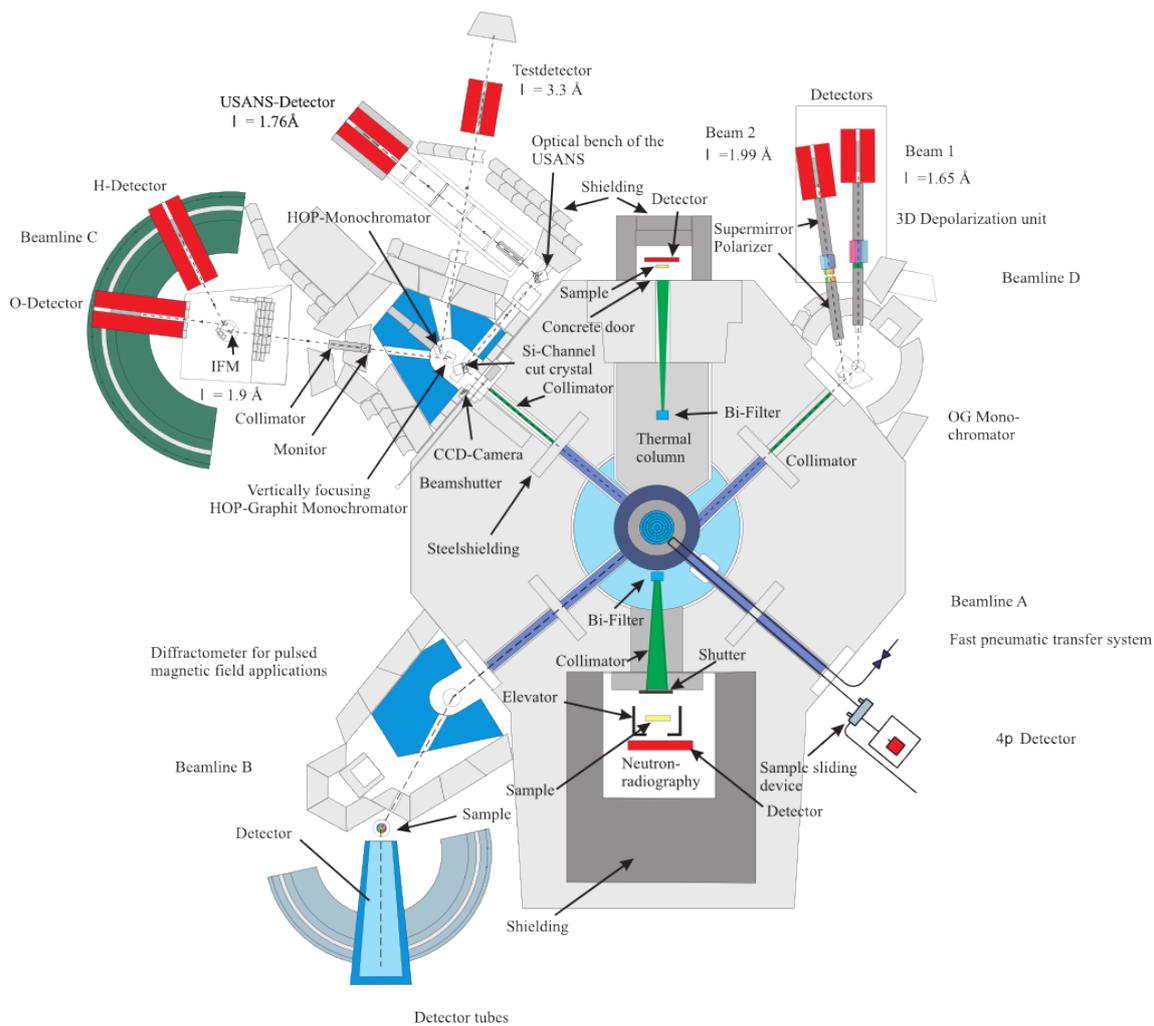
4.1. TRIGA Mark-II Reaktor

TRIGA-Reaktoren (TRIGA = *T*raining, *R*esearch, *I*sotope Production, *G*eneral Atomic) sind Forschungsreaktoren des Swimmingpool-Typs. Der TRIGA Mark-II Reaktor des Atom Institutes wurde in den Jahren 1959 bis 1962 von General Atomic, San Diego/Kalifornien, USA, errichtet. Am 7. März 1962 wurde der Reaktor erstmals kritisch. Eine maximale thermische Dauerleistung von 250 kW mit einer maximalen Neutronenflussdichte im zentralen Bestrahlungsrohr von $10^{13} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ ist erreichbar.

Der Reaktorkern besteht aus etwa 80 Brennelementen (Durchmesser 3,75 cm, Länge 72,24 cm), die in einer regelmäßigen Gitterplatte angeordnet sind. Zur Temperaturüberwachung des Brennstoffes enthalten je zwei Brennelemente drei Thermoelemente. Bei Maximalleistung (250 kW) beträgt die Brennstoff-Zentraltemperatur etwa 250 °C. Der Austausch der erzeugten Wärme erfolgt über einen Primärkreislauf (deionisiertes, destilliertes Wasser, Temperatur: 20 °C bis 40 °C) und einen durch Wärmetauscher gekoppelten Sekundärkühlkreis (Brunnenwasser, Temperatur: 12 °C bis 18 °C).

Eine Sb-Be-Photoneutronenquelle dient als Neutronen-Startquelle. Zur Regelung der Reaktorleistung kommen drei Borkarbid-Absorberstäbe zum Einsatz. Zwei dieser Stäbe verfügen über einen Elektromotorantrieb, ein Stab wird pneumatisch gesteuert.

Der in der Brennelementhülle enthaltene Brennstoff besteht aus einer homogenen Mischung aus



Horizontal Cross Section

Abbildung 4.1.: Querschnitt des TRIGA Mark-II Reaktors am Atominstiut Wien (Atominstiut (2011))

- acht Gewichtsprozent Uran (mit einer Urananreicherung von 20% ^{235}U)
- ein Gewichtsprozent Wasserstoff
- 91 Gewichtsprozent Zirkonium.

Das Zirkonhydrid dient gleichzeitig auch als Moderator und verfügt über die besondere Eigenschaft, mit höherer Brennstofftemperatur schlechter zu moderieren. Auf Grund dieser Eigenschaft ist auch für 40 ms im Impulsbetrieb eine Leistung von 250 MW mit einer Neutronenflussdichte von $10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ möglich.

4.2. USANS Aufbau in Wien

Am Strahlrohr C (Abbildung 4.1) ist die USANS aufgebaut. Die Neutronen, die den am Ende des Strahlrohrs befindlichen Kollimator passieren, haben durch Moderation eine Energie, die einer Maxwell-Boltzmann-Verteilung entspricht. Nach dem Kollimator ist ein Borsäuretank und eine Betonabschirmung aus Strahlenschutzgründen aufgebaut. Der Aufbau der USANS entspricht einer Bonse-Hart-Kamera (Bonse u. Hart (1965)), bei der sich zwei perfekte Siliziumkristalle zueinander in Bragg-Stellung befinden.

Welchen Weg die Neutronen in der Bonse-Hart-Kamera nehmen, ist in Abbildung 4.2

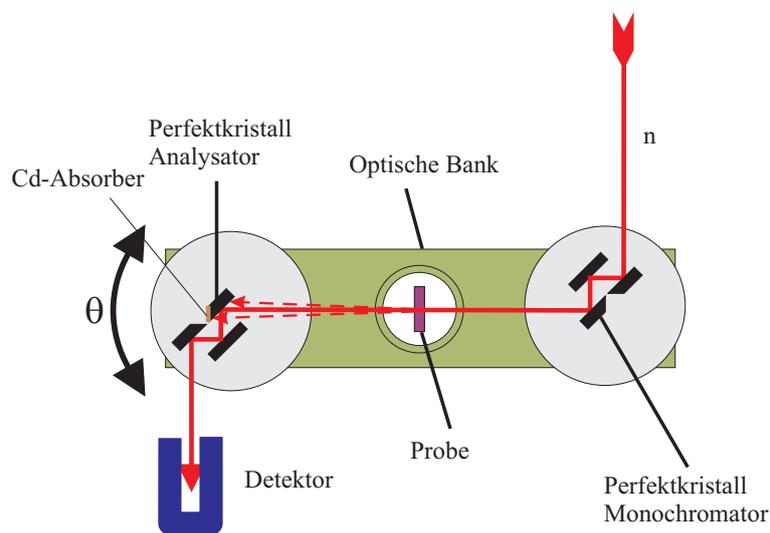


Abbildung 4.2.: Schematische Darstellung der Bonse-Hart-Kamera (Atominstut (2011))

dargestellt. Der erste Kristall (Monochromator) befindet sich innerhalb der Betonabschirmung auf einer 150 cm langen optischen Bank. Der Monochromator dient zur Selektion einer bestimmten Wellenlänge. Die Wellenlänge λ ergibt sich nach der Bragg-Bedingung zu $\lambda = 2d \sin \vartheta$. In Wien wird die (331)-Ebene des Siliziumkristalls mit dem Netzebenenabstand $d_{331} = 1,246 \text{ \AA}$ verwendet. Der Bragg-Winkel ϑ für diese Ebene beträgt 45° und

es ergibt sich eine Wellenlänge von $1,76 \text{ \AA}$. Der zweite Kristall (Analysator) befindet sich auch auf der optischen Bank, allerdings außerhalb des Betonabschirmung.

Optional kann außerhalb des Betontanks zwischen Monochromator und Analysator eine Probe in die dafür vorgesehene Halterung eingebracht werden. Senkrecht zur optischen Bank befindet sich in Richtung des Analysatorstrahlausgangs auf einem Aluminiumgestell ein Neutronendetektor.

4.2.1. Messprozess an der USANS

Der Monochromatorkristall bleibt während der Messung in Ruhe. Der Analysatorkristall wird gedreht und die in den Detektor gebeugte Neutronenintensität wird als Funktion des Analysatordrehwinkels aufgezeichnet. Die detektierte Intensität ist aufgrund der dynamischen Beugungstheorie als Funktion des Analysatordrehwinkel ϑ darstellbar (Gleichung (3.36)).

4.2.2. Technische Daten der „alten“ USANS-Anlage

Der Monochromator- und der Analysatorkristall waren jeweils auf einem Theodoliten montiert, auf dem zwei Goniometer befestigt waren. Die möglichen Bewegungsrichtungen der Kristalle waren horizontal und vertikal. Die beiden Goniometer wurden über Schrittmotoren betrieben. Zu berücksichtigen war ein Fehler von $0,007 \text{ \mu rad}$ bei horizontaler Drehung, da das gesamte Bewegungssystem nichtlineares Verhalten zeigte. Der Neutronenquerschnitt von $26 \text{ mm} \times 26 \text{ mm}$ ergibt sich aus der Stellung der Kristalle in Braggstellung von 45° .

Tabelle 4.1.: Technische Daten der USANS-Vorgängeranlage in Wien (Villa (2001))

Monochromator-Goniometer	Winkelauflösung für Drehung	$87,5089 \text{ \mu rad} = 18,05''$
	Kippung	$87,5089 \text{ \mu rad} = 18,05''$
Analysator-Goniometer	Winkelauflösung für Drehung	$0,1513 \text{ \mu rad} = 0,0312''$
	Kippung	$0,3471 \text{ \mu rad} = 0,0717''$
	mit der Halbwertsbreite	$3,3 \text{ \mu rad} = 0,6807''$
	Neutronenstrahlquerschnitt	$26 \text{ mm} \times 26 \text{ mm}$
	Untergrund	$0,025 \text{ Neutronen/s}$
	Peakintensität integrale Intensität	$9,5 \text{ cps/cm}^2$ 285 cps/cm^2

Kapitel 5.

Experimentelle Realisierung der USANS Wien

In Abbildung 4.2 auf Seite 22 wird der prinzipielle Aufbau der Bonse-Hart-Kamera skizziert. In diesem Kapitel diskutieren wir, welche Maßnahmen erforderlich sind, um die Bonse-Hart-Kamera aufzubauen. Wir erfahren mehr über die verwendeten Einkristalle und welche Komponenten verwendet werden, um die Kristalle zu bewegen/steuern. Darüber hinaus beschäftigen wir uns mit den Komponenten, die zum Einsatz kommen, um Signale zu messen. Ein weiterer Punkt ist die Erörterung, wie die Steuerkomponenten (Aktoren) und die Messkomponenten (Sensoren) mit dem Computer kommunizieren. Den Abschluss bildet ein kurzer Abriss über die verwendete Software.

5.1. Perfektkristalle

Die Siliziumeinkristalle wurden vom Vorgängeraufbau übernommen und auf von der institutseigenen Werkstatt neugefertigten Aluminiumplatten mit doppelseitigem Klebeband befestigt.

Dreifachreflexionen werden verwendet, da diese bei nicht zu großem Intensitätsverlust eine Rockingkurve, die sehr ähnlich einer Dreiecksfunktion ist, liefert (siehe Abbildung 3.5). Die spezielle Form der verwendeten Kristalle geht auf Arbeiten von Agamalian (Agamalian u. a. (1997)) zurück. Ist die längere Kristallplatte nicht durchgeschnitten, so können sich Neutronen innerhalb des Kristalls ausbreiten und den Kristall nur einfach reflektiert verlassen, was zu einer Erhöhung der Zählraten in den Flanken der Rockingkurve führt. Daher wurde die längere Kristallplatte geschnitten und in den neu entstandenen Zwischenraum ein Cadmiumblech eingebracht (Villa (2001)). Das Cadmiumblech absorbiert Neutronen und verhindert somit, dass nur einfach gestreute Neutronen den Kristall verlassen.

5.2. Steuern

5.2.1. Aktoren

Die Bewegung der Kristalle soll vier Freiheitsgrade aufweisen

- horizontale Verschiebung
- vertikale Verschiebung
- Drehung
- Kippung.

Als Aktoren des Monochromator- und des Analysatorsystems dienen jeweils zwei Präzisions-Mikrostelltische (horizontale und vertikale Bewegung), Präzisionsdrehtisch und Präzisionskipptisch von Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG. Das Analysatorsystem verfügt zusätzlich über einen Piezoantrieb, um eine Feineinstellung des Analysatorwinkels zu ermöglichen. Eine Auflistung der verwendeten Komponenten und die Umrechnung Schritte in mm bzw. ° der verwendeten Aktoren gibt Tabelle 5.1. Eine schematische Darstellung der Zusammensetzung dieser Komponenten gibt Abbildung 5.1(a) für den Monochromator und Abbildung 5.1(b) für den Analysator.

Tabelle 5.1.: Aktoren zur Bewegung des Monochromators und des Analysators und deren wichtigsten Eigenschaften

	Funktion	Gesamt- bereich	Umrechnung	maximale Geschwindigkeit [cts/s]
Mono- chromator				
M-403.6DG	horizontal	150 mm	9 mm $\hat{=}$ 512000 cts	142222,2222
M-403.2DG	vertikal	50 mm	9 mm $\hat{=}$ 512000 cts	142222,2222
M-037.DG	Drehung	360°	81° $\hat{=}$ 2401000 cts	177851,8519
M-043.D01	Kippung	14°	25 mm $\hat{=}$ 7077888 cts 65 μ rad/ μ m	212336,64
Analysator				
M-403.4DG	horizontal	100 mm	9 mm $\hat{=}$ 512000 cts	142222,2222
M-403.2DG	vertikal	50 mm	9 mm $\hat{=}$ 512000 cts	142222,2222
M-036.DS1	Drehung	360°	25° $\hat{=}$ 7077888 cts	212336,64
M-043.D01	Kippung	14°	25 mm $\hat{=}$ 7077888 cts 65 μ rad/ μ m	212336,64

5.2.2. Technische Daten der einzelnen Aktoren

Besonders interessant bei Verwendung der Aktoren sind Reproduzierbarkeit und kleinste Schrittweite. Bevor wir auf die Besonderheiten der einzelnen Positioniersysteme eingehen, betrachten wir noch Definitionen von Spezifikationen, wie sie in technischen Datenblättern auftreten.

- *Rechnerische Auflösung* ist die kleinste theoretische Bewegung, die ein Positioniersystem durchführen kann und liegt meist um Faktoren unter der kleinsten Schrittweite.
- *Kleinste Schrittweite* ist die kleinste Bewegung, die wiederholbar durchgeführt werden kann.
- *Umkehrspiel* ist der Positionierfehler, der bei einer Richtungsänderung auftritt. Umkehrspiel entsteht durch relative Bewegungen der Antriebskomponenten zueinander, die aber zu keine Positionsänderung führt.
- *Unidirektionale Wiederholbarkeit* ist die Genauigkeit, mit der eine Position zuverlässig wiederholt eingenommen wird, wenn sie aus der gleichen Richtung angefahren wird.

Wie in Tabelle 5.2 zu sehen ist, ist das Umkehrspiel um ein vielfaches höher als die unidirektionale Wiederholbarkeit. Daher sollte bei Ansteuerung der Gegenrichtung zuerst ein Spielausgleich erfolgen, das heißt, es ist zuerst eine um z. B.: 500 Schritte größere Distanz in die Gegenrichtung zu fahren, bevor in die gewünschte Richtung gefahren wird.

Präzisionsmikrostelltisch

Die Präzisionsmikrostelltische sind mit einem DC-Getriebemotor ausgerüstet, als integrierter Sensor dient ein Rotationsencoder.

Präzisionsdrehtisch

Es gelangen zwei verschiedene Fabrikate (M-036.DS1 und M-037.DG) zum Einsatz. Die M-037 Serie verfügt über einen Schneckenantrieb mit DC-Getriebemotor. Die M-036 Serie, die für den Analysator verwendet wird, ist mit einem Tangentialantrieb ausgestattet und besitzt einen DC-Motorantrieb. Da die theoretische Halbwertsbreite der Rockingkurve $2,897 \mu\text{rad}$ beträgt und damit in der Größenordnung der kleinsten Schrittweite der M-036 Serie liegt, wird der Drehtisch zusätzlich mit einem Piezotranslator aufgerüstet. Der Piezo E-665.XR LVPZT-Amplifier/Servo der Firma Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG

ist über die Steckkarte E-816 ComputerInterface and Command Interpreter Submodule am Computer verbunden. Eine eingehendere Diskussion dieses Aufbaus erfolgt in Kapitel 7.

Präzisionskipptisch

Der Präzisionskipptisch ist mit dem DC-Antriebsmotor über eine spielfreie Magnetkoppelung verbunden.

Tabelle 5.2.: Technische Daten der Aktoren

	M-403.xDG	M-036.DS1	M-037.DG	M-043.D01
Rechnerische Auflösung	0,018 μm	-	0,59 μrad	0,23 μrad
Kleinste Schrittweite	0,2 μm	2 μrad	3,5 μrad	5 μrad
Umkehrspiel	10 μm	40 μrad	200 μrad	175 μm
Unidirektionale Wiederholbarkeit	1 μm	10 μrad	30 μrad	15 μrad

5.3. Messen

Zu messen sind auf der einen Seite Neutronenintensitäten, auf der anderen Seite ist auch der Analysatordrehwinkel genau zu vermessen.

5.3.1. Analysatorwinkelmessung

Das Winkelmessgerät RON 905 der Firma Dr. Johannes Heidenhain GmbH ist über eine Kupplung in den Analysatoraufbau integriert. Der RON 905 ist ein Winkelmessgerät mit Eigenlagerung und integrierter Statorkupplung. RON wird im Kapitel 7 eingehender vorgestellt.

5.3.2. Neutronenintensitätsbestimmung

Die Neutronenreaktionen, die die Grundlage für die Detektion bilden, werden inklusive Absorptionsquerschnitten in Kapitel 2.2 erklärt. Da die Neutronenanzahl im Reaktorbetrieb schwankt, zeichnen wir nicht ausschließlich die in den Detektor gebeugte Neutronenintensität auf, sondern wir benötigen auch noch eine Referenzintensität (Monitorsignal). Auf dieses Monitorsignal wird dann die Neutronenzählrate nach dem Analysator (Messsignal) normiert (siehe Gleichung (6.2)).

Neutronendetektor nach dem Analysator

Ein Endfenster BF_3 -Zählrohr RSN 108S-MG von Reuter Stokes Electronic Components mit einem Durchmesser von 50 mm und einer Länge von 360 mm gelangt zum Einsatz. Der Neutronendetektor befindet sich im Zentrum einer zylinderförmigen Paraffinabschirmung mit einem Durchmesser von 410 mm und einer Länge von 800 mm. Dieser Zylinder ist auf einem Aluminiumgestell befestigt, wodurch sowohl ein seitliches Justieren wie auch ein Verschieben des Detektors in 90° zur optischen Bank ermöglicht ist.

Das Zählrohr wird mit einer Hochspannung von 2,6 kV versorgt. Das Signal gelangt über einen Vorverstärker Xeram, Type ACH zu einem Singlekanalanalysator SCA 2030 von Canberra Industries, Inc.. Beim SCA 2030 erweisen sich eine Einstellung des Fensters (Window ΔE) von 10 Volt und des unteren Levels (Lower Level) von 1 Volt als optimal.

Optional kann auch ein PW4242 Ratemeter von Philips Electronics N.V. nach dem SCA 2030 geschaltet werden, um ein akustisches Signal zu erhalten.

Neutronendetektor für das Monitorsignal

Nach der Betonabschirmung wird auf einer Blende zwischen dem Monochromator und dem Analysator ein ^3He Detektor 0.5NH1/1K (F,I) von Canberra Industries, Inc. befestigt. Der Detektor hat einen Durchmesser von 10 mm und eine Länge von 80,5 mm, wobei die aktive Länge 10 mm beträgt.

Der Detektor wird mit einer Hochspannung von 1,14 kV versorgt. Das Signal gelangt über einen Vorverstärker Modell 2006 von Canberra Industries, Inc. zu einem Verstärker Amplifier 485 von Ortec Products Group mit folgenden Einstellungen:

- Coarse Gain 64
- Fine Gain 7
- Input auf „Pos“ und Bipolar geschaltet.

Von dem Verstärker wird das Signal an einen Singlekanalanalysator SCA 2030 von Canberra Industries, Inc. weitergeführt. Beim SCA 2030 erweisen sich eine Einstellung des Fensters (Window ΔE) von 5 Volt und des unteren Levels (Lower Level) von 0,4 Volt als optimal.

5.4. Kommunikation zwischen Computer und Aktoren und Sensoren

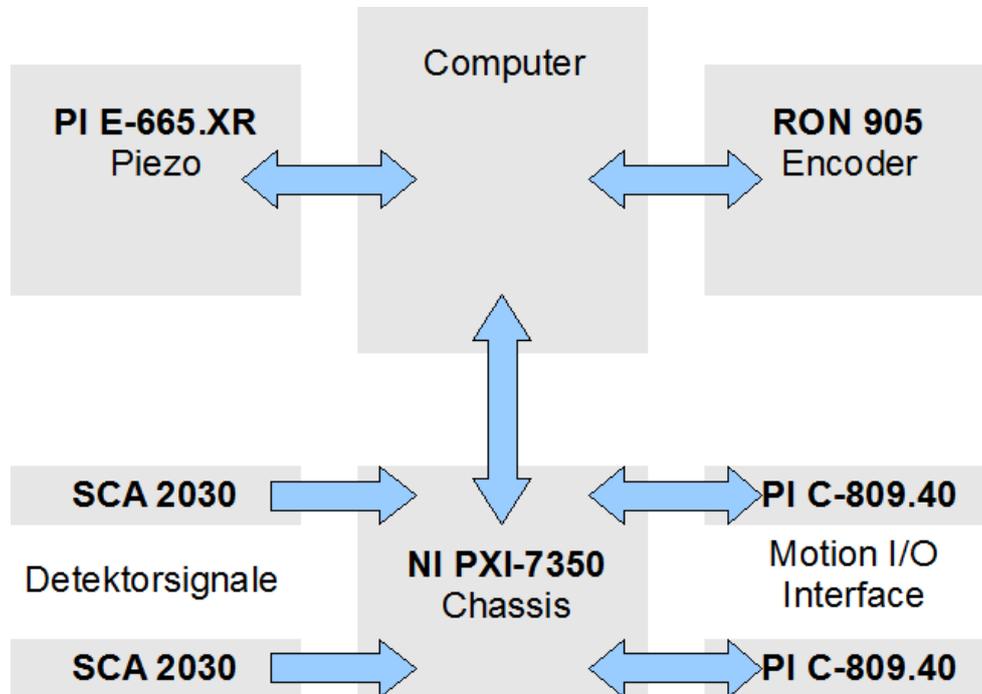


Abbildung 5.2.: Schematische Darstellung der Kommunikation

Der Computer wird mit drei zusätzlichen Steckkarten bestückt, um die Kommunikation zwischen dem Computer auf der einen Seite und den Aktoren und Sensoren auf der anderen Seite zu ermöglichen (siehe Abbildung 5.2). Bei diesen drei Steckkarten handelt es sich um

- *MXI-Express x1 host controller card*, an der ein Chassis „NI PXI-1033“ (beide von National Instruments Corporation) angeschlossen ist. Das Chassis verfügt über fünf Slots, von denen im vorliegenden Aufbau zwei benutzt werden:
 - PXI-7350 von National Instruments Corporation, über das bis zu zwei Motion I/O Interface „PI C-809.40“ von Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG angebunden werden können
 - TB-2715 von National Instruments Corporation zur Aufzeichnung der beiden Detektorsignale.
- *IK220* zur Verbindung des Winkelmessgerätes RON 905 (beide von Dr. Johannes Heidenhain GmbH)
- *E-816 Computer Interface and Command Interpreter Submodule* zum Anschluss des

PI E-665.XR LVPZT-Amplifier/Servo (beide jeweils von Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG).

5.5. Software

Bis jetzt wurden drei Computerprogramme im Rahmen von Projektarbeiten angefertigt, die die Prozesssteuerung der USANS-Anlage übernehmen. Alle Programme wurden in LabVIEW erstellt. Zusätzlich besteht auch die Möglichkeit über MAX (*M*easurement & *A*utomation *E*xplorer) von National Instruments Corporation die am PXI-7350 Slot angeschlossenen Motorkomponenten anzusteuern und diverse Parameter (wie z. B.: maximale Geschwindigkeit) einzustellen.

Für genaue Informationen zu den einzelnen Programmen sei auf die jeweiligen Projektarbeiten (Prieschl (2009), Glattauer (2009), Seppi u. Wastl (2010)) verwiesen, eine Kurzbeschreibung der einzelnen Programme folgt nun.

Monochromatorprogramm (Prieschl (2009))

Das erste Programm dient der Ansteuerung der Monochromator-Motorkomponenten. Die Achsen können einzeln positioniert werden, die Neutronenzählraten werden aufgezeichnet. Darüberhinaus gibt es eine Autopilotfunktion, die es ermöglicht, ein Bewegungsprofil mehrerer Achsen gleichzeitig auszuführen.

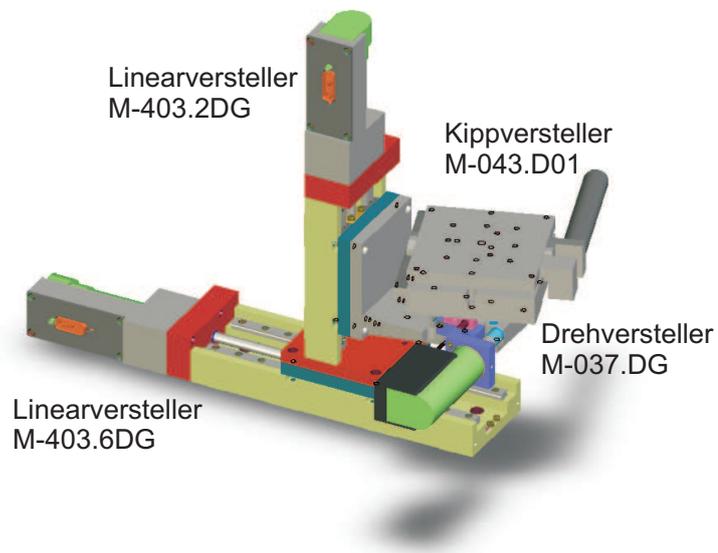
Analysatorprogramm (Glattauer (2009))

Das Programm übernimmt die Ansteuerung der Analysatorachsen. Die Ansteuerung der zusätzlichen Komponenten des Analysatorsystems (der Encoder RON 905 und der Piezotranslator E-665.XR LVPZT) wurden implementiert. Als weitere neue Funktion gibt es eine „SCRAM-Protection“ die eine Pause in der Ausführung des Autopilots vorsieht, sobald das Monitorsignal unter einen einstellbaren Wert fällt.

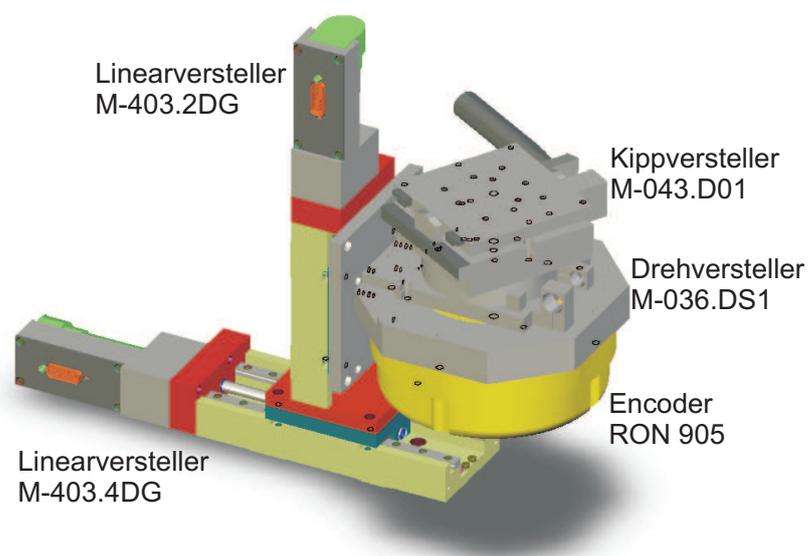
Joystick-Programm (Seppi u. Wastl (2010))

Das ist eine „abgespeckte“ Version des Analysatorprogramms und ausschließlich für den Einsatz mit der justierten USANS-Anlage gedacht. Die Achsen des Analysators können nicht mehr angesteuert werden, dafür kann man aber mittels Joystick den Piezotranslator in diejenige Position bringen, in der die Peakmitte vermutet wird. Statt der Autopilotfunktion ist es nun möglich, mehrere Messbereiche um die Peakmitte einzustellen, wobei

die Schrittweite und die Messzeit für jeden dieser Bereiche beliebig einstellbar sind.



(a) Monochromator



(b) Analysator

Abbildung 5.1.: Schematische Darstellung der Komponenten für Monochromator (a) und Analysator (b). Der Piezoantrieb zur Feinwinkeleinstellung ist in (b) nicht eingezeichnet. (Zeichnungen zur Verfügung gestellt von Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG)

Kapitel 6.

Justierung

Zuerst wird die Grobjustierung besprochen, deren Aufgabe es ist, die beiden Kristalle in Bragg-Stellung zueinander zu bringen. Detektiert man erstmals Neutronen nach dem Analysator, so wird diese Leerkurve meist noch nicht die gewünschte Halbwertsbreite aufweisen, da die Kristalle noch nicht parallel zueinander ausgerichtet sind. Bei der Feinjustierung wird der Analysatorkristall solange gekippt, bis die beiden Kristalle zueinander parallel sind. Am Ende dieses Kapitels gehen wir noch auf die Datenauswertung ein und werden noch die Kenndaten der neuen USANS auflisten.

6.1. Grobjustierung

6.1.1. Der erste Versuch

Die ursprüngliche Idee war es, zuerst ausschließlich den Monochromator zu justieren. Um eine höhere Zählrate zu erreichen, wurde in der Monochromatorhalterung statt des Silizium-Einkristalls ein Graphitkristall eingebracht. Der polykristalline Graphit besteht aus vielen Kristalliten, die in allen möglichen Richtungen stehen. Wird der Kristall gedreht und durchläuft dabei die Bragg-Stellung, so wird eine Intensitätszunahme detektiert.

In Abbildung 6.1 ist die Abhängigkeit der Neutronenzählrate vom Drehwinkel des Monochromatorkristalls sowohl für den Silizium-Einkristall als auch für das polykristalline Graphit dargestellt. Durch die polykristalline Struktur des Graphits stehen bei einer bestimmten Winkeleinstellung viel mehr Kristallite zur Verfügung, die die Bragg-Bedingung erfüllen als bei einem Einkristall. Dadurch erhalten wir zwar einerseits eine hohe Zählrate, andererseits ist aber die Halbwertsbreite sehr groß (33789 μ rad). Auch der Untergrund ist mit mehr als 12000 Neutronen je Sekunde sehr hoch, sodass wir mit der maximalen Intensität von rund 20500 Neutronen je Sekunde ein Signal-zu-Untergrund-Verhältnis von 1,7

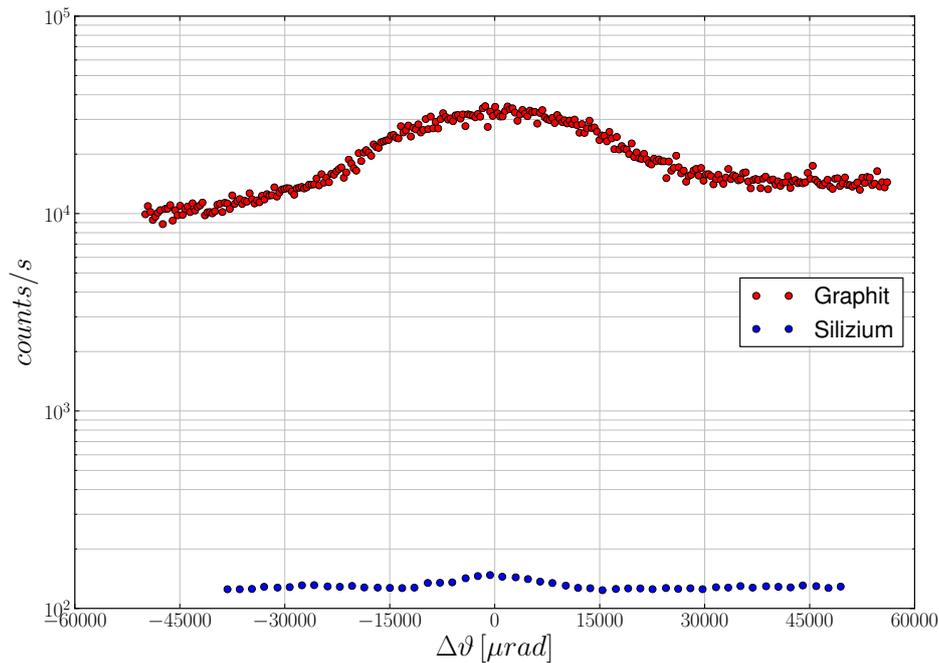


Abbildung 6.1.: Neutronenzählraten nach dem Monochromator in Abhängigkeit vom Drehwinkel für das polykristalline Graphit und den Silizium-Einkristall.

erhalten. Dieses Verhältnis beträgt für eine Bonse-Hart-Kamera mit Silizium-Einkristallen rund 380 (Villa (2001)). Die maximale Zählrate ist um rund 3° von der 45° -Einstellung entfernt.

Der Graphitkristall wird nun durch den Silizium-Einkristall ersetzt. Zu bedenken ist, dass Silizium bei einem anderen Winkel die maximale Intensität hat als Graphit. Der Kristall wird auf 45° eingestellt und erneut wird der Kristall gedreht und die zugehörigen Neutronenzählraten aufgezeichnet. Eine typische Aufnahme davon gibt Abbildung 6.1. Wie zu erwarten ist, ist die maximale Peakintensität geringer (19,7 counts/s) und auch die Halbwertsbreite ist mit 1215 μrad sehr groß. Der Untergrund beträgt rund 128 counts/s. Daraus ergibt sich ein Signal-zu-Untergrund-Verhältnis von 0,15. Allerdings ist der Drehwinkel, an dem die maximale Intensität detektiert wird rund 2° von der Bragg-Stellung von 45° entfernt, womit wir eine andere Netzebene den Neutronen zur Verfügung stellten und auch Einfachreflexion erhielten.

Für die Justierung ist dieses Verfahren daher nicht zielführend. In einem zweiten Versuch werden beide Kristalle gleichzeitig aufgebaut.

6.1.2. Der zweite Versuch

Für die Montage der Aktoren wurden neue Befestigungen für die optische Bank von der institutseigenen Werkstatt gefertigt. Beide Kristalle werden auf der optischen Achse aufgebaut und in 45° Stellung gebracht. Der Neutronendetektor wird aus der Paraffinabschirmung genommen und ein Laser wird hinter der Paraffinabschirmung aufgebaut. Die beiden Kristalle werden nun so positioniert, dass der Laserstrahl den Kollimator erreicht. Gleichzeitig wird auch die Paraffinabschirmung so eingestellt, dass der Laserstrahl mittig hindurchläuft. Nachdem man den Neutronendetektor wieder in die Paraffinabschirmung eingebracht hat, versucht man durch Drehen des Analysatorkristalls eine Erhöhung der Neutronenzählrate zu erreichen.

Das zweite im Rahmen einer Projektarbeit erstellte LabView-Programm hat eine Autopilot-Funktion vorgesehen, die auch zur Justierung der Anlage gedacht ist. Wenn man bedenkt, dass das Analysatorsystem über vier Freiheitsgrade (horizontale und vertikale Bewegung, Drehung und Kippung) verfügt, erweist es sich als nützlich, den Lautsprecher des Ratemeters bei der Suche der Bragg-Stellung einzuschalten.

Die Aufzeichnung der Neutronenintensität in Abhängigkeit der Drehung des Analysatorkristalls, ohne dass eine Probe in den Strahlengang eingebracht wird, nennt man *Leerkurve*. Die erste Leerkurve (Abbildung 6.2) entspricht mit einer gefitteten maximalen Zählrate von 3,6 cts/s und einer Halbwertsbreite von 17,44 μ rad noch nicht den erwarteten theoretischen Vorstellungen (Halbwertsbreite 2,897 μ rad). Die theoretische Halbwertsbreite gilt für den Fall, dass die beiden Kristalle nicht zueinander verkippt sind.

6.2. Feinjustierung

Sind die Netzebenen des Monochromator- und des Analysatorkristalls perfekt parallel zueinander ausgerichtet, ist die geringste Halbwertsbreite und zugleich die größte Intensität zu erwarten. Je größer die Verkippung der Kristalle zueinander ist, umso größer wird die Halbwertsbreite der Rockingkurve und umso geringer wird gleichzeitig die Maximalintensität. Einen Überblick über diese Verhältnisse gibt Abbildung 6.3, wobei die Kurven jeweils so verschoben wurden, dass die maximale Intensität bei einem $\Delta\vartheta = 0$ auftritt. Um die Reproduzierbarkeit zu überprüfen, haben wir die Kippmessungen erneut durchgeführt (siehe Kapitel 7.5). Diese Messkurven können mit einer Gauß-Funktion (Gleichung (6.1)) gefittet werden. Die Kenndaten der Fitkurven (Maximum, Halbwertsbreite und Untergrund) der beiden Durchläufe gibt Tabelle 7.1 wieder.

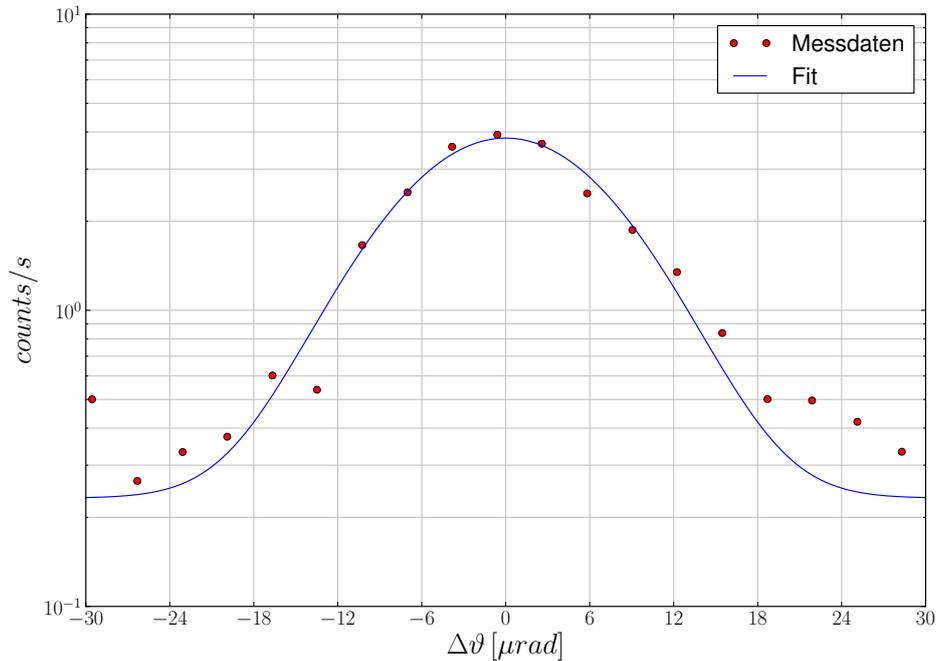


Abbildung 6.2.: Die erste Leercurve. Die Neutronenzählrate ist in Abhängigkeit des Analysatordrehwinkels dargestellt. Die Halbwertsbreite ist mit 17,44 μrad noch deutlich höher als die theoretische (2,897 μrad). Die maximale Intensität ist dementsprechend gering (3,6 Neutronen/s).

6.3. Kenndaten der neu justierten USANS

Die gemessenen Daten können mit einer Gaußfunktion der Art

$$y = y_0 + a \cdot \exp \left\{ - \left(\frac{x - x_0}{w} \right)^2 \right\} \quad (6.1)$$

gefittet werden, wobei mit y_0 der Untergrund, mit x_0 der Ort der maximalen Intensität und mit $2 \cdot \sqrt{\ln(2)} \cdot w$ die Halbwertsbreite des Fits gegeben sind. Eine typische Leercurve ist in Abbildung 6.4 gegeben, wobei die Umrechnung der gemessenen RON-Positionen auf μrad laut dem Ergebnis der Gittervermessungen (siehe Gleichung (7.6)) erfolgt. Die Leercurve ist in Abbildung 6.4 sowohl in linearer als auch in semi-logarithmischer Darstellung abgebildet. In der semi-logarithmischen Darstellung 6.4(b) ist in den Flanken der Rockingkurve eine Abweichung vom Gauß-Fit zu erkennen. Die Fitfunktion sollte daher aus einer Mischung von Dreieckfunktion und Gauß-Funktion gewählt werden.

Da die vorhandene Neutronenanzahl schwankt, wird auch ein Referenz-Neutronensignal (Monitorsignal) aufgezeichnet. Die nach dem Analysator detektierten Neutronen werden

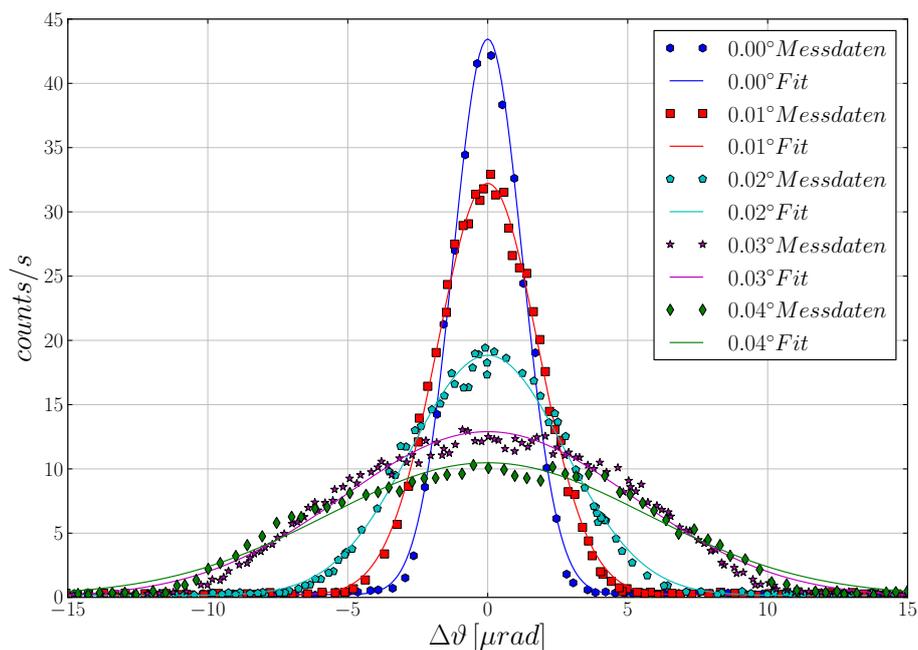


Abbildung 6.3.: Veränderung der Halbwertsbreiten und der Intensitäten in Abhängigkeit von der Verkippung des Analysatorkristalls.

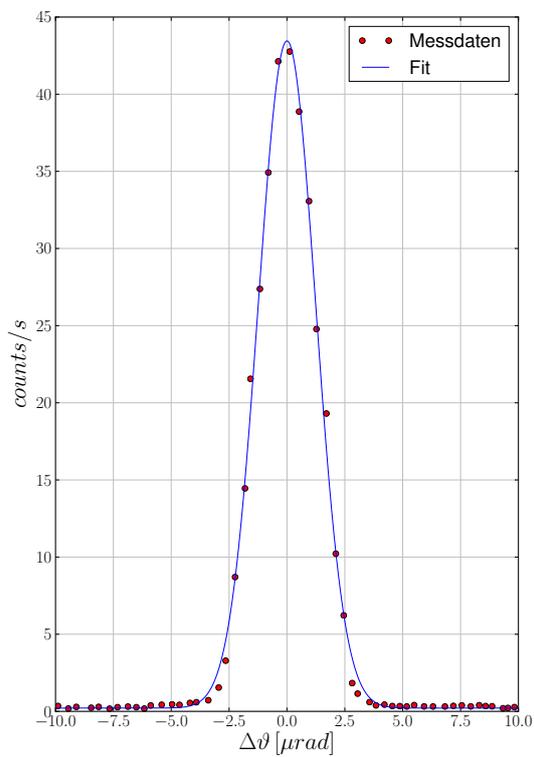
auf das Monitorsignal normiert, wobei sich folgender Zusammenhang ergibt:

$$Neutronenzahl_{normiert} = Neutronenzahl \cdot \frac{Monitor_{signal_{Mittelwert}}}{Monitor_{signal}} \quad (6.2)$$

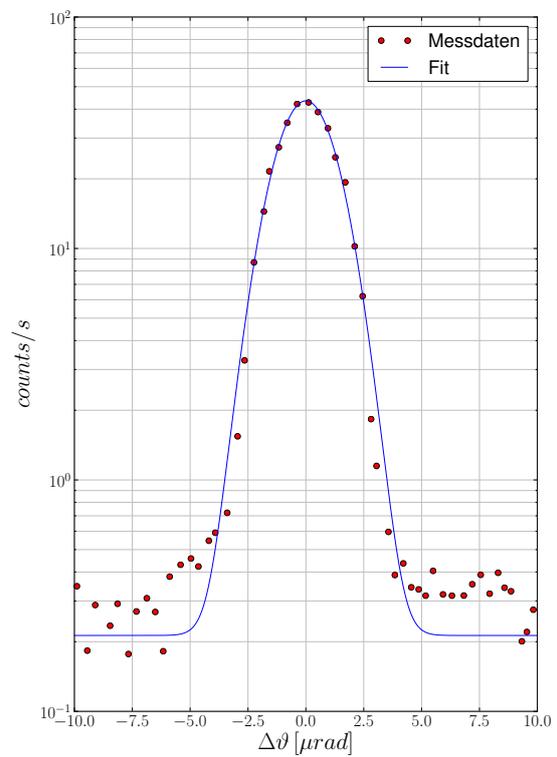
Die Fitfunktion ergibt sich mit einer Maximalintensität von 43,24(27) Neutronen/s bei einem Untergrund von 0,21(07) Neutronen/s. Die Halbwertsbreite beträgt 2,91(02) μrad . In Tabelle 6.1 sind die Kenndaten der neu justierten USANS-Anlage unter Berücksichtigung des Neutronenquerschnittes von 26 mm x 26 mm angegeben.

Tabelle 6.1.: Kenndaten der neu justierten USANS am ATI Wien

Halbwertsbreite	2,91(2)	μrad
maximale Intensität	6,40(4)	Neutronen/(cm^2s)
Untergrund	0,031(10)	Neutronen/(cm^2s)



(a) lineare Darstellung



(b) semilogarithmische Darstellung

Abbildung 6.4.: Leerkurve der neu justierten USANS-Anlage, die die detektierte Neutronenzahl je Sekunde als Funktion des Analysatordrehwinkels darstellt.

Kapitel 7.

Winkelfeinjustierung und Winkelfeinmessung

Da die theoretische Halbwertsbreite bei der von uns verwendeten Reflexionsebene (331) bei 2,897 μ rad liegt, ist eine genaue Kleinwinkelsteuerung und -messung das Kernstück dieser Anlage. In diesem Kapitel beschäftigen wir uns zuerst mit dem funktionellen Zusammenhang zwischen angesteuertem und gemessenem Winkel des Analysatorkristalls. Ein weiterer interessanter Punkt ist die Überprüfung der Stabilität und der Linearität. Gittervermessungen werden als Möglichkeit dargestellt, das Winkelmessgerät zu kalibrieren. Zuletzt werden wir auch noch Informationen zur Reproduzierbarkeit der Messergebnisse erhalten.

7.1. Zusammenhang zwischen Winkelmessung und Winkelansteuerung

Die gewünschten Winkel werden über den Piezoaktor angesteuert, wobei eine eingestellte Spannung einer Verschiebung um einen entsprechenden μ m Wert entspricht. Der Drehtisch verfügt über einen Tangentialantrieb. Daher kann die Verschiebung des Piezoaktors (der Verstellweg x in mm)- wie aus Abbildung 7.1 ersichtlich - folgendermaßen in einen Winkel α umgerechnet werden:

$$\alpha \approx \arctan \frac{x}{r_0}, \quad (7.1)$$

r_0 gibt dabei den Abstand zwischen dem Rotationsmittelpunkt und dem Piezokontaktpunkt an und beträgt 66 mm.

Der Encoder RON 905 ist ein inkrementales Winkelmessgerät. RON hat 36000 Signalperi-

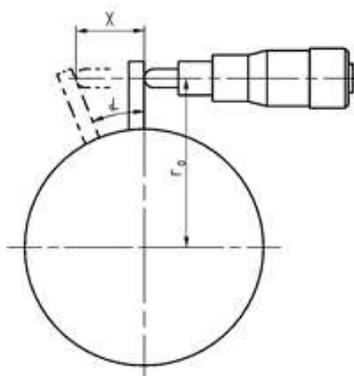


Abbildung 7.1.: Zur Umrechnung des linearen Verstellweges in einen Winkel (aus Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG (2004))

oden je Umdrehung und verfügt über eine Referenzmarke. Das Messsignal ist ein sinusförmiges Stromsignal ($\sim 11\mu A_{SS}$), das der Zählerkarte IK 220 übergeben wird. Als Ausgabe erhält man RON - Positionen, wobei 100 Positionen 1° entsprechen.

Es ist ersichtlich, dass der am Encoder ausgelesene Winkel eine lineare Funktion des über den Piezo eingestellten Winkels ist:

$$RON = f(\text{Piezo}). \quad (7.2)$$

Da für den vorliegenden Messaufbau einzig Relativwinkel ausschlaggebend sind, ist eine konstante Steigung wesentlich. Laut den Angaben der Datenblätter ergibt sich für den Zusammenhang zwischen eingestelltem Piezo-Wert und ausgelesenem RON-Wert:

$$100 \text{ Positionen (RON)} = 1^\circ = 66 \cdot 10^{-3} \cdot \tan(1^\circ)[m] (\text{Piezo})$$

beziehungsweise nach Umformung

$$x [\mu m] (\text{Piezo}) = \arctan \frac{x}{66 \cdot 10^3} \cdot 100 \text{ Positionen (RON)}. \quad (7.3)$$

Betrachtet man eine typische Leerkurve wie in Abbildung 6.4 und bestimmt man die Halbwertsbreite aus einem Gauß-Fit, so ergibt sich im vorliegenden Fall für die Halbwertsbreite aus den Piezodaten $3,47 \mu\text{rad}$ und aus den RON-Daten $2,37 \mu\text{rad}$. Das sind zwei deutlich unterschiedliche Werte für die Halbwertsbreite, daher gilt es einen anderen Zusammenhang zwischen RON- und Piezowerten zu finden als den in Gleichung (7.3). Dafür bieten sich zwei Möglichkeiten an, je nachdem an welcher Information man interessiert ist. Ist man ausschließlich an dem funktionellen Zusammenhang, wie viele RON Positionen einer

1 μm Verschiebung des Piezoaktors entsprechen, so reicht es aus, die RON Positionen als Funktion der Piezoeinstellung aufzuzeichnen und aus dem linearen Fit die Steigung zu berechnen. Wir benötigen allerdings auch Aussagen über zurückgelegte Winkel. Vermisst man Strichgitter, deren Beugungsmaxima vom Winkel abhängig sind, so erhält man bei bekannter Wellenlänge einen Zusammenhang zwischen RON-Positionen und Winkel. Mehr dazu in Abschnitt 7.4.

7.2. Messungen zur Stabilität

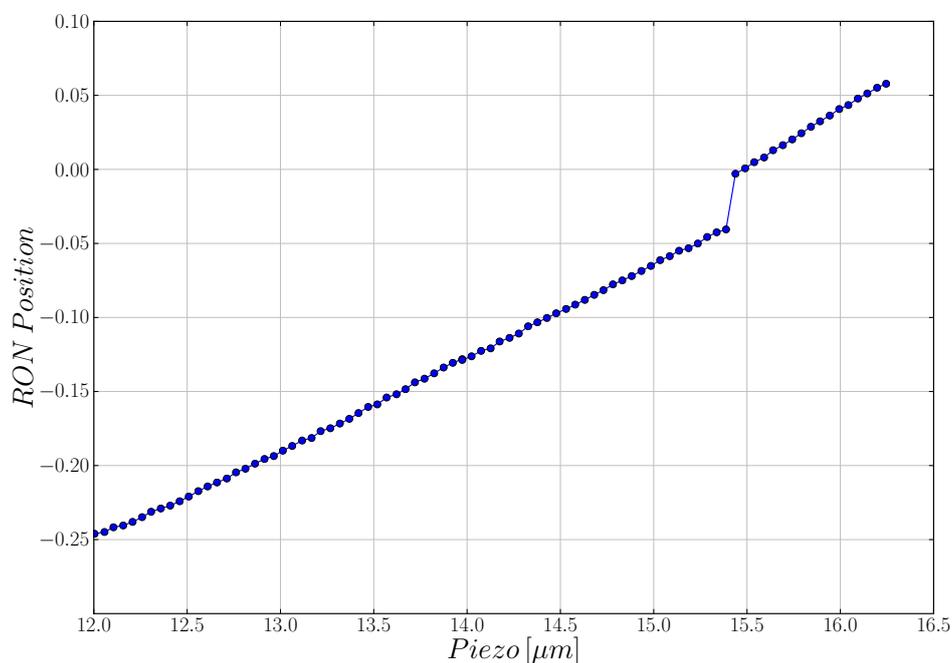


Abbildung 7.2.: Sprung im linearen Zusammenhang zwischen RON und Piezo, wenn der Piezoaktor über 90 Minuten nicht bewegt wird.

7.2.1. Motivation

Wird die Aufnahme einer Messkurve über längere Zeit mit dem Tool „SCRAM-Protection“ (siehe Abschnitt 5.5) pausiert, so ist wie in Abbildung 7.2 ein deutlicher Sprung in dem linearen Zusammenhang zwischen RON und Piezo zu erkennen. Die Messung wurde rund 90 Minuten pausiert. Obwohl der Piezoaktor auf einer fixen Position blieb, zeichnete der Encoder RON eine Drehung um rund $3 \mu\text{rad}$ auf. Da diese Drehung etwas mehr als eine Halbwertsbreite der Leerkurve ist und die Aufzeichnung der Messkurve typischerweise drei

oder mehr Stunden dauert, ist es wesentlich die Gründe für diese Drift zu finden und das Verhalten der Anlage zu verbessern. Folgende Fragestellungen sind zu klären:

- Ist diese Drift real?
- Welche Einflüsse wirken sich auf die Anlage aus?
- Ist der Zusammenhang zwischen RON und Piezo linear?
- Welche Möglichkeiten gibt es, die Anlage zu stabilisieren?

7.2.2. Einfluss äußerer mechanischer Faktoren auf die Messergebnisse

Um zu überprüfen, ob die vorhandene Schwingungsdämpfung oder die vorhandene Zugentlastung der Kabeln nicht ausreichend ist und somit die Stabilität des funktionellen Zusammenhangs zwischen RON und Piezo beeinflussen, haben wir folgende Messungen durchgeführt:

- Ziehen am Encoderkabel zur Überprüfung des Einflusses der Zugentlastung
- Gehen neben der optischen Bank zur Überprüfung der Schwingungsdämpfung.

Die Ergebnisse sind in den Abbildungen 7.3(a) und 7.3(b) dargestellt. Das Gehen neben der Anlage bewirkt einen wesentlich geringeren Beitrag zur normalen Drift (<0.01 RON-Positionen) als das Rütteln am Kabel (rund $0,12$ RON-Positionen).

Die Kabeln des Encoders und des Piezoaktors werden daher noch zusätzlich zugentlastet. Um die Verbesserung durch diese zusätzliche Zugentlastung darzustellen, sind in den folgenden Abschnitten jeweils Aufnahmen vor und nach der zusätzlichen Zugentlastung abgebildet.

7.2.3. Langzeitstabilität des Encodersignals

Bei fixer Einstellung des Piezoaktors wird der Messwert des Encoders über längere Zeit ausgelesen. Es ist zu erwarten, dass auch der Encoderwert stabil bleibt. Da sich allerdings das Gegenteil herausstellt (siehe Abbildung 7.4(a)), müssen Erklärungsmodelle gefunden werden.

Der Encoder RON ist über eine Kupplung an den Analysatorkristallaufbau angebunden. Der Encoder lässt sich sehr schwer bewegen. Eine mögliche Erklärung ist daher, dass sich mit der Zeit die Anlage entspannt. Um diese Annahme zu überprüfen, haben wir den Piezoaktor abgeschaltet und erneut Langzeitabfragen der Encoderwerte durchgeführt.

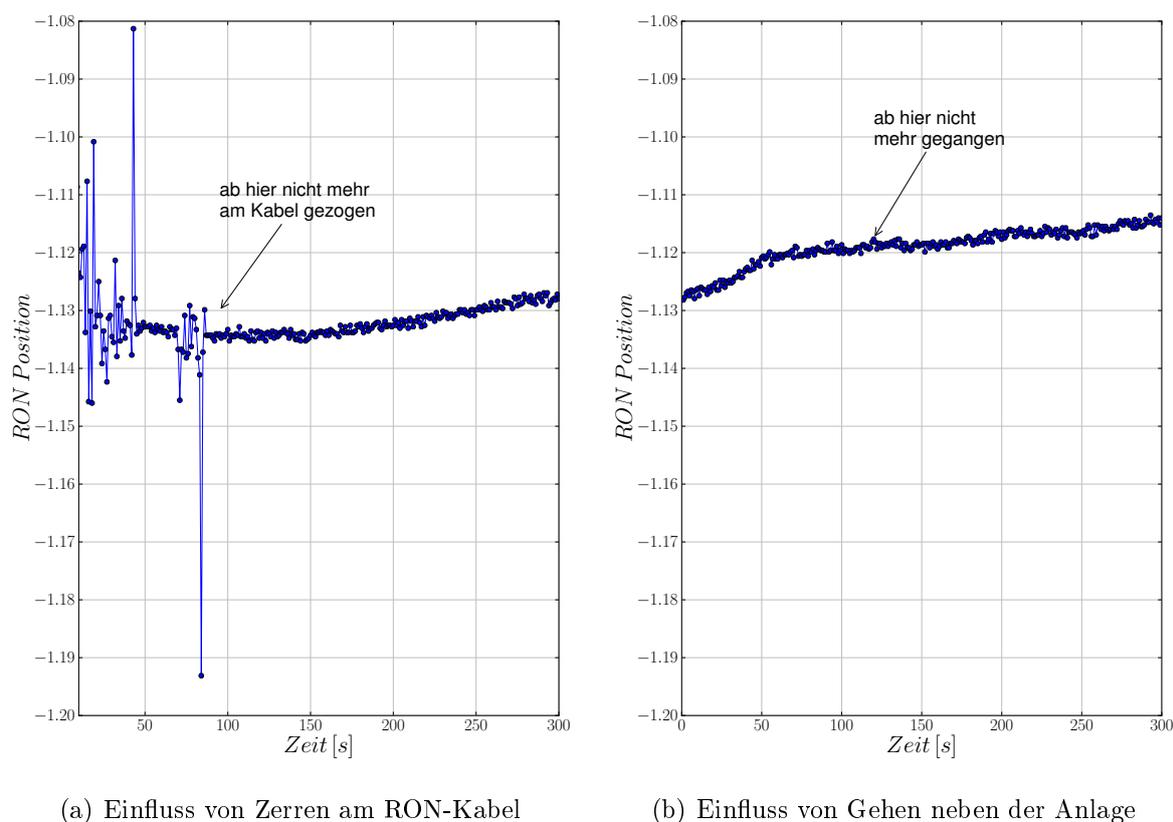


Abbildung 7.3.: Einfluss äußerer Einflüsse auf die Stabilität des RON-Signals

Auch in diesem Fall ist deutlich eine Drift zu erkennen (Abbildung 7.5(a)).

Vergleich der ersten Ergebnisse vor und nach der Zugentlastung

Bei fix eingestellter Piezoposition hat sich die Drift in der RON-Position durch die zusätzliche Zugentlastung von maximal 0,10 Positionen (Abbildung 7.4(a)) auf maximal 0,05 Positionen (Abbildung 7.4(b)) verbessert. Bei ausgeschaltetem Piezoaktor gibt es eine Verbesserung von 0,27 Positionen (vor Zugentlastung Abbildung 7.5(a)) auf 0,18 Positionen (nach Zugentlastung Abbildung 7.5(b)).

7.2.4. Überprüfung, ob die Drift real ist

Der Analysatorkristall wird so positioniert, dass eine maximale Neutronenzahl detektiert wird. In dieser Position wird jede Minute sowohl die Neutronenzahl als auch der RON-Wert abgefragt. Wenn die Drift real ist, so sollte die Neutronenzahl mit der Zeit abnehmen. In Abbildung 7.6 ist das Ergebnis dieser Messungen vor und nach der zusätzlichen Zugentlastung dargestellt. Die Neutronenzahl ist in dieser Abbildung zum besseren Vergleich

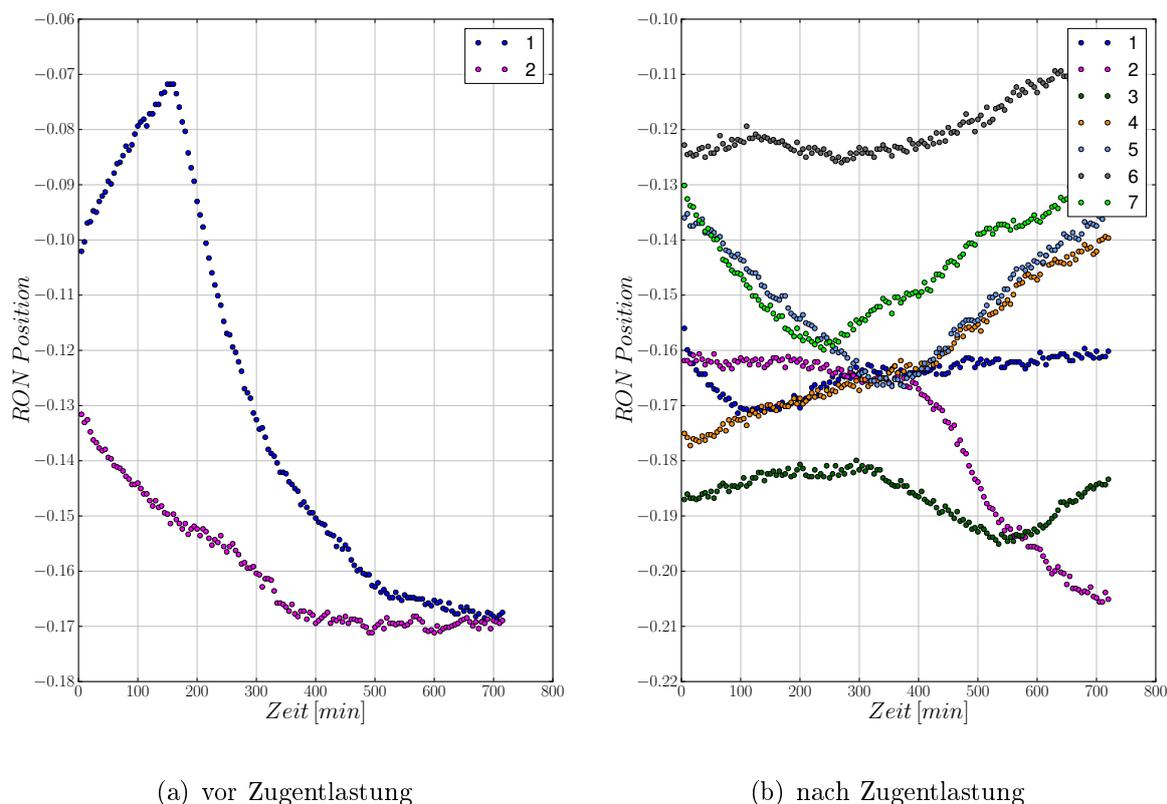


Abbildung 7.4.: Langzeitstabilität des Encodersignals bei fixer Einstellung des Piezoaktors

prozentual dargestellt. Vor der Zugentlastung driftet die Anlage in 200 Minuten um rund $6 \mu\text{rad}$. Dieser Wert verbesserte sich auf rund $1,4 \mu\text{rad}$. An der Neutronenzahl sieht man auch deutlich, dass diese Drift real ist.

7.3. Messungen zur Überprüfung der Linearität

7.3.1. Einfluss der Piezo-Schrittweite auf die Linearität

Laut Datenblatt verfügt der Encoder über eine Systemgenauigkeit von $\pm 0,4''$ ($\hat{=} \pm 1,9 \mu\text{rad}$), wobei der empfohlene Messschritt bei $0,00001^\circ$ ($\hat{=} 0,17 \mu\text{rad}$) liegt. Um zu überprüfen, inwieweit der Messschritt den funktionellen Zusammenhang beeinflusst, haben wir zahlreiche Messungen mit folgenden Piezo-Schrittweiten vorgenommen:

- $0,3 \mu\text{m}$ ($\hat{=} 4,5 \mu\text{rad}$)
- $0,1 \mu\text{m}$ ($\hat{=} 1,5 \mu\text{rad}$)
- $0,03 \mu\text{m}$ ($\hat{=} 0,45 \mu\text{rad}$)

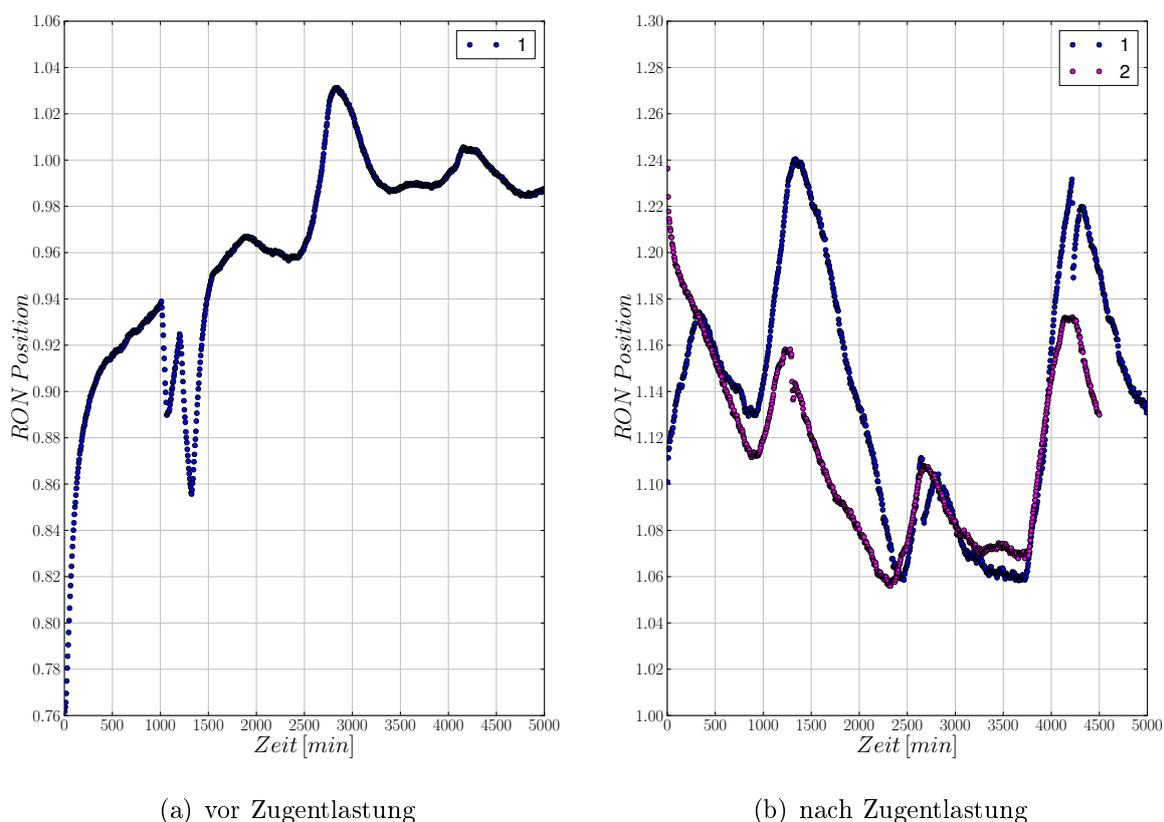


Abbildung 7.5.: Langzeitstabilität des Encodersignals bei ausgeschaltetem Piezoaktor

- $0,01 \mu\text{m}$ ($\hat{=} 0,15 \mu\text{rad}$)
- $0,001 \mu\text{m}$ ($\hat{=} 0,015 \mu\text{rad}$).

Ergebnisse vor der zusätzlichen Zugentlastung

In Abbildung 7.7 ist gut zu erkennen, dass bis zu einer Piezo-Schrittweite von $0,01 \mu\text{m}$ ($\hat{=} 0,15 \mu\text{rad}$) weitgehend ein linearer Zusammenhang zwischen dem eingestellten Piezowert und dem abgelesenen Encoderwert besteht. Allerdings sieht man, dass sowohl die Steigungen als auch die Achsenabschnitte größeren Schwankungen unterliegen. Bei einem Messschritt von $0,001 \mu\text{m}$ ($\hat{=} 0,015 \mu\text{rad}$), einem Wert der rund ein Zehntel des kleinsten empfohlenen Messschrittes entspricht, ist kein linearer Zusammenhang mehr gegeben.

Verbesserung durch die zusätzliche Zugentlastung

Betrachtet man in Abbildung 7.7 die rechte Spalte, so ist deutlich zu erkennen, dass bis zu einer Piezo-Schrittweite von $0,01 \mu\text{m}$ die Achsenabschnitte der linearen Fits deutlich geringer geworden sind. Für einen Messschritt von $0,001 \mu\text{m}$ besteht weiterhin kein linearer

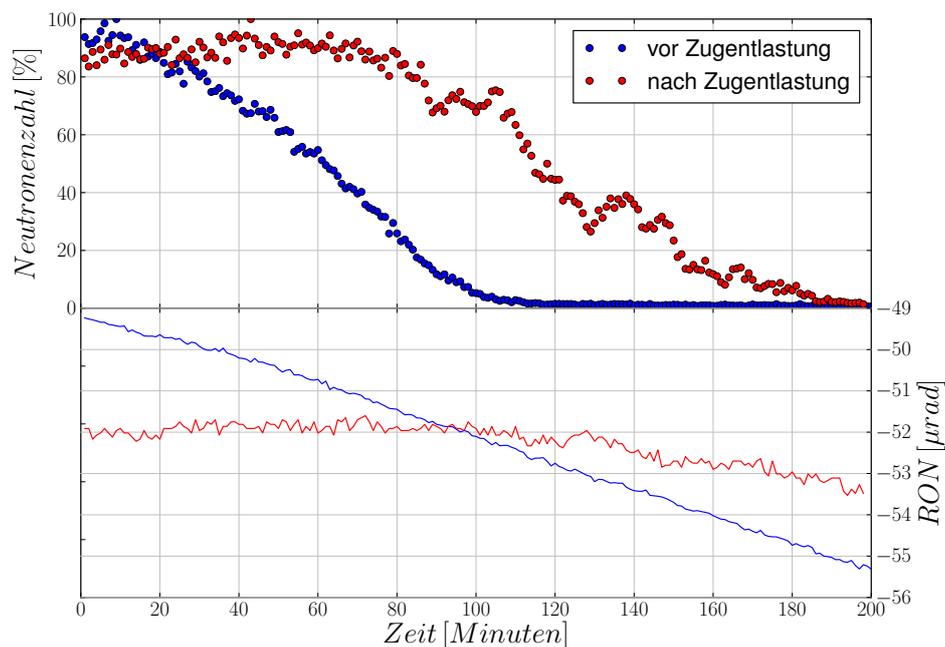


Abbildung 7.6.: Bei fixer Position wird die Neutronenintensität aufgezeichnet. Da die Anlage driftet, verringert sich mit der Zeit die Neutronenintensität. Diese Drift wird auch vom Encoder RON registriert.

Zusammenhang zwischen Ron und Piezo.

Umrechnung Piezoverschiebung in RON-Schritte entsprechend der experimentellen Daten

Geht man davon aus, dass der Piezo die richtige μm Einstellung ansteuert, so kann erhält man aus den linearen Fits eine Umrechnung der angezeigten RON counts in einen Winkel:

$$\Delta RON [\text{counts}] = k \cdot \Delta \text{Piezo} [\mu\text{m}] \quad \text{mit Gleichung (7.1) folgt}$$

$$\Delta RON [\text{rad}] = \Delta RON [\text{counts}] \cdot \frac{\arctan(1\mu\text{m}/66\text{mm})}{k},$$

wobei k die Steigung der linearen Fits angibt. Für die Steigung k erhalten wir aus 85 Messungen einen Wert von 0,0689(31). Für die Angaben laut Datenblatt ergibt sich für die Steigung laut Gleichung (7.3) ein Wert von 0,0868 - der gemessene Wert ist um rund 21 Prozent geringer als der Wert laut Datenblatt.

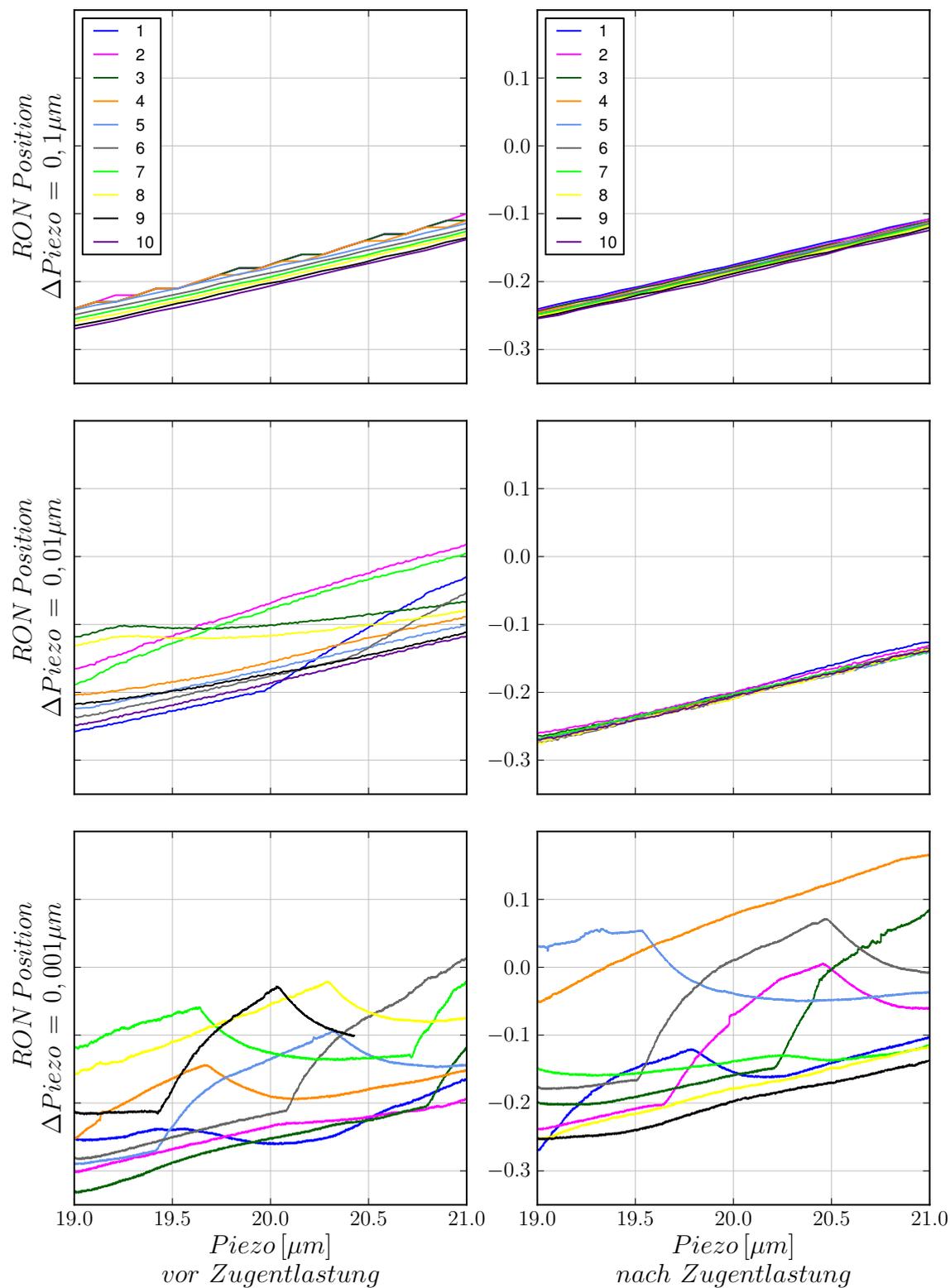


Abbildung 7.7.: Einfluss der Größe der Piezo-Schrittweite auf die Linearität des gemessenen RON-Signals. Es sind exemplarisch Daten für Schrittweiten von $0,1\mu\text{m}$ (oberste Zeile), $0,01\mu\text{m}$ (mittlere Zeile), $0,001\mu\text{m}$ (unterste Zeile) vor (linke Spalte) und nach (rechte Spalte) der zusätzlichen Zugentlastung dargestellt.

Allgemeine Bemerkungen

Im ersten Graph der Abbildung 7.7 ist ersichtlich, dass der Achsenabschnitt nach jedem Durchlauf geringer wird. Der Wert der Änderung des Achsenabschnittes ist durch die zusätzliche Zugentlastung geringer geworden. Allerdings ändert sich dadurch auch die Piezo-Einstellung, bei der die maximale Neutronenintensität gemessen wird. Da der Piezoaktor nur in einem Bereich von $-4 \mu\text{m}$ bis $+50 \mu\text{m}$ dauerhaft betrieben werden soll, ist die Anlage nach längerem Betrieb nachjustieren. Eine Anleitung dafür ist im Anhang A zu finden.

Es ist noch wichtig anzumerken, dass allerdings die Steigung nicht stets positiv ist, sondern auch negative Werte annehmen kann, wobei die Steigung vom Betrag her gleich bleibt. Diese Änderungen können durch äußere Einflüsse wie Schwertransport in der Reaktorhalle und Stromausfall geschehen, wobei ein Stromausfall nicht notwendigerweise zur Vorzeichenumkehr der Steigung führen muss.

7.4. Kalibrierung des Winkelmessgerätes mittels Gittermessungen

In den Probenhalter zwischen Monochromator und Analysator wird ein Siliziumstrichgitter eingebracht. Passieren die Neutronen das Strichgitter, so werden sie an den periodisch angeordneten Spalten des Gitters gebeugt. Nach dem Gitter erhalten wir eine Überlagerung der Beugungserscheinungen der einzelnen Spalte. Dreht man den Analysatorkristall, so beobachtet man abwechselnd maximale und minimale Neutronenintensitäten. Eine schematische Darstellung der Beugung am Gitter ist in Abbildung 7.8 zu sehen. Der Abstand zwischen zwei Maxima x (in rad) kann dabei mit der verwendeten Wellenlänge λ und der Gitterkonstante des Strichgitters (Periode) in Zusammenhang gebracht werden

$$\lambda = \sin(x) \cdot \text{Periode} \cong x \cdot \text{Periode}, \quad (7.4)$$

wobei in der Näherung für kleine Winkel $\sin(x) \cong x$ gilt. Das bedeutet, ist uns die Neutronen-Wellenlänge und die Periode des Strichgitters bekannt, können wir berechnen, in welchem Abstand die Interferenzmaxima auftreten sollen. Vermessen wir das Gitter, erhalten wir als Aufzeichnung RON-Positionen. Daher können wir einen Zusammenhang zwischen RON-Positionen und Winkel angeben.

Die Wellenlänge der Neutronen, die den Analysator passieren, wurde mittels Flugzeitmethode im Rahmen einer Projektarbeit (Stöber (2011)) mit $1,770(1) \text{ \AA}$ bestimmt. Das Messprinzip der Flugzeitmethode beruht auf der Neutronengeschwindigkeitsbestimmung

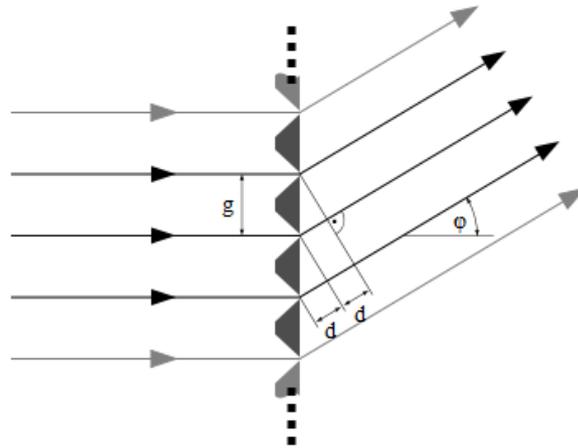


Abbildung 7.8.: Schematische Darstellung der Beugung am Gitter mit Periode g . ϕ ist der Winkelunterschied zwischen zwei Maxima, der Gangunterschied zweier Wellen ist mit d bezeichnet (aus Wikipedia).

mittels Vermessen der Flugstrecke und der Flugzeit. Um ein „Startsignal“ festlegen zu können, wird das ankommende Neutronenpaket durch einen Chopper „zerhackt“. Ein Chopper ist ein Strahlunterbrecher, der aus neutronendurchlässigen Schichten (Aluminum) und neutronenundurchlässigen Schichten (Cadmium) besteht. Kennt man die Geschwindigkeit der Neutronen nach dem Analysator, so ist durch Gleichung (2.2) auch die Wellenlänge der gemessenen Neutronen bestimmt. Die verwendeten Gitter wurden von Martin Trinker mittels Reactive Ion Etching (Trinker (2006)) hergestellt. Verwendet wird ein Siliziumstrichgitter G8S12T80 mit einer Periode von 20 μm , wobei G die Grabenbreite, S die Stegbreite und T die Tiefe jeweils in μm angibt (siehe auch Abbildung 7.9). Setzt man die Daten für die Wellenlänge und die Periode ein, so ergibt sich für den Drehwinkel zwischen zwei Maxima 8,85 μrad bzw. $5,07 \cdot 10^{-4}^\circ$. Die Messdaten der Gitter können mit einer Gaußfunktion der Art

$$y = y_0 + \sum_{i=1}^n A_i \cdot \exp\left(-\left(\frac{x - x_i}{w_i}\right)^2\right) \quad (7.5)$$

gefittet werden, wobei y_0 den Untergrund, A_i die maximale Intensität, x_i den Winkel des Intensitätsmaximums kennzeichnen und mit $2 \cdot \sqrt{(\ln(2))} \cdot w_i$ die zugehörige Halbwertsbreite gegeben ist. Die Summe läuft dabei über die Anzahl an beobachteten Maxima. In Abbildung 7.12 ist eine typische Gittermessung mit zugehörigem Gaußfit dargestellt. Die x-Werte sind dabei so verschoben, dass die nullte Ordnung bei RON-Position=0 ihr Maximum hat. Die erste Ordnung auf der rechten Seite hat eine höhere Intensität als alle anderen Ordnungen. Dies ist ein Hinweis darauf, dass das Gitter verkippt ist, also nicht normal zum Neutronenstrahl steht.

Für die Bestimmung des Zusammenhangs zwischen vom Encoder gemessenen Positio-

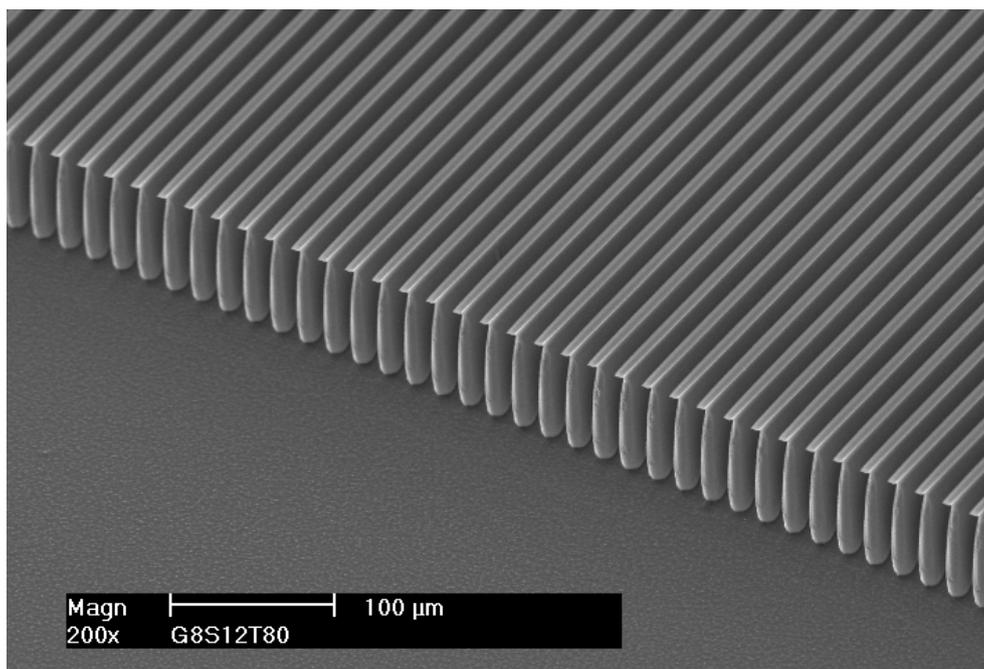


Abbildung 7.9.: Scanning Electron Microscopy Aufnahme des Gitters G8S12T80: Periodisches Gitter. Periode 20 μm , Graben 8 μm , Stege 12 μm , Tiefe 80 μm (aus Trinker (2006)).

nen und Winkel sind ausschließlich die Abstände zweier aufeinanderfolgender Maxima ($x_i - x_{i-1}$) interessant.

Vor der Zugentlastung ergab sich für die Abstände zwischen zwei Maxima aus 14 Gittermessungen ein Wert von $4,04(22) \cdot 10^{-2}$ RON-Positionen - wobei die Standardabweichung einem Fehler von mehr als fünf Prozent entspricht.

Diese Ergebnisse haben sich nach der Zugentlastung deutlich verbessert. Anzumerken ist allerdings, dass die Stellen der zweiten Beugungsordnungen größere Standardabweichungen aufweisen. In Anhang C sind die gefitteten Daten aus sieben Gittervermessungen gelistet.

Berücksichtigt man alle Maxima so ergibt sich für den Abstand der Maxima nach der zusätzlichen Zugentlastung $4,13(10) \cdot 10^{-2}$ RON-Positionen. Verwendet man ausschließlich den Abstand zwischen 0. und 1. Ordnung erhält man $4,13(7) \cdot 10^{-2}$ RON-Positionen, was einem Fehler von rund 1,6 Prozent entspricht.

Mit Hilfe von

$$4,13(7) \cdot 10^{-2} \text{ RON-Positionen} \hat{=} 8,85 \mu\text{rad}$$

kann folgender Zusammenhang zwischen gemessenen RON-Positionen und Winkel in rad

festgehalten werden:

$$100 \text{ RON-Positionen} \hat{=} 2,1431(342) \cdot 10^{-2} \text{ rad} = 1,23(2)^\circ. \quad (7.6)$$

Das bedeutet allerdings auch eine Abweichung um rund 23 Prozent von den Herstellerangaben (100 RON-Positionen $\hat{=} 1^\circ$), was auf unseren speziellen Aufbau (der RON ist über eine zusätzliche Kupplung an den Analysatoraufbau angeschlossen) rückführbar sein kann.

7.5. Reproduzierbarkeit der Messergebnisse

Reproduzierbarkeit der Winkelmessungen

Abgesehen von der Drift des Peaks (siehe Abbildung 7.6), sind nach der zusätzlichen Zugentlastung die Halbwertsbreiten der Kurven gut reproduzierbar. Im Abschnitt 7.4 haben wir erfahren, dass bei der Bestimmung des Abstandes zwischen den Maxima der nullten und ersten Ordnung ein Fehler bei sieben Gittermessungen ($\hat{=} 14$ Messwerten) von rund 1,6 Prozent besteht. In Abbildung 7.10 ist dieser Zusammenhang auch visualisiert. In dieser Abbildung wird das Maximum der nullten Ordnung auf einen $\Delta\vartheta$ -Wert von 0 gesetzt. Die nullten und die ersten Ordnungen stimmen gut überein. Für die zweiten Ordnungen ergaben sich bereits bei den Fits größere Standardabweichungen.

Reproduzierbarkeit der Kippmessungen

Der Analysatorkristall wird um jeweils $0,01^\circ$ bis zu einem Maximalwert von $0,04^\circ$ verkippt und die zugehörige Leerkurve aufgezeichnet. Um zu überprüfen, inwieweit die Ergebnisse reproduzierbar sind, wird der Kristall wieder in die Ausgangslage gebracht und die Kippmessungen werden erneut durchgeführt. Die Ergebnisse der beiden Messreihen sind in Tabelle 7.1 gelistet. Diese Werte stimmen gut überein, sodass für die Positionierung des Kipptisches gilt, dass sie zu gut wiederholbaren Ergebnissen führt.

Vergleich von Gittermessungen, die am Atominstitut Wien und am Institut Laue-Langevin ausgeführt wurden

Am S18 Instrument des Institut Laue-Langevin (ILL) wurden von Martin Trinker USANS-Vermessungen des Gitters G8S12T80 mit einer Periode von $20 \mu\text{rad}$ und des Gitters G8S20T80 mit einer Periode von $28 \mu\text{rad}$ gemacht (Trinker (2006)). Bei der USANS-

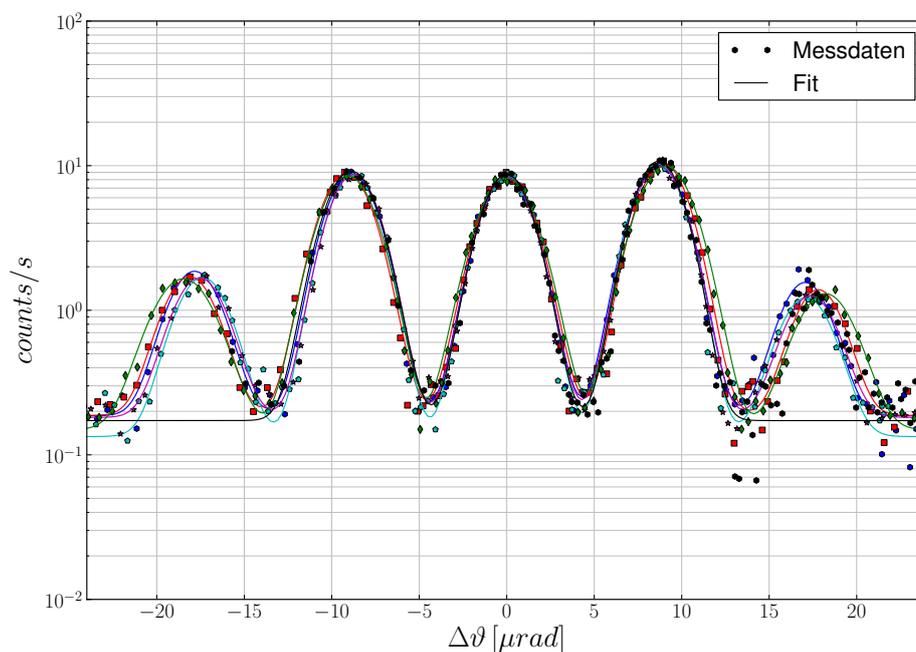


Abbildung 7.10.: Mess- und zugehörige Fitdaten von sieben Gittermessungen des Gitters G8S12T80.

Anlage am ILL wird die (220)-Ebene des Silizium-Einkristalls verwendet, was einer Neutronenwellenlänge von $2,716 \text{ \AA}$ und einer Halbwertsbreite von $9,726 \text{ \mu rad}$ entspricht. In den Abbildungen 7.11 bis 7.15 sind die Gittervermessungen und die zugehörigen Leerkurven eingezeichnet. Für das Gitter G8S12T80 passt die Leerkurve in das Beugungsbild des Maximums bei der USANS-Vermessung sowohl am ILL als auch am Atominstytut Wien hinein (Abbildungen 7.11, 7.12). Das Beugungsmuster der Gitter ist gut aufgelöst. Für das Gitter G8S20T80 hingegen ist für die USANS-Aufnahme am ILL die Leerkurve deutlich breiter als das Beugungsbild des nullten Maximums Abbildung 7.13. Das Beugungsmuster des Gitters ist nicht mehr so gut aufgelöst. Hingegen bei der USANS-Aufnahme am Atominstytut Wien passt die Leerkurve mit ihrer deutlich geringeren Halbwertsbreite noch gut in das Beugungsmuster des Gitters hinein (Abbildung 7.14), sodass die Auflösung deutlich besser ist. Den Effekt, dass das Beugungsbild nicht so gut auflösbar ist, erreicht man auch an der USANS-Anlage Wien, indem man den Kristall verkippt und somit eine größere Halbwertsbreite der Leerkurve erzeugt (Abbildung 7.15).

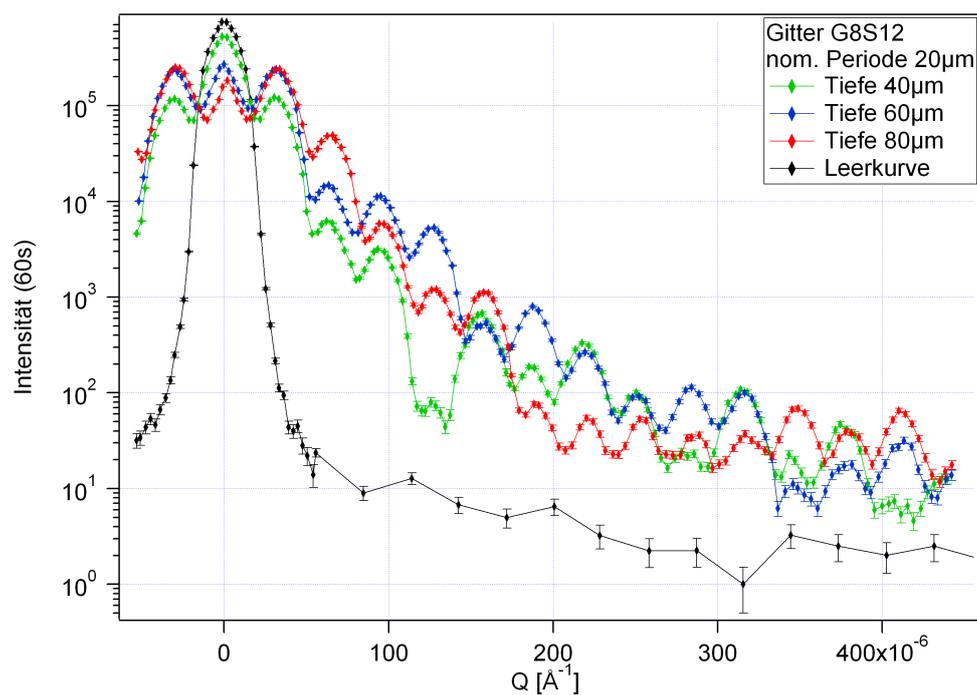


Abbildung 7.11.: G8S12T80: USANS-Vermessung am ILL (aus Trinker (2006))

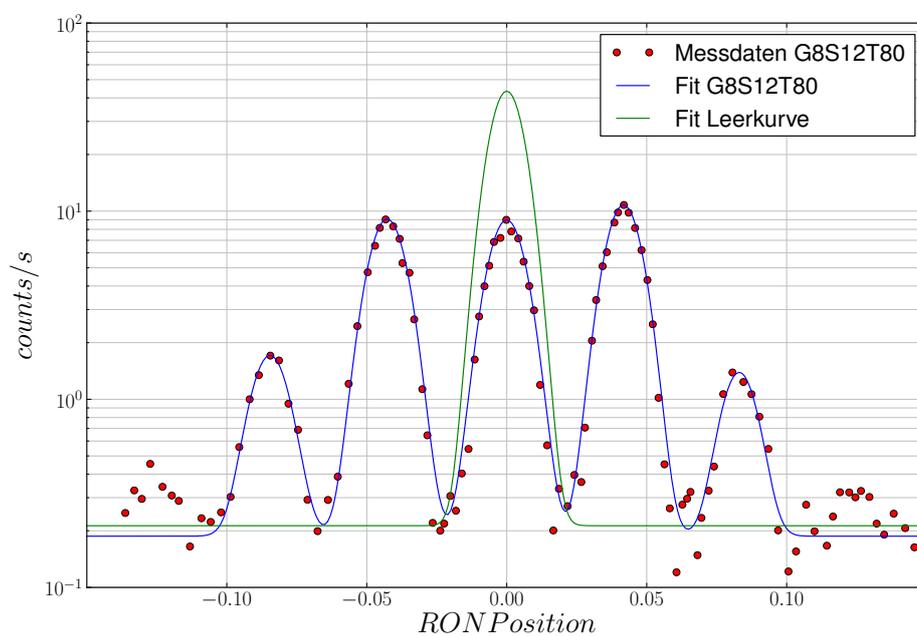


Abbildung 7.12.: Vermessung eines G8S12T80 Gitters am Atominsitut Wien. Eingezeichnet sind die Messdaten (rot) und der zugehörige Gaußfit nach Gleichung (7.5) (blaue Kurve). Die grüne Kurve ist die Fitfunktion der Leerkurve - also der Aufzeichnung ohne Gitter im Strahlengang.

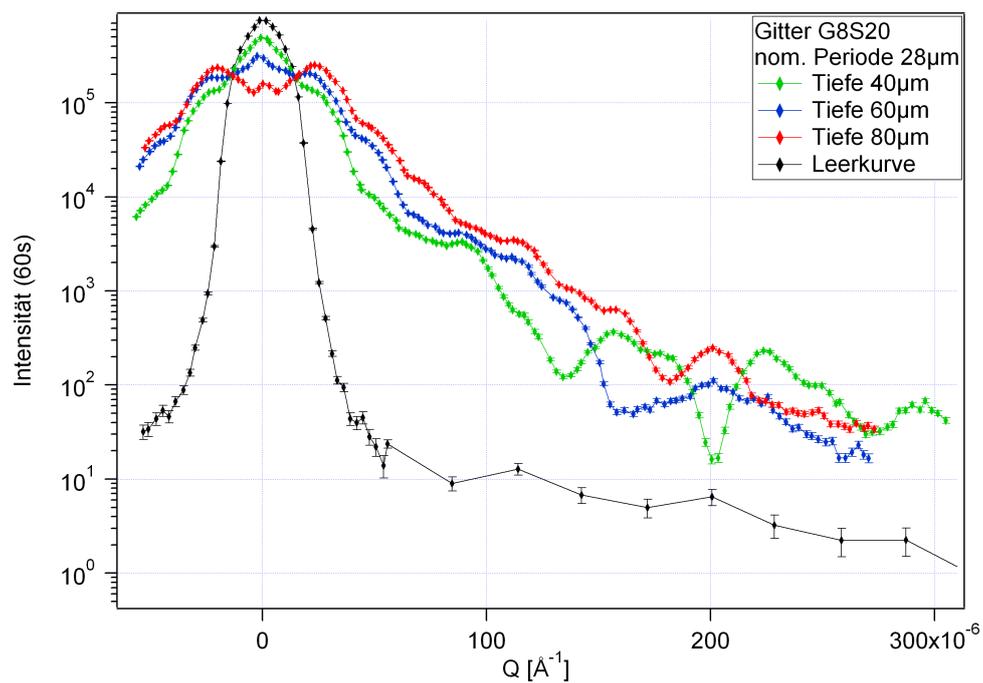


Abbildung 7.13.: G8S20T80: USANS-Vermessung am ILL (aus Trinker (2006))

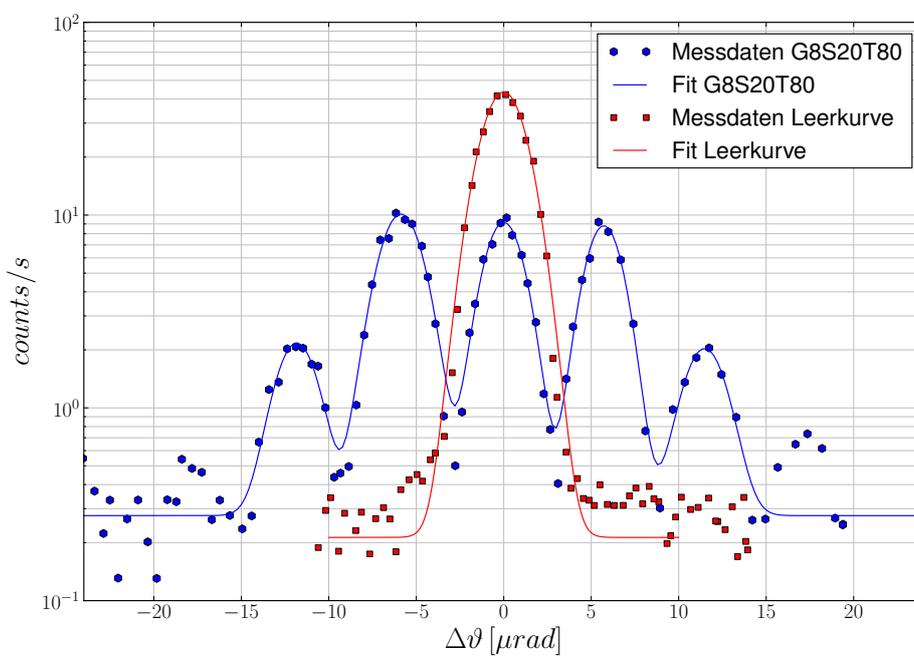


Abbildung 7.14.: G8S20T80: USANS-Vermessung am Atominstiut Wien

Tabelle 7.1.: Vergleich der Kenndaten nach Gaußfit für zwei Durchläufe der Kippmessungen

Winkel [°]	Durchgang 1			Durchgang 2		
	Maximum [cts/s]	Halbwertsbreite [μ rad]	Untergrund [cts/s]	Maximum [cts/s]	Halbwertsbreite [μ rad]	Untergrund [cts/s]
0,01	32,03(16)	4,22(3)	0,19(5)	30,32(9)	4,13(4)	0,15(5)
0,02	18,69(12)	6,48(7)	0,15(4)	18,89(10)	6,94(9)	-0,05(4)
0,03	12,90(13)	12,21(16)	-0,09(8)	12,86(12)	12,70(15)	-0,04(4)
0,04	10,34(17)	13,47(18)	0,14(4)	10,29(19)	13,48(17)	0,14(4)

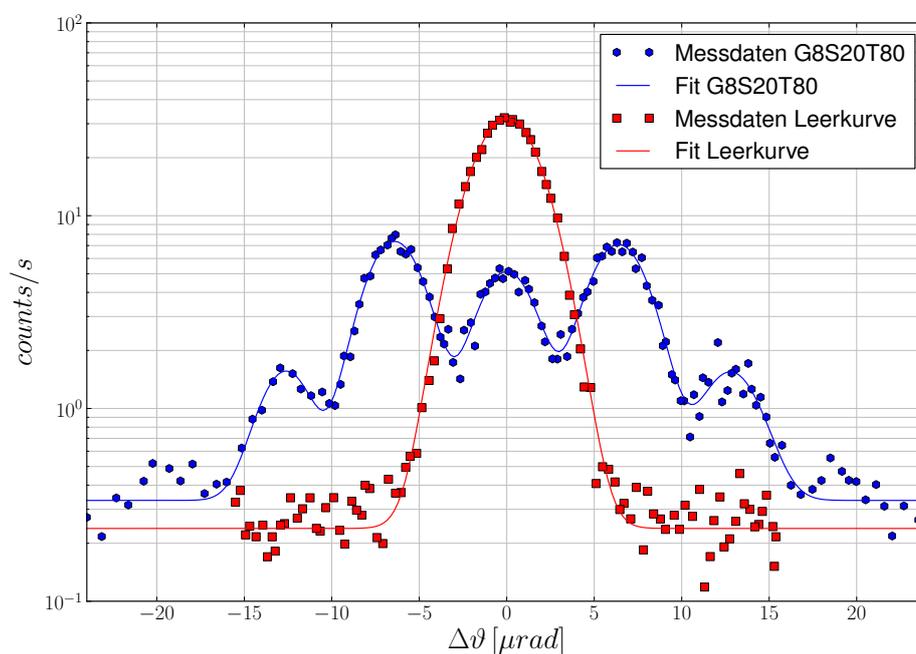


Abbildung 7.15.: G8S20T80: USANS-Vermessung mit verkipptem Analysatorkristall am Atomnstitut Wien

Kapitel 8.

Zusammenfassung und Ausblick

Die Ultra-Kleinwinkel-Neutronenstreu-Anlage (USANS-Anlage) am Atominstiut der Technischen Universität Wien wurde mit neuen Präzisionsgeräten zur Bewegung der Kristalle aufgerüstet. Sowohl der Monochromator- als auch der Analysator-Kristall verfügen nun über vier Freiheitsgrade der Bewegung (horizontale und vertikale Translation, Drehung und Kippung). Neben der Justierung dieser Bonse-Hart-Kamera (siehe Kapitel 6) wurden zahlreiche Messungen zum Zusammenspiel der Feinwinkelansteuerung und der Feinwinkelmessung gemacht (siehe Kapitel 7). Durch eine zusätzliche Zugentlastung konnte eine wesentliche Verbesserung der Linearität des Zusammenhanges zwischen angesteuertem und gemessenem Winkel erreicht werden. Da die gemessenen Winkelwerte von den Herstellerangaben abwichen, wurde das Winkelmessgerät neu kalibriert: Mit Hilfe von Gittermessungen ist ein Zusammenhang zwischen Wellenlänge und Drehwinkel herstellbar (siehe Abschnitt 7.4).

Es wurde gezeigt, dass Messungen der Rockingkurven und auch die Verkippung des Analysator-Kristalls zu reproduzierbaren Ergebnissen der Kurvenformen führt (Abschnitt 7.5), allerdings driftet der Winkel, an dem die maximale Intensität auftritt.

Die USANS-Anlage in Wien ist somit zum Einsatz bereit, für den reibungslosen Einsatz sollten allerdings noch einige Verbesserungen durchgeführt werden.

- Eine *zusätzliche Schwingungsdämpfung* sollte geplant werden (die die Anlage auch im Fall eines Schwertransportes in der Reaktorhalle oder im Falle großer Besuchergruppen stabilisiert).
- Da durch die provisorische Zugentlastung schon sehr gute Erfolge erzielt wurden, sollte auch eine professionelle *Zugentlastung* geplant werden.
- Anzudenken ist auch ein *mechanischer Schutz* für den Analysator-Kristall in Form eines Daches.
- Die neue *Umrechnung RON-Positionen* in Winkel ist in die bestehende Software zu

implementieren.

- Softwaremäßig ist eine *Ansteuerung des Winkels auf das RON-Signal*, so wie es auch am S18 Experiment des ILL praktiziert wird, empfehlenswert, um stets Messpunkte gleicher Abstände zu erhalten.

Abbildungsverzeichnis

2.1. Wirkungsquerschnitte einiger Neutronenreaktionen	6
3.1. Zur Herleitung der Bragg'schen Gleichung	9
3.2. Zur Darstellung der Ewald-Konstruktion	9
3.3. Darstellung der Streugeometrie	11
3.4. Theoretische, gemittelte Rockingkurven	18
3.5. Vergleich der gemessenen mit der Theoretischen Rockingkurve	19
4.1. Querschnitt des TRIGA Mark-II Reaktors am Atominstitut Wien	21
4.2. Schematische Darstellung der Bonse-Hart-Kamera	22
5.2. Schematische Darstellung der Kommunikation	29
5.1. Schematische Darstellung der Komponenten für Monochromator und Ana- lysatoren	32
6.1. Neutronenzählraten nach dem Monochromator	34
6.2. Die erste Leerkurve	36
6.3. Leerkurven in Abhängigkeit von der Verkippung des Analysatorkristalls	37
6.4. Leerkurve der neu justierten USANS-Anlage	38
7.1. Zur Umrechnung des linearen Verstellweges in einen Winkel	40
7.2. Erster Hinweis auf Anlagendrift	41
7.3. Einfluss äußerer Einflüsse auf die Stabilität des RON-Signals	43
7.4. Langzeitstabilität des Encodersignals bei fixer Einstellung des Piezoaktors	44
7.5. Langzeitstabilität des Encodersignals bei ausgeschaltetem Piezoaktor	45
7.6. Langzeit im Peak	46
7.7. Einfluss Piezo-Schrittweite auf die Linearität des RON-Signals	47
7.8. Darstellung der Beugung am Gitter	49
7.9. Scanning Electron Microscopy Aufnahme des Gitters G8S12T80	50
7.10. Mess- und Fitdaten von sieben Gittermessungen G8S12T80	52
7.11. G8S12T80: USANS-Vermessung am ILL (aus Trinker (2006))	53
7.12. G8S12T80: USANS-Vermessung am Atominstitut Wien	53

7.13. G8S20T80: USANS-Vermessung am ILL (aus Trinker (2006))	54
7.14. G8S20T80: USANS-Vermessung am Atominstitut Wien	54
7.15. G8S20T80: USANS-Vermessung mit verkipptem Analysatorkristall am Atominstitut Wien	55
A.1. MAX: Auswahl einer Achse	65
A.2. MAX: Verringern der Motorgeschwindigkeit	66
A.3. MAX: Auswahl der Analysator-Achsen	66
A.4. MAX: „Reset Position“	67
B.1. Chassis, Motorstufen, Joystick und LVPZT-Amplifier	68
B.2. Elektronik der USANS-Anlage	69
B.3. Analysatoraufbau mit Probenschlitten und Blende	70
B.4. Nahaufnahme des Analysatoraufbaus	71

Tabellenverzeichnis

1.1. Am Atominstitut Wien installierte Kleinwinkelstreuanlagen	3
2.1. Neutronen-Eigenschaften	5
4.1. Technische Daten der USANS-Vorgängeranlage in Wien	23
5.1. Eigenschaften der Aktoren zur Kristallbewegung	25
5.2. Technische Daten der Aktoren	27
6.1. Kenndaten der neu justierten USANS am ATI Wien	37
7.1. Vergleich zweier Durchläufe der Kippmessungen	55

Literaturverzeichnis

Agamalian u. a. 1997

AGAMALIAN, M. ; WIGNALL, G. D. ; TRIOLO, R.: Optimization of a Bonse–Hart Ultra-Small-Angle Neutron Scattering Facility by Elimination of the Rocking-Curve Wings. In: *Journal of Applied Crystallography* 30 (1997), S. 345–352

Atominstytut 2011

ATOMINSTYTUT, Technische Universität W. (Hrsg.): *Atominstytut*. Version: 2011. <http://www.ati.ac.at>, Abruf: 1. März 2011

Bader 1980

BADER, D.: *Kleinwinkel-Streuung und Christiansen-Filter im Neutronendoppelkristallspektrometer*, TU Wien, Diss., 1980

Bonse u. Hart 1965

BONSE, U. ; HART, M.: Tailless X-Ray Single-Crystal Reflection Curves Obtained by Multiple Reflection. In: *Applied Physics Letters* 7 (1965), S. 238–240

Glattauer 2009

GLATTAUER, R.: *Projektarbeit Labview*. 2009

Hainbuchner u. a. 2000

HAINBUCHNER, M. ; VILLA, M. ; KROUPA, G. ; BRUCKNER, G. ; BARON, M. ; AMENITSCH, H. ; SEIDL, E. ; RAUCH, H.: The new high resolution ultra small-angle neutron scattering instrument at the High Flux Reactor in Grenoble. In: *Journal of Applied Crystallography* 33 (2000), S. 851–854

Knoll 2010

Kapitel 14. In: KNOLL, Glenn F.: *Radiation Detecion and Measurement*. Wiley-VCH, 2010

Massa 2007

Kapitel 3–4. In: MASSA, Werner: *Kristallstrukturbestimmung*. Vieweg+Teubner, 2007

Nakamura, K. et al. (Particle Data Group) 2010

NAKAMURA, K. ET AL. (PARTICLE DATA GROUP): Review of Particle Physics, 2010-2011. In: *J. Phys. G: Nucl. Part. Phys.* 37 (2010). – http://iopscience.iop.org/0954-3899/37/7A/075021/pdf/0954-3899_37_7A_075021.pdf

Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG 2004

PHYSIK INSTRUMENTE (PI) GMBH & CO. KG (Hrsg.): *MP63E User Manual, M-035/M-036 Tangent-Arm Rotation Stages*. Version:12 2004. http://www.pi-portal.ws/index.php?option=com_docman&task=doc_download&gid=279&Itemid=6, Abruf: 1. März 2011

Prieschl 2009

PRIESCHL, R.: *Projektarbeit Labview*. 2009

Rauch u. Petrascheck 1976

RAUCH, H. ; PETRASCHECK, D.: Grundlagen für ein Laue-Neutroneninterferometer Teil 1: Dynamische Beugung / Atominstitut der Österreichischen Universitäten, Austria. 1976 (AIAU 74405b). – Report

Rauch u. Petrascheck 1978

Kapitel 9. In: RAUCH, H. ; PETRASCHECK, D.: *Neutron Diffraction*. Springer Verlag Berlin, 1978

Schwahn u. a. 1985

SCHWAHN, D. ; MIKŠOVSKY, A. ; RAUCH, H. ; SEIDL, E. ; ZUGAREK, G.: Test of Channel-cut Perfect Crystals For Neutron Small Angle Scattering Experiments. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 239 (1985), S. 229–234

Sears 1989

Kapitel 5-6. In: SEARS, Varley F.: *Neutron Optics*. Oxford University Press, 1989

Seppi u. Wastl 2010

SEPPI, D. ; WASTL, A.: *Projektarbeit Experimentelle Hadronenphysik*. 2010

Stöber 2011

STÖBER, L.: *Projektarbeit Nukleare Festkörperphysik*. 2011

Trinker 2006

TRINKER, M.: *Neutronen-Kleinwinkelstreuung an mikro- und nanostrukturierten Materialien*, TU Wien, Diss., 2006

Villa 2001

VILLA, M.: *Optimiertes Kristalldesign für ein Doppelkristall-Diffraktometer*, TU Wien, Diss., 2001

Villa u. a. 2003

VILLA, M. ; BARON, M. ; HAINBUCHNER, M. ; JERICHA, E. ; LEINER, V. ; SCHWAHN, D. ; SEIDL, E. ; STAHN, J. ; RAUCH, H.: Optimization of a Crystal Design for a Bonse-Hart camera. In: *Journal of Applied Crystallography* 36 (2003), S. 769–773

Wikipedia

WIKIPEDIA (Hrsg.): *Optisches Gitter*. http://de.wikipedia.org/wiki/Optisches_Gitter, Abruf: 1. März 2011

Zugarek 1991

ZUGAREK, G.: *Zeitaufgelöste Neutronenkleinwinkelstreuung*, TU Wien, Diss., 1991

Anhang A.

„Handbuch“

Dieser Abschnitt ist nicht als Bedienungsanleitung zu verstehen. Hier werden ausschließlich Tipps und Tricks im Umgang mit den drei Programmen dargestellt.

A.1. Wie man mit der Drift des Peaks umgeht

Der Piezotranslator sollte nur in einem Bereich von $-4\ \mu\text{m}$ bis $+50\ \mu\text{m}$ dauerhaft betrieben werden. Da die Anlage driftet, kann es vorkommen, dass der Peak schon nahe der empfohlenen Grenzen des Piezotranslators zu finden ist. Um den Peak wieder bei einer Piezoeinstellung von z. B.: $20\ \mu\text{m}$ zu erhalten, ist folgende Vorgehensweise empfehlenswert:

1. Piezotranslator auf den gewünschten μm Bereich stellen Die Einstellung kann dabei mittels Joystick-Programm oder mittels Analysator-Programm erfolgen.
2. Der Drehtisch muss nun so positioniert werden, dass die Neutronenzählrate sich vom Untergrund abhebt.
 - Zuerst wird das Programm MAX (Measurement & Automation Explorer - National Instruments) geöffnet und unter „Configuration“-> „Devices and Interfaces“-> „NI Motion Devices“-> „1-D Interactive“ ausgewählt (siehe Abbildung A.1). 1-D Interactive ermöglicht die Ansteuerung der einzelnen Achsen. Wir wählen die Achse M-036.DS1 (den Drehtisch) aus und bewegen ihn relativ $-10000\ \text{counts}$.
 - Nun werden wir den Drehtisch in die Gegenrichtung bewegen (siehe Abbildung A.2). Zuerst verringern wir aber noch die Geschwindigkeit deutlich (auf $50\ \text{counts je Sekunde}$), sodass bei der Drehung auch eine Steigerung der Neutronenzählrate zu hören ist.

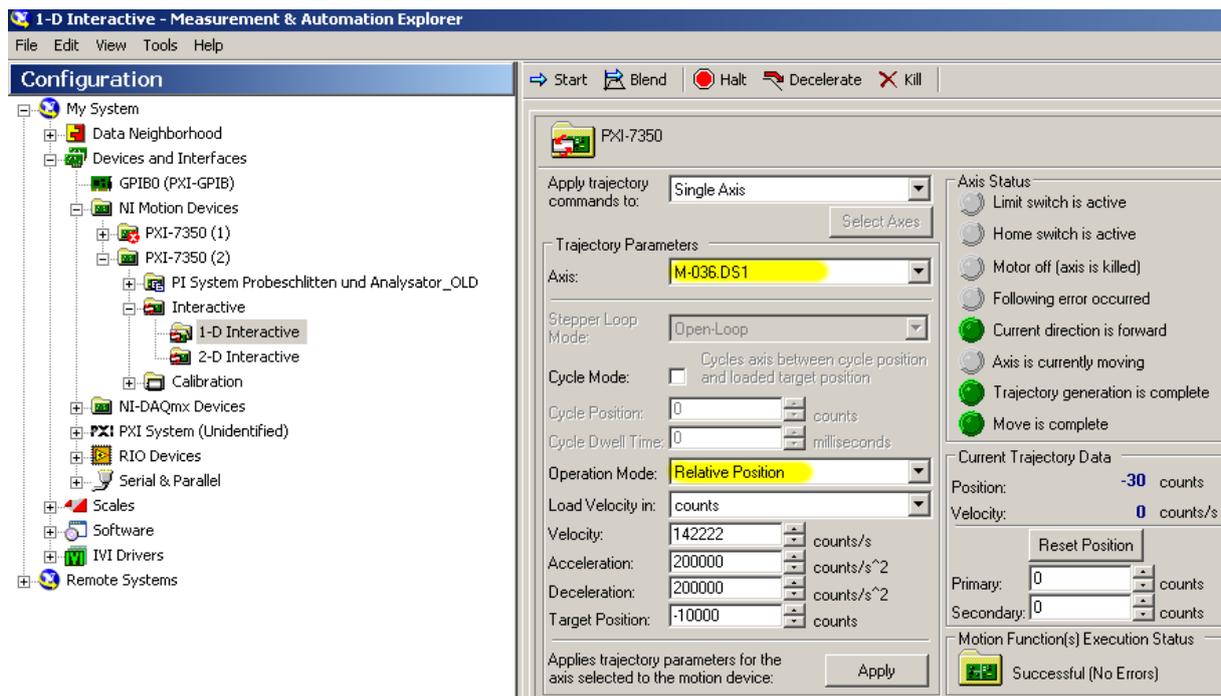


Abbildung A.1.: Erster Schritt der Neueinstellung des Drehtisches.

3. Ist die Neutronenzählrate erhöht, so beendet man die Bewegung mit dem roten Knopf „Halt“.

A.2. Computerneustart oder Stromausfall - Was nun?

Wenn ausschließlich der Computer neu gestartet wird, bleiben die Positionen der einzelnen Achsen erhalten. Schaltet man allerdings auch den PI-Controller oder das NI-Chassis aus (oder es gibt eine Stromabschaltung), so gehen die Positionen verloren und werden auf 0 gesetzt. In diesem Fall *kann* es zu Problemen kommen, wenn man das Analysator-Programm starten möchte (LabVIEW kann mit „both limit switches active“ reagieren). Um dies zu vermeiden, ist es ratsam, im MAX (Measurement & Automation Explorer - National Instruments) die Positionen der einzelnen Achsen manuell zu setzen. Dafür sind die letzten vier Achsen (M-403.4DG bis M-043.D01) jeweils einzeln anzuwählen (Abbildung A.3) und die Position manuell auf den gewünschten Wert zu setzen (Abbildung A.4).

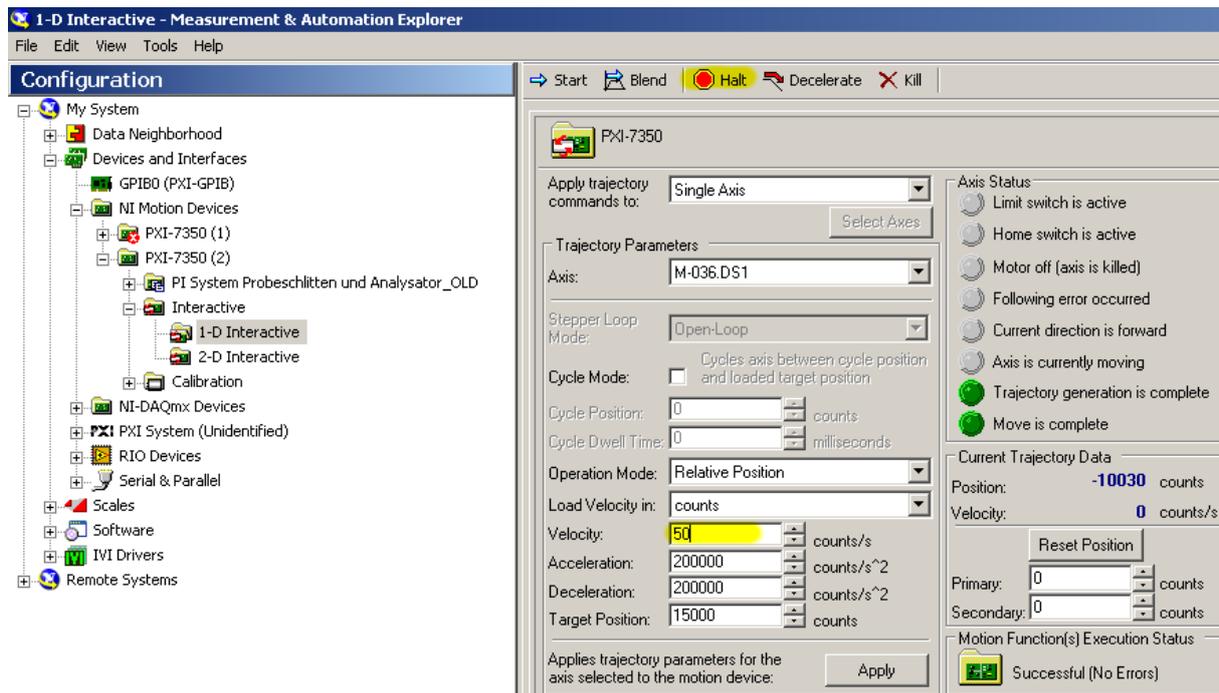


Abbildung A.2.: Ändern der Geschwindigkeit „Velocity“ auf 50 counts/s

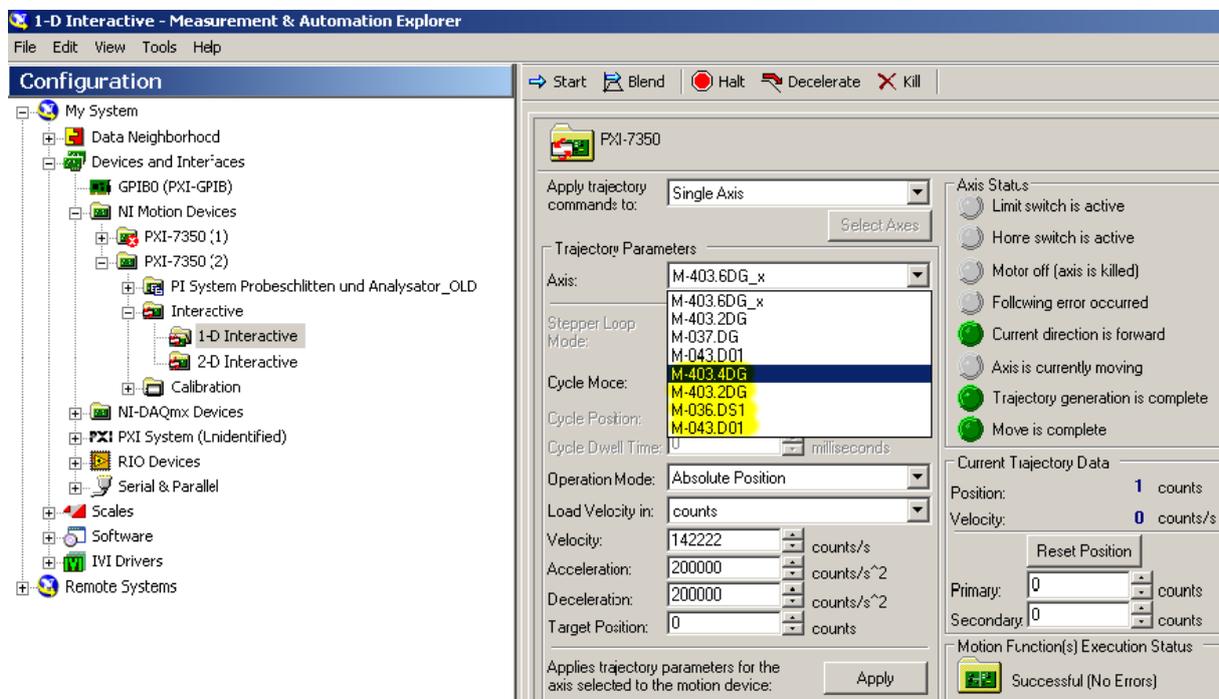


Abbildung A.3.: Auswahl einer Achse im MAX

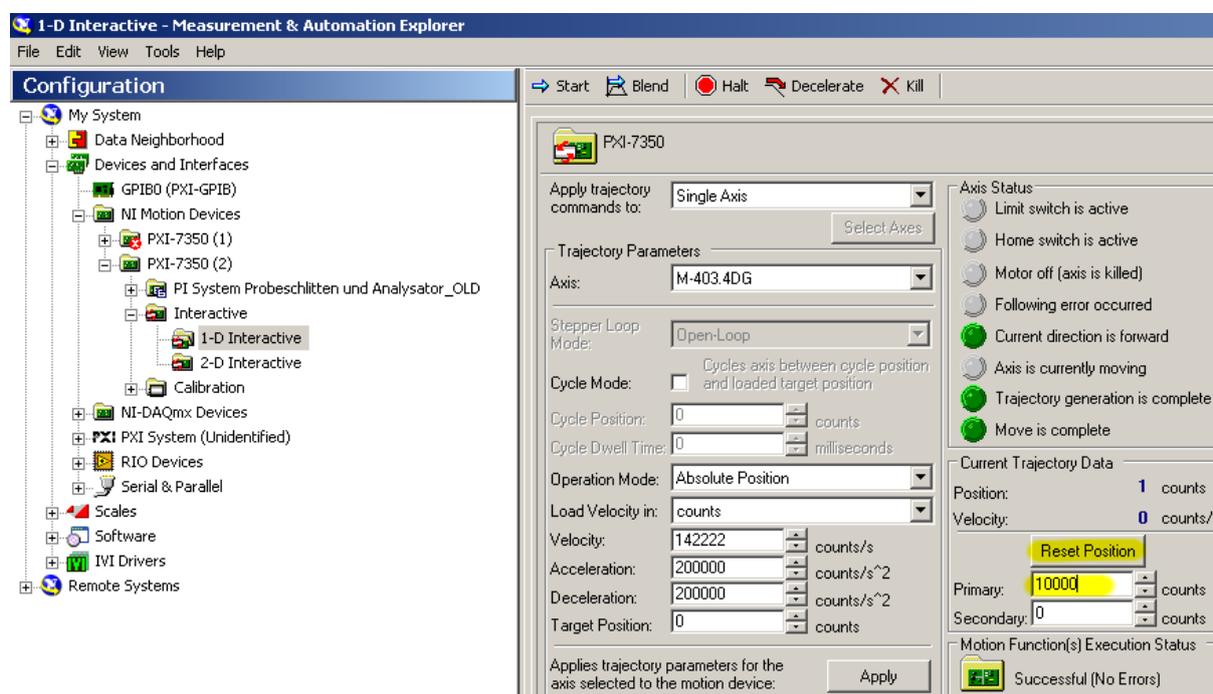


Abbildung A.4.: Der aktuellen Motorposition wird der gewünschte Wert durch Betätigen des Knopfes „Reset Position“ zugewiesen.

Anhang B.

Bilder der USANS-Anlage



Abbildung B.1.: Links oben ist das Chassis abgebildet, mit dem die beiden Motorstufen (unten links und unten rechts) angesteuert werden. Die beiden rot-schwarzen Kabeln übertragen die Detektorsignale. Rechts oben ist der E-665.XR LVPZT-Amplifier/Servo abgebildet, der den Piezotranslator zur Winkelfeineinstellung ansteuert. Ganz vorne ist der Joystick abgebildet, der allerdings ausschließlich mit dem Joystickprogramm verwendet werden kann und zur manuellen Ansteuerung des Piezotranslators dient.



Abbildung B.2.: Oben ist das Ratemeter abgebildet. Unten von links nach rechts: Hochspannungsversorgung, Verstärker und Singlekanalanalysator für den ^3He -Detektor; Singlekanalanalysator für den BF_3 -Detektor; das Ratemeter gehört nicht zur USANS-Anlage; Hochspannungsversorgung für den BF_3 -Detektor.

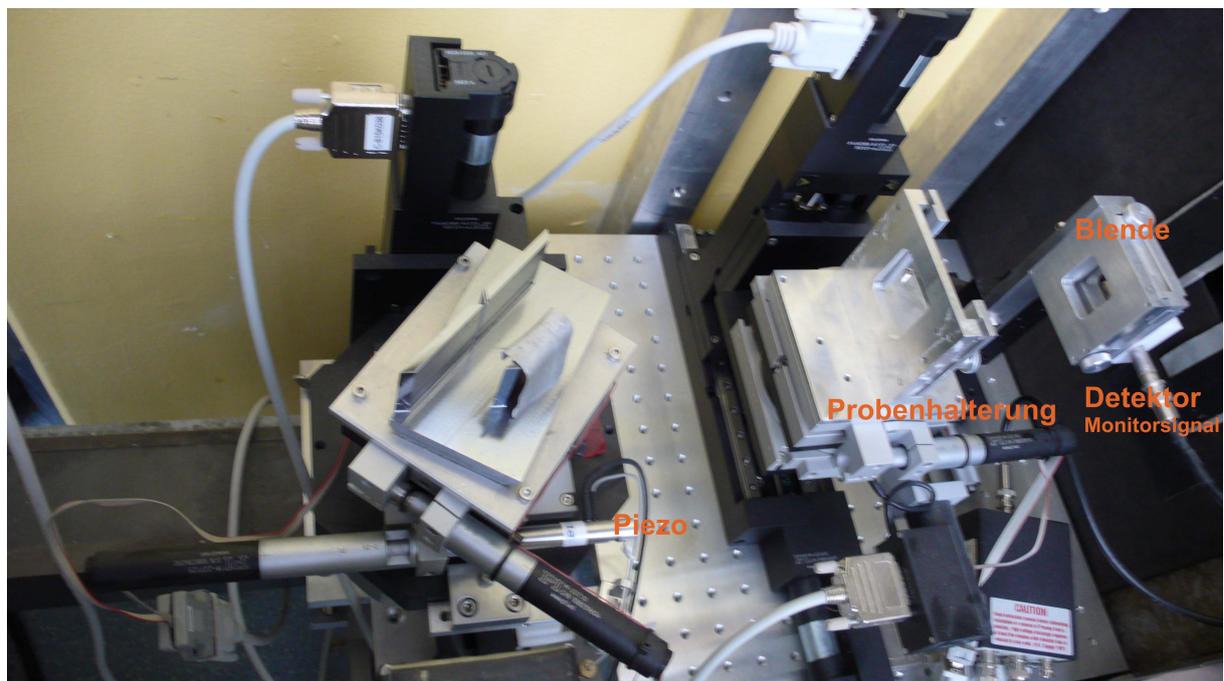


Abbildung B.3.: Links ist der Analysator-Aufbau zu sehen. In der Mitte ist der Proben-schlitten abgebildet, dessen Achsen über MAX (Measurement & Automation Explorer - National Instruments) angesteuert werden. Rechts ist eine Blende abgebildet, auf der der ^3He -Detektor befestigt ist.



Abbildung B.4.: Der Aufbau des Analysatorsystems: M-043.4DG und M-403.2DG übernehmen horizontale und vertikale Translation, M-036.DS1 ist eine Drehachse und M-043.D01 dient der Verkippung des Kristalls. RON 905 ist das Winkelmessgerät.

Anhang C.

Daten nach Gaußfit für Gittermessungen

Anmerkung: Δ gibt den Positionsunterschied zwischen zwei aufeinander folgenden Maxima an.

Ordnung	Ort [10^{-1} RON-Positionen]	Standardabweichung [10^{-1} RON-Positionen]	Δ [10^{-2} RON-Positionen]
-2	-2.458	0.007	-
-1	-2.039	0.001	4.19
0	-1.625	0.001	4.14
1	-1.221	0.001	4.04
2	-0.830	0.006	3.92
-2	-2.503	0.007	-
-1	-2.085	0.001	4.18
0	-1.657	0.001	4.27
1	-1.240	0.001	4.17
2	-0.827	0.008	4.14
-2	7.346	0.006	-
-1	7.748	0.001	4.02
0	8.157	0.001	4.09
1	8.561	0.001	4.03
2	8.955	0.009	3.95
-2	-2.660	0.007	-
-1	-2.249	0.001	4.11
0	-1.841	0.001	4.08
1	-1.435	0.001	4.07

Ordnung	Ort [10^{-1} RON-Positionen]	Standardabweichung [10^{-1} RON-Positionen]	Δ [10^{-2} RON-Positionen]
2	-1.031	0.010	4.04
-2	-12.309	0.007	-
-1	-11.871	0.001	4.38
0	-11.447	0.001	4.24
1	-11.024	0.001	4.24
2	-10.598	0.008	4.26
-1	-8.675	0.002	-
0	-8.260	0.001	4.15
1	-7.854	0.001	4.05
2	-7.439	0.006	4.15
-1	-1.608	0.002	-
0	-1.196	0.001	4.12
1	-0.784	0.001	4.12
2	-0.367	0.010	4.17