

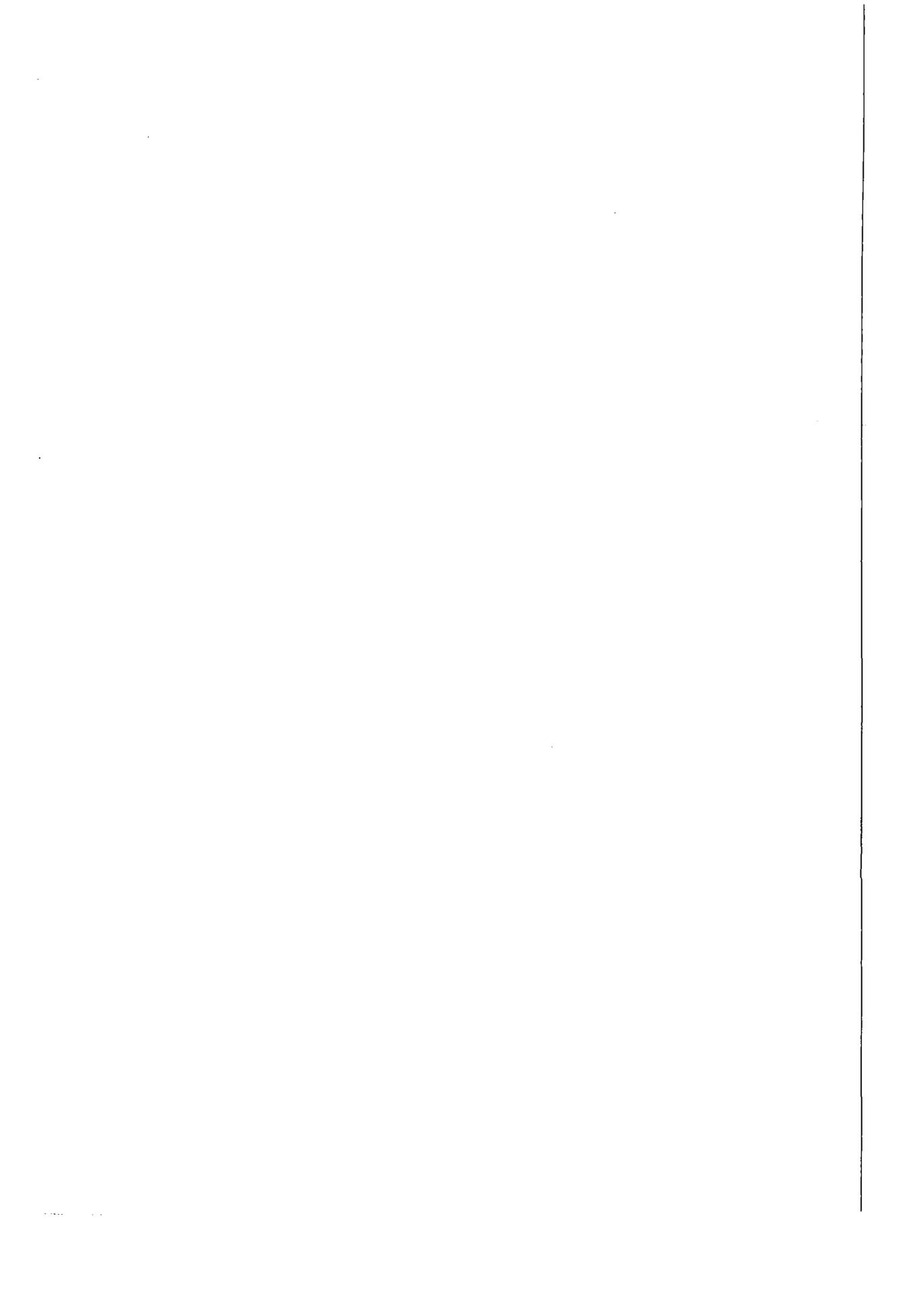


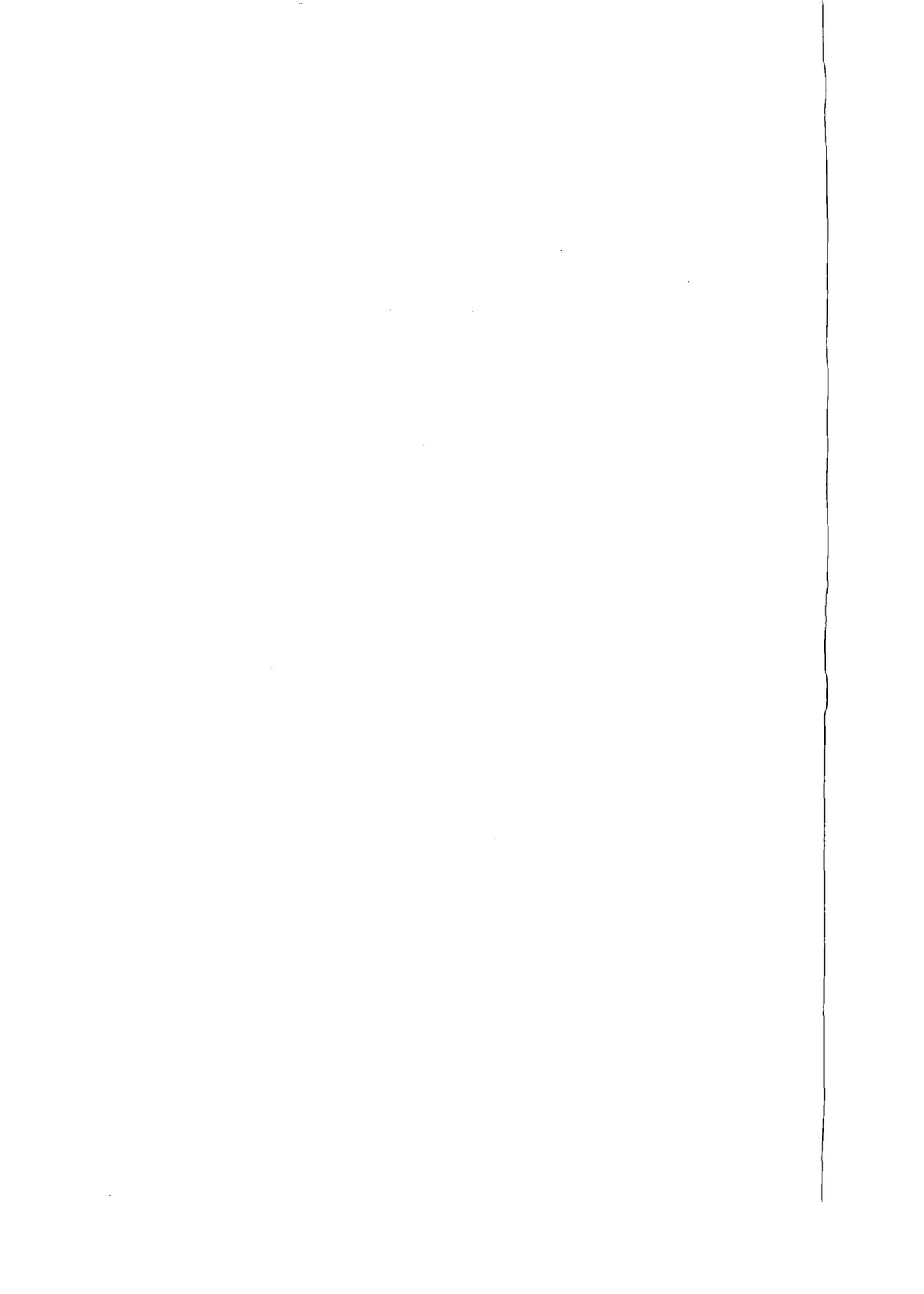
Deutsche Neutronenstreutagung 2001



Kurzfassungen







Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Festkörperforschung

Deutsche Neutronenstreutagung 2001

Kurzfassungen der Vorträge und Poster der
Deutschen Neutronenstreutagung 2001
vom 19. bis 21. Februar 2001 in Jülich

Zusammenstellung: Thomas Brückel

Schriften des Forschungszentrums Jülich
Reihe Materie und Material / Matter and Materials

Band 8

ISSN 1433-5506 ISBN 3-89336-280-0

Die Deutsche Bibliothek- CIP-Einheitsaufnahme

Deutsche Neutronenstreutagung 2001 : Kurzfassung der Vorträge und Poster der Deutschen Neutronenstreutagung 2001 vom 19. bis 21. Februar 2001 in Jülich / Bearb.: Thomas Brückel. - Jülich : Forschungszentrum, Zentralbibliothek, 2001

(Schriften des Forschungszentrums Jülich : Materie und Material ; Bd. 8)
ISBN 3-89336-280-0

Herausgeber
und Vertrieb: Forschungszentrum Jülich GmbH
 ZENTRALBIBLIOTHEK
 52425 Jülich
 Telefon (0 24 61) 61- 53 68 · Telefax (0 24 61) 61- 61 03
 e-mail: zb-publikation@fz-juelich.de
 Internet: <http://www.fz-juelich.de/zb>

Umschlaggestaltung: Grafische Betriebe, Forschungszentrum Jülich GmbH

Druck: Grafische Betriebe, Forschungszentrum Jülich GmbH

Copyright: Forschungszentrum Jülich 2001

Schriften des Forschungszentrums Jülich
Reihe Materie und Material / Matter and Materials, Band 8

ISSN 1433-5506
ISBN 3-89336-280-0

Alle Rechte vorbehalten. Kein Teil des Werkes darf in irgendeiner Form (Druck, Fotokopie oder in einem anderen Verfahren) ohne schriftliche Genehmigung des Verlages reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

| Montag, 19. 2. 2001 | | Dienstag, 20. 2. 2001 | | Mittwoch, 21. 2. 2001 | |
|---------------------|--|-----------------------|---|-----------------------|--|
| 11 ⁰⁰ | Registrierung, Aufhängen der Poster Transfer auf Anmeldung von Düsseldorf Flughafen und Bahnhof Düren | 08 ⁰⁰ | Abholung vom Jugendgästehaus | 08 ⁰⁰ | Abholung vom Jugendgästehaus |
| 11 ⁰⁰ | Führung F1: ELLA | 08 ²⁰ | Abholung von den Hotels | 08 ²⁰ | Abholung von den Hotels |
| 12 ⁰⁰ | Führung F2: ELLA | 09 ⁰⁰ | Sitzung 3: ESS H. Conrad H4: D. Richter, FZJ H5: F. Mezei, HMI H6: U. Steigenberger, ISIS | 09 ⁰⁰ | Sitzung 6: Dynamik B. Dorner H10: H. Schober, ILL V13: B. Frick, ILL V14: J. Wutke, TUM V15: M. Koza, ILL |
| 13 ⁰⁰ | Eröffnung und Begrüßung R. Wagner, <i>Vorstandsmitglied des FZJ</i> | 10 ³⁰ | Kaffeepause | 10 ³⁰ | Kaffeepause |
| 13 ¹⁵ | Sitzung 1: Magnetismus T. Brückel H1: E. Kentzinger, FZJ H2: K. Prokes, HMI V1: H. Lauter, ILL V2: C. Ulrich, MPI Stuttgart V3: H. Zabel, RUB | 11 ⁰⁰ | Sitzung 4: Instrumentierung H.-A. Graf H7: P. Böni, TUM H8: C. Carlile, ILL V7: W. Heil, Universität Mainz V8: F. Klose, Oak Ridge V9: M. Klein, Universität Heidelberg | 11 ⁰⁰ | Sitzung 7: Weiche Materie D. Richter H11: A. Wischnewski, FZJ H12: W. Paul, Universität Mainz V16: H. Endo, FZJ V17: T. Thurn-Albrecht, Univ. Freiburg V18: R. Kleppinger, TU Eindhoven. |
| 15 ¹⁵ | Kaffeepause | 13 ⁰⁰ | Mittagspause (Imbiss im Foyer) | 13 ⁰⁰ | Mittagspause (Seekasino) |
| 15 ⁴⁵ | Sitzung 2: Kristallchemie H. Fuess H3: D. Wilmer, Universität Münster V4: C. Gutt, Universität Kiel V5: T. Steiner, FUB V6: A. Klapproth, Universität Göttingen | 13 ³⁰ | Postersitzung B und Kaffee | 14 ³⁰ | Sitzung 8: Materialforschung und Werkstofftechnik G. Heger H13: P. Withers, Univ. Manchester V19: W. Schäfer, Univ. Bonn V20: T. Fahr, IFW Dresden V21: R. von Klitzing, TUB |
| 17 ¹⁵ | Rechenschaftsbericht KFN + Diskussion | 15 ⁴⁵ | Sitzung 5: Biologie G. Büldt H9: F. Parak, TUM V10: J. Fütter, FZJ V11: R. Willumeit, GKSS V12: T. Hauß, HMI | 16 ⁰⁰ | Ende der Tagung |
| 18 ¹⁵ | Postersitzung A Imbiss im Foyer | 17 ¹⁵ | Diskussion zur geplanten ESS, mit Vertretern der Landes- und Bundespolitik | 16 ¹⁵ | Transfer auf Anmeldung nach Düsseldorf Flughafen und Bahnhof Düren |
| 21 ⁰⁰ | Bustransport nach Aachen | 18 ⁴⁵ | Bustransport nach Aachen | 16 ¹⁵ | Führung F3: ELLA |
| | | 19 ⁴⁵ | Dinner, Krönungssaal des Aachener Rathauses | 17 ¹⁵ | Führung F4: ELLA |

H: Hauptvortrag; 30 Minuten inklusive Diskussion

V: Vortrag; 20 Minuten inklusive Diskussion

Übersicht

Sitzung 1: Magnetismus

- | | | |
|----|-------------------|--|
| H1 | <i>Kentzinger</i> | Reflectivity and off-specular scattering of neutrons from magnetic thin films |
| H2 | <i>Prokes</i> | Magnetic neutron scattering under extreme conditions: user program at HMI |
| V1 | <i>Lauter</i> | Magnetic domains in Fe/Cr multilayers |
| V2 | <i>Ulrich</i> | Spin dynamics and orbital state in LaTiO_3 and YTiO_3 |
| V3 | <i>Zabel</i> | Magnetism of ultrathin Ho films and tuning of exchange coupling in Ho/Y superlattices with deuterium |

Sitzung 2: Kristallchemie

- | | | |
|----|------------------|--|
| H3 | <i>Wilmer</i> | Quasielastische Neutronenstreuung zur Charakterisierung spezieller ionenleitender Systeme |
| V4 | <i>Gutt</i> | Brennendes Eis - Struktur und Dynamik von Methanhydrat |
| V5 | <i>Steiner</i> | Thermisch induzierte Wanderung des Protons in einer sehr starken N-H-O Wasserstoffbrücke beobachtet mit temperaturvariabler Neutronendiffraktion |
| V6 | <i>Klapproth</i> | Hochdruck-Neutronenbeugung an Gas-Hydraten |

Sitzung 3: ESS

- | | | |
|----|----------------------|---|
| H4 | <i>Richter</i> | Wissenschaftliche Perspektiven der ESS |
| H5 | <i>Mezei</i> | Instrumentierung ESS: Der Weg zu hohen Strahlintensitäten |
| H6 | <i>Steigenberger</i> | Pixel power |

Sitzung 4: Instrumentierung

- | | | |
|----|----------------|--|
| H7 | <i>Böni</i> | Instrumente und Wissenschaft am FRM-II |
| H8 | <i>Carlile</i> | The millennium programme at ILL |
| V7 | <i>Heil</i> | Großflächige Polarisationsanalyse mit thermischen Neutronen an amorphen ErY_6Ni_3 unter Benutzung eines ^3He -Spinfilters |
| V8 | <i>Klose</i> | The drabkin energy filter applied to time-of-flight experiments at a spallation neutron source |
| V9 | <i>Klein</i> | Ein effizienter Detektor zum orts aufgelösten Nachweis von thermischen Neutronen auf großen Flächen |

Sitzung 5: Biologie

- | | | |
|-----|------------------|---|
| H9 | <i>Parak</i> | Untersuchung der Struktur und der Dynamik von Proteinen mit Hilfe der Neutronenstreuung |
| V10 | <i>Fitter</i> | Thermische Strukturfluktuationen in Biomolekülen: Die Rolle der Pikosekunden Dynamik für Stabilität und Aktivität von mesophilen und thermophilen Proteinen |
| V11 | <i>Willumeit</i> | Die Kartografierung der großen Ribosomalen Untereinheit |
| V12 | <i>Hauß</i> | Interaction of b-amyloid with lipid membranes studied by neutron diffraction |

Sitzung 6: Dynamik

- H10 *Schober* Inelastic neutron scattering studies of polymeric fullerenes
 V13 *Frick* Neutronenstreuexperimente an Polymeren unter Druck
 V14 *Wuttke* Modenkopplungsasymptoten ohne Faktorisierung?
 V15 *Koza* Translationsdynamik amorpher und kristalliner Wasserphasen

Sitzung 7: Weiche Materie

- H11 *Wischniewski* Kettendynamik in Polymerschmelzen: Grenzen des Reptationsmodells
 H12 *Paul* Chain dynamics in polyethylene and polybutadiene melts: molecular dynamic simulations compared to neutron scattering experiments
 V16 *Endo* Amphiphilic block copolymers as efficiency boosters in microemulsions: a SANS investigation of the polymers' role
 V17 *Thurn-Albrecht* Electric field induced fluctuations in block copolymers
 V18 *Kleppinger* Strukturelle Veränderungen in dendritischen Makromolekülen induziert durch die Aufnahme niedermolekularer Gastmoleküle

Sitzung 8: Materialforschung und Werkstofftechnik

- H13 *Withers* Neutron strain scanning for materials engineering
 V19 *Schäfer* Textur des $\text{Li}_2\text{CO}_3/\text{KLiCO}_3$ Elektrolyt-Materials in Schmelzkarbonat-Brennstoffzellen
 V20 *Fahr* In situ-Hochtemperatur-Neutronenstreuungsmessungen zur Untersuchung von Phasen- und Texturbildung in Bi-2223/Ag Hoch- T_c -Supraleitern
 V21 *von Klitzing* Temperature effects of polyelectrolyte multilayers at the solid/liquid interface

Programmkomitee

Th. Brückel, Jülich
 G. Heger, Aachen
 W. Press, Kiel
 D. Richter, Jülich
 H. Schober, Grenoble

Organisationskomitee

H. Conrad, A. Hoser, A. Ioffe, B. Krahl-Urban, D. Schwahn, W. Schweika
 Barbara Köppchen und Erika Wittig (Tagungssekretärinnen)

Inhalt

Hauptvorträge

- H 1** E. Kentzinger et al.; Forschungszentrum Jülich
Reflectivity and off-specular scattering of neutrons from magnetic thin films
- H 2** K. Prokes; Hahn-Meitner-Institut
Magnetic neutron scattering under extreme conditions: user program at HMI
- H 3** D. Wilmer; Universität Münster
Quasielastische Neutronenstreuung zur Charakterisierung spezieller ionenleitender Systeme
- H 4** D. Richter; Forschungszentrum Jülich
Wissenschaftliche Perspektiven der ESS
- H 5** F. Mezei; Hahn-Meitner-Institut
Instrumentierung ESS: Hohe Intensitäten
- H 6** U. Steigenberger; ISIS
Pixel power
- H 7** P. Böni; Technische Universität München
Instrumente und Wissenschaft am FRM-II
- H 8** C. Carlile; Institut Laue-Langevin
The millennium programme at ILL
- H 9** F. Parak et al.; Technische Universität München
Untersuchung der Struktur und der Dynamik von Proteinen mit Hilfe der Neutronenstreuung
- H 10** H. Schober et al.; Institut Laue-Langevin
Inelastic neutron scattering studies of polymeric fullerenes
- H 11** A. Wischnewski et al.; Forschungszentrum Jülich
Kettendynamik in Polymerschmelzen: Grenzen des Reptationsmodells
- H 12** W. Paul et al.; Universität Mainz
Chain dynamics in polyethylene and polybutadiene melts: molecular dynamics simulations compared to neutron scattering experiments
- H 13** P. Withers; University of Manchester & UMIST
Neutron strain scanning for materials engineering

Kurzvorträge

- V 1** H. Lauter et al.; Institut Laue-Langevin
Magnetic domains in Fe/Cr multilayers
- V 2** C. Ulrich et al.; MPI für Festkörperforschung Stuttgart
Spin dynamics and orbital state in LaTiO_3 and YTiO_3
- V 3** H. Zabel et al.; Universität Bochum
Magnetism of ultrathin Ho films and tuning of exchange coupling in Ho/Y superlattices with deuterium
- V 4** C. Gutt et al.; Universität Kiel
Brennendes Eis - Struktur und Dynamik von Methanhydrat

- V 5** T. Steiner et al.; Freie Universität Berlin
Thermisch induzierte Wanderung des Protons in einer sehr starken N-H-O Wasserstoffbrücke beobachtet mit temperaturvariabler Neutronendiffraktion
- V 6** A. Klapproth, W. Kuhs; Universität Göttingen
Hochdruck-Neutronenbeugung an Gas-Hydraten
- V 7** W. Heil et al.; Universität Mainz
Großflächige Polarisationsanalyse mit thermischen Neutronen an amorphen ErY_6Ni_3 unter Benutzung eines ^3He -Spinfilters
- V 8** F. Klose et al.; Oak Ridge National Laboratory
The drabkin energy filter applied to time-of-flight experiments at a spallation neutron source
- V 9** M. Klein et al.; Universität Heidelberg
Ein effizienter Detektor zum orts aufgelösten Nachweis von thermischen Neutronen auf großen Flächen
- V 10** J. Fitter et al.; Forschungszentrum Jülich
Thermische Strukturfluktuationen in Biomolekülen: Die Rolle der Pikosekunden Dynamik für Stabilität und Aktivität von mesophilen und thermophilen Proteinen
- V 11** R. Willumeit et al.; GKSS Forschungszentrum
Die Kartografierung der großen Ribosomalen Untereinheit
- V 12** T. Hauß et al.; Hahn-Meitner-Institut
Interaction of β -amyloid with lipid membranes studied by neutron diffraction
- V 13** B. Frick et al.; Institut Laue-Langevin
Neutronenstreuexperimente an Polymeren unter Druck
- V 14** J. Wuttke et al.; Technische Universität München
Modenkopplungsasymptoten ohne Faktorisierung?
- V 15** M. Koza; Institut Laue-Langevin
Translationsdynamik amorpher und kristalliner Wasserphasen
- V 16** H. Endo et al.; Forschungszentrum Jülich
Amphiphilic block copolymers as efficiency boosters in microemulsions: a SANS investigation of the polymers' role
- V 17** T. Thurn-Albrecht et al.; Universität Freiburg
Electric field induced fluctuations in block copolymers
- V 18** R. Kleppinger et al.; Eindhoven Technical University
Strukturelle Veränderungen in dendritischen Makromolekülen induziert durch die Aufnahme niedermolekularer Gastmoleküle
- V 19** W. Schäfer et al.; Universität Bonn
Textur des $\text{Li}_2\text{CO}_3/\text{KLiCO}_3$ Elektrolyt-Materials in Schmelzkarbonat-Brennstoffzellen
- V 20** T. Fahr et al.; Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden
In situ-Hochtemperatur-Neutronenstremessungen zur Untersuchung von Phasen- und Texturbildung in Bi-2223/Ag Hoch- T_c -Supraleitern
- V 21** R. v. Klitzing et al.; Technische Universität Berlin
Temperature effects of polyelectrolyte multilayers at the solid/liquid interface

Poster A

Magnetismus

- A 1** S. Bonn et al.; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Spindichtewelle dünner Cr(110)-Schichten in intermetallischen Vielschichtsystemen
- A 2** A. Dreyhaupt et al.; Technische Universität Dresden
Charakterisierung magnetischer Phasen in $\text{DyNi}_2\text{B}_2\text{C}$ im externen Magnetfeld parallel zur \vec{a} -Richtung
- A 3** B. Gibson et al.; MPI für Festkörperforschung Stuttgart
The evolution from short to long range magnetic order within the geometrically frustrated layered rare-earth carbide halide, $\text{Tb}_2\text{C}_2\text{I}_2$
- A 4** J.-U. Hoffmann et al.; Universität Tübingen
Kurzreichweitige magnetische Ordnung in $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($x=0$ und 0.15)
- A 5** M. Hofmann, S. Campbell*; Hahn-Meitner-Institut Berlin; *University of New South Wales
Mixed magnetic interactions in $\text{La}_{1-x}\text{Y}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ -neutron diffraction and Mössbauer spectroscopy
- A 6** D. Hohlwein; Universität Tübingen
Magnetische Wechselwirkungen und Onsager-Reaktionsfeld aus paramagnetisch-diffuser Neutronenstreuung
- A 7** D. Hupfeld et al.; Forschungszentrum Jülich
Investigation of the magnetic properties of $\text{Gd}_x\text{Eu}_{1-x}\text{S}$ with neutron and x-rays
- A 8** U. Köbler et al.; Forschungszentrum Jülich
Beobachtung eines Bloch Exponent von $5/2$ am Antiferromagneten MnF_2 mit $S=5/2$ und axialer Austauschisotropie
- A 9** M. Meschke, K. Siemensmeyer; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Frustrationseffekte bei antiferromagnetischer Ordnung des fcc-Gitters: K_2IrCl_6
- A 10** C. Pappas et al.; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Relaxation in spin glasses: a comparison of NSE results with theory
- A 11** J. Pebler et al.; Universität Marburg
1-Dimensionale Spindynamik in Na_2MnF_5
- A 12** W. Prandl et al.; Universität Tübingen
Magnetische Ordnung in YMnO_3 und HoMnO_3 : ein kohärentes oder inkohärentes Phänomen?
- A 13** K. Prokes et al.; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Magnetism in UTGe (T = transition metal) compounds probed by neutron diffraction
- A 14** F. Radu et al.; Universität Bochum
Neutron resonances in magnetic and nonmagnetic neutron multilayer systems
- A 15** F. Radu et al.; Universität Bochum
Polarized neutron reflectivity on CoO/Co exchange biased multilayer
- A 16** M. Rotter et al.; Technische Universität Dresden
Inelastic neutron scattering experiments on $^{154}\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ and $\text{Gd}_2\text{Fe}_{17}\text{D}_x$ - a method to trace magnetic interactions in permanent magnets
- A 17** M. Rotter et al.; Technische Universität Dresden
Anomalous magnetic exchange interactions in Sm compounds?

- A 18** U. Rücker et al.; Forschungszentrum Jülich
**Spinaufgespaltene diffuse Streuung unter streifendem Einfall an polarisierenden Super-
spiegeln**
- A 19** W. Schäfer et al.; Universität Bonn
Influence of Mn doping on the crystal structure and magnetic order of BiFeO₃
- A 20** W. Schäfer et al.; Universität Bonn
Structure and magnetic states of rare earth (R) intermetallics R₂Agn₃ and R₂Culn₃
- A 21** R. Schneider et al.; Universität Tübingen
RKKY-artige Wechselwirkung in der paramagnetischen Phase von Holmium
- A 22** R. Schneider et al.; Universität Tübingen
**TVtueb - Visualisierung und Auswertung zweidimensionaler Diffraktionsdaten -
Analyse diffuser Streuintensitäten**
- A 23** A. Schneidewind et al.; Technische Universität Dresden
Rietveld-Anpassung der magnetischen Struktur von TbCu₂
- A 24** A. Schreyer et al.; Universität Bochum
Proximity effects and magnetic exchange coupling in Fe_{1-x}Cr_x/Cr-superlattices
- A 25** K. Siemensmeyer et al.; Hahn-Meitner-Institut Berlin
**Magnetism of cubic ReB₁₂-borides: interplay of dipolar and RKKY interactions
in the fcc-symmetry**
- A 26** K. Siemensmeyer et al.; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Neutronenstreuung am festen ³He
- A 27** R. Theissmann et al.; Technische Universität Darmstadt
Einfluß der Realstruktur auf die magnetische Ordnung in FeNbO₄
- A 28** B. Toperverg et al.; Forschungszentrum Jülich
**Specular reflection and off-specular scattering of polarized neutrons from magnetic
multilayers**
- A 29** J. Voigt et al.; Forschungszentrum Jülich
Magnetische Ordnung in Erbium/Terbium-Schichtsystemen
- A 30** A. Wiedenmann; Hahn-Meitner-Institut Berlin
**Untersuchung von Kern und Hülle in Cobalt-Ferrofluiden durch Neutronen-Kleinwinkel-
streuung mit polarisierten Neutronen**
- A 31** A. Wiedenmann et al.; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Untersuchung von Kern und Hülle in Magnetitferrofluiden durch Neutronen-Kleinwinkelstreuung

Kristallchemie

- A 32** W. Bronger et al.; Technische Hochschule Aachen
New Alkali Metal Osmium- and Ruthenium-Hydrides
- A 32a** G. Auffermann, W. Bronger*; MPI Dresden, *Technische Hochschule Aachen
New Alkali Metal Rhenium-Hydrides
- A 33** F. Gröhn et al.; MPI für Polymerforschung Mainz
Dendrimers as host molecules: formation on nanostructures studied by SANS
- A 34** L. Keller et al.; Universität Dortmund
**Untersuchung zur Orientierungs- und Lagefehlordnung der Anionen in Ti₂ClN₃ mittels
Röntgen- und Neutronenbeugungsexperimenten**
- A 35** P. Müller et al.; Technische Hochschule Aachen
Na₆MnS₄, magnetfeldabhängige Neutronenbeugungsexperimente

- A 36** P. Pranzas et al.; GKSS Forschungszentrum
SANS/SAXS-Untersuchungen von Koagulationsprozessen in kolloidalen Huminstoff-Lösungen

Instrumentierung

- A 37** G. Artus et al.; Technische Universität München
Das thermische Einkristalldiffraktometer „RESI“ am FRM-II
- A 38** W. Bernnat et al.; Universität Stuttgart
Neutronen-Streudynamik in festem D₂ und Berechnung des Transports von UCN in D₂-Quellen
- A 39** J. Burmester; GKSS Forschungszentrum
Multi-Channel-Analyzer-System für mehrdimensionale Flächenzählerspektren
- A 40** H. Conrad et al.; Forschungszentrum Jülich
Technische und methodische Entwicklungen am Target-Moderator-Reflektor-Komplex der ESS
- A 41** M. Drochner et al.; Forschungszentrum Jülich
Unification and standardisation of process control equipment, system and user interface software for neutron scattering experiments
- A 41a** J.K. Fremerey et al.; Forschungszentrum Jülich
High-speed neutron beam choppers on "System Jülich" permanent-magnet bearings and drives
- A 42** R. Gilles et al.; Technische Universität Darmstadt
Das Strukturpulverdiffraktometer (SPODI) am FRM-II
- A 43** M. Haese-Seiller et al.; GKSS Forschungszentrum
Entwicklung von zweidimensional ortsempfindlichen Gasdetektoren für Neutronen- und Röntgenstrahlung am GKSS-Forschungszentrum
- A 43a** T. Hansen et al.; Institut Laue-Langevin
D20: Zeitaufgelöste Pulverbeugung mit Neutronen im Sub-Minutenbereich
- A 44** A. Hiess et al.; Institut Laue-Langevin
ILLs thermisches Dreiachsspektrometer IN8C
- A 45** C. Hugenschmidt et al.; Technische Universität München
Intensive Positronenquelle am neuen Forschungsreaktor FRM-II
- A 46** A. Ioffe et al.; Forschungszentrum Jülich
Spektrometer SV30 für Polarisationsanalyse mit thermischen Neutronen am Forschungsreaktor FRJ-2
- A 47** R. Kampmann et al.; GKSS Forschungszentrum
REFSANS: Ein neuartiges Reflektometer am FRM-II für die Analyse von flüssigen und weichen Grenz- und Oberflächen
- A 47a** T. Keller et al.; MPI für Festkörperforschung, Garching
Neutron spin echo triple axis spectrometers at HMI and FRM-2 - instrument design and recent results
- A 48** O. Kirstein et al.; Forschungszentrum Jülich
Das RückstreuSpektrometer (RSSM) hohen Flusses für den FRM-II Reaktor in München
- A 49** A. Knöpfler, H. Häse; Sputter-Dünnschichttechnik Heidelberg
Development and production of a new ballistic supermirror neutron guide
- A 50** W. Kockelmann et al.; Universität Bonn
Status of the time-of-flight diffractometer ROTAX at ISIS

- A 51** Th. Krist, F. Mezei; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Festkörper-Neutronenpolarisatoren und Neutronenkollimatoren
- A 52** J. Kulda; Institut Laue-Langevin
High flux polarized neutron three-axis spectrometer IN20B
- A 53** P. Lindner et al.; Institut Laue-Langevin
On-line rheometry and small angle neutron scattering from complex fluids
- A 54** P. Link et al.; Universität Göttingen
Das thermische Dreiachsenspektrometer PUMA am FRM-II
- A 55** S. Longeville et al.; Technische Universität München
Neutron resonance spin-echo: some results obtained on muses in the field of biology and condensed matter physics
- A 56** S. Massalovitch et al.; Forschungszentrum Jülich
Development of the large-area 2D neutron detector based on the imaging plate
- A 57** M. Meven et al.; Technische Universität München
HEiDi, Einkristalldiffraktometer an der heißen Quelle des FRM-II
- A 58** M. Monkenbusch; Forschungszentrum Jülich
Next generation NSE-instruments– What are the challenges? – Where are the limits?
- A 59** R. Mueller et al.; Forschungszentrum Jülich
Entwicklung einer Anlage zur Herstellung von kernspin-polarisiertem ^3He am Forschungszentrum Jülich
- A 60** M. Pauls, H.-D. Braune; GKSS Forschungszentrum
2-dimensionaler positionsempfindlicher Neutronendetektor
- A 60a** A. Pohlert et al.; MPI für Polymerforschung Mainz
Ausbau der Neutronenreflektometrie im GKSS FZ Geesthacht
- A 61** N. Pyka et al.; Technische Universität München
Status des PANDA Projektes am FRM-II in Garching
- A 62** S. Roth et al.; Technische Universität München
Messung und Simulation der inelastischen Auflösungsfunktion des Flugzeitspektrometers IN5
- A 63** M. Rotter et al.; Technische Universität Dresden
Monte Carlo Simulation des kalten Dreiachsen Spektrometers am FRM-II in Garching
- A 64** U. Rücker et al.; Forschungszentrum Jülich
Das neue Neutronenreflektometer mit Polarisationsanalyse in Jülich
- A 65** M. Schlapp et al.; Forschungszentrum Jülich
Präparative Einflüsse auf die Empfindlichkeit des Speicherleuchtstoffs BaFBr: Eu^{2+} für Neutronen-Bildplatten
- A 66** D. Schwab et al.; Atominstitut der österreichischen Universitäten
Neutron intensity increase in a narrow energy band by means of magnetic focusing systems
- A 67** M. Strobl, W. Treimer; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Channel cut crystals mit beeinflussbaren Reflexionskurven
- A 68** N. Stüßer, M. Hofmann; Hahn-Meitner-Institut Berlin
Impulsraumfokussierung durch Verwendung eines in-pile Fächerkollimators in Verbindung mit einem horizontal gekrümmten Monochromator
- A 69** A. Urban, P. Link*; Technische Universität München; *Universität Göttingen
Entwicklung eines doppelt-fokussierenden Monochromators am FRM-II
- A 70** A. Zirkel et al.; Technische Universität München
Das kalte Flugzeitspektrometer TOF-TOF an der Forschungsneutronenquelle FRM-II

Poster B

Biologie

- B 1** W. Doster et al.; Technische Universität München
Intramolekulare und Oberflächen-gekoppelte molekulare Bewegungen in Proteinen: Neutronenstreuung im Vergleich mit Simulationen
- B 2** T. Gutberlet et al.; Hahn-Meitner-Institut
Lipid bilayers on a polymer grafted Si-substrate
- B 3** T. Gutberlet et al.; Hahn-Meitner-Institut
Neutron scattering from magnetically aligned biomimetic substrates
- B 4** S. Janssen et al.; Paul-Scherrer Institut
Dynamics of a fibrous protein between 80 K and 275 K studied by neutron time-of-flight spectroscopy
- B 5** J. Wiedersich et al. ; Technische Universität München
Effekt der Druckaufaltung auf die molekularen Bewegungen von Myoglobin
- B 6** R. Willumeit et al.; GKSS Forschungszentrum
Die Funktion des Ribosomalen Proteins L2

Dynamik

- B 7** T. Abdul Redah et al.; Technische Universität Berlin
Anomaler Neutronenquerschnitt des Protons in organischen Molekülen und in Metallhydriden
- B 8** J. Baumert et al.; Universität Kiel
Dynamik von Alkanen in porösen Silicagelen und MCM-4l
- B 9** Ch. Beck, S. Janssen; Paul-Scherrer Institut
Fullerenes as new colloidal model systems
- B 10** U. Buchenau, A. Wischnewski; Forschungszentrum Jülich
Neutronenspektren von Gläsern: Was ist Schwingung und was ist Relaxation?
- B 11** A. Bussmann-Holder, A. Bishop*; MPI für Festkörperforschung Stuttgart; *Los Alamos
Phonon-induced mesoscale pattern formation in complex oxides
- B 12** D. Caspary et al.; Universität Göttingen
Zeitaufgelöste Phononen während der Entmischung in den Ionenkristallsystemen AgBr-NaBr und AgCl-NaCl
- B 13** C. A. C.-Dreismann et al.; Technische Universität Berlin
„Schrödinger's Katze“ Zustände von Protonen in kondensierter Materie: Neutronen Compton Streuung
- B 14** B. Dorner et al.; Institut Laue-Langevin
Brillouin Streuung mit Neutron an D₂O
- B 15** H. Grimm et al.; Forschungszentrum Jülich
Slow relaxation process in DNA at different levels of hydration
- B 16** K. Hense et al.; Technische Universität Wien
Lattice dynamics in the orthorhombic compound YCu₂
- B 17** A. Hüller et al.; Universität Erlangen
Zur Temperaturabhängigkeit der Linienbreiten von freien quantenmechanischen Rotatoren

- B 18** S. Kahle et al.; Forschungszentrum Jülich
Dynamische Neutronenstreuung an partiell deuteriertem Polybutadien
- B 19** O. Kirstein et al.; Forschungszentrum Jülich
Gitterdynamik und Methylgruppenrotation von Dimethylacetylen (DMA)
- B 20** A. Meyer et al.; Technische Universität München
Structural and dynamic properties of viscous sodium disilicate
- B 21** M. Prager et al.; Forschungszentrum Jülich
Rotational tunnelling and molecular disorder in 4-iodo-toluene
- B 22** N. Pyka et al.; Technische Universität München
Gitterdynamik in der Wurtzitstruktur des ^{114}CdS
- B 23** T. Wieder et al.; Technische Universität Darmstadt
Phonon dispersion in nitrogen doped austenitic steels
- B 24** M. Wolff et al.; Universität Erlangen-Nürnberg
Neutronenrückstreuung und -reflektometrie zur Untersuchung der Fließeigenschaften von Flüssigkeiten unter Scherbelastung

Weiche Materie

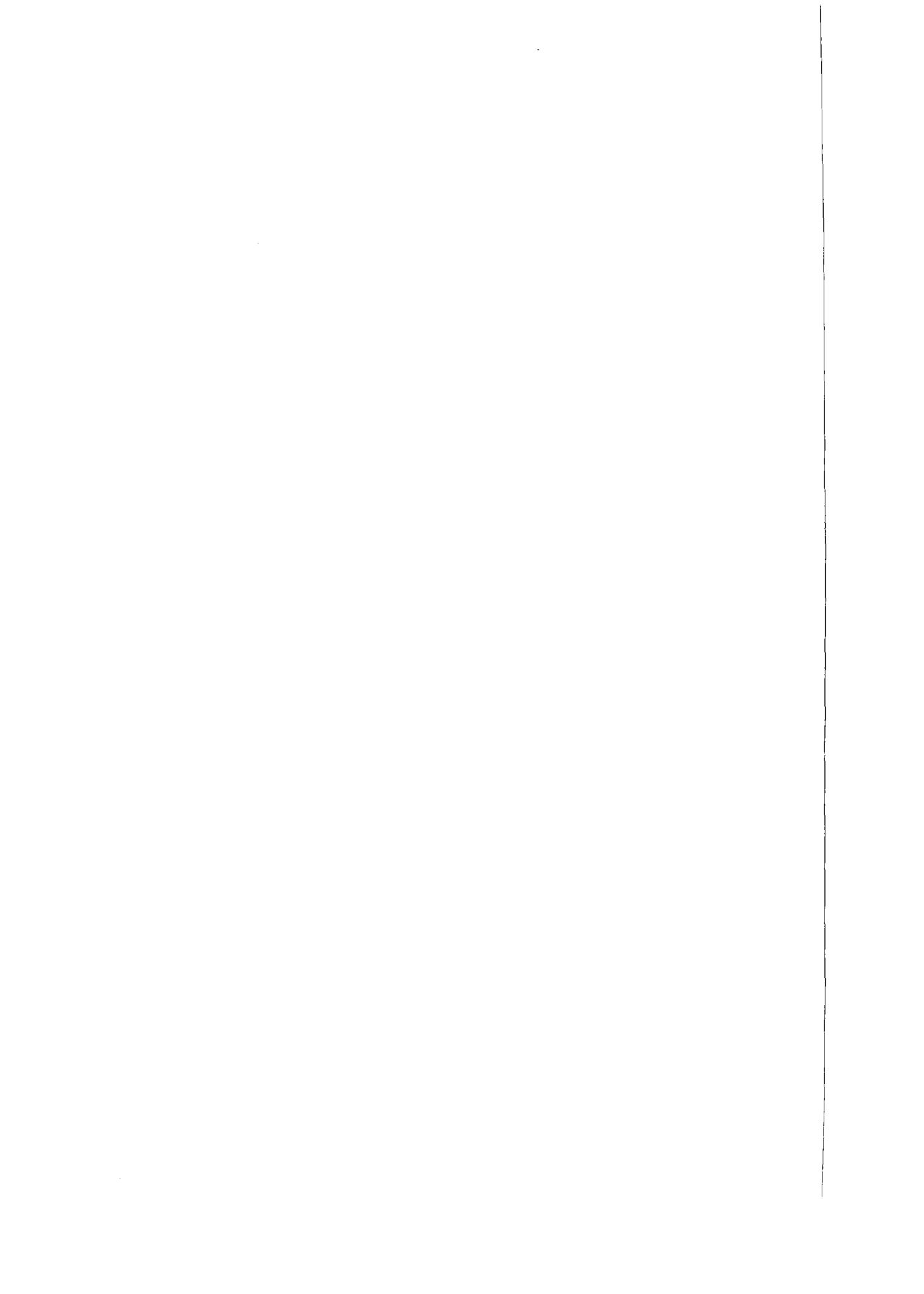
- B 25** A. Botti et al.; Forschungszentrum Jülich
Filled elastomers: polymer chain and filler characterization by a SANS-SAXS approach
- B 26** H. Frielinghaus et al.; MPI für Polymerforschung Mainz
Endeffekte in Polystyrol/Polyethylenoxid Copolymeren
- B 27** V. Garamus et al.; GKSS Forschungszentrum
Micelle structure of octyl- β -glucoside in aqueous solution
- B 28** V. Garamus et al.; GKSS Forschungszentrum
Solution behaviour of the surfactant aldehyde in heavy water
- B 29** V. Garamus et al.; GKSS Forschungszentrum
Structure of induced chiral-nematic lyotropic liquid crystals by SANS
- B 30** N. Gogibus et al.; MPI für Polymerforschung Mainz
Small angle neutron scattering on mixtures of a low molecular weight liquid crystal and a deuterated polymer
- B 31** N. Gorski, G. Eckold; Universität Göttingen
Selbstorganisation von Tetradecyl Trimethyl-Ammonium Bromid in wässrigen NaBr-Lösungen
- B 32** M. Gradzielski et al.; Universität Bayreuth
Strukturuntersuchungen an Ternärsystemen mit Additiven unterschiedlicher Polarität
- B 33** J. Gutmann et al.; Institut für Polymerforschung Dresden
Ternary polymer blend films studied with grazing incidence small angle scattering
- B 34** M. Heinrich et al.; Forschungszentrum Jülich
SANS investigations of relaxation dynamics of entangled model h-polymer
- B 35** H. Hermes et al.; Forschungszentrum Jülich
The unperturbed dimensions of nylon-6 investigated using SANS
- B 36** P. Jörchel et al.; Universität Leipzig
Eine neue Methode zur Auswertung der SANS-Daten von Vesikelmembranen
- B 37** H. Kaya et al.; Forschungszentrum Jülich
Micellization of PEP-PEO block copolymers in water: molecular weight dependence

- B 38** R. Kleppinger et al.; Eindhoven Technical University
Physikalische Netzwerke in Lösungen von Blockcopolymeren: Untersuchungen zur Struktur und rheologischem Verhalten
- B 39** V. Lauter-Pasyuk et al.; Institut Laue-Langevin
Peculiar off-specular neutron scattering from islands on a lamellar film
- B 40** J. Merta et al.; GKSS Forschungszentrum
The structure of the mixed micelles of rosinate and alkanoates and their complexes with cationic starch
- B 41** M. Mihailescu et al.; Forschungszentrum Jülich
Dynamics of microemulsions with polymeric cosurfactant
- B 42** M. Müller et al.; Universität Kiel
Sind alle ungeordneten Bereiche in natürlicher Zellulose von gleicher Art?
- B 43** P. Müller-Buschbaum et al.; Technische Universität München
Ultra-thin polymer films examined with grazing incidence small angle scattering
- B 44** V. Pipich et al.; Forschungszentrum Jülich
Formation of a microemulsion phase in a ternary polymer blend - a SANS study
- B 45** P. Pranzas et al.; GKSS Forschungszentrum
Kleinwinkelstreuungs-Untersuchungen zur Charakterisierung von Polymermembranen
- B 46** W. Pyckhout-Hintzen et al.; Forschungszentrum Jülich
The length scale dependence of strain in networks by SANS
- B 47** W. Schmidt et al.; Forschungszentrum Jülich
Inelastic neutron scattering in amorphous systems at low momentum transfer
- B 48** R. Steitz et al.; Technische Universität Berlin
Surfactant adsorption to thin polymer-coatings as studied by neutron reflectometry
- B 49** J. Stellbrink et al.; Forschungszentrum Jülich
Partial structure factors in star polymer/colloid mixtures
- B 50** J. Stellbrink et al.; Forschungszentrum Jülich
Self and collective dynamics of ordered star polymer solutions
- B 51** S. Vass et al.; KFKI Atomic Energy Research Institute Budapest
Sequence-dependent hydration properties of ionic ABA and BAB triblock copolymer micelles from SANS
- B 52** L. Willner et al.; Forschungszentrum Jülich
Bestimmung der Austauschkinetik von PEP-PEO Blockcopolymer-Mizellen mittels zeitaufgelöster NKWS
- B 53** J. Zipfel et al.; Institut Laue-Langevin
Zeitaufgelöste SANS-Messungen zum scherinduzierten Lamellen-zu-Vesikel Übergang bei lyotropen lamellaren Phasen
- B 54** R. Zorn et al.; Forschungszentrum Jülich
Inelastische Neutronenstreuungsexperimente zur Glasdynamik in eingeschränkter Geometrie

Materialforschung- und Werkstofftechnik

- B 55** H.-G. Brokmeier; Technische Universität Clausthal
Einfluß von Verformung und Wärmebehandlung auf die Gußtextur von γ -TiAl
- B 56** H.-G. Brokmeier et al.; Technische Universität Clausthal
Zerstörungsfreie Texturanalyse von Matrix und Ausscheidungen einer AlCaZn Legierung
- B 57** F. Frey et al.; LMU München
Neutronenbeugungsuntersuchungen bis 1000°C an dekadonalen Quasikristallen
- B 58** R. Gilles et al.; Technische Universität Darmstadt
 γ -Precipitates dissolution in Ni-base superalloy: in situ SANS investigation
- B 59** F. Häußler et al.; Universität Leipzig
SANS-Untersuchungen zu Veränderungen in der Nanostruktur von hydratisierendem Tricalciumsilicat
- B 60** W. Hoyer et al.; Technische Universität Chemnitz
Studium der Phasenseparation an geschmolzenen Ga-Tl Legierungen mit Neutronenstreuung
- B 61** E. Jansen et al.; Universität Bonn
Texturen experimentell verformter Hämatiterze mit Magnetit und Wüstit
- B 62** A. Meyer et al.; Technische Universität München
Relaxation and diffusion in glass-forming metallic liquids
- B 63** W. Schweika et al.; Forschungszentrum Jülich
Phasonen in icosaedrischen AlPdMn Quasikristallen
- B 64** P. Staron et al.; GKSS Forschungszentrum
SANS-Untersuchung zur Ausscheidungshärtung von zweiphasigen γ -TiAl-Legierungen
- B 65** A. Ulbricht et al.; Forschungszentrum Rossendorf
Strukturuntersuchungen an bestrahlten russischen Reaktordruckbehälterstählen mit Neutronenkleinwinkelstreuung
- B 66** K. Ullemeyer et al.; Universität Freiburg
Modellierung elastischer Gesteinseigenschaften aus den Mineraltexturen und Vergleich mit experimentellen Ergebnissen

Hauptvorträge
H1 – H13



REFLECTIVITY AND OFF-SPECULAR SCATTERING OF NEUTRONS FROM MAGNETIC THIN FILMS

E. Kentzinger, U. Rücker, B. Toperverg and Th. Brückel

Institut für Festkörperforschung - Streumethoden

Forschungszentrum Jülich

52425 Jülich

E-mail: e.kentzinger@fz-juelich.de

The research on magnetic thin films is currently driven by their applications in the nanotechnology area, for example as magnetic field sensors and devices for information storage. Neutron scattering has helped a lot to determine magnetic structures, phase transitions and magnetic excitations in bulk materials. In the field of thin film magnetism, polarized neutron reflectometry (PNR) showed to be a very powerful tool to determine the norm and direction of the in-plane net magnetization in each magnetic layer. Examples of such studies performed during the last ten years will be presented.

Off-specular scattering of polarized neutrons is particularly suitable to determine the size of the magnetic domains and the magnetic roughness at the interfaces, quantities that certainly influence the magneto-electronic properties of a thin film device. As a matter of fact, contrarily to PNR, the information obtained with off-specular scattering is not averaged over the in-plane coordinates. Its theoretical description was, however, only very recently developed. Simulations and examples of the few off-specular experimental studies performed up to now will be discussed.

Magnetic Neutron Scattering Under Extreme Conditions: User program at HMI

K. Prokes

Hahn-Meitner-Institute, SF-2, Glienickerstr. 100, Berlin, Germany

There is a rich variety of materials exhibiting various magnetic phenomena as a function of magnetic field, temperature and/or pressure. Generally, it is difficult to combine high magnetic field, low temperature and pressure devices at the same time. Although bulk magnetic measurements can provide important information regarding the magnetic state of the material under study, it is always advantageous and sometimes even necessary to investigate the system on a microscopic scale by means of neutron scattering. This represents even more challenging task. To produce high magnetic fields in connection with neutrons, pulse magnets are often used. However, when magnetic-history phenomena are important or if the magnetic field is to be combined with very low temperatures or pressure device a steady magnetic field is an obvious choice. It is difficult to achieve steady fields exceeding 12 T mainly due to necessity to use split-pair coil design in order to have free access for the incoming and scattered neutron beams.

In this contribution we compare, after introduction to neutron scattering on magnetic materials, various experimental set-ups around the world and we report on experimental results obtained with a split-pair 14.5 T superconducting magnet used for user program at HMI. This magnet can be combined with dilution stick offering temperatures as low as 30 mK or with a small clamped-type pressure cell which offers pressure up to 1.0 GPa. We also discuss further possible improvements including a rather simple method based on Dy-booster placed into the 14.5 T coil that provides 2.5 T enhancement. This leads to a maximum magnetic field of 17 T at the sample position, the world's highest steady magnetic field available for neutron-scattering community.

QUASIELASTISCHE NEUTRONENSTREUUNG ZUR CHARAKTERISIERUNG SPEZIELLER IONENLEITENDER SYSTEME

D. Wilmer

*Westfälische Wilhelms-Universität
Institut für Physikalische Chemie
Schlossplatz 4/7, 48149 Münster
email: wilmer@uni-muenster.de*

Als ionenleitende Rotorphasen bezeichnet man die Hochtemperaturphasen einiger fester kristalliner Materialien mit mehratomigen Anionen wie SO_4^{2-} oder PO_4^{3-} , in denen hohe Kationenleitfähigkeit neben dynamischer Rotationsfehlordnung der Anionen vorliegt. Seit mehr als zehn Jahren wird kontrovers diskutiert, ob und in welcher Weise der Transport der Kationen durch dynamische Kopplung an die Anionenrotation gefördert wird.

In diesem Beitrag wird zunächst anhand der Hochtemperaturphase des Natriumphosphats aufgezeigt, wie durch quasielastische Neutronenstreuexperimente die Details des räumlichen und zeitlichen Ablaufs des Natriumionen-Transports und der Phosphat-Reorientierung ermittelt werden konnten.

Die Elementarschritte der Anionen-Reorientierung laufen im Pikosekundenbereich ab. Die die Bewegung charakterisierende Zeitkonstante ist streng Arrhenius-aktiviert; die Aktivierungsenergie beträgt 0.184 eV. Der Vergleich der am Flugzeitspektrometer NEAT erhaltenen Messdaten mit den Vorhersagen eigener Modellrechnungen für die kohärente quasielastische Sauerstoffstreuung zeigt, dass jeweils nur drei der vier Sauerstoffatome pro Anion auf einer Kreisbahn rotieren. In diesen Experimenten wurde bei einer Energieauflösung von $100 \mu\text{eV}$ FWHM und darüber neben der quasielastischen Streuung auch ein elastischer Anteil detektiert, der auf inkohärente Na-Streuung zurückgeführt wurde.

Durch neue hochauflösende Experimente am Rückstreuспекrometer IN16 wird diese Annahme voll bestätigt: bei $1 \mu\text{eV}$ FWHM wird die jetzt quasielastisch erscheinende Streuung eindeutig von der Na-Diffusion verursacht. Der Verlauf der Q -abhängigen Linienbreite kann problemlos mit dem Modell von Chudley und Elliott angepasst werden. Es ergibt sich eine Sprunglänge von 3.8 \AA ; dies lässt darauf schließen, dass beim langreichweitigen Transport der Na-Ionen in der Hochtemperaturphase von Na_3PO_4 bevorzugt Sprünge zwischen Tetraederplätzen ausgeführt werden. Die typischen Wartezeiten zwischen Kationensprüngen liegen im Nanosekundenbereich; mit 0.63 eV ist die Aktivierungsenergie deutlich größer als der aus Leitfähigkeitsdaten bestimmte Wert von 0.42 eV.

Während sich für Na_3PO_4 die Linienbreiten der Anionenreorientierung und des Kationentransports um mehr als zwei Dekaden unterscheiden, zeigen Flugzeitexperimente an den Hochtemperaturphasen von Li_2SO_4 und LiNaSO_4 quasielastische Verbreiterungen, die Anteile sowohl der Kationendiffusion als auch der Anionenreorientierung enthalten und aus diesem Grund schwieriger zu deuten sind.

Wissenschaftliche Perspektiven der ESS

D. Richter
Institut für Festkörperforschung
Forschungszentrum Jülich
D-52425 Jülich, Germany
Email: d.richter@fz-juelich.de

Die Europäische Spallationsquelle (ESS) ist eine dritte Generation Neutronenquelle mit einer Strahlleistung im Megawatt Bereich, die für viele Klassen von Experimenten neue Perspektiven jenseits heutiger Hochflussreaktoren eröffnen wird. In meinem Vortrag werde ich zunächst auf den Status des ESS Projekts eingehen. Dabei werde ich die verschiedenen Beschleunigeroptionen diskutieren und insbesondere die beiden Optionen einer Multipurpose Facility (CONCERT Projekt) und einer stand alone Lösung gegenüberstellen. Ich werde die Perspektiven des Projekts erläutern und die Zeithorizonte diskutieren.

Die Definition der ESS wird auf der Basis der wissenschaftlichen Notwendigkeiten in den verschiedenen Feldern der Neutronenforschung erfolgen. Ich werde über den Stand der Diskussion berichten und mögliche Szenarien darstellen.

INSTRUMENTIERUNG ESS: DER WEG ZU HOHEN STRAHLINTENSITÄTEN

F. Mezei
Hahn – Meitner – Institut
D-14109, Berlin, und
Los Alamos National Laboratory
Los Alamos, NM 87545, USA

An einer kontinuierlichen Neutronenquelle kommt nach Monochromatisierung, abhängig von der Art von Anwendung, zwischen etwa 0.01 % und 20 % des erzeugten thermischen oder kalten Neutronenspektrums an der Probe an. Beispiele für die beiden Extremen sind Rückstreuungsspektroskopie und Kleinwinkelstreuung (KWS). An der am besten entwickelten gepulsten Quelle, ISIS, ist der Spitzenfluß zwar etwa gleich mit dem kontinuierlichen Fluß des ILL, der zeitgemittelte Fluß ist kleiner als 0.5 % davon. Das heißt, daß man in Anwendungen wie KWS am ISIS höchstens etwa 2.5 % der Strahlintensität des ILL an der Probe erreichen kann. Dabei wird es klar, daß die geplante 30-fache Erhöhung der Beschleunigerleistung am ESS allein von weitem nicht ausreicht, das ESS in allen wichtigen Anwendungen den heute existierenden Neutronenquellen überlegend zu machen. Dazu müssen auch neue Ansätze in der Gestaltung der Quelle und Instrumentierung entwickelt werden.

Da Leistungsgrenzen der Beschleunigertechnologie und Targetmaterialien es nicht erlauben, die Protonenzahl in kurzen Pulsen (um μ s Länge) weiter zu erhöhen, führt der Weg zu höheren Strahlintensitäten über die Verbesserung der Neutronenausbeute per Proton und die Erhöhung der Protonenzahl pro Puls durch die Anwendung von langen Pulsen (um ms Länge). Höhere Ausbeute kann durch die Anwendung von sogenannten gekoppelten Neutronenmoderatoren erreicht werden. Dieses ist zum erstenmal am Lujan Center in Los Alamos realisiert worden, wobei eine 5 bis 7-fache Intensitätserhöhung konnte nachgewiesen werden. (ISIS wird der Aufbau dieses neuen Ansatzes an einer zweiten Targetstation ab 2005 angestrebt.). Die rms Pulslänge dieser Moderatoren ist in der Gegend von 0.3 – 0.7 ms mit wesentlichen Neutronenintensitäten bis zu 2 – 4 ms. Die Erweiterung der Protonenpulslänge zu 2 – 2.5 ms erlaubt eine weitere 3 – 5-fache Flußverbesserung per Puls. Selbstverständlich, für die Nutzung dieser langen Neutronenpulsen mit vielfacher Intensität müssen auch neue Instrumentierungsansätze entwickelt werden, die man sich als eine Kombination heutiger Reaktor- und Spallationsmethoden vorstellen kann. Verschiedene Prototypen sind schon in Planung, Bau oder Testbetrieb am HMI, Budapest, FZJ, ILL und Los Alamos.

Pixel Power

Uschi Steigenberger
ISIS Facility
Rutherford Appleton Laboratory
Chilton, Didcot, Oxfordshire OX11 0QX, UK
E-mail:U.Steigenberger@rl.ac.uk

Die Entwicklung von großflächigen positionsempfindlichen Detektoren zusammen mit der Anwendung von Flugzeitmesstechniken erlaubt qualitative und quantitative Fortschritte in der Instrumentierung für Neutronenexperimente.

An der britischen Spallationsquelle ISIS werden zunehmend solche großflächige positionsempfindliche Detektoren eingesetzt, zum Beispiel an dem neuen Materialdiffraktometer GEM und dem Chopper Instrument MAPS, das für Einkristallspektroskopie optimiert ist.

Die neuen Technologien und Meßtechniken werden vorgestellt und ihr Einfluß an Hand aktueller Experimente diskutiert.

Instrumente und Wissenschaft am FRM-II

Peter Böni

Physik-Department E21 der Technischen Universität München

85748 Garching, Germany

email: peter.boeni@ph.tum.de

Mit der geplanten Inbetriebnahme des FRM-II im Jahr 2001 wird Deutschland über eine der weltweit intensivsten Neutronenquellen verfügen. Kombiniert mit dem consequenten Einsatz von modernen neutronenoptischen und mechanischen Komponenten wird erwartet, dass der nutzbare Fluss für Neutronenstreuexperimente wesentlich höher sein wird als an bestehenden internationalen Forschungszentren. In einem Überblick sollen generelle Aspekte der Instrumentierung präsentiert werden, insbesondere im Hinblick auf die erreichbaren Energie- und Impulsüberträge und den daraus resultierenden Anwendungen in Wissenschaft und Forschung.

THE MILLENNIUM PROGRAMME AT ILL

C.J. Carlile
Institut Laue-Langevin
6 rue Jules Horowitz, BP 156
38042 Grenoble Cedex 9
France
E-mail: carlile@ill.fr

The rebuild of the ILL reactor from 1991 – 1995 was a great achievement, laying the foundation for a further 25 years operation. However the depletion of the ILL's financial resources affected the instrument upgrade programme such that technical advances, often first demonstrated at ILL, could not be capitalised upon. The Millennium Programme therefore represents an initiative to set in place a continuous programme of instrument and infrastructural renewal which will fully utilise the potential of its 58 MW high flux reactor. Five instrument projects are currently underway with three more to be started in 2001. 2001 also will see the start of the rebuild of two neutron guides – each 25 years old. The opportunity for users of ILL to suggest and to participate in future projects will be emphasised.

Untersuchung der Struktur und der Dynamik von Proteinen mit Hilfe der Neutronenstreuung

Fritz G. Parak, Andreas Ostermann, Niklas Engler, Ichiro Tanaka,
Nobuo Niimura

*Physik - Department E17 der TUM, Garching, Deutschland und Advanced Science
Research Center JAERI, Tokai-mura, Japan
E-mail: Fritz.Parak@ph.tum.de*

Architektur und Dynamik von Proteinen sind für die Funktion dieser Moleküle von entscheidender Bedeutung. Eine wesentliche Rolle bei der Strukturstabilisierung spielen die Wasserstoff-Brücken. In zahlreichen Proteinen ist die Flexibilität mit der Hydrathülle eng korreliert. Für ein genaueres Verständnis der Struktur und Dynamik von Proteinen ist daher die Kenntnis der Positionen der Wasserstoffatome von großer Bedeutung. Die Neutronenstrukturbestimmung ist hier unverzichtbar, trotz großer Erfolge der Röntgenstrukturbestimmung mit Synchrotronstrahlung.

Am Neutronen - Diffraktometer BIX3 bei JAERI [1] wurde die Struktur von Metmyoglobin mit einer Auflösung von 1.5 Å bestimmt. Dabei wurden 88.6% der möglichen Reflexe vermessen. Die benutzte Wellenlänge war 2.35 Å mit $\Delta\lambda/\lambda = 4\%$. Die Kristalle (Raumgruppe $P2_1$) lagen mehrere Jahre im deuterierten Puffer. Die hohe Auflösung der Messung erlaubte die Einbeziehung zahlreicher H und D Koordinaten im Protein und im Wasser in das „Refinement“. Das Ausmaß des H/D Austausches in den verschiedenen Bereichen des Moleküls erlaubte Rückschlüsse auf die unterschiedliche Flexibilität innerhalb des Moleküls. Die Bestimmung von individuellen B-Faktoren, auch für H und D Atome, lieferte weitere Information zur Strukturfluktuation innerhalb des Moleküls.

[1] N. Niimura, Curr. Opin. Struct. Biol. (1999), 9: 602 – 608

INELASTIC NEUTRON SCATTERING STUDIES OF POLYMERIC FULLERIDES

H. Schober, B. Renker, R. Heid, A. Soldatov

Institut Laue Langevin, Grenoble (France)

Fullerenes form crystalline structures with the molecules spinning almost unhindered at high temperatures. Compared to the stiffness of the cages the inter-molecular bonding is weak making fullerenes close-to-ideal representatives of molecular crystals. Fullerenes have a strong tendency to undergo solid state chemical reactions provided these are catalysed by appropriate conditions - like exposure to light, high pressure at elevated temperatures or doping with an appropriate amount of alkali ions (AC_{60} , $A = K, Rb, \text{ and } Cs$, RbC_{70}). The reactions lead to a large variety of polymer topologies. When networks form through the covalent bonding, the molecular crystal character breaks down leaving strong signatures in the spectra. These signatures enable us to monitor the network formation in real time by inelastic neutron scattering (INS) [1-6]. Combined with lattice dynamical calculations the INS experiments yield valuable information on the bond types and bond topologies in the networks. While many systems show a simple activated behaviour upon formation or break-up, some systems (e.g. RbC_{60}) pass through a stage of phase separation [1] featuring coexistence of monomer and polymer regions. A particularly interesting result is the spectroscopic identification of network formation in doped fullerene systems [7].

[1] H.Schober et al., Phys. Rev. B 56, 5937 (1997)

[2] B.Renker et al., Solid State Comm. 104, 527 (1997)

[3] H.Schober and B.Renker, Solid State Comm. 104, 609 (1997)

[4] H.Schober and B.Renker, Solid State Comm. 106, 581 (1998)

[5] B.Renker, et al. Solid State Comm. 109, 423 (1999)

[6] H.Schober et al. Phys. Rev. B, 60, 998 (1999)

[7] S.Lebedkin, et al. Appl. Phys. A 66, 273 (1998)

Kettendynamik in Polymerschmelzen: Grenzen des Reptationsmodells

A. Wischnewski¹, D. Richter¹, M. Monkenbusch¹, L. Willner¹, B. Farago², G. Ehlers²

¹Institut für Neutronenstreuung, Forschungszentrum Jülich, Deutschland

²Institut Laue Langevin, Grenoble, France

Das Rouse-Modell liefert eine sehr gute Beschreibung der Brown'schen Dynamik kurzer Polymerketten in der Schmelze, die Relaxation thermisch angeregter Fluktuationen wird hier durch ein Gleichgewicht von entropischen und viskosen Kräften bestimmt. Für längere Ketten kommt es zu Verschlaufungen, die zu einer deutlichen Verlangsamung der Relaxationen und damit zu signifikanten Abweichungen vom Rouseverhalten führen. Das erfolgreichste Modell zur Beschreibung dieser Dynamik ist das Reptationsmodell von DeGennes, das eine virtuelle Röhre um jede Kette postuliert, die von den topologischen Beschränkungen durch die anderen Ketten herrührt. Die Messung der langsamen Kettendynamik in Form des Einzelkettenstrukturfaktors erfordert höchste Energieauflösung und gelingt mit Hilfe der Neutronenspin-echo (NSE)-Spektroskopie. In dem Vortrag wird eine Reihe neuer NSE-Messungen an Polyethylenschmelzen vorgestellt die eine systematische Untersuchung der Reptationsdynamik in Abhängigkeit von der Kettenlänge erlauben. Die Ergebnisse bestätigen das Reptationsmodell im Grenzfall sehr langer Ketten, zeigen aber ein erstaunlich plötzliches Versagen bei einer kritischen Kettenlänge. Dieses Verhalten wurde von Kavassalis und Noolandi unter Verwendung geometrischer Relationen vorhergesagt. Am NSE-Spektrometer in Jülich ist es erstmals gelungen, den Übergang von der Rouse- zur Reptationsdynamik auch direkt in der mittleren quadratischen Auslenkung der Atome mittels inkohärenter NSE zu messen.

Chain dynamics in polyethylene and polybutadiene melts: molecular dynamics simulations compared to neutron scattering experiments

W. Paul¹, G. D. Smith², S. Krushev¹

¹*Institut für Physik, Johannes-Gutenberg Universität,
55099 Mainz*

²*Department of Materials Science and Engineering and of Chemical Engineering
and Fuels Engineering, University of Utah,
Salt Lake City, Utah 84112*

Atomistic molecular dynamics simulations employing carefully calibrated force fields are by now able to reproduce experiments on static and dynamic properties of polymer melts quantitatively. This opens up new possibilities in using the combined information from experiment and simulation to obtain deeper insight into the specific molecular motions underlying relaxation processes in polymer melts. The melt dynamics of short, untangled chains is traditionally, and very successfully described by the Rouse model describing a chain as a set of phantom particles connected by entropic springs. These chains diffusively explore the configuration space of a random walk. Deviations from this picture are expected and observed on short length scales, i.e., for large momentum transfers due to local stiffness effects. However, depending on the specific chemistry, there are also deviations observable in the small momentum transfer range. From the experimental side they have been attributed to additional internal dissipation effects due to the dihedral barriers along the chain, whereas the simulations have put a stronger emphasis on the intermolecular interactions leading to a subdiffusive motion of the center of mass of the chains for times smaller than the Rouse time and in general to a motion violating the dynamic Gaussian assumption on time scales smaller than the Rouse time. We will compare these two interpretations in the light of new simulations of polybutadiene with and without dihedral potentials.

Neutron Strain Scanning for Materials Engineering

Prof. P.J. Withers
*Unit for Stress & Damage Characterisation
Manchester Materials Science Centre
Universities of Manchester & UMIST
Grosvenor St
Manchester, UK
philip.withers@man.ac.uk*

Large scale facilities have been providing important information for physicists and chemists for many decades. Recently materials scientists and engineers have begun to exploit such facilities. Highly penetrating neutron beams provide the materials scientist with a means of obtaining information about the state of stress and damage deep within materials. In this talk the basis of stress measurement by strain scanning will be introduced and illustrated with a number of case studies.

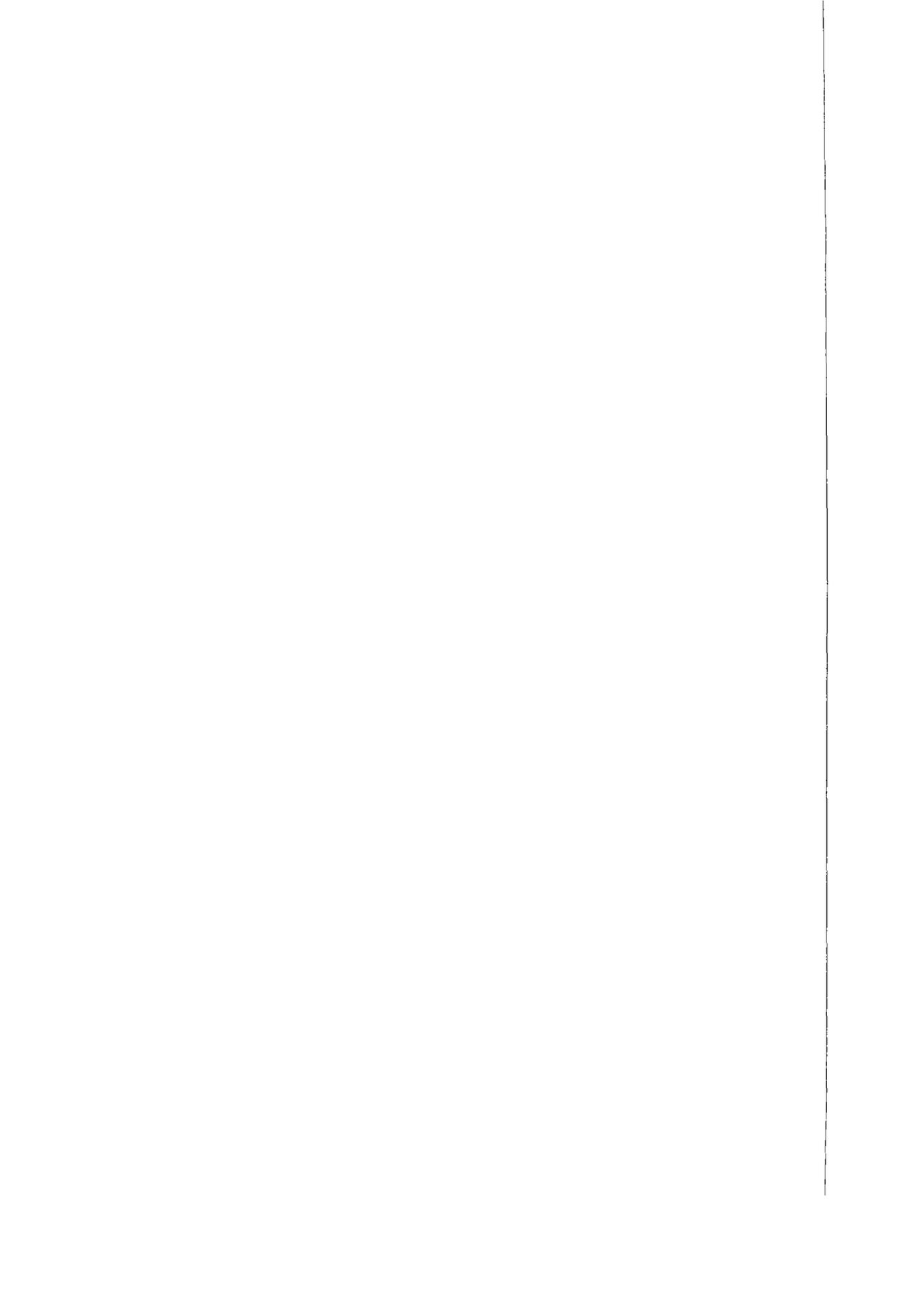
The method can provide information for the designer of new materials, such as for the design of metal matrix composites, as illustrated by an examination of load sharing in Ti/SiC composites. It is finding increasing application for the design of novel components, such as a composite integrally bladed ring structure for aeroengines. In this case penetration of 10mm is needed to locate and observe the fibre reinforcement. It is being used to accelerate the introduction of new joining processes and to estimate the lifetime of new products. For example, recent work on the generation of residual stresses during inertia welding of disc assemblies and the subsequent definition of post weld heat treatments to reduce dangerously high stress levels. Strain scanning is also being used to develop validated finite element models which can be used for process optimization. Finally, a comparison of the capabilities with synchrotron strain scanning will be made.

Finally the use of neutron small angle scattering to assess and map the extent of creep cavitation damage will be illustrated through a study of a pressure vessel steel which had been subjected to residual stresses at high temperatures over its operating lifetime.

including; mapping the stresses fibre by fibre in continuous fibre composites during loading, whilst simultaneously charting the evolution of damage, residual stress and distortion in welding, and strategies for crack management in power plant,

The future opportunities for engineering measurements across Europe will be examined with new instruments being built at ISIS, ILL and Berlin, and the need for engineering centres to increase the range of applications which can be studied will be explored.

Kurzvorträge
V1 – V21



Magnetic domains in Fe/Cr multilayers

V.Lauter-Pasyuk^{1,2}, H.J.Lauter³, B.Toperverg^{4,5}, O.Nikonov^{2,3}, E.Kravtsov⁶, V.Ustinov⁶

¹ TU München, Physik Department, D-85747 Garching, Germany, vlauter@ill.fr

² Joint Institute for Nuclear Research, 141980 Dubna, Moscow Region, Russia

³ Institut Laue Langevin, B.P.156, F-38042, Grenoble Cedex 9, France

⁴ PNPI, 188450, Gatchina, St. Petersburg, Russia

⁵ IFF, Forschungszentrum Jülich, D-524257 Jülich, Germany

Institute of Metal Physics, 62019 Ekaterinburg, Russia

The off-specular and specular intensities of a $[\text{Cr}(9\text{\AA})/\text{Fe}(68\text{\AA})]_{\times 12}$ multilayer grown with MBE have been fitted with a magnetic domain model in the DMBA. The features in fig.a – pure off-specular spin-flip Bragg-sheet intensity distribution through half order Bragg-positions, pure specular scattering on the full order Bragg positions and the events along the due to spin-flip asymmetric Yoneda lines - could be modeled in fig.b with magnetic domains being ordered throughout the multilayer stack. The off-specular intensity and the critical intensity cut-off at the Yoneda lines are functions of the direction of the magnetization vector the Fe-layers. The magnetization vectors turn from a nearly antiferromagnetic structure in subsequent Fe-layers towards a parallel alignment with increasing external field. Using a sample showing additional interface roughness scattering allows discussing the relative influence of “interface roughness” and “domain walls” on the GMR effect.

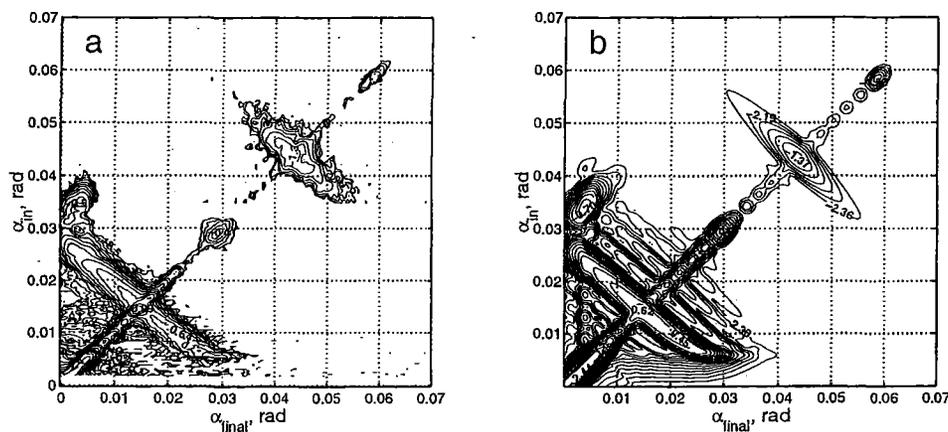


Figure: Experimental (a) and theoretical (b) intensity contour maps of off-specular spin-flipped and specular non-spin flipped neutrons from a Fe/Cr multilayer. The numbers correspond to a log-scale. α_i and α_f are the angles of the incoming and scattered neutron beam, respectively.

[1] V.Lauter-Pasyuk, et.al. Physica B 283 (2000) 194

Spin Dynamics and Orbital State in LaTiO_3 and YTiO_3

C. Ulrich¹, H. He¹, J.W. Lynn², A. Ivanov³, G. Khaliullin¹, M. Ohl^{3,4}, Y. Taguchi⁵,
Y. Tokura⁵, and B. Keimer¹

¹*Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, 70569 Stuttgart, Germany*

²*NIST, Center for Neutron Research, National Institute of Standards and Technology,
Gaithersburg, Maryland 20899, U.S.A.*

³*Institut Laue-Langevin, 156X, 38042 Grenoble Cedex 9, France*

⁴*Forschungszentrum Jülich GmbH, 52425 Jülich, Germany*

⁵*Department of Applied Physics, University of Tokyo, Tokyo 113, Japan*

Transition metal oxides with the perovskite structure display a large variety of unusual properties such as high temperature superconductivity or colossal magnetoresistance. In layered cuprates like $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_{4+\delta}$ the transition from a $3d^9$ antiferromagnetic (AF) insulator at $x = \delta = 0$ to an unconventional metallic and superconducting state with increasing hole concentration has received an enormous amount of attention. The motivation for this work was to establish a comparison of the evolution of the spin correlations with doping in the non-superconducting LaTiO_3 system with those in the high temperature superconductors. $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_{3+\delta}$ undergoes a similar transition from a $3d^1$ AF insulator to a metallic state upon doping. We have therefore studied the spin wave dispersion relation of the AF Mott-Hubbard insulator LaTiO_3 and of ferromagnetic YTiO_3 by single crystal inelastic neutron scattering. It has turned out, however, that the orbital degrees of freedom (which are quenched in the layered cuprates) give rise to fascinating physics in the titanates. The almost completely isotropic spin wave spectrum we measured in LaTiO_3 [1] is inconsistent with a conventional scenario in which the orbital degrees of freedom order at high temperature and lock in the exchange interactions according to which the system orders magnetically at low temperatures. Rather, the data point towards an unusual ground state with strong orbital quantum fluctuations even at $T = 0$ K [1,2]. The spin wave spectrum of YTiO_3 on the other hand shows that it is a ferromagnetic orbitally ordered system. The microscopic origin of these disparate ground states will be discussed, and the data on the titanates will be compared to analogous data on the $3d^2$ systems LaVO_3 and YVO_3 [3].

References:

- [1] B. Keimer, D. Casa, A. Ivanov, J.W. Lynn, M.v. Zimmermann, J.P. Hill, D. Gibbs, Y. Taguchi, and Y. Tokura, *Phys. Rev. Lett.* **85**, 3946 (2000).
- [2] G. Khaliullin and S. Maekawa, *Phys. Rev. Lett.* **85**, 3950 (2000).
- [3] C. Ulrich, et al., unpublished.

Magnetism of ultrathin Ho film and tuning of exchange coupling in Ho/Y superlattices with hydrogen

Vincent Leiner, Danielle Labergerie, Hartmut Zabel
Experimentalphysik/Festkörperphysik
Ruhr-Universität Bochum, 44780 Bochum

The magnetic properties of rare earth metals can be described by localised 4f magnetic moments which are coupled via the 5d and 6s-6p conduction electrons through the RKKY mechanism. Ho exhibits an incommensurate spin helix below the Néel temperature $T_N = 131.5\text{K}$. Scaling effects of the critical temperature become most interesting when the film thickness and the helix periodicity are on the same order of magnitude. We have investigated the magnetic order in thin Ho films of thicknesses 343\AA , 100\AA , and 46\AA . For the thinnest Ho film studied so far via neutron scattering, the $(00.0 + \tau)$ peak still exhibits enough intensity at 10K to determine the phase transition. The Néel temperature for this film is 109K , which is about 23K below the bulk value. This is probably the thinnest film for which a phase transition has ever been measured with neutron scattering methods.

Ho/Y superlattices have extensively been studied in the past as concerns their phase transition and the propagation of the magnetic spiral through the Y spacer layer. The interlayer coupling between adjacent Ho layers is mediated by the RKKY interaction, supported by the nesting feature of the Y Fermi surface in the c-direction. Hydrogen in Y has been used for optical switching between the metallic reflecting YH_2 and a transparent YH_3 phase, signalling a metal-insulator transition. We have investigated the magnetism and hydrogen uptake of a $[\text{Ho}(77\text{\AA})/\text{Y}(52\text{\AA})] \times 30$ superlattice. We have taken reciprocal space maps of the Ho/Y superlattice before and after exposure to hydrogen. Before hydrogen exposure, the magnetic satellite peak τ is visible, convoluted with the satellite peaks from the chemical period. After hydrogen exposure the splitting of the magnetic τ peak vanishes. This strongly indicates that the magnetic correlation among the Ho layers is lifted and that the Ho layers scatter independently as isolated magnetic films without propagation of the magnetic spiral from one Ho layer to the next. In both cases before and after hydrogen loading the Néel temperature is about 118K , in good agreement with the scaling of the Néel temperature for thin Ho films. These experiments show that hydrogen preferentially occupy the Y spacer layers and magnetically decouple the Ho layers, ascribed to a depletion of the Y density of states at the Fermi surface by opening a new hydrogen derived band below the 4d5s Y-band.

Brennendes Eis

Struktur und Dynamik von Methanhydrat

C. Gutt¹, J. Baumert¹, W. Press¹, J.S. Tse², A. Hüller³, G. Bohrmann⁴, J. Greinert⁴, S.Janssen⁵

¹ *Institut für Experimentelle und Angewandte Physik, Universität Kiel, Leibnizstr. 17, Kiel*

² *National Research Council, Ottawa, Canada*

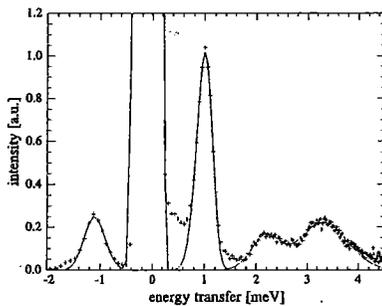
³ *Institut für Theoretische Physik, Universität Erlangen Nürnberg*

⁴ *GEOMAR Universität Kiel* ⁵ *Paul Scherrer Institut, Schweiz*

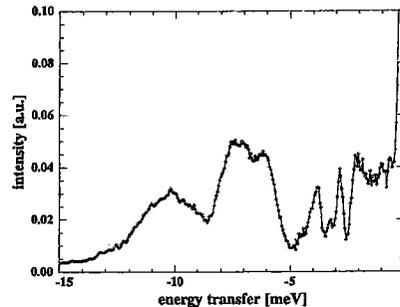
email: gutt@physik.uni-kiel.de

Methanhydrat ist eine eisartige Einschlussverbindung, in der Methanmoleküle in Käfigen, gebildet aus H₂O Molekülen, gefangen sind. Neben "normalem" Eis gehört Methanhydrat aufgrund der immensen natürlichen Vorkommen in den Weltmeeren in Wassertiefen von 300m-1000m und in arktischen Permafrostböden [1] zu den häufigsten molekularen Festkörpern auf der Erde.

Die Physik von Methanhydrat ist dabei erstaunlich vielfältig von fast freien Rotationen der gefangenen Methanmoleküle bei niedrigen Temperaturen bis zur Kopplung von Gast und Gittervibrationen, die für die niedrige und glasartige Wärmeleitfähigkeit der Hydrate verantwortlich ist.



INS Spektrum der fast freien Rotationsanregungen von CH₄ in natürlichem Methanhydrat (CH₄ 5.75 H₂O) bei T=5K [2],[3] (IN5, ILL). Zu sehen sind die J=0-1, 1-2 und 0-2 Übergänge eines fast freien Methanrotors.



INS Spektrum von Xe-Hydrat (Xe 5.75 H₂O). Die Peaks bei 1.95, 2.98 und 3.95 meV entstehen durch die Translationsdynamik des H₂O Gitters und zeigen deutlich die Kopplung zwischen Gast und Gittervibrationen (FOCUS, PSI).

[1] D. Sloan, Clathrate Hydrates of Natural Gases, Marcel Bekker Inc., New York (1990)

[2] C. Gutt, B. Asmussen, W. Press, J.S. Tse, Y.P. Handa, M.R. Johnson, J. Chem. Phys. 113, 4713 (2000)

[3] C. Gutt, B. Asmussen, W. Press, C. Merkl, H. Casalta, G. Bohrmann, J. Greinert, J.S. Tse and A. Hüller, Euro. Phys. Lett. 48, 269 (1999)

Thermisch induzierte Wanderung des Protons in einer sehr starken N–H–O Wasserstoffbrücke beobachtet mit temperaturvariabler Neutronendiffraktion

T. Steiner¹, C. C. Wilson² und I. Majerz³

¹ *Institut für Chemie – Kristallographie, Freie Universität Berlin
Takustr. 6, 14195 Berlin. E-mail: steiner@chemie.fu-berlin.de*

² *ISIS Facility, CLRC Rutherford-Appleton Laboratory, Didcot, UK*

³ *Faculty of Chemistry, University of Wrocław, Poland*

Starke Wasserstoffbrücken der Typen N–H...O und O–H...N spielen in zahlreichen chemischen und enzymatischen Reaktionen wichtige Rollen, bei denen Protonentransfer $O-H\cdots N \leftrightarrow O\cdots H-N^+$ beteiligt ist.^[1] Über lange und stark unsymmetrische Brücken dieser Art, bei denen das H-Atom viel näher an einem der beiden O/N-Atome lokalisiert ist, gibt es bereits umfangreiche Strukturinformation.^[2] Anders als bei homonuklearen H-Brücken sind aber kurze heteronukleare Brücken nur schwer herzustellen, und auch unsere kürzliche Neutronendiffraktionsstudie der bislang kürzesten O–H...N Brücke zeigte noch eine deutlich unsymmetrische Geometrie.^[3] Ob der zentrierte Fall N–H–O überhaupt stabil existieren kann, war bisher strittig. Nun ist uns erstmals gelungen, eine solche zentrierte N–H–O Brücke herzustellen und mit Neutronendiffraktion zu charakterisieren.

Als Modellsubstanz verwenden wir das Addukt 1:1 Pentachlorophenol*4-Methylpyridin. Wir bestimmten die Neutronenkristallstruktur bei acht Temperaturen im Bereich 20 bis 200 K (Flugzeit-Laue-Diffraktometer SXD an der ISIS Spallationsquelle, Kristallvolumen 22 mm³, Meßzeit ein Tag pro Datensatz). Zu unserer Überraschung beobachteten wir eine systematische Wanderung der Protonenposition mit sinkender Temperatur über eine Distanz von über 0.1 Å von einer Lage näher an O zu einer näher an N hin. Die zentrierte Position wird bei einer Temperatur etwas unter 100 K durchlaufen [100 K: O–H = 1.258(8), H...N = 1.264(8) Å]. Damit ist nicht nur die Frage nach der grundsätzlichen Existenz der zentrierten O–H–N Brücke positiv beantwortet, sondern wir konnten auch durch Kombination mit anderen Strukturen ein vollständiges Bild der O–H / H–N bzw. O–H / O...N Abstandskorrelation aufstellen.

[1] Jeffrey, G. A.: *An Introduction to Hydrogen Bonding*. Oxford University Press, Oxford, 1997.

[2] Steiner, T. (1998). *J. Phys. Chem. A*, **102**, 7041–7052.

[3] Steiner, T.; Wilson, C. C., Majerz, I. (2000). *Chem. Commun.*, 1231–1232.

Hochdruck-Neutronenbeugung an Gas-Hydraten

A. Klapproth und W. F. Kuhs

Mineralogisch-Kristallographisches Institut (MKI)

Georg-August Universität Göttingen, Deutschland

E-mail: aklapp@gwgdg.de; kuhs@silly.uni-mki.gwdg.de

Gashydrate sind kristalline Festkörper und gehören zu den Einschlußverbindungen wobei der Gast ein Gas (z.B. CH₄, N₂) ist und der Wirt ein Netzwerk aus Wassermolekülen bildet, welche über Wasserstoffbrücken verknüpft sind. Weltweit gibt es riesige Vorkommen an natürlichen Gashydraten in der Tiefsee und in Permafrostböden. Die Charakterisierung der physikalischen Hydrateigenschaften wie Stabilitätsbereiche, Dichte und Kompressibilität sind Vorbedingungen für eine Nutzung der CH₄-Hydrate als zukünftige Energieträger oder auch für eine Endlagerung des Treibhausgases CO₂ als Gashydrat. Die Quantifizierung der Hydratvorkommen erfolgt vielfach mittels seismischer Methoden deren Interpretation die Kenntnis des elastischen Verhaltens voraussetzt. Erste Untersuchungen mit dem Feldemissions-Elektronenmikroskop haben gezeigt, daß synthetische Gashydrate meso- und makroporös sind und Messungen des elastischen Verhaltens verfälschen können [1]. Die Messung der Kompressibilität durch Beugungsverfahren erlaubt hier verlässlichere Daten zu bekommen. Weiterhin ist es wünschenswert die Vorhersage der physikalisch-chemischen Eigenschaften über die Theorie von van der Waals und Platteeuw [2] einer detaillierten Prüfung zu unterziehen, zumal bereits einige signifikante Abweichungen von dieser Theorie von uns nachgewiesen wurden [3,4].

Zur Untersuchung von CH₄-Hydrat wurden Proben in einem Druckbereich von 2,5-100 MPa bei einer Temperatur von 273 K aus deuteriertem Wasser synthetisiert und unter währendem Gasdruck mittels Neutronen-Beugung am ILL (D2B) in Grenoble gemessen. Wir berichten über Details der in Göttingen durchgeführten Präparation, des Probentransportes und der Messung in von uns entwickelten Druckzellen. Die Auswertung der Pulverdaten erfolgt mittels Rietveld-Verfahren. Es wird über die erstmals bestimmte Kompressibilität von deuteriertem Methanhydrat berichtet. Der erhaltene isotherme Kompressibilität von 8067(±93) MPa wird in Bezug gesetzt zu den Literaturwerten aus dynamischen Messungen.

Literatur:

1. Kuhs, W.F.; Techmer, K.; Klapproth, A.; Gotthardt, F. & Heinrichs, T. (2000b) The formation of meso- and macroporous gas hydrates. *Geophys.Res.Lett.* **27**, 2929-2932.
2. van der Waals, J.H. & Platteeuw, J.C. (1959) Clathrate solutions. *Adv.Chem.Phys.* **2**, 1-57
3. Kuhs, W.F.; Chazallon, B.; Radaelly, P.G. & Pauer F. (1997) Cage occupancy and compressibility of deuterated N₂-clathrate hydrate by neutron diffraction. *J.Inclus.Phenom.* **29**, 65-77.
4. Kuhs, W.F.; Chazallon, B.; Klapproth, A. & Pauer, F. (1998) Filling-isotherms in clathrate-hydrates. *Rev. High Press.Technol.* **7**, 1147-1149.

Großflächige Polarisationsanalyse mit thermischen Neutronen an amorphem ErY_6Ni_3 unter Benutzung eines ^3He - Spinfilter

W. Heil, K. Andersen, R. Cywinski, H. Humblot, C. Ritter und T. Roberts
Johannes Gutenberg – Universität Mainz
Institut für Physik
E-mail: wheil@mail.uni-mainz.de

Seit den Untersuchungen von Passel und Schermer Mitte der 60er Jahre zur Spinabhängigkeit der Einfangreaktion $n + ^3\text{He} \rightarrow \text{T} + \text{p}$ wird kernspinpolarisiertes ^3He als Spinfilter für Neutronen aus Reaktoren und Spallationsquellen favorisiert. Aber erst mit der Entwicklung leistungsstarker Laser zum optischen Pumpen von ^3He gelang der entscheidende Durchbruch hin zu hohen Polarisationsgraden und hohen Produktionsraten. Ein Nachbau des Mainzer ^3He Polarisators und Kompressors am ILL in Grenoble versorgt seit drei Jahren routinemäßig Instrumentierungen zur Polarisationsanalyse mit ^3He . Der entscheidende Vorteil des ^3He Spinfilters gegenüber klassischen Polarisatoren wie CoFe-Kristallen oder Superspiegeln ist seine hohe Effizienz im erfaßten Winkel- und Energiebereich. Am Zweiachsen-Diffraktometer D1B kam erstmals ein ^3He Spinfilter zur großflächigen Polarisationsanalyse thermischer Neutronen zum Einsatz. Die Spinfilterzelle wurde in unmittelbarer Umgebung der Probe (hier: ErY_6Ni_3) positioniert, so dass der gesamte Akzeptanzbereich des Multidetektorinstrumentes abgedeckt werden konnte. Der Beitrag diskutiert den experimentellen Aufbau und zeigt die saubere Trennung spinabhängiger und spinunabhängiger Streuung über den Streuvektorbereich $[0.3 \leq Q (\text{\AA}^{-1}) \leq 4]$. Ein Vergleichsexperiment mit kalten Neutronen wurde mit derselben Probe am diffusen Streuspektrometer D7 durchgeführt, das mit 6000 Superspiegeln zur Polarisationsanalyse ausgestattet ist. Das Ergebnis beider Messungen wird diskutiert.

The Drabkin Energy Filter Applied to Time-of-Flight Experiments at a Spallation Neutron Source

A.A. Parizzi¹, G.P. Felcher², F. Klose^{3*}

¹Spallation Neutron Source, USA and Electrical Engineering Department,
Federal University of Rio Grande do Sul, Brazil

– current address: IPNS / Argonne National Laboratory, USA

²Materials Science Division / Argonne National Laboratory, USA

³Spallation Neutron Source / Oak Ridge National Laboratory, USA

– current address: IPNS / Argonne National Laboratory, USA

*E-mail: FKlose@anl.gov

Abstract

We present a new approach for dynamic monochromatization of neutrons suitable for time-of-flight experiments at spallation neutron sources. The method requires polarized neutrons and is based on the Drabkin energy filter. In its initial application, this magnetic resonator device, consisting of a polarizer/analyzer system and a wavelength-dependent spin flipper, was proposed for extracting a narrow bandwidth from a broad bandwidth polarized neutron beam.

At a spallation neutron source, wavelength is determined by time-of-flight (TOF) from the source to the detector. However, at each instant a spread of wavelengths is recorded due to the non-zero emission time of the source/moderator system. Particularly, high-intensity moderators for cold neutrons produce long “tails” in the intensity/time distribution for all wavelengths, degrading the resolution of the experiments.

The Drabkin energy filter can be used to cut the neutron tails for all wavelengths, by drifting the resonance condition in synchronization with the TOF. Calculations show that the method is viable, and that substantial resolution gains are obtained by application to a TOF neutron reflectometer.

Ein effizienter Detektor zum orts aufgelösten Nachweis von thermischen Neutronen auf großen Flächen

M. Klein, H. Abele, D. Dubbers, D. Fiolka, Ch. Schmidt

Universität Heidelberg

Physikalisches Institut

Heidelberg, Deutschland

E-mail: martin.klein@physi.uni-heidelberg.de

Wir präsentieren ein neues Konzept zum orts aufgelösten Nachweis thermischer Neutronen auf großen Flächen. Der Detektor besitzt eine hohe Nachweiseffizienz, ist γ -unempfindlich und hat einen großen dynamischen Bereich vom Einzelneutronen-Nachweis bis zu einigen MHz in jedem Pixel. Dabei wird ein fester Neutronenkonverter in einem herkömmlichen Gasdetektor zum Nachweis eingesetzt. Das hier vorgestellte Detektorkonzept erlaubt nun zur Steigerung der Nachweiseffizienz, mehrere feste Konverterschichten hintereinander anzuordnen, ohne die Ortsinformation des Ionisationssignals zu verlieren. Dazu müssen die Konverterschichten für die im Zählgas entstehenden Ladungen transparent sein. Die sogenannte GEM-Folie (Sauli/CERN) bietet diese Ladungstransparenz. Das neue Detektorkonzept besteht darin, den Neutronenkonverter auf einer oder auf beiden Seiten dieser GEM-Folien aufzubringen. Durch die Verbindung der GEM-Technologie mit einem Neutronenkonverter wie z. B. ^{10}B oder einem anderen festen Konvertermaterial ist es möglich, viele solcher Schichten hintereinander zu kaskadieren. Dadurch wird eine hohe Nachweiseffizienz des Gesamtsystems erreicht, die mit derjenigen von ^3He -Detektoren vergleichbar ist und die je nach Anzahl der Konverterschichten für thermische Neutronen im Bereich von 20-60% liegt. Die im Zählgas entstehenden primären Elektronen können ohne räumliche Verzerrung durch alle ladungstransparenten Konverterschichten hindurch auf eine geeignete, ortsempfindliche Auslesestruktur zum Ladungsnachweis geleitet werden. Da der Detektor bei Normaldruck betrieben werden kann, ist es möglich, den Detektor mit beliebigen Zählgasen zu füllen und im Betrieb kontinuierlich zu spülen, um Alterungseffekte zu verhindern und die Lebensdauer extrem zu verlängern. Weiterhin sind leichte und besonders auf große Flächen erweiterbare Detektorgehäuse ohne großen Aufwand an Material und Kosten möglich. Es sollen das neue Detektorkonzept vorgestellt und die ersten Meßergebnisse dargestellt werden, die die Funktionsfähigkeit des Konzeptes demonstrieren.

Thermische Strukturfluktuationen in Biomolekülen: Die Rolle der Pikosekunden Dynamik für Stabilität und Aktivität von mesophilen und thermophilen Proteinen

J. Fitter^{1,2,*}, R. Herrmann², T. Hauß³, R.E. Lechner³, N.A. Dencher²

¹ FZ-Jülich, IBI-2, Biologische Strukturforchung, D-52425 Jülich

² TU Darmstadt, Inst. für Biochemie, Petersenstr. 22, D-64287 Darmstadt

³ Hahn-Meitner Institut, BENSC, Glienicker Str. 100, D-14109 Berlin

*E-mail: j.fitter@fz-juelich.de

Die Wichtigkeit von thermischen Gleichgewichtsfluktuationen für die Funktionsfähigkeit eines Biomoleküls ist unmittelbar ersichtlich. Bei tiefen Temperaturen oder bei Trockenheit der Proben sind die thermischen Gleichgewichtsfluktuationen stark eingeschränkt. In diesem Zustand ist das Biomolekül nicht funktionsfähig oder die Reaktionen laufen nur sehr langsam ab. Die unter physiologischen Bedingungen allgegenwärtigen Gleichgewichtsfluktuationen stellen somit eine Grundlage für das Leben überhaupt dar. Sie ermöglichen das Überwinden von Energiebarrieren, die durch die Energielandschaft vorgegeben sind. Somit bestimmen sie ganz wesentlich die Kinetik von enzymatischen Reaktionen oder von Transportprozessen.

Um ein detailliertes Verständnis über die Rolle der Strukturfluktuationen in Proteinen zu erhalten, wurden Enzyme aus thermophilen („wärmeliebenden“) Organismen untersucht, die bei hohen Temperaturen (70°C bis über 100 °C)

- die gefaltete native Raumstruktur erhalten (thermische Stabilität).
- die optimale Enzymaktivität entfalten (thermische Anpassung).

Mesophile Proteine, die auf einen moderaten Temperaturbereich von 20- 50 °C angepaßt sind, verlieren bei so hohen Temperaturen die für die Funktion essentielle Raumstruktur und denaturieren. In einer vergleichenden Studie mit einer mesophilen und einer thermophilen α -Amylase wurde die molekulare Dynamik über die inkohärente Neutronenstreuung an Wasserstoffatomen dieser Proteine beobachtet. Interessanterweise zeigt das thermophile Enzym (Entfaltungstemperatur $T_m = 76$ °C) im nativen Zustand eine größere strukturelle Flexibilität als das mesophile Enzyme (mit $T_m = 55$ °C) [1]. Neuste Untersuchungen zur Dynamik am entfalteten Zustand zeigen dagegen bei entsprechender Temperatur keinen signifikanten Unterschied beider α -Amylasen [2]. Eine solche Beobachtung deutet darauf hin, daß hier eine „entropische Stabilisierung“ zur größeren Thermostabilität beiträgt. Kenntnisse über Mechanismen zur Proteindestabilisierung sind auch für zahlreiche biotechnologische Anwendung von großer Bedeutung.

[1] J. Fitter & J. Heberle (2000), *Biophys. J.*, **79**(3), 1629, [2] Fitter et al., *Physica B*, in press

DIE KARTOGRAFIERUNG DER GROSSEN RIBOSOMALEN UNTEREINHEIT

R. Willumeit¹, G. Diedrich², S. Forthmann¹, J. Beckmann¹, R. P. May³,
H. B. Stuhmann¹ and K. H. Nierhaus²

¹ GKSS Forschungszentrum Geesthacht GmbH, Institut für Werkstoffforschung, WFS,
Max-Planck-Straße, 21502 Geesthacht, Germany

² Max-Planck-Institut für Molekulare Genetik, AG Ribosomen, Ihnestraße 63, 14195
Berlin, Germany

³ Institute Laue Langevin, F- 38 042 Grenoble Cedex 9

Die Strukturbestimmung einer ribosomalen Untereinheit mit Neutronenstreuung konnte bereits Mitte der 80-er Jahre erfolgreich anhand der Lokalisierung aller Proteine der 30S Untereinheit des *E.coli* Bakteriums gezeigt werden [1]. Ähnlich Fortschritte bei der *in situ* Struktur- und Positionsbestimmung der Proteine der *E.coli* 50S Untereinheit mittels Kontrastvariation führten Anfang der 90-er Jahre zu einer Proteinkarte, in der sieben Positionen verzeichnet waren [2]. Mit Hilfe der Spinkontrastvariation wurde diese Karte erweitert, so dass nun 14 der 33 Proteinpositionen *in situ* vermessen und Prognosen über die Form der Proteine im Ribosom gemacht werden konnten. In der hier präsentierten Arbeit werden diese Ergebnisse mit den jüngsten Veröffentlichungen einer 2.4 Å Struktur der großen Untereinheit von *Haloarcula marismortui* verglichen [3].

- [1] Capel, M.S. et al. (1987) Science 238, 1403-5.
- [2] May, R.P., Nowotny, V., Nowotny, P., Voss, H. and Nierhaus, K.H. (1992) Embo J 11, 373-8.
- [3] Ban, N., Nissen, P., Hansen, J., Moore, P.B. and Steitz, T.A. (2000) Science 289, 905-30.

INTERACTION OF β -AMYLOID WITH LIPID MEMBRANES STUDIED BY NEUTRON DIFFRACTION

Thomas Hauß^{1,2}, Silvia Dante^{1,3}, Norbert A. Dencher³

¹*Hahn-Meitner-Institut Berlin, Berliner Centrum für Neutronenstreuung*

²*Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf, Institut für Physikalische Biologie*

³*Technische Universität Darmstadt, Institut für Biochemie*

E-mail: hauss@hmi.de

Although its mechanism of action in the neurodegenerative process has not been established yet, the β -amyloid (β A) peptides play an important role in the pathogenesis of Alzheimer's disease (AD). β A isolated from the senile plaques of AD patients consists predominantly of 39-42 amino acid residues; in addition, shorter fragments of β A have been proved to be toxic to neuronal cells, and they have been proposed to activate the process of neuronal dysfunction.

We have investigated the interaction of the β A(25-35) fragment with lipid membranes by neutron diffraction. Very well oriented lipid membranes were obtained by spraying with an airbrush a chloroform solution of different lipids on a quartz support. Selectively deuterated β -amyloid at the amino acid in position 34 was synthesized to localize the C-terminal end of the peptide. A second peptide with an additional Leucin in position 24 was synthesized to determine the localization of the N-terminal side. Neutron diffraction experiments were done at the Membrane Diffractometer V1 of the Hahn-Meitner-Institut Berlin. The neutron diffraction spectra of the lipid membranes containing labeled and unlabeled peptide allow the reconstruction of the scattering length density profile in direction perpendicular to the membrane planes, *via* Fourier synthesis. Comparison of the two profiles shows unequivocally the position of the label and therefore allows localizing the deuterated part of the peptide in the membranes. We will show results of β A(25-35) in two different lipid mixtures and of Leu24+ β A(25-35) in negatively charged membranes.

Neutronenstreuexperimente an Polymeren unter Druck

B. Frick¹, C. Alba-Simionesco², G. Dosseh², A. Sokolov^{3,4} and L. Willner³,
K.Andersen^{1,5}

¹Institut Laue-Langevin, Grenoble; ⁵jetzt ISIS,RAL

²Université Paris Sud, Orsay

³IFF, FZ-Jülich; ⁴jetzt Akron,USA

e-mail: frick@ill.fr

Inelastische Neutronenstreuexperimente (IN16, IN6 ILL) wurden an den polymeren Glasbildnern Polybutadien (PB) und Polyisobutylen (PIB) als Funktion von Druck (Patm – 3kbar) und Temperatur (T=2K-400K) durchgeführt. Die Messungen geben Rückschlüsse auf den Einfluss von Dichte- bzw. Temperaturänderungen auf lokale Anregungen oder Relaxationen im Glas bzw. in der polymeren Flüssigkeit. Diffraktionsmessungen mit polarisierten Neutronen (D7, ILL) an deuteriertem PB erlauben einen Vergleich zwischen makroskopischer und mikroskopischer thermischer Ausdehnung bzw. Kompressibilität und die Bestimmung einer mikroskopischen Isochore im P-T Diagramm. Inelastische Messungen auf der ns-Zeitskala (IN16) an protoniertem PB zeigen deutlich verschiedenes Relaxationsverhalten entlang dieser Isochoren aber ein gut isochrones Verhalten entlang einer Kurve die Linien konst. Dichte im P-T-Diagramm schneidet. Im Gegensatz dazu sind schnellere Prozesse auf der ps-Zeitskala entlang derselben Kurve nicht isochron. Weiterhin wurden deutliche Veränderungen des „Bosonpeaks“ unter Druck in PB und PIB festgestellt. Ausserdem läßt sich für PIB am IN16 unter Druck ein dynamischer Prozess trennen, der für PB nicht vorhanden ist.

MODENKOPPLUNGSASYMPTOTEN OHNE FAKTORISIERUNG ?

M Goldammer, W. Petry, S. Wiebel, J. Wuttke

Physik Department E13

Technische Universität München, 85747 Garching

Die Modenkopplungstheorie, ursprünglich zur Beschreibung des Glasübergangs vorgeschlagen, hat sich inzwischen als Theorie der strukturellen Relaxation in nicht sehr zähen Flüssigkeiten bewährt. In Messungen an verschiedenen Systemen und mit verschiedenen Techniken bestimmen wir den Gültigkeitsbereich der asymptotischen Skalengesetze.

Einerseits ist die Theorie erstaunlich erfolgreich auch in normalflüssigen, kaum unterkühlbaren Systemen. Andererseits können wir selbst in den einfachsten Modellglasbildnern eine entscheidende Vorhersage, die Faktorisierung verschiedener Observabler, nicht bestätigen.

Translationsdynamik amorpher und kristalliner Wasserphasen

M. Koza¹, F. Fujara², H. Schober^{1,3}, A. Tölle⁴

¹Institut Laue Langevin, ²Festkörperphysik TU-Darmstadt,

³Experimentelle Physik 13, TU-München, ⁴Biocenter Basel

Die Besonderheit von Wasser als Festkörper zeichnet sich nicht nur in der Vielfalt an kristallinen Phasen ab, sondern spiegelt sich auch in der Existenz zweier amorpher Zustände wider. Die amorphen Wasserphasen unterscheiden sich stark in ihrer Dichte. Sie werden daher als *low-density amorphous* Eis (LDA) mit $\rho = 0.93 \text{ g/cm}^3$ und *high-density amorphous* Eis (HDA) mit $\rho = 1.17 \text{ g/cm}^3$ bezeichnet. Eine der ungeklärten Fragen, die mit dem Vorkommen dieser amorphen Systeme verbunden ist, ist die Frage nach ihrem Ursprung, d.h. derer Verbindung zu thermodynamischen Gleichgewichtsphasen. Die Bandbreite an diskutierten Ursprungsszenarien reicht von der Existenz zweier Flüssigphasen von Wasser, deren Glaszustände HDA und LDA entsprächen, bis hin zu extrem fehlgeordneten kristallinen Festkörpern. Da der direkte experimentelle Nachweis einer Verbindung von HDA und LDA zu Flüssigphasen aufgrund von Kristallisationsprozessen nicht angetreten werden kann, ist das Ziel unserer Untersuchungen, Fingerabdrücke des hypothetischen Glascharakters im dynamischen Verhalten von HDA und LDA zu finden.

Mit Hilfe inelastischer Neutronenstreuung (INS) und inelastischer Röntgenstreuung (IXS) sind die translatorischen Anregungen beider amorpher Systeme und als Referenz die einiger kristalliner Wasserphasen untersucht worden. Im Energiebereich ($\sim \text{meV}$) und der räumlichen Skala ($\sim \text{Å}$) der durchgeführten Experimente, weisen Gläser zum einen im Vergleich zu kristallinen Systemen einen Überhang an Anregungen und zum anderen eine starke Dämpfung der translatorischen (akkustischen) Moden auf. Es zeigt sich, dass diese dynamischen Glascharakteristika in HDA und insbesondere im LDA sehr stark unterdrückt sind. Der Vergleich von LDA mit der gemeinen kristallinen Eisphase I zeigt nicht nur ihre strukturelle Verwandtschaft sondern auch eine sehr stark ausgeprägte dynamische Ähnlichkeit. Neben der Identifikation von akkustischen und optischen Anregungen, können eindeutig Moden transversalen Charakters beobachtet werden. Der dispersive Charakter der akkustischen Moden kann aufgrund ihrer kaum vorhandenen Dämpfung bis in die 2-te pseudo-Brillouinzone verfolgt werden. Die dynamische Antwort von HDA ist komplizierter, jedoch weist sie qualitative Gemeinsamkeiten mit LDA auf. Im Besonderen ist auch hier die Dämpfung akkustischer Anregungen viel schwächer ausgeprägt als in allen bis dato untersuchten Glasbildnern.

AMPHIPHILIC BLOCK COPOLYMERS AS EFFICIENCY BOOSTERS IN MICROEMULSIONS: A SANS INVESTIGATION OF THE POLYMERS' ROLE

H. Endo, M. Mihailescu, J. Allgaier, M. Monkenbusch, G. Gompper und D. Richter

Forschungszentrum Jülich

Institut für Festkörperforschung

B. Jakobs, T. Sottman und R. Strey

Universität zu Köln

Institut für Physikalische Chemie

E-mail: h.endo@fz-juelich.de

Amphiphilic PEP-PEO block copolymers increase the solubilization capacity of surfactants in microemulsions dramatically [1]. We investigated the role of the block copolymer in the system by SANS. By examining hydrogenous PEP-PEO in a deuterated microemulsion, it is possible to analyze the structure of the polymer. However, the remaining contrast between deuterated water, oil and surfactant still interferes with the extremely weak polymer scattering. To avoid this difficulty we performed a highly precise contrast variation method around the absolute matching point. Contrast variation was achieved by a stepwise addition of protonated oil and protonated surfactant. By this method it was possible to extract the polymer scattering. It shows a low forward scattering intensity which allows to exclude any polymer aggregation. In addition, this method could be used to extract the partial structure factors of the system. We derived theoretical expressions for the structure factors and interpreted corresponding data [2].

Furthermore we will present the possibility to measure the bending rigidity of the amphiphile film directly from the scattering data. We will also demonstrate that the bending rigidity can be tuned continuously by changing the concentration of the block copolymer.

[1] B. Jakobs, et al., *Langmuir* **15** (1999) 6707

[2] H. Endo, et al., *Phys. Rev. Lett.* **85** (2000) 102

Electric Field Induced Fluctuations in Block Copolymers

T. Thurn-Albrecht¹, J. DeRouchey², T.P. Russell²

¹*Fakultät für Physik, Albert-Ludwigs-Universität, Freiburg*

²*Polymer Science & Engineering Department, University of Massachusetts,
Amherst, USA*

E-mail: thurn@uni-freiburg.de

Block copolymers form microphase structures on a molecular scale by self assembly. These structures can be oriented by an electric field resulting in an orientation of the interfaces between microdomains parallel to the electric fields lines. An interface oriented perpendicular to the electric field is unstable resulting in the amplification of undulations caused by the applied field.

This instability can be studied in thin films in which surface interactions and the interaction with the electric field have a competing influence on the orientation of the block copolymer. The undulations lead to a perturbation of the regular stacking of the lamellae which can be observed by a reflectivity experiment. We present such an experiment in which the response of a Poly(styrene-block-methylmethacrylate) film with a lamellar microstructure to a weak electric field is studied by neutron reflectivity.

The observations are discussed in the context of previous experiments in which electric field induced orientation was observed by in situ small angle scattering experiments.

STRUKTURELLE VERÄNDERUNGEN IN DENDRITISCHEN MAKROMOLEKÜLEN INDUZIERT DURCH DIE AUFNAHME NIEDERMOLEKULARER GASTMOLEKÜLE

R. Kleppinger, A. Karlsson, K. Mortensen, E.W. Meijer

*Laboratory Macromolecular and Organic Chemistry, Eindhoven Technical University
5600 MB Eindhoven, The Netherlands*

*Department of Solid State Physics and Chemistry, RISØ National Laboratory,
4000 Roskilde, Denmark*

E-mail: r.kleppinger@tue.nl

Aufgrund ihres hochverzweigten Aufbaus sind dendritische Makromoleküle in der Lage niedermolekulare Gastmoleküle in ihre dreidimensionale Molekülstruktur aufzunehmen, ein Verhalten aufgrund dessen derartige Systeme von potentiell Interesse für pharmazeutische Anwendungen sind. Die ungewöhnlichen Eigenschaften solcher Systeme sind sehr eng mit der Verteilung der Monomersegmente innerhalb der Einzelmoleküle verknüpft. Bis heute wurden verschiedene Modellrechnungen vorgestellt die eine Beschreibung dieser Verteilungsfunktion zum Ziel hatten, zum Teil allerdings –aufgrund der Vernachlässigung elektrostatischer Wechselwirkungen- sehr widersprüchliche Aussagen lieferten und damit keine klaren Aussagen zum Mechanismus der zur Bildung von sehr stabilen Komplexen führt. Dagegen wird erwartet das in einer biologischen Umgebung neben den dort auftretenden spezifischen Wechselwirkungen, der Protonierungsgrad dieser Systeme und der Anteil von Gegenionen einen erheblichen Einfluß auf die Konformation ausübt. In einer Reihe von Experimenten mittels Neutronenkleinwinkelstreuung wurde daher die Struktur derartiger Makromoleküle in verdünnten, wässrigen Lösungen vor und nach der Komplexbildung mit Farbstoffsystemen wie Rose Bengal untersucht. Mit Hilfe der Kontrastvariation war es dabei möglich Aussagen über Teilchenvolumen und -dichte zu erhalten und Veränderungen dieser Parameter aufgrund der Komplexbildung nachzuweisen. Überraschenderweise wird, trotz eines Anwachsens des Gesamtmolekulargewichts, eine Verringerung des Teilchenvolumens nach der Komplexbildung beobachtet die durch eine Abschirmung intramolekularer, elektrostatischer Wechselwirkungen durch die Wirtsmoleküle hervorgerufen werden könnte. Die aus den Streuexperimenten abgeleitete Dichteverteilung bleibt andererseits von diesem Verhalten unbeeinflusst und erweist sich vor und nach der Komplexbildung als sehr homogen.

TEXTUR DES $\text{Li}_2\text{CO}_3/\text{KLiCO}_3$ ELEKTROLYT- MATERIALS IN SCHMELZKARBONAT- BRENNSTOFFZELLEN

E. Jansen, W. Schäfer und A. Kirfel

Mineralogisch-Petrologisches Institut, Universität Bonn, 53115 Bonn

M. Neuroth

RWE Energie AG, Zentralbereich KF, 45117 Essen

E-mail: w.schaefer@fz-juelich.de

Das in Schmelzkarbonat-Brennstoffzellen bei Betriebstemperaturen von 650 °C verwendete Elektrolytmaterial $\text{Li}_2\text{CO}_3/\text{KLiCO}_3$ (beide Kristallstrukturen monoklin) unterliegt einer zyklischen Abfolge von Schmelz- und Erstarrungsprozessen. Im Rahmen von Untersuchungen zur Langzeitstabilität bei Einsatz der Zellen über viele Betriebszyklen (Schmelze-Erstarrung) wurden mit Neutronenstreuung Texturuntersuchungen an dem zwischen Elektrodenschichten angeordneten Matrixmaterial ($\text{Li}_2\text{CO}_3/\text{KLiCO}_3$ -Eutektikum) durchgeführt.

Die Experimente erfolgten am Bonner Texturdiffraktometer SV7-b am FRJ-2 in Jülich. Mittels der dort installierten großen ortsauflösenden JULIOS-Detektoreinheit wurden jeweils in einem einzigen Polfigurscan 10 Polfiguren von zwei Materialproben, die von zwei verschiedenen Stellen einer in Betrieb gewesenen Zelle stammten, gemessen. Die beiden Proben wurden in Form tetragonaler Prismen (10x10x20 mm) präpariert, indem 10 aus dem Matrixmaterial geschnittene Plättchen mit gleicher Orientierung aufeinander geklebt wurden. Die experimentellen Polfiguren dienen zur Berechnung der dreidimensionalen Orientierungsverteilung der Kristallite unter Verwendung des Programms MULTEX von K. Helming, das die Textur mittels individueller Komponenten modelliert.

Die Polfiguren zeigen das Vorhandensein außerordentlich starker Vorzugsorientierungen mit Poldichten bis zu 70 Vielfachen einer statistischen Orientierungsverteilung. Die quantitative Auswertung der Polfigurmessungen ergibt, dass ca. 50% des Li_2CO_3 -Anteils im Probenmaterial mit einer Ausrichtung der a*-Achsen senkrecht zur Elektrodenoberfläche stark vorzugsorientiert ist. Die Achsen b und c liegen in der Schicht, jedoch bei den beiden Proben mit unterschiedlichen Orientierungen. Die Achsen zeigen Orientierungen mit vierzähliger und zweizähliger Symmetrie. Ein Zusammenhang zwischen den im Elektrolytmaterial vorgefundenen Vorzugsrichtungen und der Gestaltung des Elektrodenmaterials erscheint naheliegend.

Danksagung: BMBF-Förderung des Texturdiffraktometers unter Kennzeichen 03-KI5BO2.

In situ-Hochtemperatur-Neutronenstreuemessungen zur Untersuchung von Phasen- und Texturbildung in Bi-2223 /Ag Hoch-T_c-Supraleitern

T. Fahr⁽¹⁾, H.-P. Trinks⁽¹⁾, C. Rodig⁽¹⁾, R. Schneider⁽²⁾ und C. Fischer⁽¹⁾

(1) Institut für Festkörper- und Werkstofforschung Dresden, PF 27 00 16, 01171 Dresden

(2) Hahn-Meitner-Institut Berlin, Glienicker Str. 100, 14109 Berlin

E-mail: t.fahr@ifw-dresden.de

Unter den bekannten Hoch-T_c-Supraleitern (HTSL), die in Flüssigstickstoff betrieben werden können, haben sich bandförmige Leiter aus silberummantelter (Bi,Pb)₂Sr₂Ca₂Cu₃O_x -Phase (Bi-2223-Phase) für erste technische Anwendungen für elektrische Betriebsmittel herauskristallisiert. Mögliche Anwendungen, wie z. B. Stromübertragungskabel in Ballungszentren bzw. Spulen für Transformatoren oder Motoren existieren momentan nur als Prototypen. Ihr technischer Einsatz verspricht z. B. eine verminderte Baugröße der Betriebsmittel bei gleichbleibenden elektrischen Leistungsparametern. Voraussetzung für die breite Anwendung der HTSL ist eine genügend hohe kritische Stromdichte J_c, die unter Einbeziehung des Aufwandes für die Stickstoffkühlung einen wirtschaftlichen Betrieb der HTSL im Vergleich zum konventionellen Leitermaterial Kupfer gestattet. Dabei ist J_c eine Funktion der Phasenreinheit und der Textur der Bi-2223-Phase im silberumhüllten keramischen HTSL, der durch die „Oxid-Powder-in-Tube“-Technologie hergestellt wird. Es wird von einem mehrphasigen keramischen Precursor in Silberrohren ausgegangen, der nach diversen mechanischen Umformungen zu einem Band mit mehreren HTSL/Ag-Filamenten verarbeitet wird. Der Precursor wird in einer thermischen Behandlung durch Festkörperreaktion zur Zielphase Bi-2223 umgewandelt.

Im Beitrag wird beschrieben, wie durch in situ-Hochtemperaturbeugungsmessungen mit Neutronen während der Aufheizungs- und isothermen Phase der Glühbehandlung die Veränderung des kristallinen Phasengemisches charakterisiert und Aussagen zur Bildung der Textur der Bi-2223-Phase abgeleitet worden sind. Hierbei gelang auch die Detektion von Phasen, die wegen des geringen Streuquerschnittes ihrer Konstituenten mit Röntgenstrahlung (konventionelle und Synchrotronstrahlung) in diesem Phasengemisch mit Schwierigkeiten verbunden ist. Die Ergebnisse der Beugungsmessungen werden durch Mikrostrukturuntersuchungen und thermische Analysen ergänzt. Abschließend wird ein Modell zur Phasen- und Texturbildung in Ag-umhüllten Bi-2223-Filamenten vorgestellt. Es diskutiert die heterogene Keimbildung von Bi-2223 aus einer im Nichtgleichgewicht befindlichen Flüssigphase auf plattenförmigen Körnern einer Precursorphase.

TEMPERATURE EFFECTS OF POLYELECTROLYTE MULTILAYERS AT THE SOLID/LIQUID INTERFACE

Regine v. Klitzing^a, Vincent Leiner^b, Klaus Tauer^c, Victor Khrenov^c,
Roland Steitz^{c,d}

^a*Iwan-N.-Stranski-Institut, TU Berlin, Berlin (Germany)*

^b*ILL, Grenoble (France)*

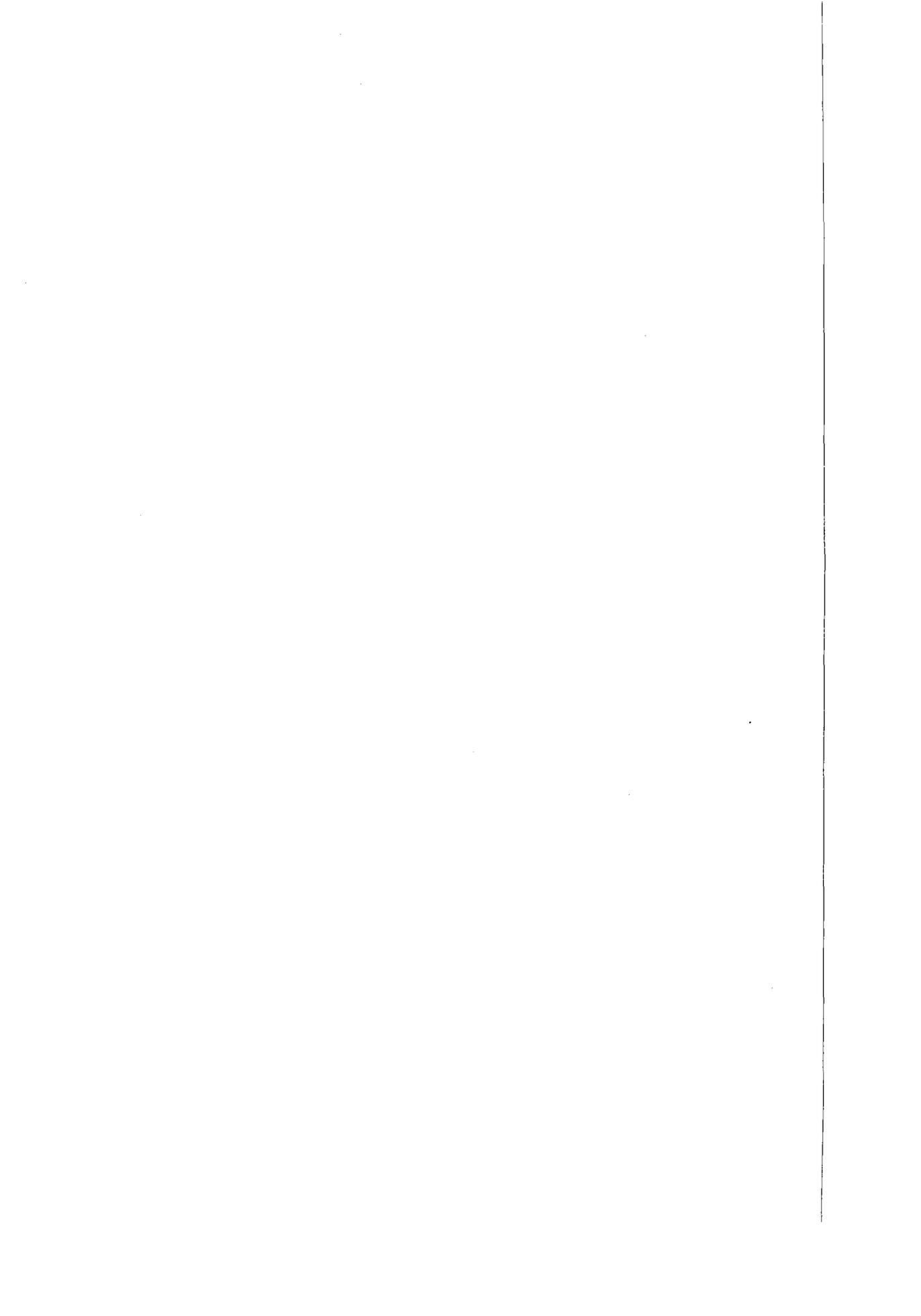
^c*MPI f. Kolloid- und Grenzflaechen forschung, Golm (Germany)*

^d*HMI, Berlin (Germany)*

Since several years, colloidal microgel particles are of scientific and technical interest because of their fast kinetic response to external stimuli. The control of their swelling/de-swelling behavior in solvents is of major importance for various applications in the fields of engineering and biotechnology. In addition, a detailed knowledge of the swelling behavior will invoke a better physical understanding of the mechanism of the observed volume phase transition. This knowledge can then be used to design complex materials for technical applications (e.g. sensors). Here, it is important to achieve detailed information on the properties of the sensitive material after adsorption to solid substrates.

In the experiments reported here we implemented a thermosensitive polyelectrolyte into the interface-bound films by layer-by-layer adsorption of opposite charged polyelectrolytes. The thermosensitive polyelectrolyte is a diblock-copolymer with a thermosensitive PNIPAM block and a charged polymer block to enhance the adsorption. Results of x-ray reflectivity measurements demonstrate a successive formation of the multilayer system. Structure and thermal behavior of the functionalized films were investigated by neutron reflectivity against D₂O. Between 20 and 40 °C this system starts to thin. The results were compared with the behavior of reference samples built from thermo-insensitive material (PSS/PDADMAC or PSS/PAH) only. In the investigated temperature regime these systems do not show any change in thickness but an irreversible annealing effect.

Poster A
A1 – A70



SPINDICTEWELLEN DÜNNER Cr(110)-SCHICHTEN IN INTERMETALLISCHEN VIELSCHICHTSYSTEMEN

S. Bonn, H. Fritzsche, J. Hauschild und H. Maletta
Hahn-Meitner Institut, Berlin
E-mail: bonn@hmi.de

Im Rahmen der Erforschung der Einflußmechanismen auf die Spinstruktur in Cr-Einkristallen untersuchen wir die magnetische Struktur dünner Cr-Schichten in intermetallischen Vielschichtsystemen. Unser Interesse gilt dabei dem Einfluß des Zwischenschichtmaterials, insbesondere dem Unterschied zwischen ferro- und paramagnetischen Zwischenschichten. Dazu wurde eine Serie isostruktureller (110)-orientierter Viellagenschichten der Art $[1\text{nm X}/30\text{nm Cr}]_{15}$ mit den Zwischenschichten $X=\text{Fe}$ bzw. $X=\text{V}$ präpariert, die sich bei übereinstimmender Überstruktur nur im Zwischenschichtmaterial X unterscheiden. Die Gleichartigkeit der Schichtfolgen wurde mittels Neutronenreflektometrie überprüft. Die bisherigen Resultate der Charakterisierung der Vielschichtproben, insbesondere für den Fall von Fe-Zwischenschichten, sollen hier vorgestellt und zu Cr-Volumenproben in Bezug gesetzt werden. Cr-Volumenproben liegen, abhängig von der Temperatur, in unterschiedlichen magnetischen Phasen vor. Bei tiefen Temperaturen ordnen die Spins antiferromagnetisch in Form von longitudinalen inkommensurablen Spindichtewellen (LSDW, AF_2 -Struktur). Bei 123K wechselt die Spinpolarisation der SDW von longitudinal zu transversal (TSDW, AF_1 -Struktur), die Spins sind parallel zu einer der Kristallachsen $\langle 001 \rangle$ ausgerichtet, wobei Koexistenz von Domänen unterschiedlicher Spinrichtung besteht. Die AF_1 -Struktur geht bei der Néel-Temperatur von 311K in die paramagnetische Phase über.

Unsere Messungen bei tiefen Temperaturen belegen auch im Vielschichtsystem $\text{V}(110)/[1,2\text{nm Fe}/26\text{nm Cr}]_{15}/1,2\text{nm Fe}/10\text{nm Cr}$ das Vorliegen einer inkommensurablen antiferromagnetischen SDW. Bei 175K beobachten wir jedoch einen Phasenübergang von inkommensurabler zu kommensurabler SDW (AF_0 -Struktur). Die ebenfalls beobachtete Koexistenz von Domänen unterschiedlicher Spinorientierung zeigt keine Gleichverteilung, sondern eine Diskriminierung der parallel zur Schichtebene ausgerichteten Komponente $[001]$. Die antiferromagnetische Ordnung wird in den dünnen Cr-Schichten auch über der Volumen-Néel-Temperatur von 311K noch stabilisiert und erst bei 520K von der paramagnetischen Phase abgelöst.

Diese Arbeit wurde gefördert durch die Verbundforschung des BMBF unter Projekt Nr. MA04.31 P.

Charakterisierung magnetischer Phasen in $\text{DyNi}_2\text{B}_2\text{C}$ im externen Magnetfeld parallel zur \vec{a} -Richtung

A. Dreyhaupt¹, A. Kreyßig¹, K. Krug², M. Dörr¹, M. Rotter¹, C. Ritter³,
E. Vettard³, B. Grenier³, K. Prokeš⁴, K. Winzer², M. Loewenhaupt¹

¹TU Dresden, Institut für Angewandte Physik (IAPD), D-01062 Dresden,

²Universität Göttingen, 1. Physikalisches Institut, D-37079 Göttingen,

³Institut Laue-Langevin, BP 156, F-38042 Grenoble,

⁴Hahn-Meitner-Institut, Glienicker Str. 100, D-14109 Berlin

Die intermetallische Verbindung $\text{DyNi}_2\text{B}_2\text{C}$ mit der Raumgruppe $I 4/mmm$ zeigt im antiferromagnetisch geordneten Zustand ($T_N = 10,5$ K) Supraleitung ($T_C = 6,1$ K) [1]. Mittels Messungen der Magnetisierung, der Längenausdehnung und der magnetischen Suszeptibilität an $\text{DyNi}_2\text{B}_2\text{C}$ -Einkristallen in Abhängigkeit von der Temperatur und vom externen Magnetfeld in \vec{a} -Richtung wurde das Phasendiagramm untersucht (Abb. 1a). Die magnetischen Strukturen wurden durch Neutronenstreuexperimente am Einkristalldiffraktometer D23 des Instituts LAUE-LANGEVIN Grenoble charakterisiert. Während der Propagationsvektor $(0\ 0\ 1)$ der Phase AFM dem Vorschlag aus der Literatur entspricht, wurden mit den Propagationsvektoren $(0\ 7/8\ 0)$ und $(3/5\ 0\ 0)$ für die Phasen MM1 bzw. MM3 erstmals für $\text{DyNi}_2\text{B}_2\text{C}$ Modulationen der Dy^{3+} -Momente in \vec{b} - bzw. \vec{a} -Richtung nachgewiesen. Dies steht weiterhin nicht im Einklang mit der bisherigen Grundannahme einer ferromagnetischen Ausrichtung der Dy^{3+} -Momente in der \vec{a} - \vec{b} -Ebene. Die Existenzbereiche der magnetischen Strukturen wurden anhand der Abhängigkeit der Reflexintensitäten vom Magnetfeld bestimmt (Abb. 1b).

Zur Untersuchung der unterhalb von 5 K auftretenden Hystereseffekte (stark modifiziertes Phasendiagramm für abnehmendes gegenüber zunehmendem Magnetfeld) wurden die Messungen bis zu 30 mK ausgedehnt. Anhand der am Instrument E4 des HAHN-MEITNER-Institutes Berlin aufgenommenen Diffraktogramme konnte gezeigt werden, daß für Temperaturen im Millikelvin-Bereich die Unterdrückung der Supraleitung im Nullfeld [2] nach einmal angelegtem Magnetfeld auf die Existenz der metamagnetischen Phase MM1 zurückzuführen ist.

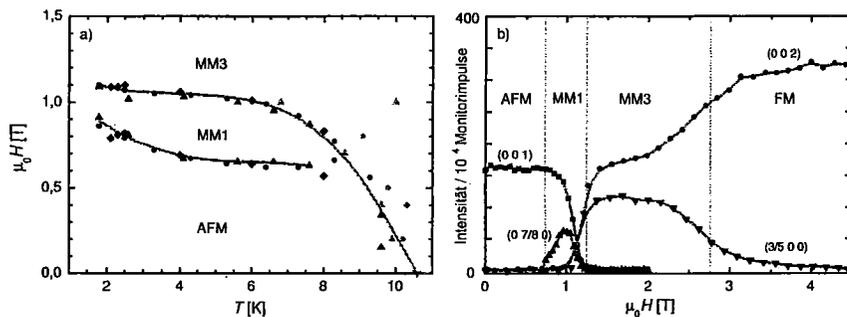


Abbildung 1: a) Phasendiagramm von $\text{DyNi}_2\text{B}_2\text{C}$ und b) Neutronenintensitäten charakteristischer magnetischer BRAGG-Reflexe bei $T = 2$ K für zunehmendes Magnetfeld parallel zur \vec{a} -Richtung.

Wir danken für die finanzielle Unterstützung durch die DFG im Rahmen des SFB 463.

[1] D. G. Naugle u. a., Int. J. of Modern Physics **B 12** (1998) 3174-3178; und Zitate hierin.

[2] K. Winzer u. a., Advances in Solid State Physics **38** (1999) 497-506.

THE EVOLUTION FROM SHORT TO LONG RANGE
MAGNETIC ORDER WITHIN THE GEOMETRICALLY
FRUSTRATED LAYERED RARE-EARTH CARBIDE HALIDE,
 $\text{Tb}_2\text{C}_2\text{I}_2$

B. J. Gibson, K. Ahn, R. K. Kremer, and A. Simon

*Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, Heisenbergstr. 1, 70569
Stuttgart*

E-mail bren@cesux.mpi-stuttgart.mpg.de

The compound $\text{Tb}_2\text{C}_2\text{I}_2$ is metallic and crystallises with a layered structure consisting of a close-packed arrangement of I-Tb-Tb-I slabs along the c -axis. The Tb atoms form a triangular network within the ab -planes. C_2 units are located within the Tb octahedral voids. Bulk property measurements of powdered samples suggest two antiferromagnetic transitions below 90 K. This is reinforced by neutron powder diffraction measurements which show three distinct magnetically ordered regions; short range magnetic order at $130\text{K} > T > 85\text{K}$, an incommensurately ordered phase with in-plane, and also cross-layer, correlations between $85\text{K} > T > 65\text{K}$, and 3D magnetic order below 65K. Within the low temperature 3D regime the Tb moments order with a propagation vector $k=(0,0,0)$, and lie within the ac -plane with a collinear antiferromagnetic arrangement. The magnitude of the magnetic moments saturate below 10K to $8.0(1)\mu_{\text{B}}$ [1]. The magnetic correlations in the intermediate temperature regimes have been analysed using the complementary techniques of magnetic pair correlation functions and Warren line-shape analysis. These provide us with detailed information on the growth of the magnetic correlations with decreasing temperature in this very anisotropic system.

[1] K. Ahn, B. J. Gibson, R. K. Kremer, H. J. Mattausch, L. Keller, A. Simon, *J. Alloys Comp.* in press.

Kurzreichweitige magnetische Ordnung in $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($x=0$ und 0.15)

J.-U. Hoffmann¹, D. Hohlwein¹, R. Schneider¹, A.H. Moudden²

¹ Universität Tübingen c/o Hahn-Meitner-Institut Berlin, BENSC, Glienicker Str. 100, D-14109 Berlin

² Lab. Leon Brillouin, Saclay, France

Die magnetischen Wechselwirkungen in dem magnetoresistiven Material $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ wurden mit Neutronenstreuung am Flat-Cone Diffraktometer E2 (HMI Berlin) untersucht. Die Messungen erfolgten an Einkristallen in einem Temperaturbereich von 1.5 K bis 320 K. Bei dem reinen LaMnO_3 konnte erstmals die diffuse Streuung an die verzwilligte orthorhombischen Gitterstruktur (Pbnm) angepaßt werden. Mit der Software *TVtueb*, die eigens zur Auswertung der paramagnetisch diffusen Streuung entwickelt wurde, ist es möglich eine erweiterte Molekularfeld-Theorie an die Intensitätsverteilung vollständiger reziproker Ebenen anzupassen. Um die Zwillingsstruktur zu berücksichtigen wurden mehrere Kristallite angenommen, welche entsprechend dem Unterschied der Gitterkonstanten a und b gegeneinander gedreht sind. Die magnetische Wechselwirkung kann mit zwei Parameter für den Superaustausch über die Mangan-Sauerstoff-Bindungen beschrieben werden, wobei J_1 der negative Parameter entlang der c -Achse ist. Der andere Parameter J_2 liegt in ab -Richtung und ist positiv.

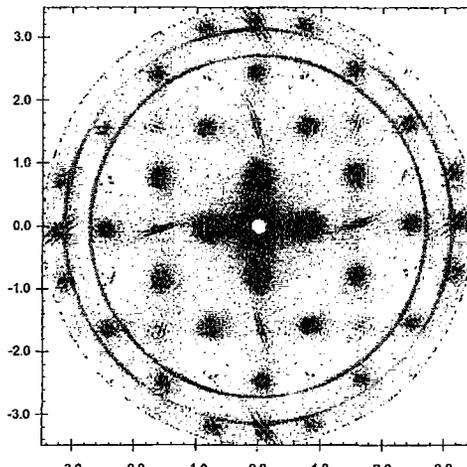


Abb. 1: Diffuse Streuung in der hkl-Ebene von LaMnO_3

Der Einkristall $\text{La}_{0.85}\text{Sr}_{0.15}\text{MnO}_3$ zeigt eine ferromagnetische Wechselwirkung. Wir konnten zeigen, daß die paramagnetisch diffuse Streuung in $\text{La}_{0.85}\text{Sr}_{0.15}\text{MnO}_3$ vom Bereich der kritischen Streuung bis hinauf zu hohen Temperaturen durch eine erweiterte Molekularfeld-Theorie beschrieben werden kann[1]. Bei der Verfeinerung wurde sowohl J als auch eine renormalisierte Temperatur T_r variiert. Zum Vergleich wurde eine Zwischenebene mit Hilfe der Flat-Cone-Geometrie aufgenommen. Es treten hierbei keine störenden Bragg-Reflexe auf.

[1] J.-U.Hoffmann, D.Hohlwein, R.Schneider, A.H.Moudden, Physica B 276-278 (2000) 608-609

Mixed magnetic interactions in $\text{La}_{1-x}\text{Y}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ - neutron diffraction and Mössbauer spectroscopy

M. Hofmann^a and S.J. Campbell^b

^aHahn-Meitner-Institut, Glienickestr. 100, D-14109 Berlin, GERMANY

^bSchool of Physics, University College, ADFA, University of New South Wales, Canberra, ACT 2600, AUSTRALIA

Compounds based on the rare-earth transition-metal system with the tetragonal ThCr_2Si_2 -type structure (space group $I4/mmm$) continue to attract strong interest. The important class of RT_2X_2 compounds exhibits a wide range of phenomena including heavy fermionic and superconducting behaviour. Among the new magnetic phenomena discovered are, for LaMn_2Si_2 , the unexpected high temperature antiferromagnetic region above the Curie temperature $T_c \sim 310$ K, and its canted (rather than collinear) magnetic structure below T_c , and, for $\text{Nd}_{0.35}\text{La}_{0.65}\text{Mn}_2\text{Si}_2$, the re-entrant ferromagnetic behaviour [e.g. 1]. These recent discoveries have led to questions regarding our understanding of the fundamental magnetic behaviour of these compounds.

The $\text{La}_{1-x}\text{Y}_x\text{Mn}_2\text{Si}_2$ series is of particular interest – it provides an ideal control system for investigation of mixed magnetic interactions, with the transition from the predominant ferromagnetism of LaMn_2Si_2 ($T_c \sim 310$ K) to the long range antiferromagnetism of YMn_2Si_2 ($T_N \sim 510$ K) taking place around the critical concentration $x_c \sim 0.2$. Using neutron powder diffraction and Mössbauer effect measurements we have recently completed the complex magnetic (x - T) phase diagram for this series of compounds [2, 3]. Here we present an overview of the magnetic and structural behaviour of this interesting system. Particular interest will be focussed on delineation of the mixed magnetic interactions around the critical point $x_c \sim 0.2$, where we have observed co-existence of canted ferromagnetic and antiferromagnetic phases [3].

[1] G. Venturini, R. Welter, E. Ressouche and B. Malaman, *J. Magn Magn Mater* **150** (1995) 197.

[2] S.J. Campbell, J M Cadogan, X.L. Zhao, M. Hofmann and Hong-Shuo Li, *J Phys: Condens Matter*, **11** (1999) 7835-7850

[3] M. Hofmann S.J. Campbell, and S J Kennedy *J Phys: Condens Matter*, **12** (2000) 3241-3254

Magnetische Wechselwirkungen und Onsager-Reaktionsfeld aus paramagnetisch-diffuser Neutronenstreuung

D. Hohlwein

Institut für Kristallographie der Universität Tübingen und Hahn-Meitner-Institut Berlin

E-mail: hohlwein@hmi.de

Magnetische Wechselwirkungen werden vor allem aus Magnonendispersionskurven in der geordneten Phase bestimmt. Für nicht-ordnende Substanzen oder bei veränderten Wechselwirkungen in der paramagnetischen Phase ist es notwendig, die Interaktionen aus der paramagnetisch-diffusen Streuung zu ermitteln. Die Wechselwirkungen bestimmen die Thermodynamik des paramagnetischen Zustands.

Bei genügend hohen Temperaturen werden die magnetischen Korrelationen durch die verallgemeinerte Molekularfeld(MF)-Theorie beschrieben. Für die Q-abhängige statische Suszeptibilität ergibt sich (Bravaisgitter):

$$(1) \chi(Q) \sim g^2 \mu^2 S(S+1) / [3kT - 2S(S+1)J(Q)]$$

Die paramagnetisch diffuse Streuung ist :

$$(2) I_{\text{diff}} \sim \chi(Q) T$$

Die Wechselwirkungsparameter J_{ij} können aus der Fouriertransformierten $J(Q)$ bestimmt werden. Dazu darf die Messtemperatur nicht zu hoch sein. Bei niedrigeren Temperaturen muss die MF-Theorie modifiziert werden. Ein physikalisch anschaulicher Ansatz ist das Onsager-Reaktionsfeld [1], das die Rückwirkung des Aufspins auf das von den Nachbaratomen erzeugte Molekularfeld berücksichtigt. Dieses Feld ist proportional zur Magnetisierung des Aufspins und führt zu einem Q-unabhängigen Term λ in $\chi(Q)$:

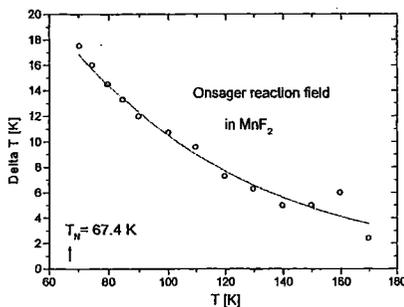
$$(3) \chi(Q) \sim g^2 \mu^2 S(S+1) / \{ 3kT - 2S(S+1)[J(Q) + \lambda] \}$$

Die Möglichkeiten der Bestimmung von $J(Q)$ und λ aus diffusen Einkristallmessungen werden an Hand des Modellsystems MnF_2 gezeigt. Die Intensitätsverteilung in der (h0l)-Ebene wurde als Funktion der Temperatur auf dem Flat-cone-Diffraktometer E2 in Berlin ermittelt [2]. Inelastische Messungen zeigen die Gültigkeit der quasistatischen Näherung. Mit den Wechselwirkungsparametern J_1 und J_2 erhalten wir das Onsagersche Reaktionsfeld als Funktion der Temperatur, Abb..

Die Genauigkeit der Parameterbestimmung ist abhängig vom Temperaturbereich.

[1] G.M. Wysin, Phys. Rev. B 62, 3251 (2000)

[2] D. Hohlwein, Th. Zeiske, Physica B 276-278, 584 (2000)



Investigation of the magnetic properties of $\text{Gd}_x\text{Eu}_{1-x}\text{S}$ with neutrons and x-rays

D. Hupfeld¹, Th. Brückel¹, W. Schweika¹, J. Stremper², K. Mattenberger³
and G. McIntyre⁴

¹ *Institut für Festkörperforschung, FZ-Jülich, 52425 Jülich, Germany*

² *Northern Illinois University, de Kalb, Illinois 60115, USA*

³ *Labor für Festkörperphysik, ETH Hönggerberg, CH - 8093 Zürich, Switzerland*

⁴ *Institut Laue Langevin, Avenue des Martyrs, 38042 Grenoble Cedex 9, France*

While GdS is an antiferromagnetic metal, EuS is a ferromagnetic insulator. At intermediate concentrations of both elements in the mixed crystal $\text{Gd}_x\text{Eu}_{1-x}\text{S}$, a metal-insulator-transition and a low temperature spin glass phase exists. We report on the investigation of $\text{Gd}_x\text{Eu}_{1-x}\text{S}$ mixed crystals with magnetic neutron scattering and x-ray resonance exchange scattering (XRES). Complementary information is accessible with these two methods. Neutrons allow one to determine the order parameter quantitatively. XRES offers the unique possibility to distinguish the magnetic order of different elements in a magnetic alloy by tuning the x-ray energy to the absorption edges of the magnetic elements.

We have investigated five samples of the $\text{Gd}_x\text{Eu}_{1-x}\text{S}$ mixed crystals in a concentration range from $x = 1.0$ to $x = 0.6$. For the first time we were able to reveal a different temperature dependence for two magnetic ions (Gd^{3+} and Eu^{2+}) occupying the same site stochastically. We propose a quantitative model of the frustration mechanism leading to a spin glass phase. With resonance exchange scattering we were able to observe the short range correlations in the spin glass state.

Beobachtung eines Bloch Exponent von 5/2 am Antiferromagneten MnF₂ mit S=5/2 und axialer Austauschanisotropie

U.Köbler, A.Hoser und M.Kawakami
Institut für Festkörperforschung, FZ-Jülich
Institut für Kristallographie, RWTH-Aachen
Kagoshima Universität, Koorimoto, Japan

In einer neueren Publikationen hatten wir gezeigt, daß in Materialien mit reinem Spinnagnetismus die Abweichungen des Ordnungsparameters vom Sättigungswert bei $T=0$ sehr gut durch ein einfaches T^ε Potenzgesetz beschrieben werden können [1]. Für den Bloch Exponenten ε werden jedoch nicht die von der Bloch-Kubo-Dyson (BKD) Spinwellentheorie vorhergesagten Werte beobachtet. Zudem gilt das T^ε Gesetz über einen sehr großen Temperaturbereich von bis zu $0.8 \cdot T_c$. Im Gegensatz zur BKD Spinwellentheorie hängt der Exponent ε nicht von der Spinstruktur ab, wohl aber davon, ob die Spinquantenzahl halbzahlrig oder ganzzahlrig ist, und auch davon, ob die Austauschwechselwirkungen isotrop, anisotrop oder axial sind. So wurde für die kubischen Ferromagnete EuO und EuS ($S=7/2$) $\varepsilon=2$ beobachtet und für die Antiferromagnete UO₂ ($S=1$) und FeBr₂ ($S=2$) $\varepsilon=9/2$ [1]. Beide ε Werte sind offensichtlich nicht im Einklang mit der BKD Theorie.

Als Ursache für die Diskrepanz zur herkömmlichen Spinwellentheorie wurden die Austauschwechselwirkungen vierter Ordnung, d.h. biquadratische, drei-Spin und vier-Spin Wechselwirkungen identifiziert. Diese sind in allen bisher untersuchten Materialien von derselben Größenordnung wie die Heisenberg'schen Wechselwirkungen zweiter Ordnung und bestimmen die Spindynamik von Grund auf.

Neutronenbeugungsmessungen an einer MnF₂ Pulverprobe sowie ¹⁹F NMR an einem Einkristall ergaben einen bisher nicht beobachteten Bloch Exponent von $\varepsilon=5/2$. Das $T^{5/2}$ gilt bis $0.8 \cdot T_N$. Der Exponent von 5/2 wird als charakteristisch für halbzahligen Spin und axiale Austauschwechselwirkungen angesehen. Die Existenz von ferromagnetischen Austauschwechselwirkungen vierter Ordnung im MnF₂ ergibt sich aus der Tatsache, daß die kubische Suszeptibilität negativ ist (die magnetischen Isothermen steigen schneller als linear mit dem Feld an). Die vervollständigte Systematik der Bloch Exponenten ist in der Tabelle gezeigt.

| | | S = 1 | S = 2 | S = 1/2 | S = 3/2 | S = 5/2 | S = 7/2 | |
|-------------------------|-----------|------------------|--------------------------------|---------------------------------|-------------------|--------------------|---------|-----------|
| Austauschwechselwirkung | isotrop | UO ₂ | FeBr ₂ | KCuF ₃ | CrBr ₃ | CsFeF ₄ | EuO | |
| | | $T^{9/2}$ | | | T^2 | | | |
| | anisotrop | CrO ₂ | Mn ₂ O ₃ | K ₂ CuF ₄ | CrCl ₃ | | | Gd-Metall |
| | | T^2 | | | $T^{3/2}$ | | | |
| | axial | | | | | MnF ₂ | | |
| | | $T^{3/2}$? | | | $T^{5/2}$ | | | |

[1] U.Köbler, A.Hoser, M.Kawakami, T.Chatterji, J.Rebizant, JMMM 205 (1999) 343

Frustrationseffekte bei antiferromagnetischer Ordnung des fcc-Gitters: K_2IrCl_6

M. Meschke und K. Siemensmeyer
Hahn-Meitner-Institut
Berlin, Germany
E-mail: mmbodhaa@physik.tu-berlin.de

K_2IrCl_6 ist ein Modellsystem für das Studium von geometrischer Frustration der antiferromagnetischen Ordnung [1]. Die Substanz besitzt eine kubisch flächenzentrierte Kristallstruktur und zeigt unterhalb von 3 Kelvin eine antiferromagnetische Struktur des Typs III ($q=1 \frac{1}{2} 0$). Die Iridiumatome tragen das magnetische Moment ($s=\frac{1}{2}$) welches im Nullfeld entlang der verdoppelten Achse der magnetischen Einheitszelle gerichtet ist [2]. Die Entartung der Typ III Struktur im Vergleich zum Typ I ($q=1 0 0$) wird nur aufgrund der sehr schwachen Wechselwirkung zu den übernächsten Nachbarn aufgehoben. ($J_2/J_1 = 1/20$). In Verbindung mit der Kristallsymmetrie entsteht somit ein frustriertes System, in dem die Ordnungstemperatur des Phasenüberganges durch Fluktuationen stark reduziert ist. Das Verhältnis der paramagnetischen Übergangstemperatur (-42 Kelvin) zur Néeltemperatur erreicht in K_2IrCl_6 einen außergewöhnlich hohen Wert von ca. 12. Eine direkte Messung der Fluktuationen ist mit der Neutronenstreuung aus Intensitätsgründen bislang nicht gelungen.

Im Zentrum der Experimente steht die Charakterisierung der magnetischen Struktur von K_2IrCl_6 im externen Feld. Bei einer kritischen Feldstärke von 4 Tesla wurde ein Phasenübergang in der antiferromagnetischen Phase von der Typ III zu einer multi-q-Struktur gefunden. In einem Experiment mit polarisierten Neutronen konnte nachgewiesen werden, dass die Momente auch in der Hochfeldphase in einer senkrechten Orientierung zum externen Feld verbleiben. Diese Ergebnisse führen zu einem Strukturmodell, an dem der Einfluß der Fluktuationen auf die Stabilisierung der antiferromagnetischen Struktur diskutiert wird.

[1] A.P. Ramirez, Annu. Rev. Mater. Sci, 24, 453, 1994

[2] J.W.Lynn, G.Shirane, Phys. Rev. Lett. 37, 154, 1976

Relaxation in spin glasses : a comparison of NSE results with theory

C. Pappas¹, G. Ehlers^{1,3}, I. A. Campbell² and F. Mezei¹

¹ HMI, Berlin, Glienickerstr. 100, 14109 Berlin

² Laboratoire des Verres, Montpellier und

Laboratoire de Physique des Solides, Orsay, Frankreich

³ Institut Laue Langevin, 38042 Grenoble Cedex 9, Frankreich

E-mail : pappas@hmi.de

Dynamics is the key to the understanding of glassy transitions. For spin glasses an early NSE measurement in 1979 [1] showed that the relaxation is very non-exponential in the spin glass phase but also well above the glass temperature T_g . These results strongly influenced subsequent thinking on (spin) glass dynamics and there have been numerous follow-up experiments in polymer glasses but spin glasses themselves have been neglected.

We present a detailed analysis of $S(q,t)$ in the Heisenberg spin glass AuFe 14%, which allows for the first time a comparison with the predictions of large scale numerical simulations and special finite size scaling numerical methods [2] in model spin glass systems. $S(q,t)$ was determined at several temperatures from the paramagnetic state down to the spin glass phase and for Fourier times ranging from 3 ps up to 30 ns. The data were obtained at the NSE spectrometers IN15 (ILL) and SPAN (HMI) respectively.

Exactly at T_g the autocorrelation function decays as t^{-x} , with $x=0.12$, in excellent agreement with the exponent deduced from measurements at frequencies about 10^8 lower than those of NSE [3]. When the temperature increases above T_g , $S(q,t)$ is best described by the form $t^{-x}\exp(-(t/t)^\beta)$. These results are the first direct confirmation of the theoretically predicted spin glass critical dynamics. Furthermore, the comparison of the NSE data with μ SR spectra and ac susceptibility results on equivalent systems implies that critical decay should hold exactly over a particularly broad time range: from picoseconds down to seconds, i.e. from the microscopic to the macroscopic time scales.

[1] F. Mezei, A. Murani, JMMM **14** (1979) 211

[2] A.T. Ogielski, PRB **32** (1985) 7384

L.W. Bernardi, S. Prakash, I.A. Campbell, PRL **77** (1996) 2798

[3] L.P. Lévy, PRB **38** (1988) 4963

1-Dimensionale Spindynamik in Na_2MnF_5

A. Krimmel¹, M. Ohl², J. Pebler³, R. Stief³

1 Exp. Physik V, Universität Augsburg, Universitätsstr. 1, D-86159 Augsburg

2 Institut Laue Langevin, BP156 X, F-38042 Grenoble Cedex

3 Fachbereich Chemie, Philipps-Universität Marburg und Wissenschaftliches Zentrum für Materialwissenschaften, D-35043 Marburg

Die Kettenstrukturen der Fluoromanganate(III) des Typs $\text{A}_2\text{Mn(III)F}_5$ (mit z.B. $\text{A}^1=\text{Li}^+, \text{Na}^+, (\text{NH}_4)^+, (\text{ND}_4)^+, \text{K}^+, \text{Rb}^+$ und Cs^+) können als Modellsubstanzen zum Studium niederdimensionalen magnetischen Verhaltens dienen; diese Systeme besitzen den Vorteil, daß – bei praktisch konstanter lokaler Geometrie der $[\text{MnF}_6]^{3-}$ -Baugruppen – die kristallographischen Parameter wie Brückenwinkel und Metall-Metall-Abstände bzw. die magnetischen Parameter wie Austauschwechselwirkungen entlang und zwischen den Ketten durch den Einbau verschiedener Gegenkationen gezielt variiert werden können. In diesen 1D-Systemen wird die niederenergetische Spindynamik von Solitonen dominiert. Dies spin-dynamische Verhalten wurde von uns in früheren Arbeiten mittels Mößbauer-spektroskopischer Untersuchungen an mit ^{57}Fe -dotierten Fluoromanganaten(III) studiert und auf der Grundlage des klassischen Solitonen-modells interpretiert [1]. Zur Überprüfung unseres Konzepts haben wir durch unabhängige inelastische Neutronenstreuexperimente an großen Einkristallen von $(\text{ND}_4)_2\text{MnF}_5$ die nichtlinearen Anregungen studiert [2]. Nun werden die inzwischen auch für Na_2MnF_5 vorliegenden neuen Neutronenstreuergebnisse vorgestellt.

Für einen direkten experimentellen Nachweis führten wir hochauflösende neutronen-spektroskopische Messungen mittels eines Dreiachsenspektrometers (IN12, Institut Laue Langevin in Grenoble) durch. Da das erwünschte Solitonensignal um Energietransfer $\hbar\omega=0$ zentriert ist, muß man zunächst eine Korrektur des inkohärenten Untergrundes durchführen, der durch eine Messung oberhalb der magnetischen 1D-Phase ($T > T(\chi_{\text{max}})$) bei $T=70$ K bestimmt wurde. Nach der Untergrundkorrektur ergibt sich ein schwaches quasielastisches Signal, das durch eine einzelne Lorentzlinie (gefaltet mit der instrumentellen Auflösung und gewichtet mit dem Faktor der detaillierten Balance) beschrieben werden kann. Der magnetische Ursprung dieses Signals wird durch die Intensitätsabnahme mit wachsendem Impulsübertrag bestätigt. Die Temperaturabhängigkeit der quasielastischen Linienbreite ergibt eine Solitonen-aktivierungsenergie von $E_s/k=60(3)$ K in Na_2MnF_5 im Vergleich zu $E_s/k=76(3)$ K in $(\text{ND}_4)_2\text{MnF}_5$ in guter Übereinstimmung mit den Resultaten der Mößbauer-Spektroskopie.

Neue magnetische Einkristallmessungen an Na_2MnF_5 werden ebenfalls diskutiert.

[1] J.Pebler, C.Frommen, M.Mangold and W.Treutmann, Z.Naturforsch. 54a, 317 (1999)

[2] R.van de Kamp, A.Krimmel, M.Mangold and J.Pebler, Phys. Rev. B 61, 15221 (2000)

[3] P.Nunez, T.Roisnel and A.Tressaud, Solid State Comm. 92, 601 (19)

Magnetische Ordnung in YMnO_3 und HoMnO_3 : ein kohärentes oder inkohärentes Phänomen?

Th. Lonkai, D. Hohlwein, J. Ihringer, W. Prandl
 Universität Tübingen
 Institut für Kristallographie

YMnO_3 und HoMnO_3 sind Endglieder in den Reihen $(\text{A}^{3+}_{1-x}\text{Ca}_x)\text{MnO}_3$, die zur Familie der Substanzen mit Polaronenleitfähigkeit, Zener'schem Doppelaustausch und - möglicherweise - GMR Effekt gehören [1]. Die reinen Eckglieder ($x = 0$) sind darüber hinaus Substanzen mit zugleich ferroelektrischer und magnetischer Ordnung ($T_{\text{FE}} \approx 900$ K; $T_{\text{N}} \approx 70$ K). Im Unterschied zu den perowskitischen Halbleitern und "Metallen" ($x > 0.1$), die aus dreidimensional verketteten (MnO_6) -Oktaedern bestehen, sind YMnO_3 und HoMnO_3 aus isolierten, monoklin verzerrten Bipyramiden von (MnO_5) aufgebaut.

Ältere Modellvorschläge für die Spinstrukturen sind in jüngster Zeit durch optische Experimente, in denen Domänen unterschiedlicher magnetischer Punktsymmetrie über optische Frequenzverdopplung sichtbar gemacht werden, in Frage gestellt worden [2]. Wir haben in einem engen Temperaturreaster Pulverdiagramme der beiden Substanzen am Flat-Cone-Diffraktometer E2/HMI Berlin gemessen. Bei HoMnO_3 finden wir bei $T < 20$ K kollineare antiferromagnetische Ordnung am Ho. Nach dem Verlauf der Magnetisierung des Ho tritt die Ordnung graduell durch die Kopplung an das Untergitter der Mn-Ionen ein, und nicht durch einen weiteren Phasenübergang.

In HoMnO_3 ist im Intervall $1.5 < T < 33$ K der gesamte magnetische Ordnungsvorgang mit der magnetischen Raumgruppe $P6_3'$ und von ≈ 40 K bei $T_{\text{N}} = 76$ K mit $P6_3'$ verbunden. Im Zwischengebiet $33 \text{ K} \leq T \leq \approx 40$ K sind entweder die beiden inkompatiblen Strukturen mit kontinuierlich verändertem Volumenanteil inkohärent überlagert oder ein neuer homogener Zustand der Symmetrie $P6_3'$ überbrückt die reinen Hoch- und Tieftemperatur-Ordnungen. Bei YMnO_3 erstreckt sich der "Überlappungsbereich" von 1.5 K bis $T_{\text{N}} \approx 68$ K. Die Alternative ist, wiederum, eine einheitliche Struktur der Symmetrie $P6_3'$, die bei T_{N} die Gestalt eines Daimler-Sterns mit gebrochenen, jeweils um 90° von der Radialrichtung abweichenden Spitzen (= die magnetische Momente) hat. Bei $T = 1.5$ K sind die magnetischen Momente noch etwa 45° vom idealen radialen Verlauf entfernt.

Das Modell der Symmetrie $P6_3'$ deutet bei beiden Substanzen die Beobachtungen besser, allerdings nur geringfügig. Die beobachtete temperaturabhängige Drehung der magnetischen Momente kommt offenbar durch eine Änderung der lokalen magnetischen Anisotropie in der hexagonalen a-b-Ebene zustande.

- [1] K. Hagdorn, D. Hohlwein, J. Ihringer et al., Eur. J. Phys. B **11**, 243-254 (1999)
- [2] D. Fröhlich, St. Leute, V.V. Pavlov, R.V. Pisarev, Phys. Rev. Lett. **81**, 3239-3242 (1998);
 M. Fiebig, D.F. Fröhlich, K. Kohn et al., Phys. Rev. Lett. **84**, 5620-5623 (2000)

Magnetism in UTGe (T = transition metal) compounds probed by neutron diffraction

K. Prokes¹, H. Nakotte², P. Svoboda³, V. Sechovsky³ and R.A. Robinson⁴

¹ *Hahn-Meitner-Institute, SF-2, Glienickerstr. 100, Berlin, Germany*

² *Physics Department, New Mexico State University, Las Cruces, USA*

³ *Department of Electronic Structures, Charles University, Prague, The Czech Republic*

⁴ *Physics Division, ANSTO, Menai, Australia*

Magnetism in uranium based compounds is mostly due to magnetic moments situated on uranium sites. Depending on the structure, constituent elements, co-ordination and geometry of the U-atom surrounding, various ground states are observed in these compounds, ranging from Pauli paramagnetism, superconductivity, through heavy fermion systems, spin fluctuators towards systems with long-range magnetic order. All magnetic properties are strongly anisotropic even in the case of paramagnetic ground state and anisotropy energy is of the order of several hundreds of tesla. Therefore, isostructural compounds in the form of single crystal should be studied.

The first paper devoted to UTGe (T = Co, Ni, Ru, Rh, Pd, Ir, Pt) compounds reported that all compounds form in the orthorhombic CeCu₂-type crystal structure (space group *Imma*). Later, careful analysis of neutron data revealed that, all systems crystallize in fact in its ordered variant - the orthorhombic TiNiSi type of structure (space group *Pnma*). The development of the magnetic properties with constituent elements is readily observable for UTGe compounds. UCoGe and URuGe are paramagnets, URhGe and UPdGe ferromagnets and UNiGe, UPtGe and UIrGe antiferromagnets. We have studied several of them by means of neutron-scattering and in this contribution we report on results obtained on UNiGe, URhGe and UIrGe single crystals in magnetic fields up to 14.5 T.

Neutron Resonances in Magnetic and Nonmagnetic Neutron Multilayer Systems

F. Radu^{a,b}, Yu. V. Nikitenko^c, V. K. Ignatovich^c, Yu. M. Gledenov^c, P. V. Sedyshev^c, V. Syromyatnikov^d, H. Lauter^e, V. Leiner^{a,e}, K. Westerholt^a, V. L. Aksenov^c, H. Zabel^a

^a*Facultät für Physik und Astronomie, Institut für Experimentalphysik/Festkörperphysik, Ruhr-Universität Bochum, D-44780 Bochum, Germany*

^b*Departamentul de Fizica Nucleara, Institutul National de Fizica si Inginerie Nucleara, P.O.BOX MG-6, 76900 Magurele-Bucuresti, Romania*

^c*Frank Laboratory of Neutron Physics, Joint Institute for Nuclear Research, 141980 Dubna, Moscow Region, Russia*

^d*Petersburg Nuclear Physics Institute, PNPI, 188350 Gatchina, St. Petersburg, Leningrad District, Russia*

^e*Institute Laue-Langevin, 38042 Grenoble cedex 9, France
E-mail: Florin.Radu@ruhr-uni-bochum.de*

Theoretical and experimental studies on magnetic and nonmagnetic neutron resonators (NR) are presented. Using the recurrence method (RM) precise analytical calculations of positions and widths of neutron resonances in NR, and also of reflection, transmission amplitudes and enhancement factor of the neutron wave function into the resonant layer are performed. Expression and computer simulation of the channelling intensities at the edge of the sample are shown, as well.

Experimentally, the neutron resonances in the ${}^6\text{LiF}(200\text{\AA})/\text{Ti}(2000\text{\AA})/\text{Cu}(1000\text{\AA})/\text{glass}$ layered structure have been observed [1] simultaneously by neutron reflectivity and ${}^6\text{Li}(n,\alpha){}^3\text{H}$ nuclear reaction at the SPN reflectometer in Dubna. An ionisation chamber was used to register the alpha and triton particles emitted after the neutron capture in ${}^6\text{Li}$ nuclei.

An attempt to study the magnetic phase transitions [2] in Fe/Gd magnetic system is reported. The Fe/Gd bilayer was embedded in the Cu/Ti/Cu/glass neutron resonator and the system was measured using polarised neutron reflectivity at the ADAM reflectometer in Grenoble. The reflectivities (R^+ , R^- , R^+ , R^-) taken at different temperatures ranging from 1 to 100 K and different applied magnetic fields are presented. It is shown that for 2 different points in the magnetic phase transition diagram there is a change in the total reflection (resonance) region due to the change in spin configuration of the Fe/Gd bilayer while the Kissing fringes part of the reflectivities remains unchanged.

Recently, neutron resonances were applied in measuring the neutron hysteresis loop for an exchange biased CoO/Co bilayer grown on Ti/Cu/Al₂O₃ template. The system was cooled to 140 K in a magnetic field applied parallel to the easy axis. Placing the detector on the spin-flip resonance peak and scanning the magnetic field, it was observed that the reversal of the magnetisation occurs by in-plane rotation of the Co spins while for CoO/Co multilayers no in-plane rotation was detected. The exchange bias field decreases quickly from about 150 Oe towards 0 Oe.

- [1] V. L. Aksenov, Yu. V. Nikitenko, F. Radu, Yu. M. Gledenov, P. V. Sedyshev, *Physica B*, 276-278, 2000
[2] R. E. Camley and D. R. Tilley, *Phys. Rev. B*, 37, 3413, 1988

Polarized Neutron Reflectivity on CoO/Co Exchange Biased Multilayer

F. Radu, M. Etzkorn, V. Leiner, A. Schreyer, K. Westerholt, H. Zabel
Institut für Experimentalphysik/Festkörperphysik, Ruhr-Universität Bochum, 44780
Bochum, Germany
Institute Laue-Langevin, 38042 Grenoble, France
E-mail: Florin.Radu@ruhr-uni-bochum.de

The exchange bias phenomenon is associated with interfacial coupling between ferromagnetic and antiferromagnetic layers, which results in an unidirectional magnetic anisotropy. The macroscopic effects related to exchange biased systems are the shift of the hysteresis loop towards positive or negative directions and an increase of the coercivity field upon cooling the system in an applied magnetic field. However, another macroscopic effect, namely a time relaxation of the exchange bias field has gained little attention so far.

The system we used for measuring the three macroscopic effects and, especially the time relaxation is a CoO/Co multilayer. The sample was prepared by rf-sputter deposition on an a-plane sapphire substrate. The growth parameters were optimised as to obtain a low interface roughness in expense of the crystallinity. The measurements were carried out at the ADAM reflectometer (ILL) by Polarised Neutron Reflectometry. The samples have been characterised by x-ray reflectivity and MOKE measurements.

Neutron hysteresis loops were measured at 310 K (T_N of CoO is 291 K) and 240 K by scanning the magnetic field and detecting the 4 reflectivities (R_{++} , R_{+-} , R_{-+} , R_{--}) at the position of the first multilayer peak. From such curves we see that the reversal of magnetisation in the sample occurs not by in-plane rotation but rather through domain wall movement. There was no difference of the behaviour of the magnetisation reversal process from room temperature to low temperature and from the positive to the negative part of the hysteresis loop. We noticed, as well, that the exchange bias field was not stable in time. It decreases exponentially from about 180 Oe towards 0 Oe with half-life time of about 580 sec. In order to conclude that this decay is a general property of CoO/Co systems, we measured the neutron hysteresis loop at 140 K from a bilayer deposited on a neutron resonator template. The magnetic field was applied parallel to the easy axis. In this case the exchange bias decreased even faster from about 150 Oe towards 0 Oe.

Inelastic Neutron Scattering Experiments on $^{154}\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ and $\text{Gd}_2\text{Fe}_{17}\text{D}_x$ - a method to trace magnetic interactions in permanent magnets

A. Sippel¹, M. Rotter¹, O. Isnard², L. Jahn¹, R. Bewley³, M. Loewenhaupt¹

¹*TU- Dresden*

Institut für Angewandte Physik (IAPD)

Dresden, Germany

E-mail: rotter@physik.tu-dresden.de

²*associé à l'Université J. Fourier et à l'INPG, CNRS*

Laboratoire de Cristallographie

Grenoble, France

³*Rutherford Appleton Laboratory*

Didcot, U. K.

The crystal and molecular fields of R_2Fe_{17} compounds have been examined by inelastic neutron scattering. In the $\text{Gd}_2\text{Fe}_{17}$ compounds, the crystal field has no first order effect on the wave function of the Gd ion. Therefore, it is possible to observe the influence of the molecular field separately. The Gd compounds were doped by deuterium in order to observe the influence of these interstitials on the molecular field seen by Gd. Sm compounds were doped by nitrogen to see the influence on molecular and crystal field interactions. The doping causes a volume increase of the unit cell and thus larger distances between the atoms. As a consequence, the exchange interaction between R and Fe sublattices decreases as well as the splitting of the energy levels observed by inelastic neutron scattering. In addition, the magnetic anisotropy in $\text{Sm}_2\text{Fe}_{17}\text{N}_x$ ($x=0,3$) changes from easy plane to easy axis by doping with nitrogen. On the other hand, a volume increase leads to a larger magnetisation of the Fe sublattice in all R_2Fe_{17} compounds resulting in an increase of the Curie temperatures by about 300 K. These characteristics are a good basis for the development of new permanent magnet materials.

Anomalous Magnetic Exchange Interactions in Sm Compounds ?

M. Rotter¹, M. Doerr¹, P. Svoboda², C. Ritter³, M. Loewenhaupt¹

¹*TU- Dresden*

Institut für Angewandte Physik (IAPD)

Dresden, Germany

E-mail: rotter@physik.tu-dresden.de

²*Charles University*

Department of electronic Structures

Praha, Czech Republic

³*Institut Laue Langevin*

Grenoble, France

There are two kinds of anisotropy in rare earth compounds: the single ion anisotropy caused by the crystal field and the anisotropy of two ion interactions. Both types of anisotropy have to be considered to arrive at a consistent description of the magnetic properties of the orthorhombic intermetallic RCu_2 compounds. However, the case of $SmCu_2$ is special as the anisotropy of the exchange interactions is reversed in comparison with the other compounds of the series. Strong experimental evidence for such an anomalous behaviour will be presented (mainly results of neutron powder diffraction and magnetic measurements on single crystals).

SPINAUFGESPALTENE DIFFUSE STREUUNG UNTER STREIFENDEM EINFALL AN POLARISIERENDEN SUPERSPIEGELN

U. Rücker, E. Kentzinger, B. Toperverg und Th. Brückel

Institut für Festkörperforschung – Streumethoden

Forschungszentrum Jülich

52425 Jülich

F. Ott

Laboratoire Léon Brillouin

CEA Saclay

91191 Gif sur Yvette Cedex, France

Email: u.ruecker@fz-juelich.de

Wir zeigen Messungen mit polarisierten Neutronen und Polarisationsanalyse zur spinaufgespaltenen diffusen Streuung an polarisierenden Superspiegeln in verschiedenen Magnetisierungszuständen. Es handelt sich hierbei um remanente polarisierende Superspiegel mit $2,5 \theta_{c, Ni}$ für Spin \uparrow in Reflexion, die bei Swissneutronics gekauft wurden.

Die diffuse Streuung dieser Spiegel ist stark spinaufgespalten, zu Winkeln unterhalb des spekulären Reflexes hin gibt es einen bedeutenden Anteil an diffuser Streuung mit Spin \downarrow .

Es wurden Magnetisierungszustände zwischen Remanenz (Spiegel ist entgegen des äußeren Feldes magnetisiert und produziert Spin \downarrow -Neutronen) und Sättigung bei ungefähr 30 mT unter verschiedenen Einfallswinkeln untersucht sowie das Verhalten in hohem Magnetfeld.

Die Messungen wurden am HADAS-Reflektometer in Jülich und am PRISM-Reflektometer am LLB, Saclay, durchgeführt.

INFLUENCE OF Mn DOPING ON THE CRYSTAL STRUCTURE AND MAGNETIC ORDER OF BiFeO₃

I. Sosnowska

Institute of Experimental Physics, Warsaw University, 00681 Warsaw, Poland

W. Kockelmann und W. Schäfer

Mineralogisch-Petrologisches Institut, Universität Bonn, 53115 Bonn, Germany

I.O. Troyanchuk

Institute of Physics and Semiconductors, Academy of Sciences, Minsk, Belarus

E-mail: w.schaefer@fz-juelich.de

The crystal and magnetic structures of BiFeO₃ and its solid solutions BiMn_xFe_{1-x}O₃ ($x = 0.1, 0.2$) are investigated prompted by the occurrence of magneto-electric properties. Bismuth ferrite has a rhombohedrally distorted perovskite structure (R3c) and shows both ferroelectricity ($T_C \approx 1090\text{K}$) and antiferromagnetic properties ($T_N \approx 670\text{K}$). Doping of BiFeO₃ with Mn on the Fe sites allows to obtain information on possible effects of the magnetic order on the ferroelectric behaviour.

Powder diffraction experiments have been performed applying both constant wavelength (CW) and time-of-flight (TOF) neutron diffraction by using SV7 at the FRJ-2 in Jülich and ROTAX at the ISIS spallation source, respectively. Structural parameters have been refined using FullProf and GSAS for the CW- and TOF-data, respectively, with Bi, Fe, and Mn located in positions 6a (0,0,z) and O in 18b (x,y,z) of space group R3c. Results are presented for measurements at 293K and 700K. The CW- and TOF-data are in satisfactory agreement and the structures of the doped compounds are well described in space group R3c.

The considerable broadening of the diffraction profiles of the pure magnetic peaks (101/003) of the compounds with Mn-concentrations $x=0.0$ and 0.1 is significantly reduced for $x=0.2$ indicating that the (experimentally non-resolved) splitting due to the known long-range (620 Å) spiral modulated structure of the Fe spins in BiFeO₃ is destroyed in favour of a commensurate collinear antiferromagnetic structure when substituting Fe by Mn. The average magnetic moments at 293K are $3.04 \mu_B$ and $3.35 \mu_B$ per $\text{Me}^{3+}(\text{Fe}/\text{Mn})$ -position for Mn-concentrations $x=0.2$ and $x=0.1$, resp., compared to $3.75 \mu_B$ in pure BiFeO₃. The ordering temperatures decrease from about 670K ($x=0$) over 610K ($x=0.1$) to 560K ($x=0.2$). At 293K the compounds are not yet fully ordered and a non-Brillouin-type temperature behaviour of the magnetization is observed for the doped compounds.

Acknowledgements: Grant no. 2P03B of the Polish State Committee for Scientific Research, DAAD funds for one of us (I.S.) and project nos. KI5BO2-2 and KI5BO3-5 of BMBF, Germany.

STRUCTURE AND MAGNETIC STATES OF RARE EARTH (R) INTERMETALLICS R_2AgIn_3 AND R_2CuIn_3

J. Siouris, J.P. Semitelou and J.K. Yakinthos
Physics Laboratory, University of Thrace, Xanthi, Greece

W. Schäfer

Mineralogisch-Petrologisches Institut, Universität Bonn, 53115 Bonn, Germany

R.R. Arons

Institut für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich, 52425 Jülich, Germany

E-mail: w.schaefer@fz-juelich.de

Neutron powder diffraction and magnetization measurements have been performed on ternary rare earth intermetallics R_2AgIn_3 ($R = Pr, Nd, Tb, Ho, Er$) and R_2CuIn_3 ($R = Tb, Ho, Er$). The silver compounds crystallize in the $CaIn_2$ -type structure (space group $P6_3/mmc$) with R on 2b sites $(0,0,1/4)$ and Ag and In statistically distributed over the 4f sites $(1/3, 2/3, z)$. The copper compounds attain the AlB_2 -type structure (space group $P6/mmm$) with R on site 1a $(0,0,0)$ and a statistical occupation of sites 2d $(1/3, 2/3, 1/2)$ by copper and indium. Thus, all these intermetallics exhibit structural disorder on the non - rare earth sites.

Neutron diffraction reveals the absence of long-range magnetic order for all compounds, except those with Tb. Tb_2AgIn_3 and Tb_2CuIn_3 undergo magnetic phase transitions at $T_N = 42(1)$ K and $33(1)$ K, respectively, into collinear antiferromagnetic structures with moment orientations along the c-axes. Around 4 K, the magnitudes of the Tb-moments are $5.1 \mu_B$ and $6.8 \mu_B$, respectively, i.e. far from saturation for Tb^{3+} -ions. These antiferromagnetic transitions are in agreement with susceptibility and high field magnetization measurements.

Thus, although the macroscopic magnetic measurements on all the ternary compounds carried out at low temperature and high field indicate antiferromagnetic ordering, confirmation by neutron diffraction is obtained only for the Tb compounds. For all the other compounds, no magnetic Bragg scattering is observed, i.e. neither additional magnetic peaks nor any significant intensity enhancements at nuclear reflection positions were detected. The susceptibility and low-temperature magnetization curves, however, show a peculiar behaviour revealing irreversibilities and substantial differences in the non-zero and the zero field cooled susceptibility curves. The magnetic properties are assumed to be dominated by frustration originating from competing ferro- and antiferromagnetic exchange in conjunction with structural disorder. Frustration is attributed mainly to local spin disorder and dynamical spin fluctuations. Spin glass similar states, however, cannot be excluded.

Acknowledgement: Financial support under project-no K15BO2-2 by BMBF, Germany.

RKKY-artige Wechselwirkung in der paramagnetischen Phase von Holmium

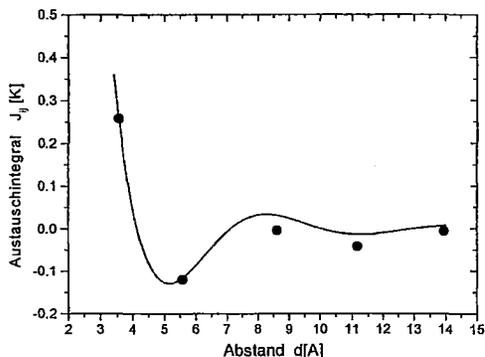
Rainer Schneider¹, Tapan Chatterji², Jens-Uwe Hoffmann¹ und Dietmar Hohlwein¹

¹Institut für Kristallographie der Universität Tübingen
c/o Hahn-Meitner Institut Berlin, E-mail: schneider-r@hmi.de
²Institut Laue-Langevin, Grenoble, Frankreich

Die Spinkonfigurationen der langreichweitig magnetischen Ordnung in Holmium sind das Ergebnis des Wechselspiels eines temperaturabhängigen oszillierenden Austauschs, der hexagonalen Kristallfeldanisotropie sowie starker magnetostriktiver Effekte. Ab der Néel-Temperatur von $T_N \approx 133\text{K}$ bis hin zu etwa 20K besitzt die energetisch bevorzugte Anordnung der magnetischen Momente einen spiralförmigen Charakter, wobei der zugehörige, im allgemeinen inkommensurable, Propagationsvektor kontinuierlich bis etwa auf die Hälfte seines ursprünglichen Wertes abfällt. Unterhalb 90K tritt neben dem generellen *easy-plane* artigen Einfluß der Kristallfeldanisotropie auch ihre Komponente 6-facher Symmetrie innerhalb der Basalebene in Erscheinung (*spin-slip* Strukturen). Die starke Temperaturabhängigkeit von Propagationsvektor, der zugehörigen Magnonendispersion sowie magnetostriktive Effekte legen beim Übergang in den paramagnetischen Bereich eine nicht zu vernachlässigende Variation der magnetischen Austauschkonstanten nahe.

Paramagnetisch diffuse Intensitätsverteilungen innerhalb der *h0l*-Ebene (E2, HMI) erlauben es, unter Berücksichtigung von Absorptions- und Anisotropieeffekten, auf der Basis einer erweiterten Molekularfeldtheorie die Austauschparameter zwischen den nächsten Nachbarn zu berechnen (TVtueb). Es gelingt auf diese Weise, das komplexe Streumuster innerhalb der *h0l*-Ebene durch fünf Parameter J_{ij} qualitativ sowie auch quantitativ gut zu beschreiben. Im Rahmen der zu erwartenden Temperaturabhängigkeit bestätigt auch der Vergleich mit den Resultaten aus Magnonendispersionsmessungen entlang c^* die Ergebnisse [3]. Diese zeigen einen sehr langreichweitigen und als Funktion des atomaren Abstands oszillierenden Charakter, wie er für ein System erwartet wird, bei dem der Austausch über die Leitungselektronen erfolgt (siehe Abbildung). Der in c -Richtung resultierende Wert von $k_f = 0.54(2) \text{ \AA}^{-1}$ steht in direktem

ganzzahligem Zusammenhang zu dem Abstand der *nesting regions* innerhalb der Fermifläche und widerspricht dem Modell freier Elektronen ($k_f = 1.43 \text{ \AA}^{-1}$).



[1] R. Schneider, T. Chatterji,

J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein,

Physica B 276-278 (2000) 610

[2] J. Jensen A.R. Mackintosh, Rare Earth

Magnetism, Oxford Science Publications,

Oxford, 1991

[3] R. Nicklow et. al, J. Appl. Phys. 40

(1969) 1452

TVtueb - Visualisierung und Auswertung zweidimensionaler Diffraktionsdaten - Analyse diffuser Streuintensitäten

Rainer Schneider, Jens-Uwe Hoffmann, Dietmar Hohlwein

*Institut für Kristallographie der Universität Tübingen
c/o Hahn-Meitner Institut Berlin
E-mail: schneider-r@hmi.de*

TVtueb ist eine mit Microsoft Visual C++ unter WindowsNT entwickelte Auswertepattform, die es erlaubt, zweidimensionale Intensitätsverteilungen, wie man sie bei Neutronen-Experimenten an Diffraktometern mit Multidetektor erhält, graphisch darzustellen und quantitativ zu analysieren. Die Basisfunktionalität dieser Software erstreckt sich über die farbcodierte Visualisierung der Meßdaten, das Handling mehrerer Einzelscans (komfortables Zusammenführen, Arbeitsmappen) und den Austausch ein- bzw. zweidimensionaler Datensätze über die Windows-Zwischenablage mit kommerzieller Software.

Zu den Grundfunktionen, die speziell die Auswertung von Einkristalldaten betreffen, zählt die automatische Indizierung, Intensitäts- und Lagebestimmung von nuklearen Reflexen, die Transformation der Meßdaten in den reziproken Raum, mehrere Methoden der Untergrundanalyse, beliebige Intersections, 3D-Peakfitting Algorithmen, Detektor-Efficiency Korrektur sowie zweidimensionale Parameterplots. Im Hinblick auf die Auswertung diffuser Streuintensitäten wurde bei der Programmentwicklung sehr großen Wert auf die statistischen Fehler der Meßdaten gelegt. Diese werden in jeder der zu Verfügung stehenden Analysemethoden berücksichtigt und „durchgeschleift“.

Eine erweiterte Version von TVtueb erlaubt das Modellieren der paramagnetisch diffusen Streuung mittels einer erweiterten Molekularfeld-Theorie. Für beliebige Kristallgitter, magnetische Ionen sowie Austauschwechselwirkungen J_{ij} kann unter Berücksichtigung des magnetischen Formfaktors, Absorptionseffekten sowie auch einer Kristallfeldanisotropie die resultierende diffuse Streuverteilung innerhalb einer beliebigen reziproken Ebene berechnet werden. Ferner ist es möglich alle relevanten Parameter, u. a. die Austauschparameter J_{ij} an die experimentell bestimmte Streuverteilung anzupassen.

[1] R. Schneider, T. Chatterji, J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, Physica B 276-278 (2000) 610

[2] J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, R. Schneider, A.H. Moudden, Physica B 276-278 (2000) 608

Rietveld-Anpassung der magnetischen Struktur von TbCu_2

A. Schneidewind¹, W. Kockelmann², A. Kreyssig¹, M. Loewenhaupt¹

¹TU Dresden, Institut für Angewandte Physik (IAPD), D-01062 Dresden

E-mail: schneidewind@physik.tu-dresden.de

²Rutherford Appleton Laboratory, ISIS Facility, Chilton Didcot, OX11 0QX, UK
und Universität Bonn, Mineralogisch-Petrologisches Institut, D-53115 Bonn, Germany

Die intermetallische Verbindung TbCu_2 kristallisiert in der orthorhombischen CeCu_2 -Struktur (Imma). Die kristalline Einheitszelle beinhaltet vier Tb Atome, welche die Wyckoff-Lage 4e mit der Punktsymmetrie mm besetzen. Unterhalb der Néeltemperatur von $T_N = 54$ K ordnet TbCu_2 antiferromagnetisch. Die magnetische Elementarzelle umfaßt drei kristalline Elementarzellen und enthält sechs unabhängige Tb-Momente. Bei tiefsten Temperaturen ist die Struktur kollinear und kommensurabel und zeigt an allen Atomplätzen das volle Moment.[1]

Eine TbCu_2 -Pulverprobe wurde am Time-Of-Flight-Neutronen-Diffraktometer ROTAX (ISIS Facility, RAL) in Abhängigkeit von der Temperatur untersucht. An drei JULIOS-Detektorbänken wurden die gestreuten Intensitäten in Abhängigkeit vom Streuwinkel 2θ und der Neutronenwellenlänge λ detektiert. Durch Berücksichtigung der aktuellen Geräteparameter und Konvertierung der Daten auf die d-Abhängigkeit wurden die Spektren für die Rietveld-Anpassungen erzeugt.

Anhand der Spektren bei Raumtemperatur und bei $T = 70$ K wurde mit Hilfe von GSAS die Kristallstruktur angepaßt. Die Anpassungen zur magnetischen Struktur (unter Nutzung des Modells in [2]) erfolgten mit Fullprof bei $T = 2$ K zunächst für große d-Werte (Detektorbank in Vorwärtsstreuung) und anschließend unter Einbeziehung von drei Detektorbänken. Die Verfeinerung konnte dabei qualitativ verbessert werden, insbesondere ist eine Sensitivität auf die Momentrichtung erreicht worden.

Wir danken für die finanzielle Unterstützung durch die DFG im Rahmen des SFB 463.

[1] T. O. Brun u. a., AIP Conf. Proc. **5** (1971) 1376.

[2] N. Iwata u. a., J. Mag. Magn. Mat. **70** (1987) 279.

Proximity effects and magnetic exchange coupling in $\text{Fe}_{1-x}\text{Cr}_x/\text{Cr}$ -superlattices

R. Siebrecht^{1,2}, A. Schreyer¹, V. Leiner^{1,2}, T. Schmitte¹, H. Zabel¹

¹ *Institut für Festkörperphysik, Ruhr-Universität Bochum, 44780 Bochum, Germany*

² *Institut Laue Langevin, 38042 Grenoble, France*

E-mail: andreas.schreyer@ruhr-uni-bochum.de

In the field of exchange coupled superlattices Fe/Cr has always served as an important model system. Depending on the Cr spacer thickness, the exchange coupling between the ferromagnetic Fe layers can be ferromagnetic, antiferromagnetic or non-collinear. The Cr interlayers, which mediate this coupling, exhibit a commensurate antiferromagnetic spin structure with a Néel temperature $T_{N, \text{Cr}}$ much higher than for the incommensurate spin density wave state of bulk Cr [1].

To study if and how $T_{N, \text{Cr}}$ is affected by proximity effects to the Fe layers, we have reduced their Curie temperature T_C by alloying with Cr. To obtain a phase diagram of the $\text{Fe}_{1-x}\text{Cr}_x/\text{Cr}$ -superlattice system we have determined the Curie- ($T_{C, \text{FeCr}}$) and Néel temperatures ($T_{N, \text{Cr}}$) as well as the magnetic interlayer exchange coupling properties as a function of the concentration x using polarized neutron reflectivity and high-angle neutron scattering.

Surprisingly we find that a drastic reduction of ($T_{C, \text{FeCr}}$) hardly changes ($T_{N, \text{Cr}}$). On the other hand, the alloying completely modifies the coupling behaviour of the $\text{Fe}_{1-x}\text{Cr}_x/\text{Cr}$ -superlattices compared to the Fe/Cr samples. This can be understood by considering the different interface topologies of alloyed ($x>0$) and non-alloyed ($x=0$) superlattices.

[1] A. Schreyer et al., Phys. Rev. Lett. **79** (1997) 4914

Magnetism of cubic ReB_{12} – Borides: Interplay of dipolar and RKKY interactions in the fcc - symmetry

I. Bat'ko¹, M. Meschke¹, A. Kohout¹, K. Flachbart² and K. Siemensmeyer¹

¹*Hahn-Meitner-Institut Berlin, Germany*

²*Slov. Academy of Sciences, Kosice, Slovakia*

E-mail: siemensmeyer@hmi.de

The Borides with the chemical formula ReB_{12} (Re= Tm,Er,Ho,Dy) crystallise in the fcc symmetry. They form simple metals, from resistance and magnetisation data antiferromagnetic order is expected. The magnetic properties can be summarised as follows: The 4f – moments at the Re ions interact with their surrounding through the dipolar and the RKKY interaction. The latter may be approximated using the free electron approximation. The strength of the dipolar interaction is comparable to the antiferromagnetic RKKY interaction. Thus, these substances are very similar to nuclear spin systems Cu and Ag for which detailed predictions exists on the phase diagram and antiferromagnetic structure as a function of external field and relative strength of dipolar and RKKY – interaction.

We have studied the phase diagram of ReB_{12} by means of SQUID magnetometry and the antiferromagnetic structure by powder neutron diffraction. It turns out that TmB_{12} has a very simple phase diagram with only one phase in a field, whereas ErB_{12} and HoB_{12} show more complex behaviour in external fields. In HoB_{12} two phases exist in applied field. Remarkably, the phase boundaries all meet at the $T_N = 7\text{K}$ at $B=0$. The antiferromagnetic q – vectors ($2/3, 1/3, 1/3$) and ($0, 2/3, 2/3$) observed on a powder sample point towards a complex multiple q – structure.

Neutronenstreuung am festen ^3He

V. Boiko¹, I. Bat'ko¹, S. Schoettl¹, K. Siemensmeyer¹, E.D. Adams², T.E. Sherline^{1,2}

¹ *Hahn-Meitner-Institut, Berlin, Germany*

² *Univ. Florida, Gainesville, USA*

E-mail: siemensmeyer@hmi.de

Helium läßt sich nur unter hohem Druck verfestigen. Der Grund dafür liegt in der geringen Masse der He – Atome, sie führt auch bei tiefster Temperatur zu erheblichen Nullpunktschwingungen die der Verfestigung entgegenwirken. Im ^3He – Isotop führen diese Nullpunktschwingungen und die damit verbundenen Platzwechsel der Atome zu einer magnetischen Austauschwechselwirkung mit einzigartigen Eigenschaften: Platzwechsel zwischen 3,4 und mehr beteiligten Atomen dominieren die Wechselwirkung. Bei Temperaturen um 1 mK rufen diese Wechselwirkungen magnetische Kernordnung hervor, die nun Gegenstand der am HMI begonnenen Experimente ist.

In Rahmen eines „Research Training“ Netzwerkes werden Experimente zur magnetischen Strukturuntersuchung mit Neutronen am HMI vorbereitet. Dazu wird ein neues Spektrometer zusammen mit der nötigen Kryotechnik installiert. Daneben sind zahlreiche Einzelstudien erforderlich, z.B. zur Erzeugung und Messung hohen Drucks, zum simultanen Nachweis magnetischer Ordnung mit NMR und Neutronenstreuung, etc. In dem Beitrag wird das Konzept des Experimentes vorgestellt. Wegen der Kombination von tiefen Temperaturen, hohen Drucken mit der Neutronenstreuung sind spezielle Techniken erforderlich, die zudem der starken Absorption von Neutronen in ^3He Rechnung tragen müssen.

Einfluss der Realstruktur auf die magnetische Ordnung in FeNbO_4

Ralf Theissmann, H. Ehrenberg, H. Weitzel, H. Fueß

*Material und Geowissenschaften, Institut für Materialwissenschaft, Technische
Universität Darmstadt, Petersenstr. 23, 64287 Darmstadt*

E-mail: theissmann@friedel.st.mw.tu-darmstadt.de

Die antiferromagnetische Struktur des FeNbO_4 in seiner Wolframitstruktur (Raumgruppe: $P2_1/c$) wurde mit Hilfe der Neutronenpulverdiffraktometrie bestimmt. Die magnetische Einheitszelle ist in Bezug auf die kristallographische verdoppelt, $\vec{k} = (1/2, 0, 0)$. Die magnetischen Momente der Fe^{3+} -Ionen in den bc -Ebenen sind parallel ausgerichtet, aber antiparallel von einer bc -Ebene zur nächsten. Die Momente liegen in der ac -Ebene, ihr Winkel bezüglich der a -Achse ist $75(15)^\circ$. Die Neel-Temperatur beträgt $T_N = 38.5(5)\text{K}$, das zum absoluten Nullpunkt extrapolierte magnetische Moment pro Fe^{3+} -Ion beträgt $1.90(5)\mu_B$. Die Extrapolation auf $T = 0\text{K}$ wurde über einen Fit der Temperaturabhängigkeit der Untergittermagnetisierung gemäss einem Brillouin-Typ Verhalten durchgeführt [1]. Die bestehende Diskrepanz zwischen dem zu erwartenden magnetischen Moment von $5\mu_B$ pro Fe^{3+} -Ion und dem gemessenen Wert von $1.90(5)\mu_B$ kann auf die Realstruktureigenschaften des Eisenniobats zurückgeführt werden. Die Realstruktur liegt in Form von Domänen mit Wolframitstruktur vor, die durch Antiphasengrenzen getrennt sind. Im Bereich dieser Antiphasengrenzen ist die schichtweise Ordnung der Kationen gestört, das Eisenniobat liegt in einer anderen Modifikation (α - PbO_2 -Struktur) vor (Raumgruppe: $Pbcn$) [2]. Gezielte Variationen der Herstellungsbedingungen erlauben die Herstellung von Domänengrößen zwischen 5 nm und 2000 nm. Der Einfluss der Realstruktur auf die magnetische Ordnung unter besonderer Berücksichtigung der Domänengröße wird diskutiert.

- [1] H. Ehrenberg, G. Wltschek, R. Theissmann, H. Weitzel, H. Fueß, F. Trouw, J. Magn. Mater., Vol. 218, 261-265 (2000)
- [2] H. Weitzel, H. Schröcke, Neues Jahrb. Mineral. Abh., Vol. 119 (1973)

SPECULAR REFLECTION AND OFF-SPECULAR SCATTERING OF POLARIZED NEUTRONS FROM MAGNETIC MULTILAYERS

B.P. Toperverg^{1,2}, E. Kentzinger¹, U. Rücker¹, Th. Brückel¹

¹ *Institut für Festkörperforschung*

Forschungszentrum Jülich, D-52425 Jülich, Germany

² *Petersburg Nuclear Physics Institute, 188350 Gatchina, Russia*

e-mail: b.toperverg@fz-juelich.de

November 16, 2000

General equations for polarized neutron specular reflection and off-specular specular scattering are thoroughly analyzed for a number of typical experimental situations, including noncollinear magnetic ordering in layered structures, multidomain multilayers and magnetic interfacial roughness. The results are illustrated by a number of calculations performed by use of an original software developed on the basis of the supermatrix formalism. The routine allows to calculate spin-flip and non-spin-flip reflectivities and off-specular scattering cross sections from layered structures of arbitrary complexity. The role of interplay between the coherence length and the lateral extension of magnetic inhomogeneities is emphasized. It is argued that unequivocal conclusions on magnetic arrangement in multilayers can only be made from a comprehensive analysis of both polarized neutron specular reflectivity and off-specular scattering measured at a set of the initial polarization and polarization analysis directions.

Magnetische Ordnung in Erbium/Terbium-Schichtsystemen

J.Voigt, W.Schmidt, M.Ohl, T.Brückel

Forschungszentrum Jülich

Institut für Festkörperforschung

52425 Jülich

j.voigt@fz-juelich.de

Die Forschung an künstlich hergestellten Übergittern aus magnetischen Materialien hat zur Entdeckung von neuen magnetischen Phänomenen wie der Zwischenschichtkopplung und dem GMR-Effekt geführt. Die Untersuchung von Systemen, die Elemente der seltenen Erden enthalten, hat dabei von Anfang an eine große Rolle gespielt, vor allem die Kopplung über eine nichtmagnetische Zwischenschicht. In neuerer Zeit wurden die Untersuchungen auf Systeme ausgeweitet, die Materialien mit unterschiedlichen magnetischen Strukturen enthalten. Ein Beispiel dafür ist das von uns untersuchte System aus Erbium und Terbium.

Im Terbium bevorzugt die Kristallanisotropie in einer Volumenprobe die Anordnung des magnetischen Moments in der Basisebene des hexagonalen Gitters. Zunächst bildet sich zwischen 230 K und 217 K eine helixartige Struktur, ehe unterhalb von 217 K ferromagnetische Ordnung einsetzt. Erbium zeigt unterhalb von 80 K mehrere magnetische Phasenübergänge, die sich durch unterschiedliche Ordnungen entlang der *c*-Richtung und in der Basisebene unterscheiden.

Wir haben künstliche Übergitter aus den beiden Elementen mittels MBE-Technik hergestellt, wobei die Schichtdicken variiert wurden. In einem Fall besteht eine Doppellage aus 5 Monolagen Terbium und 20 Monolagen Erbium, im anderen ist es genau umgekehrt. Insgesamt enthalten die Proben 150 bzw. 110 Doppellagen. In-situ LEED-Messungen bestätigen die gute Monokristallinität der Proben. Einen ersten Einblick in die magnetische Struktur der Proben haben wir durch Neutronenstreuung gewonnen. Dadurch zeichnet sich ein komplexes Bild der magnetischen Ordnung in diesen Systemen, das sich von dem der Einkristalle deutlich unterscheidet. Die Breite der magnetischen Reflexe deutet darauf hin, dass die magnetischen Momente langreichweitig ordnen. Ferromagnetische und antiferromagnetische Phasen koexistieren über einen weiten Temperaturbereich. Die Messungen sollen durch XRES-Untersuchungen (**X**-ray **R**esonance **E**xchange **S**cattering) ergänzt werden, die eine elementspezifische Messung des magnetischen Moments ermöglichen.

Untersuchung von Kern und Hülle in Cobalt-Ferrofluiden durch Neutronen-Kleinwinkelstreuung mit polarisierten Neutronen.

A. Wiedenmann,

Hahn-Meitner Institut, Bereich Strukturforschung, Glienickerstrasse 100, 14109
Berlin

e-mail: Wiedenmann@hmi.de

Die Nutzung polarisierter Neutronen bietet die umfassendste Möglichkeit einer Strukturuntersuchung von Kern und Hülle als auch der magnetischen Nanostruktur durch eine zusätzliche Kontrastvariation (SANSPOL). Im Falle polarisierter Neutronen tritt neben den beiden Beiträgen der Amplitudenquadrate $F_N^2(Q)$ für reine nucleare Streuung und $F_M^2(Q)$ für reine magnetischen Streuung ein Interferenzterm $F_N(Q) F_M(Q)$ auf, der je nach Vorzeichen des Neutronenspins (+ oder -) addiert oder subtrahiert wird:

$$\begin{aligned} I^+(Q, \alpha) &= F_N^2 + \{F_M^2 - 2 P F_N F_M\} \sin^2 \alpha \\ I^-(Q, \alpha) &= F_N^2 + \{F_M^2 + 2 P F_N F_M\} \sin^2 \alpha. \end{aligned}$$

α stellt den Winkel zwischen dem Streuvektor Q und dem Magnetfeldvektor H dar. Die Streusignale für beide Polarisationsrichtungen I^+ und I^- sind ausgeprägt anisotrop. Der Interferenzterm, der aus den Differenzen der beiden Spektren $I^+(Q, \alpha)$ und $I^-(Q, \alpha)$ gewonnen wird, ist linear in den Amplituden und erlaubt damit prinzipiell die Ermittlung des Vorzeichens von magnetischem und nuklearem Streukontrast. Daher können mit SANSPOL sehr präzise schwache magnetische Kontraste neben starken nuclearen Streukontrasten (oder *vice versa*) nachgewiesen werden.

In einer ersten Serie haben wir SANSPOL auf eine sehr verdünnte Cobalt-Ferrofluid Lösung von $\text{Co}(\text{C}_{21}\text{-H}_{39}\text{-N-O}_3)$ in einer Mischung von protoniertem und deuteriertem Toluol angewandt. Während $I^+(\perp)$ kontinuierlich mit wachsendem Q abnimmt weist $I^-(\perp)$ ein deutliches Maximum bei $Q=0.68$ nm auf, bei dem auch der Interferenzterm sein Vorzeichen wechselt. Die deutlich verschiedenen Intensitätsverläufe für beide Polarisationsrichtungen müssen mit dem selben Formfaktor erklärbar sein, der die Partikel beschreibt, wobei nur die Kontraste polarisationsabhängig verschieden sein können.

Dieses Beispiel zeigt wie mit SANSPOL Dichteprofile sehr präzise nachgewiesen werden können, und verlässliche Aussagen über Kernradien als auch Hüllendicken erlauben.

Untersuchung von Kern und Hülle in Magnetit-ferrofluiden durch Neutronen-Kleinwinkelstreuung

A. Hoell, A. Wiedenmann, M. Kammel

Hahn-Meitner-Institut, Bereich Strukturforschung, Glienicker Straße 100, 14109 Berlin.
email: hoell@hmi.de

Nanokristalline Magnetitteilchen, Fe_3O_4 , werden derzeit als biokompatible magnetische Flüssigkeiten für den Einsatz in der Humanmedizin getestet. Für potentielle Anwendungen ist neben der Größenverteilung der Magnetitteilchen die organische Hülle entscheidend. Entscheidende Parameter sind die Hüllendicke, ihre Wechselwirkung mit der Trägerflüssigkeit als auch die mit der Oberfläche des Magnetitkerns.

In dieser Arbeit werden erste strukturelle Ergebnisse zu den Magnetitkompositteilchen in verdünnten Ferrofluiden im wässrigen Medium vorgestellt, die alle Magnetitkerne vergleichbarer Größen besitzen, deren Volumenanteil etwa 1 vol% beträgt. Neutronen-Kleinwinkelstreuung mit magnetischer Kontrastvariation unter Anwendung der Technik polarisierter Neutronen (SANSPOL) wird angewendet, um vier Ferrofluide mit unterschiedlichen Hüllenmaterialien und ein elektrostatisch stabilisiertes Magnetitfluid ohne organische Hülle zu untersuchen. Die vier Ferrofluide besitzen Hüllen aus den folgenden chemischen Bestandteilen:

- a) *Doppelhülle aus Dodekansäure,*
- b) *Doppelhülle aus Dodekansäure und N-Oleoylsarkosin,*
- c) *Einfachhülle aus Dextran,*
- d) *Einfachhülle aus Dextran, karamellisiert.*

Um alle strukturellen Details aufzuklären, wird die Streulängendichte der Trägerflüssigkeit durch Mischung von H_2O und D_2O variiert, und damit der Kontrast zu Kern und Hülle verändert. Durch Kombination mit SANSPOL können Teilchengrößenverteilungen der Kerne, die Hüllendicken als auch die magnetisierbaren Nanostrukturen der Kompositteilchen bestimmt werden.

New Alkali Metal Osmium- and Ruthenium-Hydrides

W. Bronger¹, G. Auffermann², P. Müller¹ and T. Sommer¹

¹Institut für Anorganische Chemie der TH Aachen, Professor-Pirlet-Straße 1, 52056 Aachen

²Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe, Nöthnitzer Strasse 40, D-01187 Dresden

E-mail: Welf.Bronger@ac.rwth-aachen.de

The previously unknown ternary metal hydrides Na_3OsH_7 , Na_3RuH_7 , Cs_3OsH_9 and Rb_3OsH_9 were synthesized by the reaction of alkali metal hydrides with osmium or ruthenium under a hydrogen pressure up to 5500 bar [1, 2]. The crystal structures of the obtained compounds were determined using a combination of X-ray and neutron diffraction experiments on powdered samples. The latter studies were carried out on the deuterated compounds.

Na_3OsH_7 and Na_3RuH_7 crystallize at room temperature in a tetragonal atomic arrangement in which the transition metal atoms M are coordinated by seven hydrogen ligands forming a $[\text{MH}_7]$ -pentagonal bipyramid (see figure).

Cs_3OsH_9 and Rb_3OsH_9 crystallize in an atomic arrangement corresponding to that of $\text{Cs}_3\text{ReH}_{10}$ [2]. Here $[\text{OsH}_8]$ -polyhedra are intercalated in a HA_3 framework which corresponds to the ReO_3 structure type. Within these polyhedra the hydrogen ligands occupy two 24-fold positions in a statistical distribution. At low temperatures an ordered arrangement of the hydrogen atoms was found.

Measurements of the magnetic susceptibilities in a temperature range between 3.5 K and room temperature indicated for Na_3OsH_7 a weak temperature-independent paramagnetism. Quantum mechanical calculations confirm this experimental result.

References:

- [1] W. Bronger and G. Auffermann, *Z. Anorg. Allg. Chem.*, **621** (1995) 1318.
 [2] W. Bronger and G. Auffermann, *Chem. Mater.*, **10** (1998) 2723.

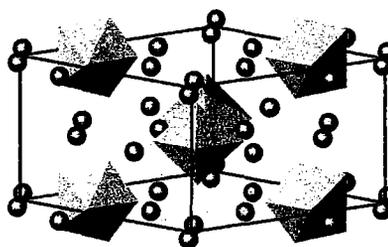


Figure: Na_3OsD_7 ; atomic arrangement. The $[\text{OsD}_7]$ -pentagonal bipyramids and the positions of the sodium ions are represented.

New Alkali Metal Rhenium-Hydrides

G. Auffermann^a and W. Bronger^b

^a Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe, Dresden, Germany

^b Institut für Anorganische Chemie der TH Aachen, Aachen, Germany

E-mail: aufferma@cpfs.mpg.de

Ternary hydrido metallates of the general composition $A_xM_yH_z$ ($A \hat{=}$ alkali-metal, $M \hat{=}$ transition metal) can be prepared via the reaction $x AH_z + y M + (z-x)/2 H_2 \rightarrow A_xM_yH_z$. Our experience that the degree of oxidation of the transition-metal is favoured with increasing hydrogen pressure, gave rise to the development of a high pressure apparatus. Currently our in-house built high-pressure autoclaves enable reaction conditions in which hydrogen pressures up to 5500 bar and temperatures of up to 900K can be achieved [1, 2].

In the system alkali metal/rhenium/hydrogen we recently succeeded – in addition to the already known high - pressure phases K_3ReH_6 [3] and Rb_3ReH_{10} [4] – in the synthesis of the new hydrides Na_3ReH_6 , K_3ReH_6 , K_3ReH_{10} and Cs_3ReH_{10} .

Na_3ReH_6 and K_3ReH_6 crystallize pseudo-hexagonal. The atomic arrangement of the metal atoms correspond to the Na_3As -structure-type.

The room temperature modifications of K_3ReH_{10} and Cs_3ReH_{10} are cubic with a statistical occupation of the hydrogen positions around the rhenium atoms. At low temperature we found an ordered arrangement of the hydrogen atoms.

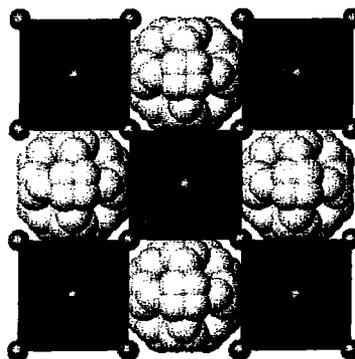


Figure: Cs_3ReD_{10} ; atomic arrangement. The corner sharing cesium-octahedra centered by D and the $[ReD_9]$ -polyhedra (the D positions are statistically occupied) are represented.

Their crystal structures were determined using a combination of X-ray and neutron diffraction experiments on powdered samples. The latter studies were carried out on the deuterated compounds using the time-of-flight powder diffractometers at the spallation source ISIS of the Rutherford Appleton Laboratory.

We would like to thank the RAL for giving access to their diffractometers.

References:

- [1] W. Bronger and G. Auffermann, *Z. anorg. allg. Chem.*, **621** (1995) 1318.
- [2] W. Bronger and G. Auffermann, *Chem. Mater.*, **10** (1998) 2723.
- [3] W. Bronger, G. Auffermann and H. Schilder, *Z. anorg. allg. Chem.*, **624** (1998) 497.
- [4] W. Bronger and G. Auffermann, *Z. anorg. allg. Chem.*, **625** (1999) 1147.

DENDRIMERS AS HOST MOLECULES: FORMATION OF NANOSTRUCTURES STUDIED BY SANS

F. Gröhn, P. Butler, G. Nisato, B.J. Bauer and E.J. Amis
*Max-Planck-Institut für Polymerforschung Mainz, Germany and
National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland, USA
E-mail: groehn@mpip-mainz.mpg.de*

Dendrimers in solution can serve as a “host” for smaller guest molecules. Amphiphilic dendrimers act as a nanoenvironment similar to that encountered in micelles or inverse micelles, solubilizing the guest in a solvent of different polarity. Here, we are interested in characterizing the nanoscale structure of dendrimers that act like inverse micelles. We use dendrimers with a hydrophilic poly(propylene imine) core that have been modified with hydrophobic chains attached to the dendrimer terminal groups and investigate how the structure changes when filled with a gold salt hydrate $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in toluene solution. The use of the gold salt hydrate not only allows for the addition of a well defined amount of salt and water, but also for a study of the structure by scattering techniques. The water provides contrast for a small angle neutron scattering (SANS) experiment when using deuterated solvent, and the gold can provide contrast for a complementary small angle x-ray scattering (SAXS) experiment.

From the scattering curves, we calculate pair distance distribution functions $P(r)$ and density profiles $\rho(r)$ to understand particle features. While the initial dendrimers have a spherical structure with a collapsed core, solubilization of metal salt hydrate leads to the formation of cylindrical multi-dendrimer structures with swollen, metal-salt filled dendrimer cores.

In a different system, we investigate water-soluble charged dendrimers that attract oppositely charged “guest” molecules in aqueous solution, e.g. the association of poly(amidoamine) dendrimers with benzoic acid. By use of deuterated benzoic acid and solvent match conditions for the dendrimer, we can specifically observe the guest molecules. We investigate the influence of pH and added salt on the association of guest molecules to dendrimers.

UNTERSUCHUNG ZUR ORIENTIERUNGS- UND
LAGEFEHLORDNUNG DER ANIONEN IN Tl_2ClN_3
MITTELS RÖNTGEN- UND
NEUTRONENBEUGUNGSEXPERIMENTEN

H. Balzer ^a, H.-L. Keller ^a, W. Kockelmann ^b

a) Universität Dortmund, FB Chemie, Anorganische Chemie

44221 Dortmund, Bundesrepublik Deutschland

E-mail: keller@pop.uni-dortmund.de

b) Universität Bonn, Institut für Mineralogie-Petrologie

53115 Bonn, Bundesrepublik Deutschland

c/o ISIS, Rutherford-Appleton-Laboratory, Chilton OX11 0QX, UK

Die Verbindungen Tl_2XN_3 (mit $X = Cl, Br$) kristallisieren als Verzerrungsvariante des CsCl-Typs. Die Thalliumverbindungen sind isotyp zu den von Jacobs et al [1] beschriebenen Alkali-metallhalogenidaziden Rb_2IN_3 , Cs_2BrN_3 und Cs_2IN_3 . Die Kristallstrukturbestimmung lieferte sowohl eine Orientierungsfehlordnung der Azidionen als auch eine Lagefehlordnung der Azid- und Halogenidionen. Röntgenbeugungsuntersuchungen an Einkristallen von Tl_2ClN_3 zeigte wenige Überstrukturreflexe, die auf eine größere Ordnung hinwiesen. Wegen des geringen Streuvermögens von Stickstoff gegenüber Thallium war keine eindeutige Aussage möglich. Erst Neutronenbeugungsexperimente am ROTAX Spektrometer (ISIS) zeigten eindeutig eine verdoppelte Elementarzelle auf. Die Kristallstrukturbestimmung schließt die Orientierungsfehlordnung der Azidionen aus. Es wurde auch kein Austausch von Chlorid- und Azidionen gegeneinander beobachtet. Diese und weitere Ergebnisse werden diskutiert.

Zitat

[1] H. Jacobs, D. Peters

J. Less-Common Met. **124** (1986) 61

Na_6MnS_4 , magnetfeldabhängige Neutronenbeugungsexperimente

W. Bronger, P. Müller und M. Böhmer

Institut für Anorganische Chemie der TH Aachen,
Professor-Pirlet-Straße 1, 52056 Aachen, Germany
E-mail: Welf.Bronger@ac.rwth-aachen.de

Die ternären Chalkogenide A_6MX_4 mit $\text{A} = \text{Na}$ oder K , $\text{M} = \text{Mn}$, Fe oder Co und $\text{X} = \text{S}$, Se oder Te kristallisieren in dem in Abb. 1 dargestellten Strukturtyp. Wesentliches Strukturmerkmal sind isolierte MX_4 -Tetraeder.

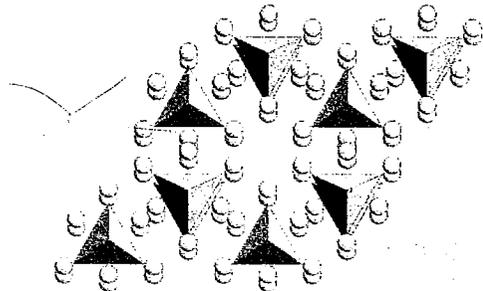


Abb.1 A_6MX_4 , Atomanordnung, dargestellt sind mehrere Elementarzellen. Die Blickrichtung ist längs der c-Achse um 4° gekippt.

Suszeptibilitätsmessungen ergaben für alle untersuchten Verbindungen Curie-Weiss-Verhalten bis zu tiefen Temperaturen. In Abhängigkeit von den Abständen der magnetischen Zentren und den an den Austauschwechselwirkungen beteiligten Atome wurden unterhalb 7K Abweichungen gefunden, die auf antiferromagnetische Kopplungen hindeuteten [1]. In Übereinstimmung hiermit konnten für Na_6CoS_4 , Na_6CoSe_4 [2] und Na_6FeS_4 die Spinstrukturen über Neutronenbeugungsexperimente bestimmt werden. Bei Na_6MnSe_4 mit einem über Suszeptibilitätsmessungen bestimmten Néelpunkt von 4.1K konnte selbst bei 0.3K im Neutronenbeugungsexperiment keine magnetische Ordnung gefunden werden. Im Magnetfeld wurde die Ausbildung einer ferromagnetischen Spinstruktur beobachtet. Die Untersuchung der

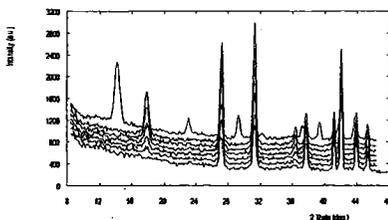


Abb. 2 Neutronenbeugungsdiagramme von Na_6MnS_4 bei 1,7K in Abhängigkeit von der Feldstärke 0T bis 5T (von unten nach oben) und wieder 0T (oben), $\lambda = 2.44\text{\AA}$

isotypen Schwefelverbindung ergab einen analogen Befund. Mit zunehmender Feldstärke wurde die Verbindung magnetisiert, eine ferromagnetische Phase wurde beobachtet. Wenn aber bei 1,7K das Magnetfeld von 5T ausgeschaltet wurde, bildete sich eine antiferromagnetische Phase.

Literatur:

1. W. Bronger, P. Müller; *J. Alloys and Comp.* 246 (1997), 27.
2. W. Bronger, W. Koelman und P. Müller; *Z. anorg. Allg. Chem.* 621 (1995), 416.

SANS / SAXS-Untersuchungen von Koagulationsprozessen in kolloidalen Huminstoff-Lösungen

A. Knöchel¹, R. May², P. K. Pranzas³, R. Willumeit³

¹ *Universität Hamburg, Institut für Anorganische und Angewandte Chemie,
Martin-Luther-King-Platz 6, D-20146 Hamburg*

² *ILL, BP 156, F-38042 Grenoble Cedex 9*

³ *GKSS-Forschungszentrum, Max-Planck-Straße, D-21502 Geesthacht
E-mail: klaus.pranzas@gkss.de*

Huminstoffe (HS) zeigen als natürliche, hochmolekulare und polyfunktionelle organische Verbindungen in Oberflächengewässern ein vielfältiges Komplexierungs- und Koagulationsverhalten gegenüber anorganischen und organischen Schadstoffen. Wegen dieser herausragenden ökologischen Bedeutung ist es wichtig, Struktur und Koagulationsverhalten der HS abzuklären. Die Kleinwinkelstreuung mit Neutronen (SANS) und Synchrotronstreuung (SAXS) stellt ein einzigartiges analytisches Werkzeug dar, mit dem die Untersuchung der in Frage kommenden kleinen Größenstrukturen (1 - 50 nm) direkt in der Lösung möglich ist.

In diesem Beitrag werden die Ergebnisse von SANS-Messungen am D22-Instrument des ILL in Grenoble sowie an der SANS-1-Anlage des GKSS-Forschungszentrums in Geesthacht an kolloidalen HS-Lösungen vorgestellt. Ergänzende SAXS-Experimente wurden im HASYLAB in Hamburg (Beamline A2) durchgeführt. Bei den Untersuchungen wurde die Auswirkung der Variation der Parameter, wie z. B. HS-Konzentration und pH-Wert, auf Struktur und Eigenschaften der HS in Lösung untersucht. Verwendet wurden verschiedene aquatische HS natürlichen Ursprungs sowie speziell synthetisierte Modellsubstanzen. Modellrechnungen ergaben eine kugelförmige Struktur der HS-Partikel. Für Lösungen mit HS-Konzentrationen von 1 g/L wurden Streumassenradien von ca. 0.7 nm erhalten. Durch die Berechnung der Abstandsverteilungsfunktionen ließ sich zeigen, daß bei HS-Konzentrationen ≥ 5 g/L Koagulation stattfindet. Am Hochfluß-Reaktor des ILL wurden SANS-Messungen an Lösungen mit relativ geringen HS-Konzentrationen (0.1 g/L) durchgeführt, die den natürlich auftretenden Konzentrationen in Oberflächengewässern sehr nahe kommen. Die Ergebnisse zeigen, daß es sich bei den aquatischen HS um ein hochdynamisches System mit konzentrationsabhängiger und reversibler Agglomeration handelt. Bei geringen HS-Konzentrationen scheinen schwache Bindungen innerhalb der Huminstoffe aufzubrechen, so daß nur kleine Moleküle mit Größen von wenigen Å in Lösung gefunden werden. Dieses Ergebnis ist von zentraler Bedeutung für die Interpretation von Prozessen im aquatischen Ökosystem.

DAS THERMISCHE EINKRISTALLDIFFRAKTOMETER "RESI" AM FRM-II

G.R.J. Artus¹, F. Frey², B. Pedersen¹, W. Scherer³

1) Technische Universität München

Neue Forschungs-Neutronenquelle Garching

Lichtenbergstr. 1, 85747 Garching

E-mail: Georg.Artus@frm2.tu-muenchen.de

2) Ludwig-Maximilians-Universität München

Institut für Kristallographie und Angewandte Mineralogie

Theresienstr. 41, 80333 München

3) Technische Universität München

Anorganisch-chemisches Institut

Lichtenbergstr. 4, 85747 Garching

Das thermische Einkristalldiffraktometer RESI am Strahlrohr 8b der Neuen Forschungs-Neutronenquelle FRM-II in Garching befindet sich in der Aufbauphase. Simulationsrechnungen, Planung und Konstruktion sind, von wenigen einfachen mechanischen Teilen abgesehen, abgeschlossen. Die wesentlichen Komponenten, z.B. Neutronenleiter, Abschirmung für Neutronenleiter und Monochromator, Monochromatordrehtisch mit Verstelleinheit und Monochromatorkristallen, κ -Diffraktometer und neutronensensitiver Image-Plate-Detektor sind bereits ausgeliefert oder werden derzeit gefertigt. Anpassungsarbeiten an den erworbenen kommerziellen Softwarepaketen, insbesondere zur Steuerung des κ -Diffraktometers und zur Auswertung der Flächendetektordaten, sind im Gange. Strahlrohrstopfen und in-pile Neutronenleiter sind montiert. Zur Zeit wird der 9.5m lange Neutronenleiter in der Experimentierhalle aufgestellt und justiert. Parallel dazu werden die Abschirmsteine aus Beton versetzt. Die Inbetriebnahme des Geräts soll in der zweiten Jahreshälfte 2001 erfolgen.

Neutronen-Streudynamik in festem D₂ und Berechnung des Transports von UCN in D₂-Quellen

W. Bernnat*, J. Keinert*, M. Mattes*, S. Paul**, G. Puffer*, W. Schott**, U. Trinks**

*Universität Stuttgart, Institut für Kernenergetik und Energiesysteme (IKE)

**Technische Universität München, Physik-Department

E-mail: bernnat@ike.uni-stuttgart.de

Für die optimale Auslegung von Quellen ultrakalter Neutronen sind neben Experimenten Transportrechnungen von Bedeutung. Diese sollten auf der Basis realistischer Streugesetze durchgeführt werden. Für festes, polykristallines D₂ und H₂ (beide hcp) wird für die Neutronen-Streuung ein Modell eingesetzt, das - im Gegensatz zu bisher publizierten Ansätzen - zusätzlich zur Translation die Freiheitsgrade der Rotation und Oszillation auch bei tiefen Temperaturen berücksichtigt. Diese Annahme wird durch den Vergleich des berechneten totalen Wirkungsquerschnittes mit einem Experiment untermauert. Für die inelastische Streuung wird ein Streugesetz $S(\alpha, \beta)$ in inkohärenter Näherung berechnet. Die elastischen Beiträge - inkohärent und kohärent - werden separat bestimmt.

Die so abgeleiteten Streugesetzdaten und Wirkungsquerschnitte werden zur Berechnung der UCN-Produktion und zur Simulation des Transports von UCN im Quellbereich und im angeschlossenen Strahlrohr mit dem Monte-Carlo-Programm MCNP eingesetzt. Durch eine Erweiterung der Reflexionsoption in MCNP werden realistische Reflexionsbedingungen für UCN an Wänden der Quellenanordnung berücksichtigt. Anwendungsrechnungen wurden für die geplante Mini-D₂-Quelle am FRM-II /1/ und die feste D₂-UCN-Quelle im WWR-M Reaktor am PNPI (Gatchina) /2/ durchgeführt. Durch Anwendung von MCNP kann die Orts- und Energieverteilung der Neutronen im D₂ detailliert berechnet und mit Hilfe von $S(\alpha, \beta)$ die Produktion der UCN realistisch bestimmt werden. Ergebnisse und Vergleiche mit Berechnungen und Messungen aus /1/ bzw. /2/ werden präsentiert und ausführlich diskutiert.

/1/ A. Serebrov et al: „Studies of a solid-deuterium source of ultracold neutron“,
Nuclear Instruments and Methods, A 440 (2000), p. 658-665

/2/ U. Trinks et al: „Concepts of UCN sources for the FRM-II“,
Nuclear Instruments and Methods, A 440 (2000), p. 666-673

Multi-Channel-Analyzer-System für mehrdimensionale Flächenzählerspektren

Jörg Burmester
GKSS Forschungszentrum Geestacht GmbH
Elektronikabteilung (TEL)
Max-Planck-Straße
21502 Geesthacht
Tel. 04152/872733
E-mail : joerg.burmester@gkss.de

Für neue Detektoren mit hohen Zählraten und hohen Auflösungen, wurde bei GKSS-TEL ein Multi-Channel-Analyzer System entwickelt. Das auf einem Compact-PCI PC basierende System ist modular aufgebaut. Es besteht aus folgenden Modulen:

- 1.) MCA-Modul (X dimensionale Datenerfassung)
 128 MB dual-ported DRAM ; Koinzidenzerkennung , einstellbare Koinzidenzzeit, Zählrate 1Msample/s
 - a.) MCA-Modul mit Analog-Digital-Converter für Puls-Höhen-Analyse
 Silena - ,Nuclear Data - ,Canberra-, Fast-,GKSS ADC's
 - b.) MCA-Modul mit Time-Digital-Converter mit TDC-GP1
- 2.) Zeitfenstergenerator für 3D Analyse (3. Dimension = Zeit)
- 3.) Flugzeit-Digital-Converter-Modul für Time of Flight Messungen
- 4.) Multi-I/O-Karte für Messungen im Listmode mit bis zu 320 Eingängen
- 5.) Multi-Counter-Karte mit bis zu 4096 einzelnen Zählern (14 Bit)
- 6.) Digitaler Dividierer mit Koinzidenz (Ersatz für langsame Analogdividierer)

Alle Module sind miteinander kombinierbar . So können Messsysteme für die unterschiedlichsten Anwendungen aufgebaut werden.

Der Compact-PCI Rechner hat alle Standardschnittstellen (Ethernet, Com1, Com2, LPT1, USB, VGA, Floppy, CD-ROM, optional IEC-Bus und SCSI) und läuft unter Windows NT . Das Datenerfassungs- und Steuerprogramm ist mit LabVIEW™ geschrieben und beinhaltet eine 3D Darstellung sowie Schnitte in X- und Y-Richtung. Zusätzlich gibt es Anzeigen für alle wichtigen Parameter und Steuerelemente wie z.B. Auflösungseinstellung , Messdauer , Realtime , Lifetime etc..

Das MCA-System kann mit Motorsteuerungs- und weiteren standard Datenerfassungs- und Steuerkarten erweitert werden.

Dieses MCA-System wird in der Versuchshalle des GKSS-Forschungszentrums bereits eingesetzt. Am FRM2 wird mit diesem System das REFSANS Experiment ausgerüstet.

Technische und methodische Entwicklungen am Target-Moderator-Reflektor-Komplex der ESS

H. Conrad¹, D. Filges², G. Hansen³, R.D. Neef², H. Stelzer³, H. Tietze-Jaensch¹ und H. Ullmaier¹

¹*Institut für Festkörperforschung*

²*Institut für Kernphysik*

³*Zentralabteilung Technologie
Forschungszentrum Jülich GmbH*

Strahlenschäden, Thermoschock, Fluidodynamik von Flüssigmetall-Targets, Neutronik und fortschrittliche kalte Quellen sind die zentralen Themen der Forschungs- und Entwicklungsarbeiten im Targetbereich der zukünftigen Hochleistungs-Spallationsquelle ESS.

Von diesen Themen sind Strahlenschäden und Fremdatomproduktion (hauptsächlich Helium und Wasserstoff) in den Strukturwerkstoffen des ESS-Quecksilbertargets, sowie die durch den Thermoschock ausgelösten Druckwellen im Quecksilber von herausragender Bedeutung. Eine genaue Kenntnis der Folgen dieser Belastungen sind für eine zuverlässige Voraussage der Standzeiten des Targets unabdingbar. Daher werden mechanische Tests an Proben ausgedienter Targets der Mesonenfabrik LAMPF (USA) und der Spallationsquelle ISIS (England) durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen eine bemerkenswerte Verfestigung und Versprödung aller drei untersuchten Materialklassen (austenitische und martensitische Stähle sowie Nickel-Basislegierungen). Die Restduktilität des mit der höchsten verfügbaren Dosis (10 dpa, entsprechend etwa zwei Monate Betriebsdauer der ESS) bestrahlten Materials ist jedoch ausreichend, um als Strukturmaterial der ESS-Targets eingesetzt werden zu können.

Die während der extrem kurzen Zeit von 1 μ s erfolgende Energiedeposition des Protonenstrahls erzeugt im Quecksilber-Target eine schockartige Druckwelle, die auf die Behälterwände schlägt. Numerische Rechnungen mit finiten Elementen ergaben, daß dabei möglicherweise unzulässige Spannungen in den Behälterwänden hervorgerufen werden. Dies bedarf einer experimentellen Prüfung, wie sie seit einiger Zeit am AG-Protonensynchrotron des Brookhaven Laboratory in den USA durchgeführt werden. Die Messung des extrem schnellen Verlaufs der Druckwellen und der daraus folgenden Dehnungen der Targetwandungen kann nur mit laser-interferometrischen Methoden erfolgen. Der Vergleich der experimentellen Ergebnisse mit Finite-Elemente-Rechnungen ist noch unbefriedigend, was letztlich von der richtigen Modellierung der Quecksilber-Wand Wechselwirkungen und möglicher Kavitationsprobleme herrühren dürfte.

Die Strömungsverhältnisse im zukünftigen Quecksilbertarget werden an einem maßstäblichen Plexiglasmodell in der Abteilung Technologie des Forschungszentrums Jülich durchgeführt. Dabei kann vorteilhaft mit optischen Verfahren gearbeitet werden. Zur Zeit wird jedoch zusätzlich ein Quecksilberkreislauf aufgebaut, wobei dann Ultraschalltechniken zur Bestimmung der Strömungsvektoren eingesetzt werden müssen.

Zur Optimierung der Neutronik wurde kürzlich am Protonensynchrotron des Forschungszentrums Jülich ein maßstabgetreuer Aufbau der Target-Moderator-Reflektor-Anordnung der ESS installiert (JESSICA). Es sollte nicht unerwähnt bleiben, daß JESSICA die einzige Spallationsneutronenquelle auf der Erde für Testzwecke ist. In einem ersten erfolgreichen Experiment mit Quecksilbertarget wurden Brems- und Maxwellspektrum eines Wassermoderators gemessen.

Ein wichtiges Aufgabenfeld für JESSICA wird die Erprobung fortschrittlicher kalter Moderatoren auf Methanbasis sein. Methan konnte wegen der durch Radiolyse hervorgerufenen Zerstörung bisher nicht an Hochleistungsquellen eingesetzt werden. Der Durchbruch wird durch Einsatz einer Schüttung kleiner Kugeln erwartet, die zyklisch ausgetauscht werden können. Technologische Entwicklungen zur Herstellung dieser festen Methankugeln laufen derzeit im Forschungszentrum Jülich.

**Unification and Standardisation of Process
Control
Equipment, System and User Interface
Software for
Neutron Scattering Experiments**

M. Drochner, H. Kleines, P. Wuestner, K. Zwoll,
J. Krueger (*), J. Neuhaus (*), B. Pedersen (*),
J. Heinen (**)

KFA / ZEL, (*) TUM / FRM-II, (**) KFA / IFF

Based on thorough experiences with distributed experiment control systems and with fieldbus applications we are developing a control system especially targeted for neutron scattering experiments.

Main characteristic is that frontend equipment and control machine are coupled by the industrial fieldbus standard PROFIBUS (DIN 19245, EN 50170).

This greatly reduces the amount of cabling necessary. Further, it provides the proven error recovery and diagnostic features of an industrial fieldbus to the experiment control area.

Frontend equipment comprises industrially available components like SIEMENS "ET200" peripheral devices, PLCs and encoders (Heidenhain). For low-end stepper motor control a simple motor controller from Uni Goettingen is being interfaced directly to PROFIBUS.

The controlling master is an Intel PC running a Linux version, equipped with a home-made PROFIBUS controller in PCI or CompactPCI formfactor.

As software interface to control applications the TACO framework developed by ESRF is employed.

The user level programs are based on the popular script interpreter "python" acting as a TACO client. Instrument specific libraries will encapsulate the system parts which depend on the individual hardware, providing an uniform interface for the user interface components. For graphical applications, the object oriented "Qt" toolkit will be employed.

HIGH-SPEED NEUTRON BEAM CHOPPERS ON “SYSTEM JÜLICH“ PERMANENT-MAGNET BEARINGS AND DRIVES

J. K. Fremerey, F. Janßen, B. Lindenau, S. Polachowski, J. Rübiger, W. Rubner
Forschungszentrum Jülich
Institut für Schichten und Grenzflächen (ISG)
D-52425 Jülich, Germany
www.fz-juelich.de/igv/igv-magl.htm

Chopper equipment is a significant item of neutron source instrumentation. Reliable long-term operation of high-speed choppers nowadays relies on maintenance-free, non-contacting magnetic bearings. Permanent-magnet bearings (PMB), in particular, provide maximum reliability by running under “zero-power” operating conditions. The basis of the “SYSTEM JÜLICH” PMB technology has been developed more than thirty years ago. A gas ultra centrifuge with radial active stabilization was completed in 1968 [1] followed by a spinning rotor vacuum gauge with axial active stabilization in 1971 [2]. Fermi-type neutron beam chopper systems have first been installed at IFF-Jülich (SV22) in 1978 and later on at ISIS-Chilton (HET 1985, MARI 1988, MAPS 1999), KEK-Tsukuba (INC 1988) and ILL-Grenoble (IN6 1999). Disk-type single- and multi-chopper systems have been delivered to TU-Wien (1986), ILL-Grenoble (IN5 1985), HMI-Berlin (NEAT 1992) and NIST-Gaithersburg (DCS 1993). A six-disk system for ILL-IN5B and a 28-kg Fermi chopper for FZJ-SV29 are presently under construction. Several generations of drive-and-phasing electronics have been developed on the basis of state-of-the-art data processing technologies [3]. Present systems provide phase setting and stability of better than 10 ns.

[1] K. Boden, D. Scheffer, German Patent Application 1750602

[2] J. K. Fremerey, German Patent Application 2119838

[3] J. Rübiger, German Patent Application 3712975

DAS STRUKTURPULVERDIFFRAKTOMETR (SPODI) AM FRM-II

R. Gilles¹, B. Krimmer¹, H. Boysen² und H. Fueß¹

*1) Technische Universität Darmstadt
FB Material- und Geowissenschaften
Petersenstr. 23, 64287 Darmstadt*

E-mail: Ralph.Gilles@frm2.tu-muenchen.de

*2) Ludwig-Maximilians-Universität München
Institut für Kristallographie und Angewandte Mineralogie
Theresienstr. 41, 80333 München*

Die Technische Universität Darmstadt und die Ludwig-Maximilians-Universität München bauen in Garching im Rahmen eines BMBF Projektes am Strahlrohr 8a der Neuen Forschungs-Neutronenquelle ein Strukturpulverdiffraktometer (SPODI) [1,2,3,4]. In diesem Beitrag wird der aktuelle Stand der Instrumentkomponenten vorgestellt.

Zu den wesentlichen Baugruppen, die zur Zeit entwickelt bzw. gefertigt werden, gehört die Detektorbank (bestehend aus 300 mm hohen, ortsempfindlichen He-Zählrohren (80 Stück) Detektoren, Kollimatoren mit angeschrägten Wänden zur Vergrößerung der effektiv nutzbaren Meßfläche im 2 θ -Bereich sowie eine Justiereinheit für das gesamte Detektorsystem). In Zusammenarbeit mit einem Hersteller elektronischer Schaltungen wurde ein Prototyp zur Auslese der zweidimensionalen Zählrohrsignale entwickelt, getestet und als geeignet beurteilt. Eine bereits fertige Baugruppe ist der Monochromatorturm mit z-Translation, x-y Tisch, Wiege und Einkreisgoniometer. Um jeden der 17 Monochromatorkristalle mit der Schmittichtung (551) individuell in drei Freiheitsgraden einzustellen, wird eine eigenentwickelte Elektronik eingesetzt, die die entwickelte Positioniereinheit (von der LMU München) ansteuert.

Die Neutronen gelangen über einen Neutronenleiter mit Superspiegeln zum Monochromator. Der Neutronenleiter und der Monochromator sind von einer Abschirmung umgeben, die platzsparend optimiert wurde (Einsatz von vier verschiedenen Betondichten mit unterschiedlichen Zuschlägen). Der gemeinsame Abschirmkeil mit dem Projekt des Einkristalldiffraktometers RESI und die Abschirmburg befinden sich zur Zeit im Aufbau zusammen mit den Neutronenleiter.

Die Hardware und Software zur Steuerung der Komponenten befinden sich in der Konzeptphase. Bei der Beschaffung wird zum Teil auf fertige Baugruppen zurückgegriffen, die an das SPODI angepasst werden. In der Entwicklung befindet sich eine Software zur Korrektur der Projektion der Debye-Scherrer Ringe auf die zylinderförmige Detektoroberfläche.

References:

- [1] R. Gilles, G. Artus, J. Saroun, H. Boysen, H. Fuess
'SPODI' The new structure powder diffractometer at the FRM II in Garching
Commission on Powder Diffraction (1999), Newsletter No.22,12.
- [2] R. Gilles, G. Artus, J. Saroun, H. Boysen, H. Fuess
The new structure powder diffractometer at the FRM II in Garching
Physica B (2000),), 276 - 278, 87.
- [3] R. Gilles, J. Saroun, H. Boysen, H. Fuess
Monte Carlo Simulation for a neutron guide system of the new Structure Powder Diffractometer at the FRM-II
in Garching, Proceedings of the HERCULES X EuroConference 2000, Grenoble.
- [4] R. Gilles, B. Krimmer, J. Saroun, H. Boysen, H. Fuess
The concept of the new structure powder diffractometer (SPODI) at the FRM-II in Garching
Materials Science Forum (2000), in press.

Entwicklung von zweidimensional ortsempfindlichen Gasdetektoren für Neutronen- und Röntgenstrahlung am GKSS-Forschungszentrum

M. Marmotti, R. Kampmann und M. Haese-Seiller

Institut für Werkstoffforschung, GKSS Forschungszentrum, D-21502 Geesthacht

E-mail: haese@gkss.de

In der Geesthachter Neutronenforschungseinrichtung (GeNF) werden hochauflösende, zweidimensional ortsempfindliche Gasdetektoren für den Nachweis von Neutronen- und Röntgenstrahlung entwickelt. Die Detektoren haben aktive Flächen von $300 \times 300 \text{ mm}^2$ bzw. $500 \times 500 \text{ mm}^2$. Zum Nachweis von Neutronen und nieder- sowie hochenergetischer Röntgenstrahlung werden sie mit $^3\text{He}/\text{CF}_4$, Ar/CO_2 bzw. Xe/CO_2 befüllt. In allen vorgestellten Detektoren basiert der Ortsnachweis auf Verzögerungsleitungen. Bislang werden Detektoren am Neutronendiffraktometer ARES am GeNF und am hochenergetischen Messplatz PETRA-2 am HASYLAB eingesetzt. Ein weiterer Detektor wird zurzeit für das neue Reflektometer REFSANS am FRM-II fertiggestellt.

Berichtet wird über die bislang gewonnenen Erfahrungen, das Potential der Detektoren an den verschiedenen Quellen und das Design des neuen REFSANS Detektors.

D20: ZEITAUFGELÖSTE PULVERBEUGUNG MIT NEUTRONEN IM SUB-MINUTENBEREICH

T.C. Hansen, P. Convert und G. Rouse

Institut Max von Laue - Paul Langevin

6, rue Jules Horowitz, BP 156, 38042 Grenoble Cedex 9, France.

Email: convert@ill.fr, hansen@ill.fr, rouse@ill.fr

D20 [1] ist ein 2-Achsen Diffraktometer mittlerer Auflösung, mit einem Fluß von bis zu $6 \cdot 10^7$ Neutronen/s/cm² an der Probe. Um diese höchste Intensität im Bereich der Neutronen-Pulverbeugung zu erreichen, decken 1536 Zellen eines stationären, gekrümmten, ortsempfindlichen Detektor (PSD) einen 2θ Bereich von 153.6° ab. Das macht aus D20 das geeignete Instrument z.B. für *in-situ* Beugungsexperimente mit Zeitkonstanten sogar unter einer Sekunde. Die hohe Stabilität dieses *microstrip gas chamber* (MSGC) Detektors erlaubt sehr präzise Intensitätsmessungen für differentielle Messungen (Magnetismus und Physisorption) oder Untersuchungen ungeordneter Systeme. 4 vertikal fokussierende Monochromatoren, 15 *take-off* Winkel, optionale *Soller* Kollimatoren im polychromatischen, und variable Spalte im monochromatischen Strahl liefern eine große Auswahl an Abdeckungen des reziproken Raumes, Auflösungen, Wellenlängen (0.8 bis 2.5 Å), und Intensitäten.

Nach der Reparatur des Detektors ist D20 seit September 2000 wieder in Betrieb. In diesem Beitrag wird an einigen Fällen gezeigt, wie D20 zur Untersuchung von Reaktionskinetiken herangezogen werden wurde. Mit Hilfe eines eigens für Neutronenbeugungsexperimente entwickelten Hydrothermalautoklaven (HAND, [2]) wurden zum Beispiel die für die Produktion von autoklaviertem Porenbeton wesentliche Reaktionen *in-situ* mit Neutronenbeugung verfolgt. Die kinetischen Konstanten können aus dem Intensitätsverlauf der *Bragg*-Reflexe der beteiligten Phasen abgeleitet werden. Trotz Absorption durch die Verwendung einer sehr großen Probe (\varnothing 22 mm) und des hohen Untergrundes aufgrund flüssiger (D₂O) und amorpher Phasen im Mehrphasengemisch, wurden in einer Minute pro Diagramm völlig ausreichende Zählstatistiken erzielt.

Eine sequentielle *Rietveld*-Analyse der Diagramme zur Untersuchung der Kinetik von Phasenübergängen ist nur schwer zugänglich, aufgrund der mangelnden Kenntnis der Struktur von Zwischenphasen, sowie eines geringen Ordnungsgrades oder geringer Kristallinität entstehender Phasen. Eine sequentielle Verfeinerung mehrerer Reflexe, mit unabhängigen Halbwertsbreiten und *Lorentz*-Anteilen ist daher nötig, um Aussagen über Korngrößen und andere Parameter zu machen. Bei der Betrachtung teilweise überlappender Reflexe bei kleineren Beugungswinkeln muß und kann die Asymmetrie aufgrund der Krümmung der *Debye-Scherrer*-Kegel exakt beschrieben werden [3]. Das entsprechende Verfeinerungsprogramm wird hier vorgestellt.

[1] P. Convert, T. Hansen, A. Oed, J. Torregrossa, *Physica B* **241-243** (1998) 195-197.

[2] K.T. Fehr, T. Hansen, M. Huber, E. Peters, B. Walk, S.G. Zuern, *in Vorbereitung*.

[3] L.W. Finger, D.E. Cox, A.P. Jephcoat, *J. Appl. Cryst.* **27** (1994) p. 892

ILLs thermisches Dreiachsspektrometer IN8C

A. Hiess¹, R. Currat¹, J. Saroun², F. J. Bermejo³

¹*Institut Laue-Langevin, BP 156, 38042 Grenoble, France*

²*Nuclear Physics Institute, 25068 Rez near Prague, Czech Republic*

³*Consejo Superior de Investigaciones Cientificas, 28006 Madrid, Spain*

Die Stärke der Dreiachsspektroskopie zur Untersuchung von Festkörperanregungen liegt darin begründet, daß man ausgewählte Meßreihen in eingegrenzten Gebieten des Impuls- und Energieraums durchführen kann. Wichtig für ein Dreiachsspektrometer sind demnach Leuchtkraft, Auflösung und das Signal-zu-Untergrundverhältnis. Weil Dreiachsspektrometer intensitätsbegrenzt sind, ist es wichtig, die Auflösung an die experimentellen Notwendigkeiten anzupassen; d.h. Auflösung gegen Leuchtkraft abwägen zu können.

ILLs thermisches Dreiachsspektrometer IN8C berücksichtigt diese Anforderungen : (1) Eine Erhöhung des monochromatischen Flusses auf der Probe wird durch große doppelfokussierende Monochromatoren erreicht. (2) Der Untergrund wird durch eine Strahlgeometrie mit virtueller Quelle verringert. (3) Ein großer Streuwinkelbereich an Monochromator und Probe erweitern die experimentellen Möglichkeiten.

Das IN8C Projekt wird vom ILL in Zusammenarbeit mit seinen spanischen wissenschaftlichen Partnern durchgeführt. Die Monochromatorabschirmung und -fokussierungsmechanik wurden in Spanien gebaut und erfolgreich getestet . Das Instrument wird zur Zeit am ILL zusammengesetzt und am Strahlplatz H10 des ursprünglichen Spektrometers IN8B aufgebaut. Erste Experimente sind im Frühjahr 2001 vorgesehen.

In diesem Beitrag werden die wissenschaftlichen Anforderungen, die technische Konzeption, der Fortgang der Aufbauarbeiten aber auch die erwarteten experimentellen Möglichkeiten des neuen thermischen Dreiachsspektrometers IN8C diskutiert.

INTENSIVE POSITRONENQUELLE AM NEUEN FOR- SCHUNGSREAKTOR FRM-II

C. Hugenschmidt, B. Straßer und K. Schreckenbach

*Technische Universität München
Physik Department
85747 Garching, Deutschland*

Am neuen Münchener Forschungsreaktor FRM-II wird derzeit eine intensive Positronenquelle zur Nutzung in der Festkörperphysik und Materialforschung aufgebaut.

Das Prinzip der Quelle beruht auf der Paarbildung durch Absorption hochenergetischer γ -Strahlung aus dem Einfang thermischer Neutronen in Kadmiurn. Der Prozeß wird fast komplett von ^{113}Cd wegen seines enormen Einfangquerschnitts für thermische Neutronen dominiert: $^{113}\text{Cd}(n,\gamma)^{114}\text{Cd}$, $\sigma_{\text{cap}} = 26000$ barn. Kadmiurn wird in Form einer Kappe in der Spitze des schrägen Strahlrohrs SR 11 eingebracht, wobei eine Sandwichstruktur Al-Cd-Al einen nahezu perfekten Wärmeübergang garantiert, um die aus der γ -Absorption resultierende Wärme direkt an das Schwerwasser abführen zu können.

Das Herzstück der Quelle befindet sich innerhalb der Kadmiurnkappe und besteht aus einer Platin-schicht als Konverter, einer Struktur aus Wolframfolien. Aufgrund der höheren Kernladungszahl wird Platin als Konvertermaterial verwendet, da hierfür der Wirkungsquerschnitt für Paarbildung etwa 11% höher ist als bei Wolfram. Die maximale Intensität der auf diese Weise erzeugten Positronen liegt bei einer Positronenenergie von 800 keV. Durch Moderation in den Wolframfolien diffundieren thermalisierte Positronen zur Oberfläche und werden in das Vakuum emittiert, wo sie mithilfe elektrischer Linsen und Gitter beschleunigt werden. Unter Berücksichtigung der Neutroneneinfangrate, absorbierender Massen, Geometrie und Moderationseffizienz wird eine Intensität von bis zu 10^{10} langsamen Positronen pro Sekunde im Primärstrahl erwartet.

Der Positronenstrahl wird magnetisch mithilfe eines Solenoidfelds und Kompensationsfelder bis außerhalb des biologischen Schildes geführt. Nach Durchlaufen eines Remoderators und einer Strahlweiche gelangen die Positronen zu den in einer ersten Aufbauphase installierten Experimenten: e^+ -Lebensdauerspektrometer, e^+ -Mikrostrahl und eine Apparatur für e^+ -induzierte Auger-Elektronen Spektroskopie (PAES).

Spektrometer SV30 für Polarisationsanalyse mit thermischen Neutronen am Forschungsreaktor FRJ-2.

A.Ioffe*, H. Conrad, Th. Zeiske, R. Mueller, E.Küssel, S.Masalovich, M.Schlapp, B.Schmitz,
Th. Brückel

*Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Festkörperforschung, IFF-8: Streumethoden
E-mail:A.Ioffe@fz-juelich.de

Ein neues Spektrometer für Polarisationsanalyse SV30 ist im Bau am Forschungszentrum Jülich. Die Haupteigenschaften dieses Spektrometers sind:

1. Es wird mit zwei doppelt fokussierenden Monochromatoren (Cu(200) und PG(220)) ausgerüstet, um Neutronen mit einer Energie bis zu 125 meV zur Verfügung zu stellen.
2. Es ist der Einsatz von ^3He Filtern als Polarisator und Analysator vorgesehen. Damit wird die Polarisationsanalyse auch bei hohen Photonenenergien und über einen großen Raumwinkel möglich.
3. Mit Hilfe von zwei austauschbaren Detektormodulen kann das Instrument sowohl als thermisches Dreiachsenspektrometer als auch als Diffraktometer mit Polarisationsanalyse betrieben werden.
4. In dem Betriebsmodus „Diffraktometer“ wird ein Bildplattendetektor eingesetzt, der es erlaubt, Polarisationsanalyse über einen Raumwinkel von 60° horizontal mal 60° vertikal durchzuführen.

REFSANS: Ein neuartiges Reflektometer am FRM-II für die Analyse von flüssigen und weichen Grenz- und Oberflächen

R. Kampmann¹, M. Haese-Seiller¹, M. Marmotti¹, J. Burmester¹, F. Frisius¹,

M. Tristl², V. Deriglazov³, V. Syromiatnikov³, E. Sackmann²

¹*Institut für Werkstoffforschung, GKSS Forschungszentrum, D-21502 Geesthacht*

²*Fakultät für Physik, Department E22, TU-München, D-85747 Garching b. München*

³*Petersburg Nuclear Physics Institut, 188350 Gatchina, St. Petersburg district, Russland*

E-mail: kampmann@gkss.de

Am neuen Forschungsreaktor FRM-II wird in Kooperation zwischen GKSS und der TU-München ein neuartiges Neutronenreflektometer zur Untersuchung weicher Phasengrenzschichten aufgebaut. Das Gerät wird optimiert für Messungen der Dichteprofile in Normalenrichtung von Grenz- und Oberflächen und auch für die Analyse ihrer lateralen Struktur mittels evaneszenter Kleinwinkelstreuung. Sämtliche Untersuchungen können an flüssigen Proben (Luft/Wassergrenzfläche) durchgeführt werden, die während der Messung nicht nachjustiert werden müssen.

Das Gerätekonzept zeichnet sich aus durch

- ein Mehrscheibenchoppersystem, das eine sehr variable Wellenlängenauflösung ($2\% < \Delta\lambda/\lambda < 20\%$) und variable Wellenlängenintervalle ($\lambda_{\min}, \lambda_{\max}$) ermöglicht,
- ein Strahlführungssystem, das für mehrere Betriebsmodi optimiert wurde (spekuläre und off-spekuläre Reflektometrie, evaneszente Kleinwinkelstreuung),
- einen Probenort, der für flüssige Proben optimiert wird,
- ein um den Probenort vertikal schwenkbares Streurohr und
- einen großen, hochauflösenden Detektor in Verbindung mit einer schnellen, dreidimensionalen Datenerfassung.

Berichtet wird über den Design des Gerätes sowie über den derzeitigen Stand von Planung und Fertigung.

Neutron spin echo triple axis spectrometers at HMI and FRM-2 – instrument design and recent results

T.Keller¹, B. Keimer¹
K.Habicht², R. Golub², F. Mezei²
R. Gähler, W. Gläser³

¹Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, D-70569 Stuttgart

²Hahn Meitner Institut, D-14109 Berlin

³Technische Universität München, Fakultät für Physik E21, D-85747 Garching

There is considerable interest in measuring the intrinsic linewidths of phonons and magnetic excitations over the entire Brillouin zone. This is not possible with conventional neutron or optical spectrometers, which either lack in resolution or in the accessible Q-range.

Neutron spin echo provides the required high energy resolution in the μeV range, but a special focussing technique proposed by Mezei nearly a quarter of a century ago is required to measure linewidths of dispersive excitations: by tilting the boundaries of the precession fields relative to the neutron beam the spinecho resolution function is tuned to the slope of the dispersion curve.

On conventional NSE instruments, stray fields at the coil boundaries restrict the maximum field tilt angles to values of about 10° , which allows focusing of phonons with small group velocity, such as those in superfluid ^4He . For typical acoustic phonons in solids, large tilt angles up to 50° are necessary. These large angles are rather easily obtained with the Neutron Resonance Spin Echo (NRSE) technique, which uses small radio frequency flippers with precisely flat surfaces instead of large DC coils to define the effective precession regions.

We set up a NRSE instrument at the cold TAS V2 at HMI Berlin, where it is available for user operation. NRSE phonon focussing was demonstrated by measurement of the temperature dependent linewidth of acoustic phonons in Pb and Ge and superfluid ^4He . The measured linewidths are in the μeV region, which already corresponds to an improvement in resolution of at least one order of magnitude.

As the expected scientific interest for such a NRSE-TAS instrument is in the area of excitations with high energies, the NRSE-TAS spectrometer at FRM-2 will be placed on a thermal beam. We use a polarizing neutron guide (10m) together with a PG monochromator. The expected flux of this setup clearly outperforms state of the art Heusler monochromators or ^3He spinfilters.

Das Rückstreuспекrometer (RSSM) hohen Flusses für den FRM-II Reaktor in München

O. Kirstein, T. Kozielowski, M. Prager, D. Richter
Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Festkörperforschung
52425 Jülich
E-mail: o.kirstein@fz-juelich.de

Das Rückstreuспекrometer hohen Flusses dient der Instrumentierung des FRM-II. Das Funktionsprinzip basiert auf der Anwendung der Bragg-Gleichung $G/2 = k \cdot \sin(\Theta)$ für den Fall $\Theta=90^\circ$ (*Rückstreubedingung*). Unter dieser Bedingung wird die Energieauflösung in erster Ordnung unabhängig von der Divergenz des genutzten Neutronenstrahls und kann dadurch im Bereich von unter $1\mu\text{eV}$ gehalten werden. Dies ist für die Untersuchung von z.B.

- Langsamer Dynamik von Polymeren
- Diffusionsvorgängen, z.B. Protonentransfer in Modellsubstanzen
- Quantenrotationen innerhalb von Molekülkristallen

erforderlich. In vielen dieser Gebiete hat die Rückstreutechnik Wesentliches beigetragen oder gar deren breite Entwicklung erst ermöglicht. Eine Erweiterung dieser Methode auf

- höhere Intensität
- verbesserte Auflösung
- polarisierte Neutronen

eröffnet der hochauflösenden Neutronenspektroskopie neue Dimensionen. Das Einsatzgebiet des Rückstreuспекrometers hat Schwerpunkte im Bereich von sowohl *Soft Matter* als auch *Materialwissenschaft* umfaßt u.a. folgenden Themen:

1. Zustandsdichten in extrem weichen und nanostrukturierten Materialien
2. Dynamik in Mikroemulsionen
3. Glasartige Erstarrung bei Abkühlung von z.B. polymeren Schmelzen
4. Dynamische Mischbarkeit von Polymermischungen
5. Eigenschaften von Ionenleitern und H-Metallen
6. Rotations-Translationkopplung beim Rotationstunneln

Stochastische Bewegungen und charakteristische Anregungen, die mit einem Rückstreuспекrometer untersucht werden können, finden in vielen grundsätzlich und technisch interessanten Strukturen statt. Insbesondere die hochauflösende Neutronenspektroskopie, wie sie mit einem Rückstreuспекrometer erfolgt, läßt hier detaillierte Untersuchungen zu. Der große zugängliche Energiebereich in Verbindung mit der Verwendung von sog. "Offset-Kristallen" soll die existierende Lücke zwischen Rückstreuспекrometern und Flugzeitspektrometern schließen.

Development and production of a new ballistic supermirror neutron guide

H. Häse und A. Knöpfler
S-DH Sputter-Dünnschichttechnik Heidelberg GmbH
Rohrbacher Straße 122b
69126 Heidelberg
Email: mail@s-dh.de

After the development of neutron guides at the University of Heidelberg over many years, S-DH Sputter-Dünnschichttechnik Heidelberg GmbH came forth as a spin-off company. In cooperation of S-DH and the university, a new supermirror neutron guide has been developed and produced and is operating now as guide "H113" at the ILL, Grenoble. This new guide is the first neutron guide to realize the "ballistic guide" concept that has been suggested by several groups: at it's beginning the guide elements are increasing in width with conical shapes, in the middle part they are parallel but aligned in a curve, at the end they are decreasing in width again. This reduces the number of reflections and therefore neutron losses. As a result, H113 yields a capture flux density of $1.6 \cdot 10^{10}$ n/cm²·s over an area of 6 ·20 cm² and a total neutron flux of $6.4 \cdot 10^{11}$ n/s.

STATUS OF THE TIME-OF-FLIGHT DIFFRACTOMETER ROTAX AT ISIS

W. Kockelmann, A. Kirfel, W. Schäfer and H. Phiesel

Mineralogisch-Petrologisches Institut, Universität Bonn, 53115 Bonn, Germany

R. Engels

Zentrallabor für Elektronik, ZEL, Forschungszentrum Jülich, 52425 Jülich, Germany

E-mail: wak@isise.rl.ac.uk

The time-of-flight neutron diffractometer ROTAX at ISIS is operated by Bonn University as a service instrument with a 50 % share of the beam time, thus providing quick and informal access to a spallation source instrument for the German user community. Main applications of ROTAX are neutron powder diffraction studies of crystal and magnetic structures, studies of structural and magnetic phase transitions, phase analyses as well as texture studies. Many experiments benefit from measurements of d-spacings as low as 0.2 Å at a best resolution of $\Delta d/d=0.35\%$ in backscattering. In the last year essential progress on the instrument was made concerning the following new installations:

- a) A third position-sensitive and time-resolving JULIOS detector [1] with fourfold increased scintillator area triples the available detector area on ROTAX and increases the simultaneous d-spacing coverage, thus reducing data collection times considerably.
- b) An non-commercial stationary radial collimator for secondary radiation designed by ray tracing calculations reduces the instrument background noticeably. The collimator removes Bragg scattering as well as incoherent scattering from sample environment equipment.
- c) A sample changer with 8 sample positions and a new 3-circle-goniometer for texture studies are available for room temperature experiments.
- d) The installation of a supermirror guide on the upstream PRISMA instrument increases the primary neutron flux also on ROTAX.

The technical and physical parameters of the new components, which have improved both the efficiency of the instrument and the data quality, will be described.

Financial support by the BMBF, project no. 03-KI5BO3-5 is gratefully acknowledged.

[1] W. Schäfer, E. Jansen, G. Will, A. Szepesvary, R. Reinartz, K.D. Müller, *Physica B* 213&214 (1995) 972.

FESTKÖRPER - NEUTRONENPOLARISATOREN UND NEUTRONENKOLLIMATOREN

Th. Krist und F. Mezei

Hahn-Meitner-Institut Berlin

14109 Berlin, Glienicker Str. 100

E-mail: krist@hmi.de

Seit einigen Jahren werden neutronenoptische Komponenten wie Polarisatoren und Kollimatoren realisiert, in denen sich die Neutronen nicht mehr in Luft ausbreiten und an einer Oberschicht polarisiert oder absorbiert werden, sondern in einem Festkörper, vorzugsweise in einkristallinem Silizium.

In dieser Weise wurden am Hahn-Meitner-Institut Berlin polarisierende bender hergestellt, die aus Si-wafers mit einer Dicke von 0.25 mm bestehen. Sie wurden auf einer Seite mit einem polarisieren FeCo-Si Superspiegel und auf der anderen Seite mit einer Absorptionsschicht aus Gadolinium mit einer Dicke von 0.6 μm beschichtet. Diese bender wurden mit Neutronen bei Wellenlängen von 2.4 Å und 4.75 Å getestet [1], [2]. Dabei wurden 42 - 60% der spin up Komponente mit Polarisationen von über 95% durch die bender transmittiert.

Auch Kollimatoren wurden in dieser Bauweise hergestellt, wobei auf wafer von 0.25 mm Dicke verschiedene Schichten aufgetragen wurden. Dabei bestanden die Kanalwände entweder aus rein absorbierenden Schichten [2] oder waren zusätzlich dazu mit einer reflektierenden Schicht versehen worden [3]. Mit deren Hilfe kann eine rechteckige Transmissionsfunktion erreicht werden, im Gegensatz zur dreieckigen Form bei Kollimatoren mit rein absorbierenden Wänden. Hiermit konnten Kollimationen zwischen 0.23° und 0.9° erreicht werden. Die Transmissionen lagen bei über 95% der theoretisch erwarteten Werte.

Literatur

[1] Th. Krist, S. J. Kennedy, T. J. Hicks, F. Mezei, *Physica B* **241 & 243** (1998) 82

[2] Th. Krist and F. Mezei, *Physica B* **276-278** (2000) 208-209

[3] Th. Krist and F. Mezei, *Nucl. Instr. and Meth. A* **450** (2000) 389-390

HIGH FLUX POLARIZED NEUTRON THREE-AXIS SPETROMETER *IN20B*.

J. Kulda

Institut Laue-Langevin

Grenoble, France

E-mail: kulda@ill.fr

The Millennium project of IN20B aims at a significant enhancement of the data collection rate for experiments using polarized neutrons to study magnetic excitations in the (higher) thermal energy range. The most important part of the project consists in increasing the incident polarized neutron flux by upgrading the primary spectrometer. The present neutron source diameter of 100 mm will be increased to 170 mm and the rather tight collimation scheme will be relaxed to allow for the use of a large horizontally focusing monochromator. In order to keep the background at a possibly low level a heavy input slit (virtual source) of adjustable width will be placed in the casemate. The increased beam cross-section and divergence will be matched by a new polarizing Heusler monochromator of unprecedented size 230 x 150 mm².

Similarly to the recently implemented new Heusler analyzer, which has brought a neutron count-rate gain factor of 5-6, the new monochromator uses vertical magnetic field together with variable horizontal focusing. In addition each of the 15 crystal columns consists of five plates cut at varying inclination angles to provide for a fixed vertical focusing, optimized in the center of the thermal energy range ($k_1 = 4.1 \text{ \AA}^{-1}$). The expected monochromatic flux gain over the present configuration is 5 to 10. In combination with the other recent improvements (shortened sample-analyser distance, new horizontally focusing analyzer) the data collection rate in polarization analysis mode will increase by almost two orders of magnitude as compared to IN20, when reinstalled in 1995.

At present all efforts are taken in order to perform most of the important operations during the forthcoming winter shut-down. All of the 75 Heusler crystal plates have been cut, oriented and have their positions in the 15 x 5 matrix attributed. The monochromator mechanics is to be delivered in late November, leaving a chance to perform part of the neutron tests before Christmas. The exchange of the beam tube is scheduled for January 2001, to be followed by a refurbishment of the Tanzboden floor and by a careful optical realignment of the instrument. If the production of all the components continues to follow the schedule fixed in spring, the commissioning of the new set up can begin with the reactor start-up in March 2001 and first user experiments can be carried out a few weeks later. The IN20B project itself will, however, continue for another two years with a list of items including a second monochromator for unpolarized work, new design of diverse optical elements and optimization of the spherical polarimetry equipment (CRYOPAD) for inelastic work.

ON-LINE RHEOMETRY AND SMALL ANGLE NEUTRON SCATTERING FROM COMPLEX FLUIDS

Peter Lindner¹, Florian Nettesheim², Johannes Zipfel¹, Walter Richtering²

¹*Institut Laue-Langevin, Grenoble/France*, ²*U Kiel, Deutschland*

E-mail: lindner@ill.fr

A technological important extension of classical scattering techniques is to investigate soft matter systems under non-equilibrium conditions. Especially mechanical deformation is known to have a strong influence on the morphology of complex fluids as colloidal dispersions, polymer and surfactant solutions or liquid crystals. Thus, it is necessary to monitor shear induced structural changes in-situ with shear flow. Although many different systems have been studied under shear during the last few years, in many cases the exact influence of the particular experimental parameters like shear rate, stress, strain or frequency remains to be investigated properly.

It is obvious that the combination of the powerful instrumentation for small angle neutron scattering (SANS) at the Institut Laue-Langevin (ILL), Grenoble, France, with a state-of-the-art rheometer will provide a unique possibility to directly correlate rheological properties of complex fluids with the underlying microstructure. For this purpose we installed a commercial rheometer (Bohlin CVO 120 HR) on the SANS instrument D11, which allows to perform many different rheological tests like simple shear flow either at constant shear stress or constant shear rate, creep and creep recovery as well as low and large amplitude oscillatory shear deformation. A thermostated Searle-type shear cell was developed in collaboration with FZ Jülich. It fits into the Bohlin rheometer fixtures such that two different beam configurations can be achieved: one where the incident beam is aligned along the direction of the velocity gradient (often called "radial" beam configuration) and another where the beam is along the flow direction ("tangential" beam configuration). Since high quality quartz cylinders are used for the shear cell, excellent scattering data with lowest background can be obtained even in the range of very low q available at D11. As an example, we demonstrate the influence of added, water-soluble polymer on the structure and flow behaviour of a lyotropic lamellar phase.

Das thermische Dreiachsenspektrometer PUMA am FRM-II

P. Link¹, G. Eckold¹ und J. Neuhaus²

¹Institut für Physikalische Chemie, Universität Göttingen, Tammannstr. 6, 37077 Göttingen

²Zentrale Betriebseinheit FRM-II, Technische Universität München, 85747 München

E-mail: plink@ph.tum.de

WWW: www.frm2.tu-muenchen.de/puma

Die Inbetriebsetzung der Neuen Forschungs- Neutronenquelle FRM-II in Garching steht unmittelbar bevor. Das PUMA (Dreiachsenspektrometer mit Polarisationsanalyse und Multi-Analysator- Detektor) wird derzeit am Strahlrohr 7 aufgebaut.

Das PUMA nutzt erstmals bei einem thermischen Dreiachsenspektrometer konsequent die Möglichkeiten neutronenoptischer Fokussierung. Eine variable Blende innerhalb des Strahlrohreinschubes dient als Eintrittspupille, die über den doppelt fokussierenden Monochromator auf die Probe abgebildet wird. Die Strahldivergenz beträgt dabei maximal 2° horizontal und 4° vertikal, was weltweit unerreicht ist und eine hohe Intensität des monochromatischen Strahls erwarten läßt. Die variable Blende reduziert dabei den Untergrund durch Neutronen falscher Wellenlänge.

Der im Primärstrahl eingebaute Geschwindigkeitsselektor wird bis zu einer Nutzwellenlänge von 1 Å Neutronen höherer Ordnung eliminieren und damit einen „sauberen“ Strahl liefern und somit die Gefahr der Beobachtung von „spurions“ erheblich vermindern. Er wird gleichzeitig den Untergrund am Probenort wesentlich reduzieren, da er innerhalb der Monochromatorabschirmung untergebracht ist. Durch automatisch in die Strahlführung absenkbare Kollimatoren und die verschiedenen Monochromatorkristalle (PG002, Cu220, Cu111, Si111) im automatischen Wechsellager wird größtmögliche Flexibilität in der Wahl der Energie und Impulsauflösung erreicht.

Wie in der Vergangenheit am Dreiachsenspektrometer UNIDAS erfolgreich demonstriert wurde, sind kinetische Echtzeit-Untersuchungen mit stroboskopischer Messtechnik ebenfalls möglich und erweitern so die Palette zukünftiger Anwendungen.

Die Option, ein Multi-Analysatorsystem zu integrieren, erlaubt es, simultan bei mehreren Q- ω -Werten zu messen und auf diese Weise Messzeit zu sparen. Damit lassen sich sogar bei einem Dreiachsenspektrometer Multiplex-Vorteile nutzen.

Durch die Verwendung von ³He-Spin-Filtern wird es möglich sein, Polarisations- und Energieanalyse voneinander zu entkoppeln. Damit ist gegenüber herkömmlichen Methoden (z.B. Heusler-Kristalle) eine erhebliche Steigerung der Flexibilität in Bezug auf die Optimierung der Energieauflösung verbunden, was seinerseits insbesondere in Verbindung mit Fokussierungstechniken zu beträchtlichen Intensitätsgewinnen führen kann.

Dieses Projekt wird vom Bundesministerium für Bildung und Forschung im Rahmen der Verbundforschung unter dem FKZ 03-EC5FRM-1 gefördert.

NEUTRON RESONANCE SPIN-ECHO : SOME RESULTS OBTAINED ON MUSES IN THE FIELD OF BIOLOGY AND CONDENSED MATTER PHYSICS

S. Longeville^{1,2}, I. Köper^{1,2}, W. Doster¹, R. Gähler^{1,3}, J. Wuttke¹ and W. Petry¹

1- Physik Department TU-München, D-85747 Garching

2- Laboratoire Léon Brillouin, CEA-CNRS, CEA Saclay, F-91191 Gif-sur-Yvette

3- Institut Laue-Langevin, B.P. 156 F-38042 GRENOBLE Cedex

Longevil@llb.saclay.cea.fr

The Spin-Echo spectrometer developed and constructed at the guide G₁bis of the Orphée reactor (France) results from a collaboration between the Physik Department of the Technische Universität München and the Laboratoire Léon Brillouin. This spectrometer, commissioned since end 99, is a resonance spin-echo version (NRSE) used for measuring relaxation processes occurring at very small energy transfers over medium wavevector transfers.

After a short presentation of the technical possibilities of the spectrometer some results obtained in the field of molecular Biology and of soft condensed Matter Physics will be presented.

In biology, we studied the anomalous diffusion of myoglobin and hemoglobin in highly concentrated solutions and *in vivo* blood cells. Some departure from the classical Einstein diffusion regime are stressed. And the possible relevance of different theories (Mode Coupling theory, free volume theory ...) for the description of the diffusion processes will be discussed.

In the field of condensed matter physics, we present a detailed temperature-wavevector study of the α -relaxation of a glass forming liquid.

DEVELOPMENT OF THE LARGE-AREA 2D NEUTRON DETECTOR BASED ON THE IMAGING PLATE

S.Masalovich*, A.Ioffe, E.Küssel, M.Schlapp, Th. Brückel

*Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Festkörperforschung, IFF-8: Streumethoden
E-mail: s.masalovich@fz-juelich.de

We are constructing a two-dimensional position sensitive detector that will operate at the triple-axis spectrometer / diffractometer SV30 at the FZ Jülich.

The main features of this detector will be:

- the spatial resolution of about 1 mm
- the large-area (~500x500 mm²) that provides a wide observation angle (up to 60 degree) both in vertical and horizontal direction
- a high efficiency for thermal neutrons
- the ability to operate in a relatively high gamma-background environment
- relatively low price

We carried out the analysis of possible solutions and concluded that the most suitable way is the use of the image plates based on photostimulable storage phosphor doped by a neutron converter. However, the image plates with the Gd converter, the only ones that are commercially available, are rather sensitive to the gamma radiation and do not satisfy our requirements. Therefore, we are developing a new approach based upon the use of a ⁶Li converter that is insensitive to the gamma background. Our analysis shows that a low (with respect to the Gd converter) neutron capture cross section of ⁶Li converter can be compensated by the higher released energy and a proper optimization of the parameters of the image plate and the read-out system.

HEiDi, Einkristalldiffraktometer an der heißen Quelle des FRM-II

G. Heger¹, M. Meven², M. Misera², H. Mitlacher³

¹ *Institut für Kristallographie, RWTH Aachen*

² *FRM-II, Technische Universität München*

³ *Institut für Festkörperforschung, FZ Jülich*

HEiDi ist der Name für das Neutronen-Einkristall-Diffraktometer an der heißen Quelle des FRM-II. Das Diffraktometer wird am Strahlrohr SR-9-links aufgebaut und soll nach Fertigstellung zahlreiche Aufgaben im Bereich der Diffraktion mit schnellen Neutronen übernehmen. Zur Monochromatisierung wird eine vertikal fokussierende Monochromatormechanik in die Abschirmung des Instruments eingebaut. Durch die Verwendung eines Wechslers mit drei M.-Kristallen (Cu-(220), Cu-(420), Ge(311)) sowie drei M.-Winkeln (20°, 40°, 50°) wird aus dem Gesamtspektrum der Neutronenquelle ein Satz einzelner Wellenlängen im Bereich $0.3 \text{ \AA} \leq \lambda \leq 1.1 \text{ \AA}$ ausgewählt. Die Diffraktometereinheit selbst ist als klassisches Vierkreisdiffraktometer mit azentrischer Eulerwiege konzipiert. Neben einem He³-Einzelzähler soll auch ein kleiner Flächendetektor zum Einsatz kommen, um eine bessere Untergrundkorrektur sowie die raschere Erfassung von Reflexen zu ermöglichen. Die für das Frühjahr 2001 geplante Nachrüstung des 5C.2 (ehemals P110) Vierkreis-Einkristall-Diffraktometers am Orphée-Reaktor in Saclay (F) mit einem ortsauflösenden Szintillationszähler ($64 \times 64 \text{ mm}^2$, $2 \times 2 \text{ mm}^2$ Pixelgröße) soll dabei helfen, Erfahrungen beim praktischen Einsatz und für die Anpassung der Datensammlungs- und -auswerte-Software zu gewinnen. Für die Durchführung von Experimenten bei verschiedenen Temperaturen stehen als Probenperipherie des Instruments ein luftgekühlter Heizofen (bis 1000°C, FZ Jülich) sowie ein closed cycle He-Kryostat (bis ca. 4 K, Sumimoto, Japan) zur Verfügung.

Die Nutzung kurzwelliger Neutronenstrahlung verringert im Vergleich zur Nutzung thermischer Neutronen die durch Extinktion bedingten Einflüsse auf die Reflexintensitäten, so daß die Datenqualität verbessert wird. Gleichzeitig wird ein großer Q-Raum ($|Q| = \sin \Theta / \lambda$) erschlossen, was die Sammlung von Bragg-Reflexen bis hin zu sehr großen hkl-Werten erlaubt. Dieser Informationsgewinn ermöglicht eine genauere Bestimmung der Strukturparameter. Bei der Untersuchung anisotroper mittlerer Auslenkungsquadrate (MAQ) U_{ij} , deren Einfluß auf die Bragg-Intensitäten stark Q-abhängig ist, können so auch quantitativ sehr genaue Studien der Beziehungen zwischen den ermittelten MAQ und bestimmten strukturellen Eigenschaften durchgeführt werden. Ein Beispiel hierfür ist der Vergleich der aus dem Diffraktionsexperiment bestimmten MAQ mit den aus harmonischen gitterdynamischen Modellrechnungen ermittelten Werten für das $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$. Hierdurch konnten statische und dynamische Anteile der MAQ getrennt und temperaturabhängig verfolgt werden. Ein anderes Beispiel für die Untersuchung von Phasenumwandlungen in Verbindung mit Fehlordnung bzw. anharmonischen Effekten unter Verwendung der Neutronenbeugung ist die erfolgreiche Beschreibung der Wasserstoffdichteverteilung von NH₃-Gruppen (3m Symmetrie) auf einer 4mm-Lage in Ni(NH₃)₆I₂ als Konsequenz einer gekoppelten Rotations-Translationsbewegung oder der Orientierungsfehlordnung von C60-Molekülen.

Weitere Anwendungsbeispiele sind: Die Lokalisierung von leichten neben schweren Elementen, z. B. die Wasserstoffpositionen in den Verbindungen aus der KDP-Familie (Charakterisierung von Doppelmuldenpotentialen, Wasserstoffbrücken) oder die Kristallstruktur von metallorganischen Uranverbindungen. Zu sehr kleinen Wellenlängen die Untersuchung von Verbindungen mit Isotopen (z. B. Sm, Gd), welche zu größeren Wellenlängen extreme Absorption zeigen und die Untersuchung wellenlängenabhängiger Extinktionseffekte.

NEXT GENERATION NSE-INSTRUMENTS –WHAT ARE THE CHALLENGES ? – –WHERE ARE THE LIMITS ?–

M. Monkenbusch

Institut für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich

E-mail: m.monkenbusch@fz-juelich.de

The question is addressed how an optimized NSE spectrometer at a pulsed spallation source has to be designed. In the medium term a new generation of powerful spallation sources will outperform and replace reactors and be the next generation neutron sources. Therefore it is mandatory to optimize and design all kinds of instrumentation for these pulsed sources. For good reasons there is no NSE instrument at a spallation source yet. However, MW spallation sources will be able to host competitive NSE instruments.

For a new generation of NSE instruments there are a number of questions to be addressed. These are only partly related to the pulsed beam characteristics of spallation sources. Further improvements would apply as well for reactor based continuous beam instruments.

For many –soft matter– problems the call is simply for more intensity, lower Q-values and – not independently of that– extended Fourier time range. These come with a number of detail problems that must be kept under control, e.g. stability, magnetic disturbance, background, to get a useful instrument. Other side aspects are of course: reliability, ease of use and costs. The key points, problems to be solved, the desired optimal source characteristics and concrete plans heading towards the next generation NSE instruments are addressed.

Entwicklung einer Anlage zur Herstellung von kernspin-polarisiertem ^3He am Forschungszentrum Jülich.

Robert M. Mueller, Th. Brückel und Ch. Horriar-Esser

*Forschungszentrum Jülich
Institut für Festkörperforschung
D52425 Jülich, Deutschland
E-mail: r.mueller@fz-juelich.de*

Eine Anlage zur Produktion von ^3He in einem metastabilen Zustand mit hoher Kernspin-Polarisation wird in Jülich aufgebaut. Das gewonnene Gas wird für Neutronen-Spin-Filter am Forschungsreaktor DIDO verwendet.

Der größte Teil der Anlage folgt einem Konzept der Forschungsgruppe aus Mainz, die eine mit Pressluft betriebene Titanpumpe benutzen, um den hohen Druck für die Filterzellen zu erreichen, der benötigt wird um die polarisierten Neutronen zu erzeugen. Eine Alternative zu diesem Pumpentyp, z.B. eine Membranpumpe oder eine Schlauchpumpe, wurden bei der Planung berücksichtigt.

Das Poster stellt die endgültige Version der geplanten Anlage dar, und gibt einen Überblick über die schon vorhandenen Teile, wie, z.B., die Magnetspulen, Yb-Fiber-LASER, u.s.w..

2-dimensionaler positionempfindlicher Neutronendetektor

Manfred Pauls, Horst-Dieter Braune
Forschungszentrum Geesthacht GKSS GmbH
Abt. WNS
Max-Planck-Str. 1, D-21502 Geesthacht
E-mail: Horst-Dieter.Braune@gkss.de

Es wird ein 2-dimensionaler positionempfindlicher Neutronendetektor für Reflektometrie und Textur mit hohem Ansprechvermögen und hoher Ortsauflösung vorgestellt. Die aktive Detektorfläche beträgt 250mm x 250mm. Es handelt sich um einen ^3He -Gasdetektor.

Als Bremsgas dient Tetrafluormethan CF_4 .

Kernprozess : $^3\text{He} + n \Rightarrow p + T + 765 \text{ KeV}$

Es werden drahtgespannte Elektroden mit mäanderförmiger Wicklung verwendet. Die Positionsbestimmung erfolgt nach der bekannten Ladungsteilungsmethode.

Folgende Forderungen wurden an den Detektor gestellt:

hohes Auflösungsvermögen, geringe Gammaempfindlichkeit, hohes und über die Detektorfläche homogenes Ansprechvermögen für Neutronenwellenlängen (0,1 - 1,2) nm, über Jahre gleichbleibende Detektorparameter.

Messungen mit dem Detektor ergaben folgende Resultate:

die horizontale Auflösung beträgt 2,5mm,

die vertikale Auflösung beträgt 2,9mm,

bei einem Ansprechvermögen für $\lambda=0,6\text{nm} > 90\%$, $\lambda=1,0\text{nm} = 100\%$

Zählratenfestigkeit $> 2 \times 10^4 \text{ n/s}$

Detektorflächenbelastbarkeit für 10^4 n/s cm^2

Neutronen:(ohne Anzeichen einer Auflösungsverschlechterung)

Ausbau der Neutronenreflektometrie im GKSS FZ Geesthacht

A. Pohlers*), U. Tietze**), M. Stamm***)

*) MPI für Polymerforschung, Ackermannweg 10, 55128 Mainz

**) GKSS FZ Geesthacht, Max-Planck-Strasse, 21494 Geesthacht

***) IPF Dresden, Hohe Strasse 6, 01069 Dresden

pohlers@gkss.de

Seit der Kernkompaktierung des 5 MW-Reaktors FRG 1 des Forschungszentrums steht allen endständigen Messanordnungen an der kalten Neutronenquelle ($T_{\text{eff.}} \approx 25 \text{ K}$) eine um den Faktor 1,8 erhöhte Primärintensität am Probenort zur Verfügung. Durch diesen Intensitätsgewinn erhöht sich die Attraktivität unserer Großgeräte nochmals deutlich. Es ist das gestiegene Interesse, daß uns zu Ausbau und Modernisierung der Messanordnungen motiviert. Mit dem vorliegenden Beitrag sollen die gegenwärtigen Charakteristika der beiden Neutronenreflektometer

- PNR (Polarisiertes Neutronenreflektometer) und
- TOREMA (Totalreflektionsmaschine)

aufgezeigt (wichtige Daten siehe Tabelle 1) und geplante Modernisierungen vorgestellt werden.

Tabelle 1: Wichtige charakteristische Daten der Neutronenreflektometer am GKSS

| | PNR | TOREMA |
|--|-------------------------------|-------------------------------|
| Monochromator | Geschwindigkeitsselektor | Graphitkristalle |
| Wellenlänge λ | 1.000 .. 0,635 nm | 0,435 nm |
| Auflösung $\Delta\lambda/\lambda$ | 5 % | < 2 % |
| gemessener Neutronenfluß am Probenort bei geg. Kollimation | 700 000 cps / cm ² | 240 000 cps / cm ² |

Die Modernisierungsvorhaben können in die folgenden Schwerpunkte unterteilt werden:

- Neue Probenorte:
Auf einem Hubtisch befinden sich ein Längst- und ein Drehtisch zur Realisierung der notwendigen Probenbewegungen. Das Goniometer trägt eine runde Aluminiumplatte mit einem M6 x 25-Gewinderaster für variable Aufbauten und Befestigungen.
- Flächendetektionssysteme:
Wie bereits an PNR realisiert, erhält TOREMA einen Vieldrahtflächenzähler mit einer großen Nachweisfläche und MCA-Elektronik. Die Software für Datensammlung und Datenverdichtung beider Geräte wird vereinheitlicht. Für die Datenverdichtung wird derzeit das 32 Bit-Windows-Programm "PANORAMA" verbessert und erweitert.
- Neue Meß-Steuerware:
Alle Großgeräte am FRG 1 erhalten als Mastersysteme moderne Industrierechner (Betriebssystem Windows-NT) und werden mit einer einheitlichen, nutzerfreundlichen Steuersoftware auf Grundlage von LABVIEW ausgerüstet.

Zum Auswerten und Modellieren von Reflektionskurven stehen wie bisher die bewährten Programme THE_FIT (MPI-P Mainz) und PARRATT32 (HMI Berlin) zur Verfügung.

Status des PANDA Projektes am FRM-II in Garching

*N.M. Pyka, H. Schneider, M. Rotter und M. Loewenhaupt
Neue Forschungsneutronenquelle FRM-II, Technische Universität München
Institut für Angewandte Physik, Technische Universität Dresden
Email: pyka@ph.tum.de
<http://www.frm2.tu-muenchen.de/panda>*

Am Strahlrohr SR-2 in der Experimentierhalle des FRM-II wird ein Dreiachsen-Spektrometer errichtet, das mit kalten Neutronen betrieben wird. Das Projekt wurde im Oktober 1998 unter Federführung der TU-Dresden gestartet. Die biologische Abschirmung ist bereits zum Teil in Garching aufgebaut, das Sekundär-Spektrometer wird derzeit in Dresden zusammengebaut und justiert. Der Transfer nach Garching erfolgt nach dem Aufbau der Monochromatorabschirmung im März/April.

Das PANDA (PolarisationsAnalyse DreiAchsen-) Spektrometer ist ein Erstausrüstungsinstrument, das wesentlich erweiterte Experimentiermöglichkeiten gegenüber konventionellen Dreiachsen-Spektrometern bietet. Es sind dies der außergewöhnlich hohe Neutronenfluß, ein über 10 meV Energieübertrag hinaus erweiterter Meßbereich und die Möglichkeit den Primär- und Sekundärstrahl genau auf die zu untersuchende Probe abzustimmen. Dadurch kann das Verhältnis Signal-zu-Untergrund wesentlich verbessert werden. Die Optionen einer vollständigen Polarisationsanalyse und eine Probenumgebung mit einem 15 Tesla Kryomagnet komplettieren das Gerät.

Es wird der aktuelle Stand des PANDA Projektes dargestellt, d.h. die Abschirmeinrichtungen, das Sekundärspektrometer und der 15 Tesla Kryomagnet. Besondere Berücksichtigung findet die biologische Abschirmung, die eine heterogene Struktur aus verschiedenen Schwerbetonen mit Colemanitzzusätzen, boriertem Polyethylen und Blei hat. Der Hintergrund ist eine möglichst kompakte Bauweise, die zum großen Teil unmagnetisch ausgeführt wurde um am Probenort in kurzer Distanz mit höchsten Magnetfeldern arbeiten zu können.

MESSUNG UND SIMULATION DER INELASTISCHEN AUFLÖSUNGSFUNKTION DES FLUGZEITSPEKTROMETERS IN5

S. Roth¹, A. Zirkel^{1,3}, J. Bossy², J. Neuhaus^{1,3}, J. Peters³, H. Schober^{1,4},
W. Petry^{1,3}

¹Physik-Department E13, Technische Universität München, 85747 Garching

²CNRS, 25 Avenue des Martyrs, BP 166, F-38042 Grenoble Cedex 9

³Zentrale Betriebseinheit FRM-II, Technische Universität München, 85747 Garching

⁴Institut Laue-Langevin, Ave. des Martyrs, BP 156, F-38042 Grenoble Cedex 9

Zur Bestimmung von $S(q, \omega)$ ist die Kenntnis der Auflösungsfunktion zwingende Voraussetzung, um die Spektren zu entfalten. In der quasielastischen Neutronenstreuung wird dazu das Streusignal einer Vanadiumprobe oder das der Probe bei tiefen Temperaturen gemessen. Die so erhaltene elastische Auflösungsfunktion des Spektrometers erlaubt die Entfaltung der quasielastischen Daten. Bei der Entfaltung inelastischer Anregungen hingegen ist man meist auf analytische Gaußnäherungen der Auflösungsfunktion angewiesen, ohne die genaue Form der Kurve tatsächlich zu kennen. Ziel unserer Experimente mit flüssigem Helium am Flugzeitspektrometer IN5 (ILL) war es daher, die inelastische Auflösungskurve beispielhaft für dieses Flugzeitspektrometer zu bestimmen und mit der mit modernen Monte-Carlo-Simulationen berechneten zu vergleichen.

Flüssiges Helium ist für diese Aufgabe ein geeigneter Kandidat, da es zwei scharfe inelastische Anregungen besitzt: die sogenannte Maxon-Anregung ($q \approx 1.1 \text{ \AA}^{-1}$, $\hbar\omega = 1.2 \text{ meV}$) und die Roton-Anregung ($q = 1.925 \text{ \AA}^{-1}$, $\hbar\omega = 0.742 \text{ meV}$). Beide Anregungen besitzen bei genügend tiefen Temperaturen ($T < 1\text{K}$) eine gegenüber der instrumentellen Auflösung vernachlässigbare Linienbreite. Das Streusignal bei diesen (q, ω) -Punkten ergibt daher direkt die instrumentelle inelastische Auflösungskurve. Durch Variation der Wellenlänge und der Drehzahl der Chopperscheiben ist es außerdem möglich, einen großen Bereich der Energieauflösung zu durchfahren und somit einen großen Referenzdatensatz zur Verfügung zu stellen. Andererseits erlauben es moderne Monte-Carlo-Simulationen, das erwartete Streusignal a priori zu berechnen. Durch einen detaillierten Vergleich der Simulationsergebnisse mit den experimentell gewonnenen Daten bei wenigen (q, ω) -Punkten ist es möglich, nicht nur die Monte-Carlo-Simulationen zu verifizieren, sondern dann auch das Streusignal an beliebigen Punkten im gesamten zugänglichen reziproken Raum für bestehende und geplante Flugzeitspektrometer zu berechnen. Die Verifikation der Ergebnisse von Monte-Carlo-Simulationen ist von immenser Bedeutung, da bei der Entwicklung und Konzeption neuer Instrumente detaillierte Aussagen über die zu erwartende Auflösungsfunktion und den Fluß am Probenort getroffen werden müssen (siehe [1]). Fernziel für das Flugzeitspektrometer TOF-TOF am FRM-II ist es insbesondere, Parametrisierungen der Auflösungskurve für die Entfaltung inelastischer Spektren zur Verfügung zu stellen.

[1] Beitrag A. Zirkel et al.

Monte Carlo Simulation des kalten Dreiaachsen Spektrometers am FRM-II in Garching

*M. Rotter, N.M. Pyka, und M. Loewenhaupt
Institut für Angewandte Physik, Technische Universität Dresden
Neue Forschungsneutronenquelle FRM-II, Technische Universität München
Email: rotter@physik.tu-dresden.de*

Am Strahlrohr SR-2 des FRM-II wird ein Dreiaachsen-Spektrometer errichtet, das an der Kalten Quelle betrieben wird. Das Spektrometer PANDA gehört zur ersten Generation von Geräten am FRM-II und befindet sich bereits im Aufbau in Garching. Zur Unterstützung bei der Planung der neutronenoptischen Elemente sowie zur Überprüfung von Meßergebnissen besonders während der Testphase des Spektrometers, die sich an den Aufbau anschließt, wurden Simulationen des Primär- und Sekundär-Spektrometers mit Hilfe des Monte Carlo Programmes McStas durchgeführt.

In einem ersten Schritt wurden Simulationen durchgeführt von der Kalten Quelle über die Strahlrohrnase, vertikale Neutronenleiter, optional horizontale Neutronenleiter, optional Primärkollimatoren, optional eine variable Horizontalblende bis zu der Monochromatorposition. Diese wurde durch eine Detektorfläche repräsentiert. Das Sekundär-Spektrometer wurde dann vom Monochromator bis zum Detektor berechnet, wobei auch hier die verschiedenen Konfigurationen durchgespielt wurden. Diese beinhalten optional Kollimatoren mit Vertikalfokussierung des Monochromators bzw. Analysators oder eine kombinierte Vertikal- und Horizontalfokussierung.

Bei den Berechnungen wurden das Spektrum des Quellflusses, die angenommene Reflektivität der Neutronenleiter, die Transmission der Kollimatoren und die Absorption der Filter berücksichtigt. Die Rechnungen wurden für mehrere feste Wellenlängen und Probengrößen durchgeführt. Ergebnisse der Rechnungen sind die Intensität, die räumliche Verteilung des Signals sowie deren Energie- und Divergenzverteilung am Monochromator bzw. am Analysator.

DAS NEUE NEUTRONENREFLEKTOMETER MIT POLARISATIONSANALYSE IN JÜLICH

U. Rücker, B. Alefeld, W. Bergs, E. Kentzinger, J. Heinen und Th. Brückel

Institut für Festkörperforschung – Streumethoden

M. Drochner, A. Ackens, H. Loevenich, P. Reinhard und K. Zwoll

Zentrallabor für Elektronik

Forschungszentrum Jülich

52425 Jülich

EMail: u.ruecker@fz-juelich.de

Auf der Basis des HADAS-Spektrometers in der Neutronenleiterhalle ELLA am FRJ-2 (DIDO) in Jülich wurde ein Neutronenreflektometer mit Polarisationsanalyse aufgebaut. Dieses Reflektometer ist u.a. mit einem 2dimensional ortsauflösenden Detektor und einem Polarisationsanalysator aus polarisierenden Superspiegeln, der die ganze Detektorfläche abdeckt, ausgerüstet.

Die Optik für polarisierte Neutronen mit remanenten polarisierenden Superspiegeln ist so aufgebaut, daß im Vergleich zum Betrieb mit unpolarisierten Neutronen die Auflösung nicht verschlechtert wird und die Option, mit einem unpolarisierten Neutronenstrahl zu messen, erhalten bleibt.

Mit diesem Instrument ist es jetzt möglich, effizient die diffuse Streuung unter streifendem Einfall an magnetischen Schichtsystemen mit Polarisationsanalyse zu messen. Diese Methode erlaubt es, neben der Messung des Tiefenprofils der in-plane-Magnetisierung, auch Aussagen über laterale Strukturen der Magnetisierung zu treffen, z.B. über magnetische Rauigkeiten. Anwendungen für diese Methode finden sich sowohl in der Magnetelektronik als auch in der Neutronenoptik, wo magnetische Vielfachschichten als Polarisatoren angewendet werden.

Neben der Installation der Neutronenoptik für die Polarisationsanalyse ist das Instrument mit einer neuen Experimentelektronik nach „Münchener Standard“ ausgerüstet worden, d.h. mit Linux-Computern für die Experimentdatenverarbeitung und -steuerung, sowie standardisierten industriellen Komponenten mit Profibus-Anbindung zur Steuerung und Positionskontrolle der Motoren.

Die Kommunikation zwischen dem Experimentrechner und den Mechanik- und Detektorkomponenten erfolgt über das TACO-Protokoll, die Meßsoftware basiert z.Zt. auf psh.

Das HADAS-Reflektometer ist somit das erste Neutronenexperiment nach „Münchener Standard“, das in Betrieb ist, noch bevor der FRM-II das erste Neutron erzeugt hat.

Präparative Einflüsse auf die Empfindlichkeit des Speicherleuchtstoffs BaFBr: Eu²⁺ für Neutronen-Bildplatten

M. Schlapp, R. Kolb, H. v Seggern
Technische Universität Darmstadt
Fachbereich Materialwissenschaften/ELMA
Darmstadt, Deutschland
E-Mail: mschlapp@hrz2.hrz.tu-darmstadt.de

Kommerzielle Bildplatten zur zweidimensionalen, orts aufgelösten Detektion von Neutronen bestehen heute aus einer pulverigen Mischung des Neutronenkonverters Gd₂O₃ und dem Röntgenspeicherleuchtstoff BaFBr:Eu²⁺. Die Detektion der Neutronen erfolgt dabei durch die orts aufgelöste Auslesung von photostimulierbaren Zentren, die durch bei der Absorption von Neutronen am Gadolinium entstehende hochenergetische Konversionselektronen gebildet werden. Die Eigenschaften der Bildplatten wie Empfindlichkeit, Stimulationsbereich und räumliche Auflösung werden dabei maßgeblich durch die Charakteristika des Speicherleuchtstoffs bestimmt.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte gezeigt werden, daß gerade diese Bildplatteneigenschaften stark von präparativen Bedingungen wie Syntheseweg, Dotierung und Korngröße abhängen. In diesem Zusammenhang wurde durch eine gezielte Dotierung mit Erdalkaliatomen (Ca, Mg, Sr) die Effizienz der Bildung von stimulierbaren Zentren und dadurch die Empfindlichkeit erhöht. Weiterhin wurde eine Verschiebung des Stimulationsmaximums zu größeren Wellenlängen beobachtet, was eine wirksamere Anregung mit HeNe- oder Halbleiterlasern ermöglicht. Als Ursache wird eine durch den Einbau eines kleineren Ions erzeugte Gitterverzerrung angenommen, die sowohl eine leichtere Ausbildung von Leerstellen als auch die spektrale Verschiebung aufgrund der Mollwo-Relation erklären könnte.

Zur Erzielung einer besseren räumlichen Auflösung wurde die Verknüpfung zwischen Korngröße und Empfindlichkeit eingehender betrachtet. Es ist bekannt, daß eine kleinere Korngröße zu einer höheren räumlichen Auflösung führt, die Empfindlichkeit jedoch mit kleiner werdendem Korndurchmesser stark zurückgeht. Zur Aufklärung des Zusammenhangs wurde Lebensdauer- und Empfindlichkeitsmessungen an Pulvern mit unterschiedlichen Korngrößen durchgeführt. Erste Mechanismen und physikalische Modelle für den Rückgang der Empfindlichkeit bei Korngrößen < 20 µm werden vorgestellt.

NEUTRON INTENSITY INCREASE IN A NARROW ENERGY BAND BY MEANS OF MAGNETIC FOCUSING SYSTEMS

D.E. Schwab, J. Summhammer, H. Rauch

Atominstitut der österreichischen Universitäten

Stadionallee 2, A-1020 Wien

email: schwab@ati.ac.at

Many neutron scattering techniques, especially neutron optical and inelastic neutron scattering experiments rely on monochromatized neutrons. Until now, material components in form of turbine blades or moving crystals, were involved in energy focusing devices. They cause inherently relative large losses of neutrons. Here we study the monochromatization of neutrons, generated at a pulsed neutron source (like AUSTRON or the ESS) by interaction with magnetic fields, the neutron intensity is enriched inside a certain velocity band without considerable loss. Magnets which surround the beam line produce travelling magnetic waves to escort a neutron pulse with desired velocity. During the interaction, the magnetic field forces the neutrons to accelerate or decelerate to this velocity. Simulations show that a comoving magnetic field shaped like an harmonic oscillator or of a sinusoidal form effectuates an increase of neutron intensity up to an order of magnitude in a small but variable velocity band. Consequently, the precision of related neutron scattering experiments is increased or their measurement time is decreased, accordingly. Another concept arises from static and rf spinflip stages. Thereby, an appropriate number of photon energies of the rf-field can be transmitted to or extracted from the neutrons. Both configurations are compared, calculations and feasibility considerations for the required dimensions of the system are presented.

CHANNEL CUT CRYSTALS MIT BEEINFLUSSBAREN REFLEXIONSKURVEN

M. Strobl¹ und W. Treimer^{1,2}

¹*Hahn-Meitner-Institut, SF1, Glienickerstr. 100, D-14109 Berlin*

²*Technische Fachhochschule, FBII, Luxemburger Str. 10, D-13353 Berlin*

E-mail: treimer@hmi.de

strobl@hmi.de

Für hochauflösende Doppel-Kristall-Diffraktometer (DKD) werden perfekte Kristalle, in der Regel Siliziumkristalle, eingesetzt, da diese für eine gegebene Wellenlänge Reflektivitäten von 100% erreichen. Ein Schwerpunkt der Anwendungen von DKDs ist die Verwendung als Neutronen-Kleinwinkel- und Ultrakleinwinkelstreuapparatur (SANS, USANS). Eine der entscheidenden Kenngrößen eines solchen Instruments stellt die Halbwertsbreite (FWHM) seiner Rocking- d.h. Instrumentenkurve dar, die typischerweise in der Größenordnung von wenigen Winkelsekunden liegt und so das Auflösungsvermögen der Anlage im untersten q-Bereich festlegt. Die Intensitätsverteilung einer einzelnen Reflexion hat die bekannte Form des sogenannten Darwin-Profiles, welches sehr weit flach ausläuft und sich in diesen Bereichen mit den Streukurven der untersuchten Proben derart überlagert, dass diese schwer zu trennen sind. Dieses Problem läßt sich dadurch verbessern, dass sowohl Monochromator als auch Analysator mehrere, in der Regel drei, Platten beinhalten, was für das Darwin-Profil bedeutet, es mit der Zahl der jeweiligen Reflexionen von Monochromator beziehungsweise Analysator zu potenzieren, wodurch die Flanken der Rockingkurven bedeutend steiler abfallen. Auch die FWHM wird durch die erwähnten Dreifachreflexionen bezüglich der Einfachreflexionen an den einzelnen Kristallen deutlich verringert. Diese FWHM kann jedoch durch weitere Mehrfachreflexionen (z.B. 5, 7, 9,) nicht weiter verkleinert werden. Um nun die Halbwertsbreiten trotzdem weiter zu reduzieren und damit die Auflösung des DKDs zu verbessern, wurden spezielle Nutenkristalle entworfen und gefertigt, mit denen man die Darwin-Profile der einzelnen Reflexionen gegeneinander verschieben und so die FWHM der Rockingkurven von der Darwinweite bis beinahe Null einzustellen kann. Diese Verschiebung kann man einmal dadurch erreichen, in dem man die Reflexionsebenen innerhalb eines Nutenkristalls um Winkelsekunden verdreht oder den Strahl mit Prismen um einen solchen Winkel ablenkt.

Impulsraumfokussierung durch Verwendung eines in-pile Fächerkollimators in Verbindung mit einem horizontal gekrümmten Monochromator

N. Stüßer, M. Hofmann
Hahn-Meitner-Institut Berlin

Für die hochauflösende Einkristalldiffraktometrie wurde in der Vergangenheit am Hahn-Meitner-Institut ein speziell für diese Anforderung konzipiertes Instrument aufgebaut ^[1]. Charakteristisch für dieses Instrument ist ein zwischen Neutronenquelle und Monochromator eingebauter vertikaler Spalt. Dieser Spalt wird über einen horizontal gekrümmten Monochromator auf den Probenort abgebildet. Bei festem Abstand L zwischen Spalt und Monochromator kann für jeden Streuwinkel an der Probe durch Wahl eines geeigneten Abstands Y zwischen Probe und Monochromator eine Impulsraumfokussierung eingestellt werden, sodaß die lange Achse des Auflösungsellipsoids senkrecht zum mittleren Impulsübertrag steht. Es wurde nun der Spalt durch einen in-pile Fächerkollimator ersetzt, der es gestattet, einen virtuellen Spalt zu definieren. Mit diesem Fächerkollimator wird nun der Abstand L zwischen virtuellem Spalt und Monochromator variabel. Man erhält jetzt die Möglichkeit, eine Fokussierung durch Anpassung von L bei festem Abstand Y durchzuführen. In einem limitierten Streuwinkelbereich führt dies bei gleicher Auflösung gegenüber der früher verwendeten Spaltkonfiguration zu deutlichen Intensitätsgewinnen. Andererseits wird insbesondere eine Fokussierung zu kleinen Streuwinkeln nicht mehr realisierbar. In diesem Beitrag werden beide Geometrien miteinander verglichen und der konventionellen Diffraktometergeometrie mit Sollerkollimatoren gegenübergestellt.

[1] R.E. Lechner, R. v.Wallpach, H.A. Graf, F.J. Kasper, L. Mokrani, Nucl. Instr. and Meth. A 338(1994)65

ENTWICKLUNG EINES DOPPELT- FOKUSSIERENDEN MONOCHROMATORS AM FRM-II

A. Urban, P. Link*

*Technische Universität München, Neue Forschungsneutronenquelle FRM-II
D-85747 Garching, Deutschland, E-mail: aurban @ ph.tum.de
Universität Göttingen, Institut für Physikalische Chemie*
D-37077 Göttingen, Deutschland*

Die Entwicklung eines doppelt- fokussierenden Monochromators begann im März 2000 an der Instrumentierung des FRM-II. Ein Prototyp befindet sich in Herstellung und soll anschliessend am doppelt- fokussierenden Dreiachsenspektrometer für thermische Neutronen PUMA verwendet werden. Dieses Instrument wird als Verbundgerät vom Institut für Physikalische Chemie der Universität Göttingen (G. Eckold, P. Link) in Zusammenarbeit mit der Technischen Universität München, Physik Department E13 (W. Petry, J. Neuhaus) aufgebaut. Anhand des ausgestellten Posters wird der Aufbau und die Funktionsweise dieses doppelt- fokussierenden Monochromators dargestellt. Desweiteren werden die technischen Eckdaten und die Zielsetzung der Entwicklung angeführt.

DAS KALTE FLUGZEITSPEKTROMETER TOF-TOF AN DER FORSCHUNGSNEUTRONENQUELLE FRM-II

A. Zirkel^{1,2}, S. Roth¹, K-H. Schuhbeck², J. Neuhaus^{1,2}, W. Petry^{1,2}

¹ Physik-Department E13, Technische Universität München, 85747 Garching

² Zentrale Betriebseinheit FRM-II, Technische Universität München, 85747 Garching

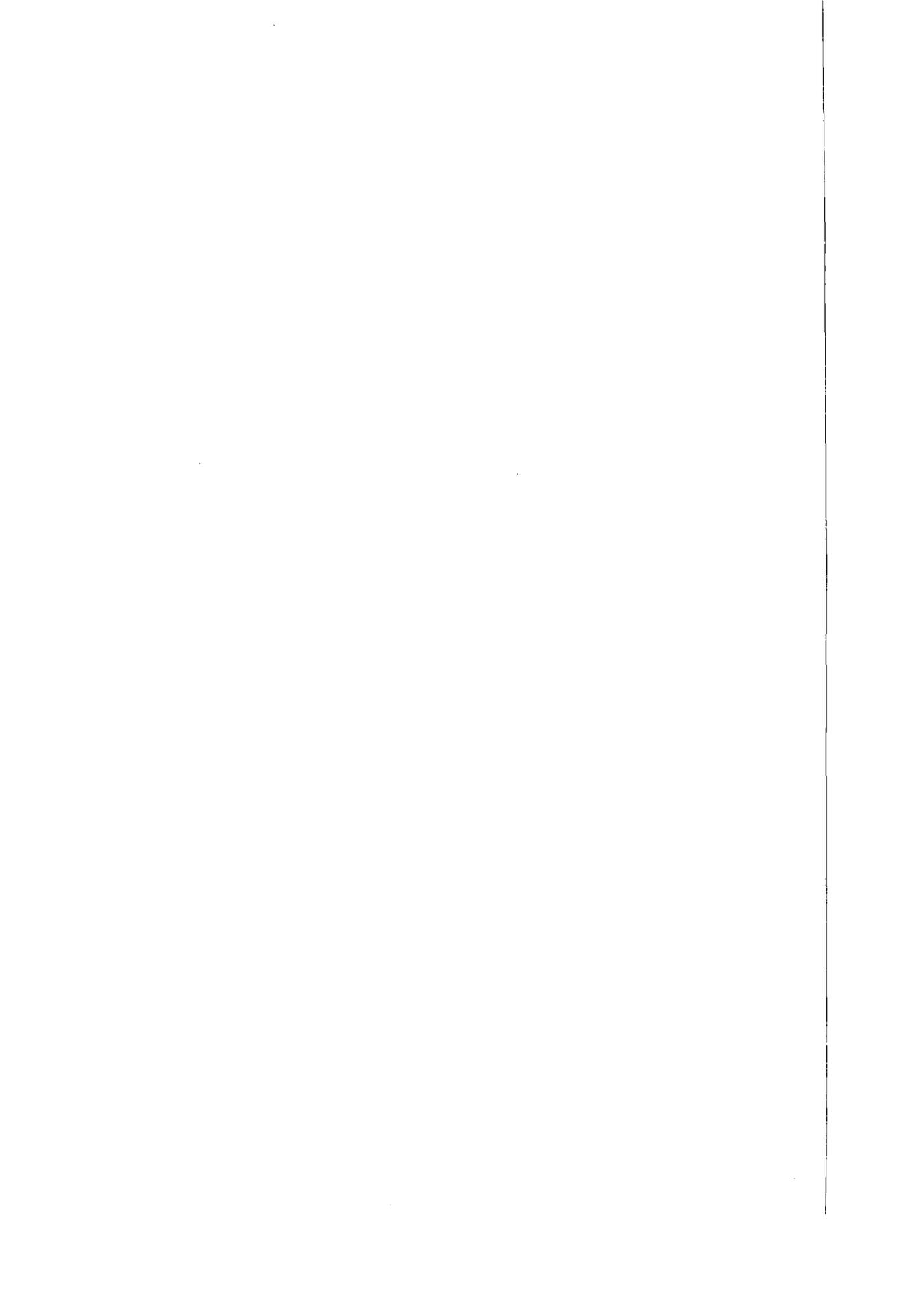
Das Flugzeitspektrometer TOF-TOF am FRM-II ist als Multichopper-Instrument (sieben Chopperscheiben) für die inelastische und quasielastische Neutronenstreuung ausgelegt. Der dynamische Strukturfaktor $S(Q, \omega)$ kann über einen weiten Bereich in Q und ω vermessen werden. Die Einfallswellenlänge kann von 2-12 Å variiert werden. Der Winkelbereich der Detektoren umfasst $-15^\circ \dots 150^\circ$.

Bei der Auslegung des Spektrometers wurde primär Wert auf eine hohe Intensität am Probenort gelegt. Dies wird durch die Verwendung eines doppelt fokussierenden Neutronenleiters erreicht. Gleichzeitig kann eine sehr gute Energieauflösung durch den Einsatz von besonders schnellrotierenden Scheiben aus kohlefaserverstärkten Werkstoffen erzielt werden. Diese werden in Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl für Leichtbau der Technischen Universität München entwickelt. Ziel ist es, eine Maximaldrehzahl von 27000 U/min bei einem Scheibendurchmesser von 600 mm zu erreichen. Bei einem Flugweg von 4 m von der Probe zu den Detektoren wurden durch umfangreiche Monte-Carlo-Simulationen elastische Energieauflösungen von $\Delta E(\text{FWHM}) = 700 \mu\text{eV}$ bei 2 Å und $\Delta E(\text{FWHM}) = 6 \mu\text{eV}$ bei 12 Å errechnet.

Die Option, sowohl das pulsende als auch das monochromatisierende Chopperpaar entweder gleichläufig oder gegenläufig zu drehen, erlaubt einen ausserordentlich vielseitigen Einsatz des Instruments. Gleichläufige Rotation führt zu hoher Intensität bei relaxierter Energieauflösung, gegenläufige Rotation verbessert die Energieauflösung bei verringerter Intensität. Weiterhin kann optional ein Wechselkollimator auf den letzten 500 mm des Leitersystems in den Strahl gefahren werden, um die Winkelauflösung deutlich zu verbessern. Dies ist besonders für die Option der Messung von Brillouin-Streuung bei kleinen Winkeln von Bedeutung. Der hierfür erforderliche ortsauflösende Detektor kann jedoch erst in einer zweiten Ausbaustufe realisiert werden.

Das Instrument kann somit individuell an die Bedürfnisse des jeweiligen Experiments angepasst werden.

Poster B
B1 – B66



Intramolekulare und Oberflächen-gekoppelte molekulare Bewegungen in Proteinen: Neutronenstreuung im Vergleich mit Simulationen

W. Doster, M. Diehl, A. Paciaroni und H. Schober

Technische Universität München

Physikdepartment E 13

D-85748 Garching

email: wdoster@ph.tum.de

Um die komplexe molekulare Dynamik von Proteinen aufzuklären bedarf es einerseits der Unterstützung von Simulationen, andererseits sind Experimente von Interesse, die zwischen verschiedenen Bewegungstypen unterscheiden können. Eine sinnvolle Einteilung ist die Trennung von intramolekularen und Oberflächen-gekoppelten Bewegungen. Wir zeigen Neutronenstreuexperimente an Proteinen in stark unterschiedlicher Umgebung: Dehydratisiert (Vakuum), voll hydratisiert und vitrifiziert in einem Glukoseglas. Durch Vergleich findet man, daß eine Klasse von dihedralen Übergängen (Hauptkette und Seitengruppen), sowie Rotations sprünge von Methylgruppen nicht mit der Oberfläche kommunizieren. Dihedrale Sprünge von Seitengruppen an der Oberfläche und konzertierte Bewegungen der Sekundärstruktur hängen dagegen stark von der Viskosität der Proteinumgebung ab. Niederfrequente Proteinschwingungen im Terahertzbereich werden ebenfalls vom Lösungsmittel beeinflusst. Wir diskutieren eine Kopplung des Chromophors in Hämproteinen an delokalisierte Moden.

Lipid bilayers on a polymer grafted Si-substrate

T. Gutberlet¹, R. Steitz^{1,2}, J. Howse^{1,2}, B. Kloesgen³

¹Hahn-Meitner-Institut Berlin, Glienicker Str. 100, 14109 Berlin, Germany;

²Iwan-N.-Stranski Institut f. Physikal. u. Theor. Chemie, TU Berlin, Str. d. 17. Juni 112, 10623 Berlin, Germany

³Fachbereich Physik, FU Berlin, Arnimallee 14, 14195 Berlin, Germany
e-mail: gutberlet@hmi.de

The fluid lamellar phase of lipid membranes is usually thought to represent the physiologically active state. Yet, lipids with a tendency of destabilizing the lamellar order are abundant in the visual system and around nerve synapses. The initial conformation may thus be modulated to exhibit transient and possibly locally restricted structural changes of the bilayer conformation. The interaction of the bilayer surface with foreign molecules as small peptides may trigger such a process and the dynamical features may be essential for the biological function of the membrane.

Experiments to detect modulations of the continuum properties in a lipid bilayer must base on the description of properly prepared model membranes and then proceed to investigate the effect of membrane active reagents (e.g. enzymes, oligopeptides, DNA-fragments, detergents). Neutron reflectometry experiments are most promising for that purpose because oligolamellar stacks of bilayers and even single membranes can be investigated [1-5].

Extended lipid membranes can be deposited by fusing small unilamellar vesicles (SUVs, obtained by sonicating lipids in water) onto a planar solid (Si or quartz) support [2,6] in order to serve as a model biomembranes lateron. We have investigated the adsorption of SUVs (prepared from di-myristoyl-phosphatidyl-choline (DMPC) in pure water) onto a Si surface that was coated with poly-styrene. A stable sorption of ~1.5-3 bilayers and more than 90% area coverage was formed within hours. The choice of poly-styrene as a hydrophobic polymer initiated the formation of a lipid monolayer as the innermost lipid layer. Details of the obtained layer structure could be resolved by contrast variation using perdeuterated poly-styrene and DMPC(d54). The obtained system may serve as basis for the structural study of protein or peptide interaction with a defined planar lipid surface.

1. Koenig, B. W., Krueger, S., Orts, W. J., Majkrzak, C. F., Berl, N. F., Silverton, J. V., and Gawrisch, K. (1996) *Langmuir* 12, 1343-1350.
2. Gliss, C., Clausen-Schaumann, H., Gunther, R., Odenbach, S., Randl, O., and Bayerl, T. M. (1998) *Biophys. J.* 74, 2443-2404.
3. Majewski, J., Wong, J. Y., Park, C. K., Seitz, M., Israelachvili, J. N., and Smith, G. S. (1998) *Biophys J* 75, 2363-7.
4. Wong, J. Y., Majewski, J., Seitz, M., Park, C. K., Israelachvili, J. N., and Smith, G. S. (1999) *Biophys J* 77, 1445-57.
5. Wong, J. Y., Park, C. K., Seitz, M., and Israelachvili, J. (1999) *Biophys. J.* 77, 1458-1468.
6. Puu, G., and Gustafson, I. (1997) *Biochim Biophys Acta* 1327, 149-61

Neutron Scattering from Magnetically Aligned Biomimetic Substrates

T. Gutberlet¹, A. Hoell¹, M. Kammel¹, J. Katsaras²

¹Hahn-Meitner-Institut Berlin, Glienicker Str. 100, 14109 Berlin, Germany;

²NRC Chalk River Laboratories, Chalk River, Ontario K0J 1J0, Canada

e-mail: gutberlet@hmi.de

In 1997, it was shown using neutron diffraction that a biologically relevant lyotropic membrane system was highly alignable ($< 1.0^\circ$ mosaic) in a magnetic field of 2.6 T, giving rise to a number of well-defined Bragg reflections [1]. The system composed of two different phosphorylcholine lipids, DMPC and DHPC, underwent a rare nematic - smectic phase transition upon doping the system with paramagnetic ions (e.g., 2.7 wt% Tm^{3+}) [2].

We have investigated the temperature dependent transition by SANS at magnetic field between 1 and 4 T at the small angle instrument V4 at HMI, Berlin. The structure of the disk-like micelles and the superstructural aggregation in the smectic phase is analyzed and discussed.

1. J. Katsaras, R. L. Donaberger, I. P. Swainson, D. C. Tennant, Z. Tun, R. R. Vold, and R. S. Prosser, *Phys. Rev. Lett.* 78, 899 (1997).
2. R. S. Prosser, S. A. Hunt, J. A. DiNatalie, and R. R. Vold, *J. Am. Chem. Soc.* 118, 269 (1996).

DYNAMICS OF A FIBROUS PROTEIN BETWEEN 80K AND 275K STUDIED BY NEUTRON TIME-OF-FLIGHT SPECTROSCOPY

H.D. Middendorf¹, S. Janssen², L. Foucat³

¹*Clarendon Laboratory, Dept. of Physics, University of Oxford, OX13PU Oxford*

²*Labor für Neutronenstreuung, Paul Scherrer Institut, CH-5232 Villigen-PSI*

³*INRA, F-63122 Theix, Clermont-Ferrand*

E-mail: stefan.janssen@psi.ch

Biological macromolecules and their assemblies are soft matter systems characterised by a very large number of nearly isoenergetic conformations [1]. Numerous studies have been undertaken to interpret fundamental aspects of the resemblance between the 'energy landscape' of biomolecules and that of simple, relatively well-known glass formers.

Previous work on glass-like proteins has focussed on globular proteins. The principal finding is that they undergo a broad transition between 190K and 220K which does not seem to depend on details of their structural organisation [2,3]. Also, the linear T-dependence up to 190K suggests that the Debye-model for harmonic solids is applicable, whereas nonlinear increases above 210K are due to the activation of softer degrees of freedom. On the other hand only little analogous work has been done yet on fibrous proteins, although the behaviour of extended polypeptide chains is of great comparative as well as intrinsic interest.

By means of quasielastic and inelastic neutron time-of-flight (TOF) spectroscopy the dynamical behaviour of fibrous proteins is studied systematically in a broad dynamical range. Using the cold neutron TOF spectrometer FOCUS at SINQ/PSI, spectra for H₂O-hydrated collagen fibres were measured (specific hydration $h=0.46$) from dorsal connective tissues of Charolais calves at temperatures between 80K and 275K. For a few selected temperatures, additionally spectra for a gently dehydrated sample ($h=0.06$) were measured.

The spectra obtained provide the first energy-resolved view of the evolution of the dynamics of a natural biopolymer, covering both the quasielastic and inelastic region up to energy transfers of 14meV. The high quality of FOCUS spectra allowed us to deduce information on various aspects of the molecular dynamics of H₂O-hydrated collagen.

[1] Frauenfelder et al, *Science* **254**, 1598 (1991); Angell, *Science* **267**, 1924 (1995)

[2] Deriu, *Physica B* **182**, 349 (1992)

[3] Tengroth et al, *Physica B* **226**, 27 (1999)

Effekt der Druckauffaltung auf die molekularen Bewegungen von Myoglobin

J. Wiedersich, W. Doster, M. Diehl, H. Schober, and W. Petry
Physikdepartment E13, Technische Universität München, 85747 Garching

Die Denaturierung von Proteinen unter Druck wird vermutlich durch ein Aufbrechen intramolekularer Hohlräume induziert, in die Wasser eindringt. Im Gegensatz hierzu sollte die höhere Packungsdichte unter Druck eigentlich unpolare Wechselwirkungen stärken und damit die Stabilität der Proteine erhöhen. Ein dritter Mechanismus betrifft das Hydratwasser, das die native Struktur durch stärkere polare Wechselwirkung destabilisieren könnte.

Wir berichten über die Ergebnisse eines Neutronenstreuexperimentes zur Untersuchung der Entwicklung der molekularen Dynamik von Myoglobin und seiner Hydrathülle unter Druck. Das Flugzeitspektrometer IN6 in Grenoble wurde bei einer Wellenlänge von 5,1 Å betrieben und gestattete Untersuchungen im Zeitbereich zwischen 0,1 ps und 15 ps. Mit unserer Druckzelle konnte der hydrostatische Druck zwischen 0,1 und 800 MPa auf 10 MPa reproduzierbar eingestellt werden. Wir untersuchten konzentrierte H₂O- und D₂O-Lösungen von Myoglobin (0,8 g Wasser/g Protein), um zwischen Fluktuationen der Hydrathülle (H₂O) und des Proteins (D₂O) unterscheiden zu können.

Bei beiden Proben beobachten wir mit steigendem Druck einen Abfall der quasi-elastischen Intensität und damit Beweglichkeit. Die Beweglichkeit des Hydratwassers zeigt das erwartete Langsamerwerden, vor allem bei Drücken oberhalb von 400 MPa. Im Gegensatz hierzu lässt sich der Druckeffekt auf die Proteindynamik besser durch eine Reduktion der Amplitude beschreiben – ohne signifikante Verlangsamung der Dynamik. Die Druckabhängigkeit der Amplitude der Bewegungen zeigt einen sigmoidalen Verlauf um den Denaturierungsdruck von 400 MPa. Bei 800 MPa ist das Protein irreversibel denaturiert. Foglich beobachten wir bei der folgenden Druckreduzierung einen Hystereseeffekt. Sowohl für das Hydratwasser wie auch für die Strukturfluktuationen ist die Beweglichkeit im denaturierten System auch nach Reduktion des Drucks verringert. Also wechselwirkt das Wasser mit dem denaturierten Zustand stärker als mit der nativen Struktur. Dies legt nahe, dass das Eindringen von Wasser eine entscheidende Rolle bei der Druckauffaltung von Proteinen spielt.

DIE FUNKTION DES RIBOSOMALEN PROTEINS L2

R. Willumeit¹, S. Forthmann¹, J. Beckmann¹, G. Diedrich², R. Ratering³,
H. B. Stuhmann¹ and K. H. Nierhaus²

¹ GKSS Forschungszentrum Geesthacht GmbH, Institut für Werkstoffforschung, WFS,
Max-Planck-Straße, 21502 Geesthacht, Germany

² Max-Planck-Institut für Molekulare Genetik, AG Ribosomen, Ihnestraße 63, 14195
Berlin, Germany

³ GMD Forschungszentrum Informationstechnik GmbH, Institut für Angewandte
Informationstechnik, D-53754 Sankt Augustin, Germany

Das Protein L2 ist das größte Protein in der 50S Untereinheit von *E. coli* (Masse 29876 Da) und eines der konserviertesten. Es ist in den Blickpunkt des Interesses gelangt, da es neben den Proteinen L3 und L4 (mit Neutronenstreuung lokalisiert [1,2]) und der 23S rRNA als mögliches Zentrum des Peptidyltransfers angesehen wird. Funktionelle Tests, die die Bindungsaktivität für tRNA bzw. tRNA-Fragmente bestimmen, zeigten bei fehlendem L2 eine deutliche Reduktion der Bindungsfähigkeit, die Peptidyltransferaseaktivität wurde nicht mehr beobachtet. Für das Assembly der 50S Untereinheit ist L2 nicht essentiell, es scheint jedoch den Einbau von L16 zu stimulieren. Bei der Zusammenlagerung der 50S Untereinheit mit 30S spielt L2 jedoch eine besonders wichtige Rolle, da die Reassoziaton bei fehlendem L2 nicht funktioniert. Diese Indizien weisen dem Protein L2 eine wichtige Rolle bei der Proteinsynthese zu, allerdings ist die Funktion nicht eindeutig bestimmt. Einen Beitrag zur Klärung der offenen Fragen liefern die hier vorgestellten *in situ* Strukturuntersuchungen mittels Spinkontrastvariation.

[1] May, R.P., Nowotny, V., Nowotny, P., Voss, H. and Nierhaus, K.H. (1992) *Embo J* 11, 373-378.

[2] Zhao, J. and Stuhmann, H.B. (1993) 3, 233-236.

Anomaler Neutronenstreuquerschnitt des Protons in organischen Molekülen und in Metallhydriden

T. Abdul Redah¹, C. A. C.-Dreismann¹, E. B. Karlsson² und J. Mayers³

¹I. N. Stranski Institut, TU Berlin, Straße des 17. Juni 112, D-10623 Berlin

²Dept. of Phys., Uppsala University – P.O. Box 530, S-75121 Uppsala, Schweden

³ISIS Facility, Rutherford Appleton Lab., Chilton, Didcot OX11 0QX, U.K.

E-Mail: abdul-redah@chem.tu-berlin.de

In diesem Beitrag werden neueste Resultate vorgestellt, die im Rahmen der weiteren experimentellen Untersuchungen von kurzlebigen protonischen Quantenkorrelationen in kondensierten Systemen mit Hilfe der Neutronen Compton-Streuung erhalten wurden. Bei diesen experimentellen Untersuchungen wurde das Spektrum der unterschiedlichen Bindungen, in denen die Protonen beteiligt sind, erheblich erweitert. Im Unterschied zu den ersten durchgeführten Experimenten an H₂O/D₂O-Mischungen [1], in denen die Protonen raschem chemischen Austausch zwischen den Wassermolekülen unterliegen, sind die Protonen in den hier experimentell untersuchten kondensierten Systemen in der chemischen Bindung lokalisiert. Beispiel dafür ist die C-H-Bindung. Als Vertreter dieser Bindungsklasse wurden in der flüssigen Phase H-Benzol/D-Benzol und ein in D₂O gelöstes Amphiphil und in der festen Phase Polystyrol [2] untersucht. Weiterhin werden Experimente vorgestellt, in denen die Protonen in Metallhydriden (z.B. NbH_xD_y mit x+y=0.85, und in PdH_{0.6}) [3,4] freie Gitterplätze im Metallgitter besetzen und sich zwischen diesen durch thermische Anregungen bewegen können. Es hat sich in allen Experimenten gezeigt, dass die Neutronenstreuquerschnittsdichte des Protons „anomal“ abnimmt, wobei diese Abnahme bis zu 30% vom konventionell erwarteten Wert reicht. Diese „Anomalien“, die mit konventionellen Ansätzen nicht interpretiert werden können, sind von System zu System unterschiedlich. Darüber hinaus hat sich gezeigt, dass im Falle der Metallhydride eine starke Abhängigkeit der „Anomalie“ vom Streuwinkel und somit von der Streuzeit besteht. In diesem Beitrag wird auch auf experimentelle Tests eingegangen, die zum Ziel hatten, eventuelle Artefakte auszuschließen. Alle Experimente wurden bei Raumtemperatur mit dem eVS Spektrometer der Spallationsquelle ISIS (Rutherford Appleton Laboratory, U.K.) durchgeführt. Die charakteristische Zeitskala dieses Experiments beträgt ca. 10⁻¹⁶–10⁻¹⁵ s und liegt somit im Zeitbereich der Bindungsbildung bzw. des -bruchs, was von besonderem Interesse für die Chemie und der Molekularbiologie ist.

Die theoretische Interpretation des Effektes auf der Basis des van Hove-Formalismus [5] unter expliziter Einbeziehung von Quantenverschränkung und Dekohärenz [2] wird vorgestellt.

[1]C. A. C.-Dreismann, T. Abdul-Redah, R. M. F. Streffer, J. Mayers, *Phys. Rev. Lett.* **79**, 2839 (1997).

[2]C. A. C.-Dreismann, T. Abdul-Redah, J. Sperling, *J. Chem. Phys.* **113**, 2784 (2000).

[3]E. B. Karlsson, C. A. C.-Dreismann, T. Abdul-Redah, R. M. F. Streffer, B. Hjörvarsson, J. Öhrmalm, J. Mayers, *Europhys. Lett.* **46**, 617 (1999).

[4]T. Abdul-Redah, R.M.F. Streffer, C.A. Chatzidimitriou-Dreismann, B. Hjörvarsson, E.B. Karlsson, J. Mayers, *Physica B* **276-278**, 824 (2000).

[5]L. van Hove, *Phys. Rev.* **95**, 249 (1954).

Dynamik von Alkanen in porösen Silicagelen und MCM-41

J. Baumert¹, K. Kölln¹, B. Asmussen¹, C. Gutt¹, W. Press¹, R. Kahn², J. Combet³

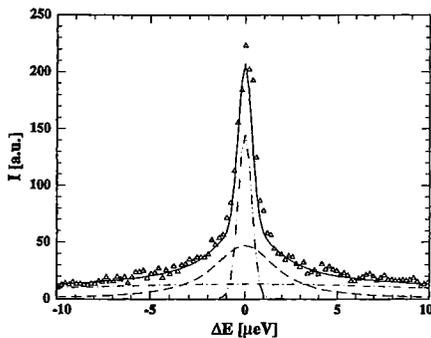
¹IEAP der Universität Kiel, Leibnizstr. 19, 24098 Kiel

²LLB, Saclay, Frankreich, ³ILL, Grenoble, Frankreich

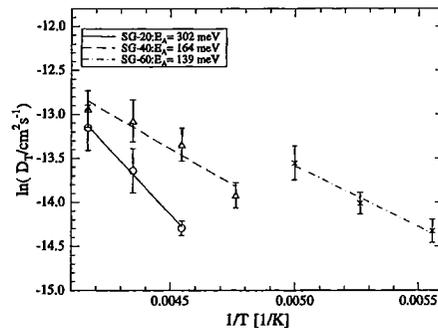
e-mail: baumert@physik.uni-kiel.de

Poröse Materialien sind Stoffe mit inneren Hohlräumen und großen spezifischen Oberflächen. Daher finden sie u.a. als Katalysatoren und molekulare Filter wichtige technische Anwendungen in der Industrie.

Die Translations- und Rotationsdynamik von Propan und Hexan in verschiedenen Silicagelen und MCM-41 (Porendurchmesser 20Å-60Å) wurde mit QENS untersucht. Dabei zeigte sich in Übereinstimmung mit früheren Arbeiten [1], daß sich die Dynamik von Kondensaten in der Nähe der Porenwände deutlich von der im Inneren der Poren unterscheidet. Moleküle in der Nähe der Porenwand bewegen sich deutlich langsamer als Moleküle im Inneren der Pore. Für beide Bereiche konnten die Diffusionskonstanten für Rotation und Translation bestimmt werden, die gegenüber denen der Bulk-Flüssigkeiten deutlich kleiner sind. Ein ähnliches Verhalten wurde bei Alkanen in Zeoliten gefunden [2]. Die Temperaturabhängigkeit der Diffusionskonstanten zeigt ein Arrhenius-Verhalten, aus dem die Aktivierungsenergien bestimmt werden konnten. Die Aktivierungsenergien unterscheiden sich deutlich für die beiden Bereiche und steigen mit sinkender Porengröße stark an.



QENS Spektrum von Propan in MCM-41. Es sind zwei Lorentzlinien der Translation zu sehen. Der elastische Anteil wird durch Moleküle hervorgerufen, die fest an den Porenwänden adsorbiert sind (IN16, ILL).



Arrhenius-Auftragung für die Translationsdiffusionskonstanten von Hexan in den verschiedenen Silicagelen. Es ist deutlich die Zunahme der Anregungsenergien mit abnehmendem Porendurchmesser zu erkennen.

[1] I. Krasnov, B. Asmussen, C. Gutt, W. Press, W. Langel, M. Ferrand, J. Phys. Condens. Matter **12**, 1613(2000)

[2] H. Jovic, M. Bee, G. J. Kearley, Zeolites **12**, 146(1992)

FULLERENES AS NEW COLLOIDAL MODEL SYSTEMS

CH. BECK^{1,2}, S. JANSSEN¹

¹*Paul-Scherrer Institute, CH-5232 Villigen, Switzerland*

²*University of Saarbrücken, 66123 Saarbrücken, Germany*

e-mail: Christian.beck@psi.ch

Water soluble C60(OH)₂₂₋₂₇ (fullerol) particles with different concentrations in D₂O as solvents were used as colloidal spheres. By means of quasielastic neutron scattering (QENS) we determined the dynamic structure factor $S(Q, \omega)$ for samples with concentrations ranging from 1 to 6 volume percent. Recently, it has been shown that C60 in CS₂ as a new hard sphere colloidal model system [1]. Contrarily to this lipophilic system with only low solubility in most solvents, hydrophilic C60(OH)₂₂₋₂₇ can be treated as a new soft sphere colloidal model system for weakly or even highly charged particles. We show that QENS is well suited for studying the dynamic and static behavior of these fullerol-D₂O systems with different concentrations. At 1 bar and 298 K, for scattering vectors $Q=0.4\text{\AA}^{-1}$ up to $Q=2.6\text{\AA}^{-1}$ $S(Q, \omega)$ can well be described by a sum of a narrow and a broad Lorentzian line. The first is attributed to the diffusion of C60(OH)₂₂₋₂₇ colloidal particle in the solvents, whereas the broad Lorentzian is due to the motion of the solvents molecules themselves. We find from the width of the narrow line the translational diffusion coefficient of the fullerol particles to be about $2.74 \times 10^{-10} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. Taking into consideration the hydrodynamic shell and the resulting larger effective hydrodynamic diameter of the particles this value is comparable to those obtained from the Stokes-Einstein relation. Additionally we show that the self-diffusion coefficient is significantly influenced by the volume fractions of the fullerol particles in D₂O. This is a direct hint for a beginning particle-particle self-organization in the sense of a liquid like ordered system [2].

[1] H.E. Smorenburg, R.M. Crevecoeur, I.M. de Schepper, L.A. de Graaf, *Phys Rev E* **52**, 2742 (1995).

[2] Ch. Beck, W. Härtl, *Prog. Coll. Pol. Sci.*, submitted.

Neutronenspektren von Gläsern: Was ist Schwingung und was ist Relaxation?

U. Buchenau und A. Wischnewski
Institut für Festkörperforschung
Forschungszentrum Jülich
Postfach 1913, 52425 Jülich
E-mail: u.buchenau@fz-juelich.de

Die Frage im Titel ist nicht einfach zu beantworten, selbst dann nicht, wenn man eine Reihe guter Flugzeitmessungen von tiefen zu hohen Temperaturen hat. Man sieht zwar einen eindeutigen Schwingungscharakter oberhalb des Bosonenpeaks und findet, bei höheren Temperaturen, unterhalb des Bosonenpeaks Hinweise auf Relaxationen, aber man hat kein gutes Rezept zur quantitativen Auswertung der Spektren.

In diesem Beitrag wird ein Rezept vorgeschlagen, welches auf dem „soft potential model“ für die Tieftemperaturanomalien der Gläser beruht. Die praktische Anwendung erfordert allerdings nicht nur die Kenntnis der Neutronenspektren, sondern auch der temperaturabhängigen Schallgeschwindigkeiten, sowie der Wärmekapazitäten zwischen 0.2 und 20 Kelvin. Das Rezept wird auf α -SiO₂ und auf mehrere amorphe Polymere angewendet. Der gefundene Relaxationsanteil der Streuung wird mit Raman- und mechanischen Relaxationsdaten verglichen.

PHONON-INDUCED MESOSCALE PATTERN FORMATION IN COMPLEX OXIDES

Annette Busmann-Holder and A. R. Bishop*

Max-Planck-Institut für Festkörperforschung

Heisenbergstr.1, D-70569 Stuttgart, Germany

**Los Alamos National Laboratory*

Theoretical Division, T-11 MS B262

Los Alamos, NM 87545, USA

E-mail: annet@sim.mpi-stuttgart.mpg.de

A two-dimensional anharmonic electron-phonon interaction model with higher-order density-density multiphonon interactions is solved exactly for arbitrary reciprocal lattice vector q in the ionic limit as a model of complex transition metal oxides. Combining the harmonic and higher-order electron-ion interaction terms into an effective coupling yields a strong q -dependence of this coupling which changes sign when an on-site double-well potential occurs. Depending on the depth of this double-well potential various mesoscale structural and polarization patterns are found: stripes and domains as well as incommensurate structural modulations. The results are related to experimental data for complex oxides, which probe local structural effects.

Zeitaufgelöste Phononen während der Entmischung in den Ionenkristallsystemen AgBr-NaBr und AgCl-NaCl

D. Caspary, P. Elter, G. Eckold

*Institut für Physikalische Chemie, Universität Göttingen, Tammannstr. 6, 37077 Göttingen
und Sonderforschungsbereich 345
E-mail: geckold@gwdg.de*

Zur Untersuchung der Kinetik der Entmischung in den Systemen AgBr-NaBr und AgCl-NaCl wurde erstmalig die zeitliche Entwicklung akustischer Phononen auf einer Sekunden-Zeitskala am Dreiachsenspektrometer UNIDAS beobachtet und mit dem Verlauf der Bragg-Reflexe verglichen. Während Bragg-Reflexe im wesentlichen durch die langreichweitige Struktur der Systeme bestimmt sind, spiegeln die akustischen Phononen die lokalen interatomaren Wechselwirkungen und somit den tatsächlichen chemischen Entmischungszustand wider. Aufgrund der deutlich unterschiedlichen Schallgeschwindigkeiten in den verschiedenen Phasen spalten die Phononen beim Entmischen in mehrere Komponenten auf.

Die Experimente zeigen, dass das wohldefinierte Phonon der homogenen Phase beim Abschrecken bis tief hinein in die Mischungslücke praktisch momentan in die zwei Anteile der Produktphasen zerfällt und sich danach im Rahmen der Statistik nicht mehr verändert. Der Bragg-Reflex hingegen zeigt bei genügend tiefen Temperaturen in beiden Systemen eine sehr viel langsamere Entwicklung. Die Aufspaltung der Gitterkonstanten wird erst nach Stunden oder Tagen beobachtet.

Diese Resultate deuten darauf hin, dass die Systeme innerhalb von Sekunden nahezu vollständig chemisch entmischen. Allerdings entstehen dabei metastabile Phasen, die durch hohe Kohärenzspannungen charakterisiert sind. Die mechanische Relaxation des Gitters erfolgt auf einer deutlich längeren Zeitskala. Ein Vergleich mit Ergebnissen von Kleinwinkelstreuexperimenten [1] bestätigt diese Interpretation. Strukturelle Untersuchungen allein sind demnach nicht ausreichend, um die Kinetik von Entmischungsvorgängen zu studieren. Inelastische Experimente liefern ein deutlich detaillierteres Bild der zugrunde liegenden Mechanismen.

[1] G. Eckold, *J.Phys.Cond.Matter*, im Druck

“SCHRÖDINGER‘S-KATZE“ ZUSTÄNDE VON PROTONEN IN KONDENSIERTER MATERIE: NEUTRONEN COMPTON STREUUNG

C. A. C.-Dreismann¹, T. Abdul Redah¹, E. B. Karlsson² und J. Mayers³

¹I. N. Stranski Institut, TU Berlin, Straße des 17. Juni 112, D-10623 Berlin

²Department of Physics, Uppsala Univ., Box 530, S-75121 Uppsala, Sweden

³ISIS Facility, Rutherford Appleton Lab., Chilton, Didcot OX11 0QX, U.K.

E-Mail: dreismann@chem.tu-berlin.de

Protonen bzw. H-Atome können in kondensierter Materie quantenkorrelierte Strukturen bilden. Ihre quantendynamische Analyse hat kürzlich zur Voraussage der Existenz von kurzlebigen Verschränkungen (Entanglement, Schrödingers-Katze Zustände, etc.) zwischen Protonen in kondensierter Materie geführt. Die allgemeine Theorie hat auch neue Experimente zur Prüfung ihrer Voraussagen motiviert; vgl. [1]. Der genannte Effekt hat keine konventionelle Interpretation.

Es werden experimentelle Resultate vorgestellt, die den Nachweis des o.g. Quanteneffektes in H₂O-D₂O Mischungen [2], Metall-Hydriden [3] (z.B. NbH_xD_y mit $x+y=0.85$, und in PdH_{0.6}), festem Polystyrol [4] und Benzol bei Raumtemperatur mit Hilfe der Neutronen Compton Streuung (NCS) zum Inhalt haben. Die Experimente wurden mit dem eVS Spektrometer der Spallationsquelle ISIS (Rutherford Appleton Laboratory, U.K.) durchgeführt. Da die hochenergetischen Neutronen (mit einer de Broglie Wellenlänge von 0.1 Å und kleiner) nur mit “einzelnen“ Kernen wechselwirken, wird hier die vorausgesagte kurzlebige Verschränkung zwischen Protonen direkt nachgewiesen. Es wird eine starke “anomale“ Abnahme der H-Streuquerschnittsdichte beobachtet, die in machen Fällen ca. 30% erreicht. Die charakteristische Zeitskala (scattering time) des Experiments beträgt ca. 10^{-16} – 10^{-15} s. Sie ist von besonderem Interesse für Chemie und Molekularbiologie, weil sie der “typischen Zeit“ für den Aufbau oder Bruch einer chemischen Bindung entspricht.

Auf die weitreichenden theoretischen und experimentellen Konsequenzen der Experimente und des zugrunde liegenden neuen Quanteneffektes wird eingegangen.

-
- [1] C. A. C.-Dreismann, U. K. Krieger, A. Möller, M. Stern, *Phys. Rev. Lett.* **75**, 3008 (1995); C. A. C.-Dreismann, *Adv. Chem. Phys.*, Vol. **99**, 393 (1997).
 [2] C. A. C.-Dreismann, T. Abdul-Redah, R. M. F. Streffer, J. Mayers, *Phys. Rev. Lett.* **79**, 2839 (1997).
 [3] E. B. Karlsson, C. A. C.-Dreismann, T. Abdul-Redah, R. M. F. Streffer, B. Hjörvarsson, J. Öhrmalm, J. Mayers, *Europhys. Lett.* **46**, 617 (1999).
 [4] C. A. C.-Dreismann, T. Abdul-Redah, J. Sperling, *J. Chem. Phys.* **113**, 2784 (2000).

Brillouin Streuung mit Neutron an D₂O

C. Petrillo^{a)}, F. Sacchetti^{b)}, B. Dorner^{c)} und J.-B. Suck^{d)}

- a) Dipartimento di Fisica, Politecnico di Milano
Piazza Leonardo da Vinci 32, I-120 133 Milano;
- b) Istituto Nazionale per la Fisica della Materia, Unita Perugia, und
Dipartimento di Fisica, Università di Perugia,
Via A. Pascoli, I-06 123 Perugia;
- c) Institut Max von Laue-Paul Langevin, BP 156, F-38042 Grenoble Cedex 9;
- d) Institut für Physik, Materialforschung und Flüssigkeiten,
TU-Chemnitz, D-09107 Chemnitz;

Brillouin Streuung bedeutet unelastische Streuung bei kleinen Impulsüberträgen Q . Dabei ist Q gleich zusetzen dem Wellenvektor q einer kollektiven Anregung - falls eine solche existent. Auf Grund der kinematischen Begrenzung bei Neutronenstreuung muß die Geschwindigkeit der Neutronen größer sein als die Schallgeschwindigkeit der kollektiven Anregungen.

Nach mehreren Experimenten von Brillouin Streuung an Wasser mit Neutronen (1985, 1995) und mit Synchrotron Strahlung (1995, 1996, 1999) haben wir ein Experiment am Dreiachsen-Spectrometer IN1 (on der heißen Quelle) am ILL mit besonders guter Auflösung durchgeführt. Bei einer festgehaltenen Analysator Energie von 120 meV ($v_n = 4.800$ m/s) haben wir eine Energie Auflösung von 2.6 meV erreicht.

Die Ergebnisse wurden interpretiert als komplexes Zusammenwirken einer longitudinal akustischen Mode und einer flachen niederfrequenten (5.5 meV) optisch-artigen Mode, welche auch in vorhergehenden Experimenten beobachtet wurde. Dabei ergibt sich die "ungestörte" Schallgeschwindigkeit zu 3200 ± 320 m/s. Diese ist nahe dem Wert in Eis (ca 4000 m/s) und wird bei Wellenvektoren $q \geq 0.4 \text{ \AA}^{-1}$ beobachtet, während die langwellige, gemessen mit Ultraschall, 1360 m/s beträgt. Nach unserer Interpretation ist dieser niedrige Wert auf die Wechselwirkung der Schallwellen bei kleinen q 's mit der optisch-artigen Mode zurückzuführen.

Die Auswertung der gemessenen Intensitäten bestätigt das Model und ein weiterer Vergleich mit Ergebnissen von Synchrotron Strahlungs Experimenten deutet an, daß in der flachen Mode die Deuterium-Ionen große Amplituden haben.

Slow relaxation process in DNA at different levels of hydration

A.P.Sokolov*, H.Grimm[†] and A.J. Dianoux[#]

* *Department of Polymer Science, University of Akron, Akron OH 44325-3909, USA; sokolov@polymer.uakron.edu*

[†] *Institut für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich, Jülich 52425, Germany; h.grimm@fz-juelich.de*

[#] *Institute Laue-Langevin, BP 156, F-38042 Grenoble Cedex 9, France; dianoux@ill.fr*

There are many speculations about the dynamic transition observed in hydrated biopolymers at temperatures $T \sim 200\text{--}230\text{K}$ being an important factor for enabling of their functions. The transition shows up as a sharp increase of atomic mean-squared displacements above this temperature. The nature of the dynamic transition is not yet clear. Using inelastic neutron scattering covering the frequency range GHz to THz we show that the transition in DNA is related to the appearance of a slow relaxation process. A decrease in the hydration level suppresses the process and the dynamic transition. It is found that in terms of dynamics the decrease in water content is similar in effect to a decrease in temperature. Contrasting the measurements by using D_2O and H_2O for hydration shows that the relaxational spectrum represents the influence of the water on DNA rather than the water itself.

Lattice Dynamics in the orthorhombic compound YCu_2

K. Hense, E. Gratz, H. Nowotny, A. Hoser ** and F. Güthoff ****

Institute for Experimental Physics, TU Vienna, Austria

**Institute for Theoretical Physics, TU Vienna, Austria*

*** KFA Jülich, Germany*

****Institute for Physikal Chemistry, Georg August University Göttingen, Germany*

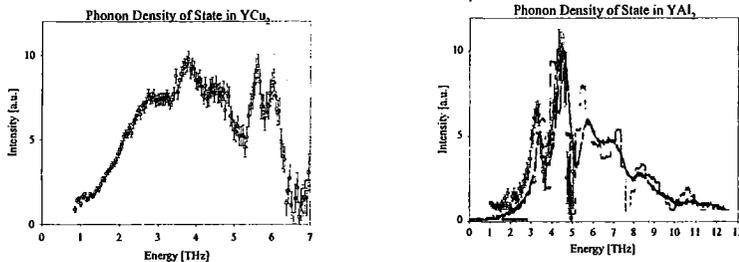
An estimation of the Debye temperature Θ from resistivity-, specific heat- and thermal expansion-measurements for YAl_2 and YCu_2 revealed a considerable difference in this parameter ($\Theta_{YAl_2} \sim 300 \pm 15$ K; $\Theta_{YCu_2} \sim 180 \pm 20$ K). Even when correcting the differences in the mass of Al and Cu, the difference in the Debye temperature can hardly be explained. The reason for this can obviously be understood when taking into account the atomic arrangement within the two crystallographic structures of these compounds (YAl_2 : cubic Laves phase, YCu_2 : orthorhombic $CeCu_2$ structure). A more sophisticated measure of the lattice dynamic can certainly be obtained from measurements of the phonon density of states (PDOS) with neutrons. In the figure below both PDOS curves are presented. In order to estimate the interaction strength between the atoms it is necessary to measure the phonon dispersion and to fit the data to an appropriate model.

Since the data of YAl_2 are known from the literature [1] the aim of the present contribution is to report on investigations of the lattice dynamic of YCu_2 . The results we are presenting are basically those obtained with the UNIDAS triple axis spectrometer in Jülich. For the fit of the data, a Born-von Kármán model has been used. The phonon dispersion relation is in good agreement by Raman measurements and measurements of the elastic constants [2].

Acknowledgement: This project has been supported by the Austrian Science Foundation (FWF) project No.: P 11581 PHY.

Literature

- [1] C.T. Yeh et. al., Lattice dynamics of YAl_2 and $LaAl_2$ - A further contribution to the La-Y Puzzle, J. d. Phys. 1981 C6, 371
- [2] R. Settai et. al., Acoustic de Haas-van Alphen Effect of YCu_2 and $CeCu_2$, J. Phys. Soc. Jap. 1992 61/2 609



Left: measured PDOS of YCu_2 ; Right: PDOS of YAl_2 from [1] (solid line) and own measurements (symbols with errorbars).

ZUR TEMPERATURABHÄNGIGKEIT DER LINIENBREITEN VON FREIEN QUANTENMECHANISCHEN ROTATOREN

O. Rogalsky[†], P. Vorderwisch[‡] und A. Hüller[†]

[†] *Institut für Theoretische Physik I
Universität Erlangen*

Staudtstraße 7B3, D 91058 Erlangen

E-mail: Alfred.Hueller@physik.uni-erlangen.de

[‡] *Hahn-Meitner-Institut*

Glienickerstr. 100, D 14109 Berlin

Ammonium- oder Methylgruppen rotieren in Kristallen in einem mehr oder weniger starken Hinderungspotential. In einigen Verbindungen, wie z.B. in den Hofmann Klathraten, ist diese Hinderung so schwach, daß bei tiefen Temperaturen das Linienspektrum des freien, eindimensionalen Rotators mit Übergängen zwischen den Energieniveaux bei $E_m = m^2 \hbar^2 / 2I^*$, auftritt. Hier ist $m = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$ die Drehimpulsquantenzahl und $I^* \geq I$ das effektive Trägheitsmoment, welches die eventuelle Mitbewegung des Molekülschwerpunkts berücksichtigt. Eine hohe Punktsymmetrie am Ort der NH_3 -Gruppe in diesen Verbindungen, die zur dreizähligen Molekülsymmetrie noch hinzukommt, ist die Ursache dafür, daß das Hinderungspotential bei niedrigen Energien und Temperaturen nicht wirksam wird.

Mit steigender Temperatur beginnt die Umgebung des Rotators zu fluktuieren. Diese Fluktuationen zerstören die Punktsymmetrie. Deshalb koppeln sie an den Rotator an, was zu einer Verbreiterung der Linien führt. Messungen am Ni-Ni-biphenyl-Klathrat zeigen eine dramatische Verbreiterung aller Übergänge, bei denen das Niveau mit $m = \pm 2$ involviert ist. Dagegen ist die Verbreiterung der 0 nach ± 1 Linie relativ moderat.

Diese experimentellen Ergebnisse können anhand eines stochastischen Modells für die Wechselwirkung des Moleküls mit seiner Umgebung erklärt werden. Die Potentialfluktuationen führen zu Übergängen zwischen den Niveaux des Rotators. Aufgrund seiner unveräußerlichen dreizähligen Eigensymmetrie sind aber nur Übergänge von m nach m' mit $m' - m = \pm 3$ erlaubt. Die Zustände bei $m = +1$ bzw. -1 korrespondieren also nur mit $m' = -2$ bzw. $+2$, sie werden also erst bei Temperaturen verbreitert, bei welchen das Niveau bei $m = \pm 2$ thermisch besetzt wird. Dies ist die Erklärung für die geringe Verbreiterung der $0 \rightarrow 1$ Linie.

Aus dem Vergleich zwischen Theorie und Experiment kann die temperaturabhängige Stärke der Ankopplung des Rotators an das Phononenbad bestimmt werden.

Dynamische Neutronenstreuung an partiell deuteriertem Polybutadien

S. Kahle, L. Willner, M. Monkenbusch und D. Richter

*Institut für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich, D-52425 Jülich,
Deutschland*

A. Arbe, J. Colmenero

Universidad del Pais Vasco, Facultad de Química, 20080 San Sebastian, Spain

B. Frick

Institut Laue Langevin, B.P.156X, F-38042 Grenoble Cedex 9, France

Die molekulare Natur der sekundären Relaxation (Johari-Goldstein-Relaxation, β -Relaxation) und seine mögliche Relation zur α -Relaxation ist bis heute nicht verstanden. Um diesen Prozeß auf einer molekularen Basis beschreiben zu können ist es notwendig räumliche und zeitliche Informationen zu erhalten. Frühere Spin-Echo-Experimente über einen großen Q-Bereich am 1,4-Polybutadien [1] charakterisieren die α -Relaxation als Interkettenbewegung, während die β -Relaxation hauptsächlich von Intrakettenbewegungen herrührt. Es konnte jedoch nicht geklärt werden, wie weit die Korrelationen der β -Relaxation innerhalb der Polymerkette reichen.

Die große Differenz in den Streulängen von Wasserstoff und Deuterium erlaubt es, gewisse Korrelationen zwischen Atomen in einer Polymerschmelze hervorzuheben. Es war uns möglich 1,4-Polybutadien so zu markieren, daß die Doppelbindung hydrogeniert ist, während die Methylengruppen deuteriert sind. Über diesen Weg wurden Korrelationen zwischen den Doppelbindungen entlang der Polymerkette hervorgehoben:

Wir berichten über dynamische Neutronenstreuexperimente (NSE, Rückstreuung), die an solch einem markiertem Polybutadien durchgeführt wurden. Wir werden zeigen, daß die so erzeugten Doppelbindungs/Doppelbindung-Korrelationen unterhalb einer Temperatur T_c von der Interkettendynamik (α -Relaxation) entkoppeln. Das ist auch genau die Temperatur, bei der sich die β -Relaxation von der α -Relaxation abspaltet und eine eigenständige Dynamik besitzt. Der so neu heraus präparierte Prozeß besitzt etwa die selbe Aktivierungsenergie, wie man sie mit der dielektrischen Spektroskopie für die β -Relaxation findet.

[1] A. Arbe, D. Richter, J. Colmenero, B. Farago, Phys. Rev. E 54 (1996) 3853

Gitterdynamik und Methylgruppenrotation von Dimethylacetylen (DMA)

O. Kirstein, M. Prager, S. F. Parker*
Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Festkörperforschung
D-52425 Jülich

**ISIS facility, Rutherford-Appleton-Laboratory*
Chilton, Didcot, OX11 0QX, UK
E-mail: o.kirstein@fz-juelich.de

Ausgehend von der Tieftemperatur-Kristallstruktur wird sowohl die Gitterdynamik als auch die Rotation der Methylgruppen im Einteilchenbild auf der Basis der von Williams 1983 bestimmten Paar-Potentialen und der Annahme eines starren Moleküls, dessen einziger innerer Freiheitsgrad die Rotation der CH_3 -Gruppe ist, vorgestellt. Die Rechnungen führen zu einer Übereinstimmung mit den gemessenen Neutronenspektren.

Die Elementarzelle des DMA enthält 2 Moleküle. Dies führt im Bereich der Gitterschwingungen zu vier Dispersionzweigen der Methylgruppenrotationen mit signifikanter Aufspaltung, entsprechend der Phasenrelation sowohl der Methylgruppen in einem Molekül als auch der der zwei Moleküle der Einheitszelle (in-in, in-out, out-in und out-out). Mit ihnen kann die gemessene Zustandsdichte gut beschrieben werden. Die unter der Annahme des Einteilchenmodells und auf Basis der Williams-Potentialen berechnete Librationsenergie von $E_{01}=13.56\text{meV}$ ist bestimmt durch die Schrödingergleichung eines Methylrotors und kann mit dem beobachteten Peak in der Zustandsdichte bei 12.57meV in Einklang gebracht werden und entspricht der "out-out"-Phasenrelation. Die ebenfalls im Einteilchenbild bestimmte Rotationstunnelaufspaltung von $\hbar\omega_1=1.28\mu\text{eV}$ zeigt eine Abweichung von lediglich 26% gegenüber dem Experiment.

Die von Williams abgeleiteten Paar-Potentiale, ursprünglich bestimmt für aromatische Kohlenwassertoff-Verbindungen, können daher auch Verbindungen beschreiben, in denen dreifache Kohlenstoff-Bindungen vorliegen.

STRUCTURAL AND DYNAMIC PROPERTIES OF VISCOUS SODIUM DISILICATE

A. Meyer¹, H. Schober^{1,2}, D. Dingwell³

¹*Physik Department E 13, Technische Universität München, 85747 Garching, Germany*

²*Institut Laue Langevin, 38042 Grenoble, France*

³*Institut für Mineralogie, Petrologie und Geochemie, Universität München, 80333 München, Germany*

Silicate glasses not only constitute of the most widely used materials, the ascent and emplacement of magma within the Earth's crust is controlled by the viscosity and density of silicate melts – their structure and dynamics are of great interest to a large community. In recent years a lot of efforts have been devoted to investigate these systems by means of molecular dynamics simulation. The sodium disilicate system has been given particular intention. We investigate viscous sodium disilicate ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$) with quasi- and inelastic neutron scattering at temperatures up to 1600 K. $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ exhibits a caloric glass transition at $T_g \simeq 740$ K. At 1600 K the viscosity is 5 Pa.s.

We study structural relaxation at the new neutron backscattering spectrometer of the NIST Center for Neutron Research. The spectra reveal a quasielastic signal from the Si-O network on a ns scale which exhibits a stretching in time. Spectra obtained on the neutron time-of-flight spectrometer IN 6 of the Institut Laue-Langevin allow for the investigation of the ps-dynamics and of the elastic structure factor around the first structure factor maximum q_0 . In contrast to liquid GeO_2 significant structural changes occur in the viscous melt. At low q values spectra are dominated by incoherent contributions from the diffusing sodium atoms. The dynamic susceptibility in $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ shows strong deviations from the Debye-behavior found in liquid GeO_2 . We compare our results with the results from molecular dynamics simulations by Horbach, Kob and Binder.

Rotational tunnelling and molecular disorder in 4-iodo-toluene

M. Prager¹, P. Schiebel², J. Combet³

¹Institut für Festkörperforschung FZ Jülich, D-52425 Jülich

²Institut für Kristallographie, Univ. Tübingen, D-72020 Tübingen

³Institut Laue-Langevin, F-38042 Grenoble Cedex9

E-mail: m.prager@fz-juelich.de

The methyl containing aromatic compound p-iodotoluene shows temperature dependent head-to-tail disorder [1]. The most sensitive probe of disorder is methyl tunnelling rotation studied by high resolution neutron spectroscopy. Relative intensities of tunnelling lines are used as a quantitative measure of disorder. Average potential strengths and widths of gaussian potential distributions are derived from tunnelling transition energies and linewidths [2]. Librational modes extracted from the density of states allow to refine higher order terms of a Fourier expansion of the rotational potential. The dissolution of the molecule in an isomorphous host (1,4-diiodo-benzene) weakly modifies the strength of rotational potentials.

[1] Choong-Tai Ahn, S. Soled, G.B. Carpenter, Acta Cryst. **B28**,2152(1972)

[2] J. Colmenero, R. Mukhopadhyay, A. Alegria, B. Frick, PRL **80**,2350(1998)

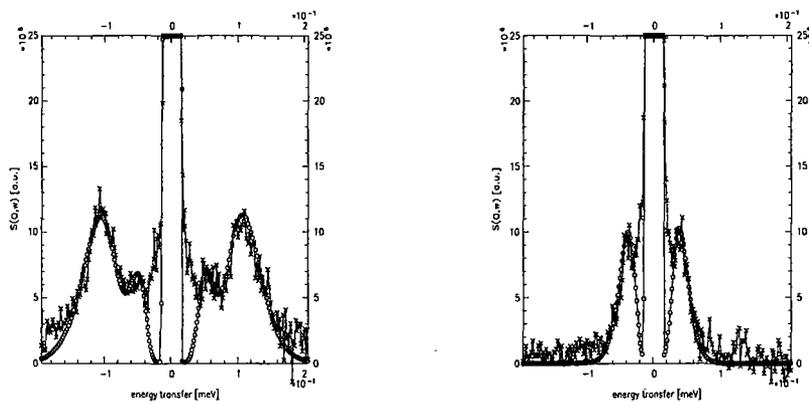


Figure 1: Tunnelling spectra of p-iodotoluene. Left: pure p-iodotoluene, Right: solution in 95% 1,4-diiodo-benzene.

Gitterdynamik in der Wurtzitstruktur des ^{114}CdS

*N.M. Pyka, A. Göbel, S. Kramp, T. Ruf, F. Widulle und M. Cardona
Neue Forschungsneutronenquelle FRM-II, Technische Universität München
Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, Stuttgart
Institut für Angewandte Physik, Technische Universität Dresden
Email: pyka@ph.tum.de*

Das gegenwärtige Interesse an II-VI Halbleitern mit großer Bandlücke wie CdS, CdSe oder ZnSe beruht auf einer Reihe von optischen und optoelektronischen Anwendungen wie Filtergläser aus Nanopartikeln oder grün-blauen quantum-well Lasern. Die Eigenschaften solch niederdimensionaler Systeme hängen sehr von ihren gitterdynamischen und elektronischen Eigenschaften ab. Viele dieser Verbindungen enthalten natürliches Cd, mit dem stark Neutronen absorbierenden Isotop ^{113}Cd . Außerdem beinhalten die inneratomaren Bindungen signifikante Beiträge von kovalenten und Coulombkräften. Die Messung der Phononendispersion und die Modellbildung ist daher schwierig.

Inzwischen konnten diese Hindernisse im Fall des CdS gelöst werden. Ein großer Einkristall mit dem hochangereicherten Cadmium Isotop ^{114}Cd wurde mit inelastischer Neutronenstreuung in den Hauptsymmetrierichtungen untersucht. Die Daten wurden zunächst mit Hilfe von Vorhersagen eines Born-von-Karman Modells gewonnen. Mit Fortschreiten der Messungen mußte zu einem Schalenmodell übergegangen werden, da die Polarisationsvektoren nicht mehr hinreichend gut zu beschreiben waren. Das verfeinerte Schalenmodell zeigt eine sehr gute Übereinstimmung zwischen Experiment und Modell mit relativ wenigen Parametern. Die Zuordnung der gemessenen Phononen im oberen Band zu den Polarisationsvektoren stellte eine besondere Schwierigkeit dar, da mehrere Zweige eng beieinanderliegen und dispersionsarm sind. Die beiden silent-Modes vom Typ B_1 am Γ -Punkt, die weder mit Ramanstreuung noch Infrarotspektroskopie gemessen werden können, wurden identifiziert und weichen erheblich von bisherigen, semiexperimentellen Modellen ab. Der Beitrag stellt die Gitterdynamik des CdS mit einer Analyse der Eigenvektoren und der thermischen Eigenschaften des CdS dar.

Phonon dispersion in nitrogen doped austenitic steels

M. Hölzel¹, S.A. Danilkin², A. Hoser³, T. Wieder¹, H. Fuess¹

¹ *TU Darmstadt, FB Material- und Geowissenschaften*

² *Institute for Physics and Power Engineering, Obninsk, and HMI, Berlin*

³ *Institut für Kristallographie, RWTH-Aachen und FZ Jülich*

Nitrogen stabilizes the FCC austenitic structure in Fe-Cr-Ni(Mn) steel at low temperature and during high cold working, improves the strength and the corrosion resistance. Our inelastic neutron scattering (INS) experiments carried out using the neutron spectrometer E1 at HMI, Berlin, and the neutron spectrometer UNIDAS, FZ Jülich, show a complicated influence of interstitial nitrogen on the Me-Me interatomic bonding. The factors that are responsible are: (1) geometrical-mechanical misfit which causes changes in volume, (2) the electric field misfit which causes charge distribution, atomic bond change and changes in the interatomic potential, and (3) the coupling of these two factors. The resulting interstitial effect is an increase in the volume (which reduces the elastic stiffness) and an increase in elastic spring constants (which increases the elastic stiffness).

In ANSI type 304 stainless steel alloys (Fe-18 wt%Cr-10wt%Mn), the increase of the carbon and nitrogen content from 0.067 % to 0.325 % causes a decrease in elastic stiffness. Eshelby theory based on continuum elasticity is in reasonable agreement with these results. The change in shear modulus also agrees with this model estimate. However, with the increase of interstitial nitrogen (which in turn increases the volume) in Fe-18Cr-19Mn alloys there is an increase in bulk modulus contradicting predictions based on the Eshelby model. This suggests that the factors other than elastic misfit also to be considered. The interstitials increase poisson's ratio remarkably indicating interatomic-bonding change.

Neutronenrückstreuung und -reflektometrie zur Untersuchung der Fließeigenschaften von Flüssigkeiten unter Scherbelastung

M. Wolff¹, A. Magerl¹, B. Frick², H. Zabel³

¹Universität Erlangen-Nürnberg, Lehrstuhl für Kristallographie und Strukturphysik, Bismarckstrasse 10, D-91054 Erlangen, E-mail: wolff@krist.uni-erlangen.de

²Institut Max von Laue-Paul Langevin, Avenue des Martyrs, F-38042 Grenoble

³Ruhr-Universität-Bochum, Lehrstuhl für Experimentalphysik/Festkörperphysik, Universitätsstrasse 150, D-44780 Bochum

Komplexe Flüssigkeiten unter Scherung zeigen eine Fülle interessanter Effekte, da zusätzlich zu bekannten Veränderungen in den strukturellen Zuständen zu erwarten ist, daß sich auch die dynamischen Moden verändern. In der Rheologie wird der Einfluß auf die makroskopische Viskosität von Flüssigkeiten betrachtet. Zur Untersuchung der diffusiven Prozesse auf atomarer Skala erscheint aufgrund des hohen Wasserstoffgehaltes die Neutronenstreuung besonders geeignet. Die strukturellen Eigenschaften sind in vielen Fällen durch Streuung an deuterierten Proben bereits bekannt. Um die Einteilchendynamik und strukturelle Grenzflächeneigenschaften mit diesen korrelieren zu können, wurden Scherzellen - bestehend aus einer stationären und einer sich drehenden Scheibe - für die Neutronenrückstreuung und -reflektometrie entwickelt und getestet. Die Dicke des Flüssigkeitsfilms kann zwischen 0,1 mm bis 3 mm eingestellt werden und die Temperatur wird zwischen ca. 0°C und 100°C geregelt. Bei einem Scheibendurchmesser von 200 mm betragen die Scherraten bis zu 30000 1/s.

Scherzelle für die Reflektometrie: Zugänglich sind Streuwinkel bis $2\theta = 12^\circ$. Bei einer Neutronenenergie von $E=3\text{meV}$ entspricht dies einem Impulsübertrag von $Q \approx 0,2 \text{ 1/\AA}$. Eine polierte Siliziumscheibe bildet die Grenzfläche zur Flüssigkeit. Ihre Oberfläche ist entweder durch HF-Dip hydrophob oder durch Behandlung in einem Säurebad hydrophil passiviert.

Scherzelle für die Rückstreuung: Es können Streuwinkel zwischen $2\theta = 50^\circ$ und 180° untersucht werden. Auf Grund der hohen Energieauflösung eines Rückstreupektrometers ist neben der quasielastischen Streuung, die die Diffusion abbildet auch eine echt inelastische Streuung hervorgerufen durch die makroskopische Geschwindigkeitsverteilung der Flüssigkeit innerhalb der Scherzelle zu beobachten.

Ergebnisse von Messungen an wässrigen Lösungen des Blockpolymeres P85 (Polyethylenoxyd₂₅-Polypropylenoxyd₄₀-Polyethylenoxyd₂₅) und an einem kommerziellen Motoröl werden vorgestellt.

Filled Elastomers: Polymer Chain and Filler Characterization by a SANS-SAXS Approach.

A. Botti¹, W. Pyckhout-Hintzen¹, D. Richter¹ and E. Straube²

¹*Forschungszentrum Jülich, IFF, D-52425 Jülich, Germany.*

²*Martin-Luther Universität Halle Wittenberg, Fachbereich Physik, D-06099 Halle,
Germany.*

One of the important features of filled elastomers in general is the so called strain amplification, or the enhancement of the local deformation of the rubbery matrix in comparison to the macroscopic deformation of the sample. This is due to the presence of the filler, taken as an indeformable substance, that changes the properties of the system, both macroscopic like the stiffness or the Young modulus, and microscopic like the local overstrain of chains. As a continuation of a prior study on model compounds, using polymers as a filler, we now used commercially interesting fillers, based on Silica particles showing different surface properties, while the rubbery matrix was a blend of protonated and deuterated polyisoprene (PI) in the theoretical contrast-matched and off-matched condition. We varied the filler volume fraction and the applied strain.

We studied separately the two components of the composite, characterizing by X-ray and neutrons the filler, to use this information later in the extraction of the single chain scattering from SANS measurements in the non-matched situation.

For a description of the microscopic deformation we rely on the previous description of the unfilled network using the tube model by Heinrich and Straube, which was modified and rewritten for SANS experiments on this kind of system.

The isotropic data comply with the random walk distribution of gaussian chains although minor specific interactions can not be excluded. The subtraction of the filler scattering, applied to strained samples, proved to be critical in the assignment of molecular parameters like the tube diameter and the microscopic strain. The reinforcement effect will be discussed in the light of the filling degree.

Endeffekte in Polystyrol/Polyethylenoxid Copolymeren

Henrich Frielinghaus^{1,2}, Walter Batsberg Pedersen¹, Peter Sommer Larsen¹,
Kristoffer Almdal¹, Kell Mortensen¹

¹*Risø National Laboratory, Department of Solid State Physics, DK-4000 Roskilde,
Dänemark*

²*Max-Planck-Institut für Polymerforschung, Postfach 3148, D-55021 Mainz, Deutschland
E-mail: h.frielinghaus@fz-juelich.de*

In dieser Arbeit wurden Phasendiagramme und die kritische Streuung von äquivalenten Homopolymermischungen und Diblock-Copolymeren untersucht. Zwei Abbruchreaktionen bei der Polymerisation des Polyethylenoxids ergaben die Methoxy- und die Hydroxy-Endgruppe. Der Effekt dieser zwei natürlichen Endgruppen wurde mit dem Effekt der kovalenten Bindung im Diblock-Copolymer verglichen. Intuitiv bewirkt jeder dieser Effekte eine V^{-1} Korrektur, abhängig vom molaren Volumen V .

Neben den experimentell bestimmten Phasendiagrammen, wurde der Flory-Huggins-Wechselwirkungsparameter Γ aus Neutronenkleinwinkelstreuexperimenten bestimmt. Die Suszeptibilität, die aus dem Maximum des gemessenen Strukturformfaktors resultiert, wird mit Theorien beschrieben, welche starke Fluktuationen berücksichtigen. Der resultierende Flory-Huggins-Parameter $\Gamma = \Gamma_h / T - \Gamma_\sigma$ hat einen enthalpischen und entropischen Anteil, nämlich Γ_h und Γ_σ . Die Lattice-Cluster-Theorie sagt für den Vergleich von Γ_h und Γ_σ zwischen Homopolymer und Diblock-Copolymer eine V^{-1} Korrektur voraus, die allein auf der einfachen Bindung der Endmonomeren basiert. Wie es sich zeigt, ist dagegen die Korrektur der unterschiedlichen Endgruppen wesentlich stärker. Die experimentell bestimmte Enthalpieänderung von 13 kJ/mol kann mit Wasserstoffbrückenbindung der Hydroxygruppe erklärt werden, und wird durch ab initio Computerrechnungen gestützt. Die Phasengrenze verschiebt sich durch die Hydroxygruppe (im Vergleich zur Methoxygruppe) um 90K und 45K für die Homopolymermischung ($\bar{V}=1970\text{cm}^3/\text{mol}$) und das Diblock-Copolymer ($\bar{V}=17700\text{cm}^3/\text{mol}$).

MICELLE STRUCTURE OF OCTYL- β -GLUCOSIDE IN AQUEOUS SOLUTION

L.-Z. He¹, V. M. Garamus¹, B. Niemeyer^{1,2}, H. Helmholtz¹, R. Willumeit¹

1) GKSS Research Centre, Geesthacht, Germany

2) University of Federal Armed Forces, Institute of Thermodynamics, Hamburg, Germany

E-mail: vasyh.haramus@gkss.de

Small angle neutron scattering (SANS) experiments were performed to investigate the effect of temperature and concentration on structure of micelle of n-octyl- β -glucopyranoside. Cylindrical model was applied to fit SANS data. Aggregation number and molecular structure of n-octyl- β -glucopyranoside as well as SANS data were taken into account to analyse micelle structure. It was found that the model can describe the scattering data fairly well. Further more, the micellar structure obtained from SANS was compared with that gained from small angle X-ray scattering (SAXS). The comparison suggests that SANS results are consistent with SAXS results.

SOLUTION BEHAVIOUR OF THE SURFACTANT ALDEHYDE IN HEAVY WATER

V. Garamus¹⁾, R. Willumeit¹⁾, I. Blute²⁾, J. Brinck²⁾ and B. Svensson²⁾

1) GKSS Research Centre, Geesthacht, Germany

2) Institute for Surface Chemistry, Stockholm, Sweden

E-mail: vasy.l.haramus@gkss.de

Polyethyleneoxide PEO-type non-ionic surfactants undergo gradual oxidation when stored at room temperature or higher. One of the major oxidation products is the surfactant aldehyde, i.e. an ethoxylate carrying a $-\text{CH}_2\text{CHO}$ group at the terminal end of the polyethoxylene chain. Previous studies have shown that the cloud point curve for solutions of the aldehyde in deuterated water as compared to the corresponding curve in water differs significantly. While the curve in light water is relatively flat with increasing concentration, the one in deuterated water displays a significant drop in temperature between the concentrations 6-10 w%. In the present study the aggregation characteristics of the surfactant aldehyde and parent surfactant C_{12}E_5 in heavy water were examined by a small angle neutron scattering. The formation of polymerlike micelles was detected in both cases. The sizes (lengths and cross section radii micelles) were obtained. The solutions of surfactant aldehyde and parent surfactant exhibit different growth parameter of micelles versus concentration.

STRUCTURE OF INDUCED CHIRAL-NEMATIC LYOTROPIC LIQUID CRYSTALS BY SANS

V. Garamus¹⁾, R. Willumeit¹⁾ and K. Hiltrop²⁾

1) GKSS Research Centre, Geesthacht, Germany

2) University of Paderborn, Institute of Physical Chemistry, Paderborn, Germany

E-mail: vasy.l.haramus@gkss.de

The structure of chiral-nematic lyotropic liquid crystals (mixtures of anionic surfactant cesium pentadecafluorooctanoate-CsPFO with water) induced by chiral dopant (amphiphilic sugar derivatives (dodecyl- β -glucopyranoside, tetradecyl- β -maltoside and a bulky steroid compound with sugar substituents - tomatine as well as an inherent dissymmetric molecule consisting mainly of two naphthyl moieties twisted with respect to each other-1,1'-binaphthalene-2,2'-diylhydrogenphosphate) was studied by small angle neutron scattering. The measurements were performed in D₂O and H₂O/D₂O mixtures as solvent. It gave us the possibility to get the information on the structure mixed micelles (surfactant-dopant) and to visualise only dopant part of mixed micelle. The size, shape and location of dopant part of mixed micelles as well as the „effective“ electrical charge show the probable way of the transmission of the induced chirality in solution.

SMALL ANGLE NEUTRON SCATTERING ON MIXTURES OF A LOW MOLECULAR WEIGHT LIQUID CRYSTAL AND A DEUTERATED POLYMER

U. Maschke¹, N. Gogibus^{1,2}, L. Noirez³, B. Ewen² and M. Benmouna⁴

1) *Laboratoire de Chimie Macromoléculaire (UPRESA CNRS N° 8009), Bâtiment C6, Université des Sciences et Technologies de Lille, F-59655 Villeneuve d'Ascq Cedex, France, e-mail : maschke@univ-lille1.fr*

2) *Max-Planck-Institut für Polymerforschung, Postfach 3148, D-55121 Mainz, Germany*

3) *Laboratoire Léon Brillouin, CEA-CNRS Saclay, F-91191 Gif-sur-Yvette, France*

4) *Laboratoire de Recherche sur les Macromolécules, Faculté des Sciences, Université Aboubakr Belkaïd, 13000 Tlemcen, Algeria*

The phase properties of polymer/LC systems are the subject of a growing interest because of the key role these systems play in a variety of practical applications such as digital displays, privacy windows, TV screens etc. Mixtures of linear polystyrene (PS) and a low molecular weight liquid crystal (LC) (4-cyano-4'-n-octyl-biphenyl or 8CB) were investigated by polarized optical microscopy, differential scanning calorimetry, and light scattering.^[1,2] They exhibit several transition temperatures and present crystalline, smectic-A, nematic, and isotropic phases.

In the present work selected mixtures of deuterated PS and ordinary LC 8CB were prepared in order to study the coherent neutron scattering intensity $I_{\text{coh}}(q)$ as a function both of the scattering vector and temperature. This procedure enables us to access length scales of the order of angstroms that are not available by the previously mentioned methods. $I_{\text{coh}}(q)$ has been analyzed using the random phase approximation $(a_D - a_H)^2 I_{\text{coh}}(q) = (1/(n_1 P_1 \phi_1)) + (1/(n_2 P_2 \phi_2)) - 2 \chi_{\text{HD}}$, where $(a_D - a_H)$ represents the contrast factor; n_1, n_2 are the number of segments; and P_1, P_2 are the structure factors of the two constituents. One can let $n_1 = P_1(q) = 1$ and P_2 , the structure factor of the flexible PS chains, can be described by the Debye function. The polymer/LC interaction parameter χ_{HD} has been determined in the isotropic phase as a function of temperature according to the form $\chi_{\text{HD}} = A/T + B$, where A and B are constants. The experimental data have been compared to the theoretical prediction.

[1.] F. Benmouna, A. Daoudi, F. Roussel, J.-M. Buisine, X. Coqueret, U. Maschke, *J. Polym. Sci., Part B : Polym. Phys.* **37**, 1841 (1999).

[2.] F. Benmouna, A. Daoudi, F. Roussel, L. Leclercq, J.-M. Buisine, X. Coqueret, M. Benmouna, B. Ewen, U. Maschke, *Macromolecules* **33**, 960 (2000).

Selbstorganisation von TetradecylTrimethyl-AmmoniumBromid in wässrigen NaBr-Lösungen

G. Eckold und N. Gorski

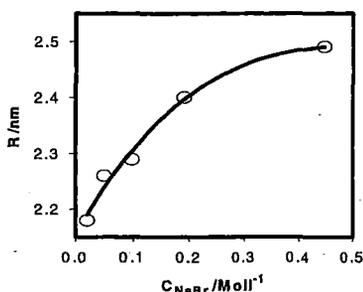
Institut für Physikalische Chemie, Universität Göttingen, D-37077 Göttingen, Germany

Frank Laboratory of Neutron Physics, Joint Institute for Nuclear Research,

141980 Dubna, Moscow Region, Russia

E-mail: geckold@gwdg.de

Das selbstorganisierende Mizellare System TTABr + D₂O + NaBr wurde bei C_{TTABr}=50 mM, T=20°C und verschiedenen NaBr-Konzentrationen mit Hilfe der Kleinwinkelneutronenstreuung am MURN-Spektrometer am Impulsreaktor IBR-2 in Dubna (Rußland) untersucht. Für alle Konzentrationen wurden neben den effektiven geometrischen Parametern der (zylindrischen) Mizellen, die Grenzwerte der absoluten Streuintensitäten für Q→0, sowie die Aggregationszahlen pro Mizellenlängeneinheit bestimmt. Die erhaltenen Werte zeigen, daß die Zugabe von NaBr zur salzfreien TTABr-Lösung, welche positiv geladene Kugelmizellen mit einem Radius von R=2.20 ±0.05 nm enthält, zur Abnahme der mizellaren Ladung führt, wobei der Strukturfaktor S(Q) zunimmt. Aufgrund der abnehmenden Coulomb-Abstoßung verschmelzen die Kugelmizellen und bilden zylindrischer Aggregate. Bei einer Salzkonzentration von C_{NaBr}=0.020 M/l beträgt der



effektive Querschnittsradius R=2.18±0.07 nm und die Länge L=7.1±0.3 nm. Die weitere Erhöhung des Salzgehaltes bis C_{NaBr}=0.447 M/l bewirkt eine Zunahme der Länge auf L=45±5 nm und des effektiven Querschnittsradius auf 2.49±0.02 nm.

Die Zunahme des effektiven Radius (s. Abb.) beschreibt allerdings keine wahre Änderung der Topologie sondern kommt durch eine Kontrasterhöhung Δ

ρ in der Kopfgruppenregion der Tensidmoleküle zustande. Diese Kontrasterhöhung wird durch die Dehydratisierung der Kopfgruppe, d.h. durch Abwanderung der D₂O Moleküle in die umgebende wäßrige Salzlösung bedingt. Die Triebkraft für diese Umverteilung ist die Abnahme des chemischen Potentials der Wassermoleküle in der Salzlösung. Demzufolge werden im Neutronenstreuexperiment bei Zunahme der Salzkonzentration immer größere Bereiche der Kopfgruppen sichtbar, und der effektive Querschnittsradius steigt an.

Dieses Projekt wird vom Bundesministerium für Bildung und Forschung im Rahmen der Verbundforschung unter dem Förderkennzeichen 03DU0GO4/6 gefördert.

STRUKTURUNTERSUCHUNGEN AN TENSIDSYSTEMEN MIT ADDITIVEN UNTERSCHIEDLICHER POLARITÄT

T. Leicht, F. Witte, I. Grillo⁺, M. Gradzielski

Universität Bayreuth, Lehrstuhl für Physikalische Chemie I, D-95440 Bayreuth

+ : Institut Laue-Langevin, Ave. des Martyrs, BP156 F-38042 Grenoble Cedex 9

E-mail : michael.gradzielski@uni-bayreuth.de

Die Struktur von Tensidmizellen läßt sich stark beeinflussen durch den Zusatz von Additiven. Typische solche Additive sind Kohlenwasserstoffe oder Kotenside, wie z. B. Alkohole mittlerer Kettenlänge. Entsprechend ihrer Polarität werden die unpolaren Kohlenwasserstoffe in den hydrophoben Mizellkern eingebaut, während die polaren Kotenside in die amphiphile Grenzschicht eingebaut werden.

Zwischen diesen beiden Grenzfällen existieren aber auch Moleküle mit intermediärer Polarität, wie z. B. aromatische Kohlenwasserstoffe, Ester, etc. Diese Moleküle mit relativ hydrophoben Gruppen. Ziel unserer Untersuchungen ist es, die makroskopisch beobachteten Eigenschaften solcher Tensidssysteme mit Additiven unterschiedlicher Polarität mit der detaillierten Struktur der vorliegenden Aggregate zu korrelieren.

Als Tensid wurde das zwitterionische Dimethyltetradecylaminoxid verwendet und Additive, wie Toluol, Ethylbenzol, Benzylacetat, Ethylbenzoat, Methylhexanoat, Methylheptanoat, Geraniol und Citronellol untersucht. Mit Hilfe von SANS Messungen wurde die Struktur der vorliegenden Aggregate für unterschiedlichen Gehalt an Additiv untersucht. Bei einigen der Additive wurden auch deuterierte Verbindungen eingesetzt um mit Hilfe der externen Kontrastvariationsmethode eine genaue Lokalisierung des enthaltenen Additivs im amphiphilen System vorzunehmen.

Diese Untersuchungen zeigen, daß für semipolare Additive der Aufenthaltsort in der Mizelle stark von der Additivkonzentration abhängt. Typischerweise werden solche Additive bei niedriger Konzentration im Regelfall in die amphiphile Grenzschicht eingebaut und fungieren hier analog zu Kotensiden. Bei noch höherer Konzentration wandern sie aber in den Mizellkern und die Kotensideigenschaft geht verloren, wobei das Verhalten auch stark temperaturabhängig ist. Dieses sehr variable Verhalten führt dazu, daß für semipolare Additive auch sehr unübliches Phasenverhalten beobachtet wird. Z. B. findet man Situationen bei denen man durch Konzentrationserhöhung des Additivs zunächst Stäbchenwachstum der Mizellen beobachtet, bevor eine Vesikelphase gebildet wird. Durch Temperaturniedrigung wird diese wieder in eine mizellare Phase überführt, wobei dieser Übergang vollständig reversibel erfolgt.

TERNARY POLYMER BLEND FILMS STUDIED WITH GRAZING INCIDENCE SMALL ANGLE SCATTERING

J. S. Gutmann¹, P. Müller-Buschbaum², R. Cubitt³, M. Stamm¹

1 Institut für Polymerforschung Dresden e.V., Hohe Straße 6, 01069 Dresden (Germany))

*2) TU München, Physik Department LS E13, James-Franck-Str.1,
85747 Garching (Germany)*

3) ILL, BP 156, F-38042 Grenoble (France)

Email: gutmann@ipfdd.de

Blending of polymers is a common route to create polymeric materials with a specific application profile. However this approach is limited by the intrinsic incompatibility of most high molecular weight compounds which lead to a demixing of the polymeric components. In order to influence or even suppress this phase separation process copolymers are often added as compatibilizers to the polymer blend resulting in a modified three dimensional demixing structure. In the case of thin polymer blend films this phase separation structure results in a marked surface topology, which depends on the compatibility of the blended polymers [1,2]. Besides this surface structure, the thin films are also phase separated below the surface. In order to investigate the morphology of the multicomponent polymer blend films, we used grazing incidence small angle scattering (GISAS) with both neutrons and X-rays [3]. The use of these two different probes allowed us to establish a contrast variation scheme, which enabled us to distinguish between the structural features of the individual polymeric components in the sample. Furthermore the comparison of the scattering experiments with scanning force microscopy experiments allowed a separation of the morphological features resulting from surface structures from internal sample features buried below the surface [4].

[1] J. S. Gutmann, P. Müller-Buschbaum, M. Stamm, *Faraday Discussion*, **112**, 285 (1999).

[2] J. S. Gutmann, P. Müller-Buschbaum, D. W. Schubert, N. Striebeck, M. Stamm, **B38**, 563 (1999).

[3] P. Müller-Buschbaum, J.S. Gutmann, M. Stamm; *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **1**, 3857 (1999).

[4] J. S. Gutmann, P. Müller-Buschbaum, M. Stamm, to be published.

SANS INVESTIGATIONS OF RELAXATION DYNAMICS OF ENTANGLED MODEL H-POLYMER

M. Heinrich^{*}, W. Pyckhout-Hintzen^{*}, D. Richter^{*}, E. Straube[#], A. Wiedenmann[§]

^{*}*IFF, Forschungszentrum Jülich, 52425 Jülich, Germany*

[#]*Universität Halle, FB Physik, 06099 Halle, Germany*

[§]*Hahn-Meitner Institut, 14091 Berlin, Germany*

E-mail: ma.heinrich@fz-juelich.de

The understanding of rheological properties of entangled polymer melts within the reptation picture has been improved in last years mainly by two developpements. These are the better understanding of path-length fluctuation modes and the concept of dynamic dilution. Both refinements especially improved the understanding of rheology of long chain branched polymers and of the large differences between linear and branched polymers.

It is therefore natural to test these concepts by scattering methods where both important quantities, the range of constrained fluctuations and the amount of relaxed arms should be directly detectable from scattering on deformed melts.

For that purpose, a model compound for long chain branching, H-shaped as to simulate a controlled 2-armed comb polymer of which the central backbone was deuterium labeled was investigated in elongational flow as a function of time after a step strain to $\lambda = 2$.

The experiments were performed in a strain rig which was especially built for that purpose with temperature and strain rate control. The configurations were quenched with liquid nitrogen to below T_g . The structure factor was measured after specific relaxation times intimately connected to the microscopic hierarchy of the polymer structure.

A description of the correlation hole effect and quenched disordered in the scattering in the RPA approximation was adopted from the similarity with permanent rubberelastic networks and modified to permit the observation of strain locally along the faster relaxing arms. The data are consistent with the time scale of linear shear rheology from which shift factors were derived. They confirm the fact that backbone and arm relaxations can be treated in a decoupled, hierarchical way in time.

THE UNPERTURBED DIMENSIONS OF NYLON-6 INVESTIGATED USING SANS

Helen E. Hermes^{*}, Mirko Kreitschmann^{*1},
Wim Pyckhout-Hintzen^{*}, Dieter Richter^{*}, Atze Nijenhuis[#]
^{*}IFF, Forschungszentrum Jülich, 52425 Jülich, Germany
[#]DSM Research, P.O. Box 18, 6160 MD Geleen, The Netherlands

Nylons are high commodity polymers which find application in a wide range of fields from automotive and household through to medical. It has recently proved possible to create different classes of tree-like and star nylon-6 polymers by polycondensation. An understanding of the molecular behaviour of these new polymers based on their structure, i.e. conformation, would enable their further development and should lead to polymer grades with significantly improved processability.

One of the most important properties of nylons is their solvent resistance. They are only soluble in solvents which are capable of disrupting the strong hydrogen bonds between the NH and CO groups of the nylon. This together with their crystallinity and the fact that reamidation occurs at elevated temperatures makes a study of their unperturbed dimensions difficult.

HFIP with added salt is routinely used as a solvent for GPC measurements of nylon-6. However, at the concentrations necessary for SANS and solution viscometry investigations of the chain conformations, i.e. when molecular interactions can occur, the behaviour of nylon 6 in this and other solvents is by no means simple.

Trifluoroacetylation modification of nylons disrupts the capability of the amide group to form hydrogen bonds. The nylon is then soluble in common organic solvents and the unperturbed conformation of the chains can be investigated. Results from SANS investigations of modified nylon-6 in solvents of different quality will be presented and discussed together with results for the unmodified nylons.

¹current address: BASF Schwarzheide GmbH, Research and Development Polyoles, D-01986 Schwarzheide, Germany

EINE NEUE METHODE ZUR AUSWERTUNG DER SANS-DATEN VON VESIKELMEMBRANEN

H. Schmiedel, P. Jörchel, M. Kiselev*, G. Klose

Universität Leipzig, Institut für Experimentelle Physik I,

Linnéstraße 5, 04103 Leipzig, Deutschland

E-mail: joerchel@rz.uni-leipzig.de

* Frank Laboratory of Neutron Physics, Joint Institute for Nuclear research, Dubna, 141980 Moscow region, Russia

Unilamellare Vesikel von Lipidmembranen sind sehr gut zur Modellierung biologischer Membranen geeignet. In der hier vorgestellten Arbeit wurden SANS-Kurven von Vesikelmembranen des Systems POPC/C₁₂E₄ in Abhängigkeit des C₁₂E₄-Anteils analysiert, wobei von der Modellvorstellung ausgegangen wurde, daß die Membran aus drei konzentrisch angeordneten sphärischen Lagen besteht, und zwar zwei wasserhaltigen Regionen (die die Kopfgruppen und einen Teil der Kohlenwasserstoffketten enthalten) und einer dazwischen liegenden wasserfreien Schicht¹.

Im Vergleich zu bisherigen Arbeiten erfuhr unser Modell zwei zusätzliche Annäherungen an die Realität:

- die Bestimmung der Radienverteilung an Hand von elektronenmikroskopischen Aufnahmen,
- die Berücksichtigung des Vorhandenseins von nicht unilamellaren Vesikeln.

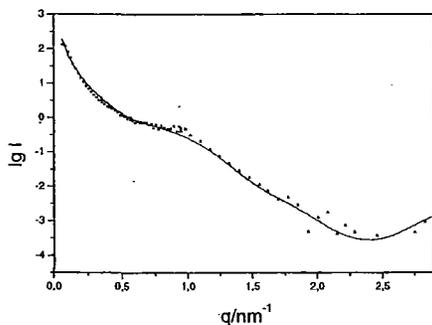


Abb. 1: SANS-Daten und angepaßte Streukurve für POPC/C₁₂E₄ mit $x(\text{C}_{12}\text{E}_4) = 0,25$

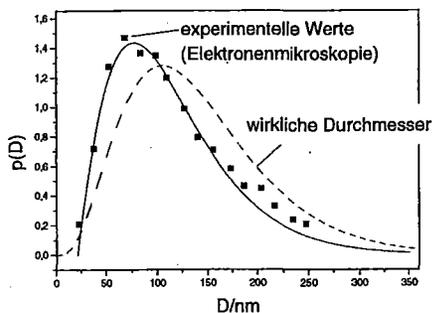


Abb. 2: Verteilung der Vesikeldurchmesser der Probe POPC/C₁₂E₄ mit $x(\text{C}_{12}\text{E}_4) = 0,5$

¹ Schmiedel, H.; Jörchel, P.; Kiselev, M.; Klose, G.: J. Phys. Chem. B, im Druck

MICELLIZATION OF PEP-PEO BLOCK COPOLYMERS IN WATER: MOLECULAR WEIGHT DEPENDENCE

H. Kaya, L. Willner, J. Allgaier, J. Stellbrink, D. Richter

*Forschungszentrum Jülich
Institut für Festkörperforschung
52425 Jülich
E-mail: h.kaya@fz-juelich.de*

The micellar behaviour of the amphiphilic block copolymer poly(ethylenepropylene)-poly(ethylene oxide) (PEP-PEO) in aqueous solution has been studied with small-angle neutron scattering (SANS). The polymer was studied over a wide range of molecular weights, always keeping the volume of the blocks equal. The low molecular weight samples, PEP0.5-PEO0.5, PEP1-PEO1, and PEP2-PEO2 (digits denote molecular weight in kilodaltons), were fully protonated and measured in D₂O to achieve maximum contrast. The high molecular weight copolymers PEP5-PEO5, PEP10-PEO10, and PEP22-PEO22, were prepared with partially deuterated PEP and studied under various contrasts in order to obtain detailed information on their structure.

The scattering behaviour of the solutions shows that a morphological transition takes place upon lowering the molecular weight. The high molecular weight block copolymers all build spherical, monodisperse micelles with large aggregation numbers. At low molecular weights, however, cylindrical micelles are formed. An interesting intermediate case is represented by the PEP2-PEO2 system, in which a morphological transition occurs upon dilution. At high concentration coexistence between spheres and cylinder is observed, at low concentrations we observe solely cylindrical micelles. This observation was reproducible.

Mean-field theories of micellization /1/ provide a theoretical explanation of the observed trends. The micellar parameters of the spherical micelles formed by the high molecular weight samples agreed excellently with theoretical predictions. In the case of the low molecular weight systems, free energy calculations yield the result that cylindrical micelles are preferred as the molecular weight of the block copolymer decreases.

A phenomenon analogous to the concentration-dependent sphere-to-cylinder transition observed in the PEP2-PEO2 system has been theoretically described /2, 3/ for block copolymer/homopolymer blends, but the general validity of the physical arguments make them applicable for solutions as well. The size and shape of the micelles are predicted to be governed by the micellization kinetics, which is hindered by the high energy barriers. These delay the onset of micellar formation, giving rise to metastable aggregates. Stable aggregates are formed when the chemical potential per chain is sufficiently reduced, which occurs when the system is diluted, ie depleted of free chains.

/1/ Nagarajan, R. and Ganesh, K., *J.Chem. Phys.* (1989) 5843.

/2/ Shull, K. R., *Macromolecules* 26 (1993) 2346.

/3/ Semenov, A., *Macromolecules* 25 (1992) 4967.

PHYSIKALISCHE NETZWERKE IN LÖSUNGEN VON BLOCKCOPOLYMEREN: UNTERSUCHUNGEN ZUR STRUKTUR UND RHEOLOGISCHEM VERHALTEN

R. Kleppinger, K. Almdal, K. Mortensen

*Laboratory Macromolecular and Organic Chemistry, Eindhoven Technical University
5600 MB Eindhoven, The Netherlands*

*Department of Solid State Physics and Chemistry, RISØ National Laboratory,
4000 Roskilde, Denmark*

E-mail: r.kleppinger@tue.nl

Triblockcopolymeren, die in ein Lösungsmittel eingebracht werden, welches selektiv auf ihren Mittelblock wirkt, stellen interessante Modellsysteme dar. Sie verbinden die Eigenschaften von Blockcopolymeren, welche zur Ausbildung hochgeordneter Strukturen neigen, mit denen von Gelen, in denen eine Netzwerkbildung auftritt. In derartigen weichen kondensierten Systemen treten einzigartige Zusammenhänge zwischen ausgebildeter Morphologie und mechanischem Verhalten auf. An derartigen Systemen wurden Untersuchungen zur Anordnung der in Lösung auftretenden kugelförmigen Domänen unter dem Einfluß von Scherfeldern mittels kombinierter Neutronenkleinwinkel und dynamisch-mechanischer Experimente durchgeführt. Dabei konnte gezeigt werden das, trotz einer physikalischen Vernetzung, unter geeigneten Bedingungen hochgeordnete kubische Strukturen ausgebildet werden, wie sie von Blockcopolymerensystemen bekannt sind. Die Anordnung der Kugeldomänen wird dabei wesentlich durch die Scherparameter bestimmt.

Peculiar off-specular neutron scattering from islands on a lamellar film

V.Lauter-Pasyuk^{1,2}, H.J.Lauter³, B.Toperverg^{4,5}, O.Nikonov^{2,3}

¹ TU München, Physik Department, D-85747 Garching, Germany, vlauter@ill.fr

² Joint Institute for Nuclear Research, 141980 Dubna, Moscow Region, Russia

³ Institut Laue Langevin, B.P.156, F-38042, Grenoble Cedex 9, France

⁴ PNPI, 188450, Gatchina, St. Petersburg, Russia

⁵ IFF, Forschungszentrum Jülich, D-524257 Jülich, Germany

Most of polymer films show an uncompleted top multilayer in the form of islands, holes or "labyrinth"-type structures. The presented theoretical description of the off-specular scattering originating from the uncompleted top multilayer is based on the DBWA which is not only valid in the kinematic approach, but also in the region of total reflection [1]. The investigated sample consisted of a uniformly ordered multilayer stack PBMA-dPS-dPS-PBMA (polybutylmethacrylate- polystyrene; d=deuteration) covered with islands. An important contribution to the measured off-specular scattering, shown in fig.a, depends on the anomalous wave vector transfer related to intensity oscillations propagating in the direction perpendicular to the specular line with a period corresponding to the total height of the islands. Whereas the thickness of the uniform multilayer is better seen in the sequence of maxima along the Yoneda lines. The agreement of the model calculation in fig.b with the experimental data was reached if the transverse structure of the islands is characterized by the same PBMA-PS-PS-PBMA sequence of the underlying homogeneous multilayer. The mean diameter of the islands is $\sim 5000\text{\AA}$ and the coverage rate is $\sim 25\%$. Thus the major features in off-specular scattering are well understood in terms of DBWA without implying any kind of in-plane disorder.

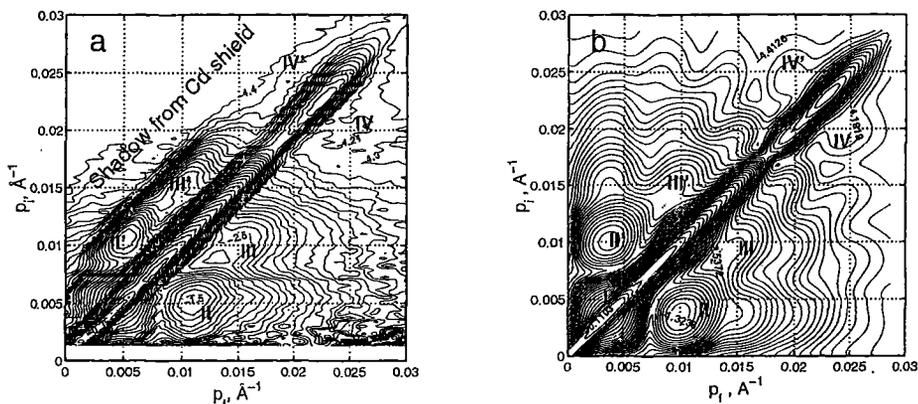


Figure: Experimental (a) and theoretical (b) contour maps of specular reflection and off-specular scattering from a dPS-PBMA lamellar film with islands. p_i and p_r are the vertical components of wave vector of the incoming and scattered neutron waves, respectively.

[1] B.Toperverg, V.Lauter-Pasyuk, et.al. Physica B 283 (2000) 60

THE STRUCTURE OF THE MIXED MICELLES OF ROSINATES AND ALKANOATES AND THEIR COMPLEXES WITH CATIONIC STARCH

J. Merta^{+,*}, V. M. Garamus⁺, R. Willumeit⁺ and P. Stenius^{*}

⁺*GKSS Research Centre, Geesthacht*

^{*}*Helsinki University of Technology*

Laboratory of Forest Products Chemistry, Finland

The circulation water of paper machines contains high concentrations of extractives based from wood. Alkanoate/rosinate systems are good models for the type of amphiphile mixtures occurring in wood, most notably in conifers. At same time there is in water-cycle lot of cationic starch, which is widely used in the process as flocculation agent.

Stenius and co-workers found already 15 years ago [1] that sodium abietate and sodium oleate form mixed micelles, which have increased ability to solubilise organic compounds. It is assumed that mixed micelles with some specific structure can be formed if these two surfactants are mixed in certain mole ratio.

Our previous studies [2] with Small-Angle Neutron Scattering (SANS) showed that CS forms with ordinary fatty acid salts inclusion complexes. This is quite opposite to most of the reports on the structure of polyelectrolyte/surfactant complexes, which have shown that the surfactants form micelle-like aggregates when associating with polymer.

Studied systems are: 1) a) Micelles formed in solution by pure sodium dehydroabietate (model rosin acid soap). b) Micelles of pure sodium abietate. Dehydroabietate is used because of its better chemical stability than abietate, and abietate is studied only because its micellar structure has been investigated earlier by other methods. 2) Mixtures of sodium dehydroabietate and sodium oleate. Micellar aggregates formed by dehydroabietate and other alkanoate mixtures (decanoate, dodecanoate, palmitate). 3) Structure of aggregates formed by a simple cationic polyelectrolyte (PDADMAC) and previously mentioned surfactants, and their mixtures. 4) Mixtures of CS, alkanoates and rosin acid soaps (using sodium dehydroabietate as the model system).

1. Stenius, P.; Palonen, H.; Ström, G.; Ödberg, L. *Surfactants Solution*, [Proc. Int. Symp.]4th (1984), 1 153-74.
2. Merta, J.; Garamus, V. M.; Kuklin, A.I.; Willumeit, R.; Stenius, P. *Langmuir* (2000). *In print.*

DYNAMICS OF MICROEMULSIONS WITH POLYMERIC COSURFACTANT

M.Mihailescu, H.Endo, J.Allgaier, M.Monkenbusch, J.Stellbrink, D.Richter ¹
B.Jakobs, T.Sottmann ²

¹*Institut für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich*

²*Institut für Physikalische Chemie, Universität zu Köln*

E-mail: m.mihailescu@fz-juelich.de

The extended membranes built by amphiphilic molecules at the interface between two immiscible fluids (e.g. water-oil) are soft with a bending modulus of the order $k_B T$ and relax, on a local scale, in times of nanoseconds. With the NSE and DLS techniques, we have performed extensive investigations on the dynamics of amphiphilic layers in microemulsions of type $C_{10}E_4$ /decane/water in bicontinuous and oriented lamellar phases. Combination of non-ionic surfactants $C_x E_y$ with analogous polymeric macrosurfactants $C_{N_x} E_{M_y}$ (e.g. N, M \simeq 50) have also been considered. The influence of temperature, concentration, surfactant type and contrast on the dynamical behavior of bicontinuous phase is observed. Additional information on the modified elastic properties and interaction of adjacent layers due to the polymer decoration of the interfaces is sought, through measurements on the oriented lamellar phase.

SIND ALLE UNGEORDNETEN BEREICHE IN NATÜRLICHER ZELLULOSE VON GLEICHER ART?

Martin Müller^{1,2,3}, Christoph Czihak^{1,4,5}, Helmut Schober⁴, Yoshiharu Nishiyama⁶
und Gero Vogl^{1,5}

¹*Institut für Materialphysik der Universität Wien, Österreich;* ²*European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, Frankreich;* ³*Institut für Experimentelle und Angewandte Physik der Universität Kiel, Deutschland;* ⁴*Institut Laue-Langevin, Grenoble, Frankreich;* ⁵*Hahn–Meitner–Institut, Berlin, Deutschland;* ⁶*Graduate School of Agricultural and Life Sciences, The University of Tokyo, Japan*
E-mail: supex001@physik.uni-kiel.de

Zellulose ist das am häufigsten vorkommende strukturelle Biopolymer. Trotz erheblicher Forschungsanstrengungen in den letzten Jahrzehnten werden strukturelle Details natürlicher Zellulose, insbesondere ihre Morphologie, immer noch kontrovers diskutiert. Das klassische Zwei-Phasen-Modell mit klar abgegrenzten amorphen und kristallinen Bereichen (Mikrofibrillen) gilt als überholt. Neuere Überlegungen nehmen Unordnung in wesentlichen an den Oberflächen der Mikrofibrillen an, betrachten natürliche Zellulose jedoch weiter als Komposit.

Die inelastische Neutronenstreuung (INS) liefert wichtige Beiträge zur Lösung dieses Problems. Benutzt man die Hydroxylgruppen von Zellulose als lokale Sonde, so kann die dynamische Antwort derjenigen Regionen gemessen werden, die für Wasser zugänglich sind. Das INS-Spektrum dieser ungeordneten Bereiche ist deutlich verschieden von dem unzugänglicher, kristalliner Regionen im Inneren der Mikrofibrillen und stellt daher eine Art Fingerabdruck ungeordneter Zellulose dar. Es zeigt sich, daß identische Spektren unabhängig von Kristallinität und Ursprung verschiedener Zellulosearten erhalten werden [1]. Das unterstreicht den universellen Charakter dieses Fingerabdrucks. Offenbar bilden im wesentlichen die Mikrofibrilloberflächen die ungeordnete Matrix im Sinne eines Kompositmaterials.

[1] M. Müller, C. Czihak, H. Schober, Y. Nishiyama, G. Vogl. *All disordered regions of native cellulose show common low-frequency dynamics*. *Macromolecules* **33**, 1834–1840 (2000).

ULTRA-THIN POLYMER FILMS EXAMINED WITH GRAZING INCIDENCE SMALL ANGLE SCATTERING

P. Müller-Buschbaum¹, J.S. Gutmann², R. Cubitt³, M. Stamm², W. Petry¹

1) *TU München, Physik Department LS E13, James-Franck-Str.1, 85747 Garching (Germany)*

2) *Institut für Polymerforschung Dresden e.V., Hohe Straße 6, 01069 Dresden (Germany)*

3) *ILL, BP 156, F-38042 Grenoble (France)*

Ultra-thin polymer films are frequently prepared on top of a solid support. In a common transmission set-up the scattering volume of the polymer film is very small as compared to the one of the substrate. Even the use of a sample stack consisting of several equally prepared samples, only gives rise to a scattering signal which contains a small contribution of the polymer film. One way to overcome this problem is the use of a reflection set up. Within this reflection geometry we performed grazing incidence small angle scattering (GISAS) to detect characteristic morphologies of the polymer films [1]. In contrast to scanning force microscopy, which enables a direct visualization of the local surface structure, with GISAS a non-local and depth sensitive information results [2]. We applied x-ray and neutron GISAS measurements [3]. In principle they allow to obtain the same type of information on surface structures. In practice the two techniques are complementary because the contrast conditions are different. Consequently we are sensitive towards different in-plane length scales of the sample. This allows a detailed analysis of samples exhibiting various in-plane length scales originated from different processes like dewetting or phase separation [3].

[1] P.Müller-Buschbaum, J.S. Gutmann, M.Stamm; *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **1**, 3857 (1999)

[2] P.Müller-Buschbaum, J.S.Gutmann, R.Cubitt, M.Stamm ; *Colloid Polym Sci*, **277**, 1193 (1999)

[3] P.Müller-Buschbaum, J.S. Gutmann, M.Stamm, R.Cubitt, S.Cunis, G.von Krosigk, R.Gehrke, W.Petry; *Physica B* **283**, 53 (2000)

FORMATION OF A MICROEMULSION PHASE IN A TERNARY POLYMER BLEND – A SANS STUDY

V. Pipich, D. Schwahn, and L. Willner
Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Festkörperforschung
D-52425 Jülich, Germany
e-mail: v.pipich@fz-juelich.de

With neutron small angle scattering (SANS) we measured thermal composition fluctuations in a homopolymer blend dPB/PS of critical composition mixed with different amounts of the symmetric diblockcopolymer dPB-PS [PB and PS being polybutadiene (1,4) and polystyrene, respectively] in the disordered state along the isopleths. The ratio of average molar volume of the homopolymers and diblockcopolymer was $\alpha=0.158$, e.g. the diblock had roughly a six times larger molar volume. The diblockcopolymer act as a surfactant enhancing the compatibility of both homopolymers up to the Lifshitz Line at the diblock concentration of $\Phi_{LL} \cong 0.075$ and simultaneously changes the critical universality class from 3D-Ising to the isotropic Lifshitz critical behavior. Above $\Phi \cong 0.13$ diblock content the samples show diblock-like behavior with an order-disorder transition. The intermediate regime between $\Phi \cong 0.075$ and 0.13 can be characterized as a microemulsion phase; transitions from the microemulsion phase to the ordered and disordered phases were partly observed at low and high temperatures, respectively.

Within the microemulsion phase a broad single peak profile of the structure factor $S(Q)$ was observed and which could be interpreted by a model of microemulsions for water-oil-surfactant systems proposed by Teubner and Strey. A disorder parameter $D=d/(2\pi\xi)$ [d and ξ being the mean repeat distance between the PB (PS) domains and a correlation length, respectively] seems to be a useful parameter for characterization; so an empirical value of $D=0.446$ can be taken to divide the microemulsion phase into two regions consisting of dense droplet and of bicontinuous structure.

Future SANS experiments on partly matched samples are in preparation in order to study in detail the role of the diblockcopolymer as a surfactant and to further improve the interpretation of the microemulsion phase.

Kleinwinkelstreuungs-Untersuchungen zur Charakterisierung von Polymermembranen

A. Knöchel¹, H. Kamusewitz², K. Kneifel², K.-V. Peinemann²,
P. K. Pranzas², R. Willumeit², T. Weigel²

¹ *Universität Hamburg, Institut für Anorganische und Angewandte Chemie,
Martin-Luther-King-Platz 6, D-20146 Hamburg*

² *GKSS-Forschungszentrum, Max-Planck-Straße, D-21502 Geesthacht
E-mail: klaus.pranzas@gkss.de*

Die Erforschung von kolloidalen Strukturen in technischen Prozessen ist eine hochaktuelle und bedeutende Thematik. In diesem Beitrag werden die Ergebnisse von Kleinwinkelstreuungs-Experimenten mit Neutronen (SANS) und Synchrotronstreuung (SAXS) an Membranen auf Polymerbasis vorgestellt. SANS-Messungen wurden an der SANS-1-Anlage des GKSS-Forschungszentrums in Geesthacht, ergänzende SAXS-Experimente im HASYLAB in Hamburg (Beamlines A2 und BW4) durchgeführt. Das Ziel der Untersuchungen ist die Charakterisierung sowohl der fertigen Membranstrukturen als auch der dynamischen Koagulationsprozesse, die bei der Membranherstellung auftreten und durch die Struktur und Eigenschaften der Membranen bestimmt werden.

Etliche mit verschiedenen Parametern hergestellte Hohlfadenmembranen wurden in trockenem und feuchtem Zustand mit SAXS vermessen. Darüber hinaus wurden Polymerlösungen untersucht, die den Anfangszustand der Membranbildung repräsentieren. Um Strukturinformationen über die trennaktive Schicht der hergestellten Membranen zu erhalten, wurden SANS-Messungen mit einer zeitaufgelösten Füllung der Membranporen mit D₂O durchgeführt. Mit Hilfe der erhaltenen Streukurven wurden die Porengrößenverteilungen berechnet und miteinander verglichen. Modellrechnungen ergaben, daß das Modell eines monodispersen Systems von langen Stäben geeignet ist, die gefundenen Strukturen zu beschreiben.

Als nächster Schritt ist die Durchführung von online-SAXS-Untersuchungen des Spinnprozesses einer Hohlfadenmembran geplant. Der innerhalb von Mikro- bis Millisekunden ablaufende Prozeß der Membranbildung wird hierbei räumlich aufgelöst und kann daher mit der Kleinwinkelstreuung analysiert werden. Die erwarteten Erkenntnisse werden zum Verständnis der Auswirkung von Parameteränderungen bei der Membranherstellung beitragen.

THE LENGTH SCALE DEPENDENCE OF STRAIN IN NETWORKS BY SANS

W. Pyckhout-Hintzen¹, S. Westermann²,

A. Botti¹, D. Richter¹, E. Straube³

¹IFF, Forschungszentrum Jülich, 52425 Jülich,

²Goodyear, Colmar-Berg, Luxembourg ³Univ. Halle-Saale, 06099 Halle

We present a SANS study on the length scale dependence of chain deformation by means of a suitable labeling in dense, crosslinked elastomers. The results are compared to the expectation for long homopolymers which have ideal mechanical properties. A distinction between classical models of basic rubber elasticity theory could be made naturally, solely basing on the gradual importance of chain interactions.

Polyisoprene networks of long primary block copolymer chains of the HDH-type, crosslinked statistically, were analyzed for this purpose. The total length of the primary chains was kept identical, while the length of the deuterated middle block was varied in order to cover several length scale regimes of interest. The scattering data were analyzed by means of the tube model of topology in rubber elasticity in combination with the Random Phase Approximation (RPA). Latter is used in order to account for the interchain correlations.

We show experimentally that for the longest D-label the rubberelastic response is dominated by both crosslink and entanglement contributions, whereas it is of clear phantom-like chain behavior when the labelled middle block is shorter than the distance between two successive entanglements, i.e. the tube diameter. For the intermediate case we propose a new scheme to quantify inevitably non-affine deformations on various length scales. By scattering it was possible to focus on both chemical and topological constraints separately.

An analysis for chain degradation processes during the radical crosslinking process was necessary due to side-reactions in the used network synthesis. The scission kinetics was rigorously treated assuming random scissioning after which the scattering properties were then obtained by means of the standard RPA-approach for the resulting polydisperse multicomponent chain system. The assumption that chain scission below the gel point leads to an observable loss of correlation and in the post-gel stadium chains are merely localized in space thereby un-affecting the scattering properties is proven independently by an in-situ study of the crosslinking/scissioning reaction by both SANS and shear-rheology. The additivity of chemical and topology moduli could be verified in this combined approach.

This study of block copolymer networks opens a unique way to locally label parts of a complicated network structure. The transition from locally free to tube-constrained segmental motion can be investigated without sacrificing the mechanical quality of the rubber.

Inelastic Neutron Scattering in Amorphous Systems at Low Momentum Transfer

W. Schmidt^{1,2}, M. Ohl^{1,2}, U. Buchenau¹, M. Koza²

¹Forschungszentrum Jülich, Institut für Festkörperforschung, 52425 Jülich

²Institut Laue Langevin, 38042 Grenoble, France

We studied inelastic scattering at low momentum transfer for polybutadiene [1], an amorphous polymer, and for water. The measurements were done at room temperature on the cold-neutron three-axis spectrometer IN12 studying protonated and deuterated samples to distinguish between incoherent and coherent scattering. A large vacuum tank around the sample served to reduce the strong air scattering at low scattering angles, close to the incoming beam. Multiple-scattering calculations were performed and validated in the experiments. For the incoherent scattering, the expected Q^2 -dependence could be confirmed. On the contrary, the coherent scattering shows a small, but clearly non-zero additional contribution down to the lowest accessible Q -vectors. The results are interpreted in terms of an elastic distortion around low frequency localised modes [2].

For IN12 a polarisation analysis with reduced air scattering is currently under construction. In addition to magnetic experiments also a separation of coherent and incoherent scattering at small momentum transfer will be available with high accuracy.

This work has been funded by the BMBF under contract number 05-300-CJB-6.

References:

[1] W. Schmidt, M. Ohl, U. Buchenau, Phys. Rev. Lett., in press.

[2] U. Buchenau, A. Wischnewski, M. Monkenbusch, W. Schmidt, Phil. Mag. B **79** (1999) 2021

SURFACTANT ADSORPTION TO THIN POLYMER-COATINGS AS STUDIED BY NEUTRON REFLECTOMETRY

J. Howse^{1,2}, S. Uredat¹, R. Steitz^{1,2} and G.H. Findenegg¹

¹*Iwan-N.-Stranski-Institut für Physikal. und Theor. Chemie, TU Berlin,*

Str. d. 17. Juni 112, 10623 Berlin, Germany

²*BENSC, Hahn-Meitner-Institut Berlin, Glienicker Str. 100, 14109 Berlin, Germany*

E-mail: steitz@hmi.de

The influence of adsorbed surfactant molecules upon wetting of polymer surfaces by surfactant solutions is still not well understood, despite its big practical importance in daily live. A way to assess the microscopic structure of adsorbed surfactant layers at polymer surfaces is offered by means of neutron reflectometry. The structure of the interface between polymer-coated silicon substrates and surfactant solutions can thus be resolved with Ångstrom resolution. Thin polymer coatings with a thickness from 100 to 1000 Å and a typical rms-roughness of less than 10 Å may be easily prepared by spin-coating.

We will present recent results on the adsorption behavior of nonionic surfactants of the oxyethylene-n-alkyl-ether type, C₈E₄ and C₁₀E₄, at Polystyrene (PS) and Polymethylmethacrylate (PMMA)-covered silicon substrates in the concentration range of the aqueous surfactant solutions from 0.1 to 4.5 CMC. From the neutron reflectivity experiments it is found that condensed surfactant layers are formed at the polymer/solution interface already well below the CMC of the bulk solutions. Thickness and composition of the adsorbed layers depend on the hydrophobicity of the polymer surfaces and on the structure of the surfactant molecules. While C₁₀E₄ forms ad-layers with thickness equal to the maximum length of the surfactant molecule (PMMA surface) or slightly above (PS surface), the thickness of C₈E₄ adsorption layers increases up to 4 times the theoretical length of the surfactant molecule at 0.9 CMC.

The results of our neutron reflectivity study at the polymer/solution interfaces will be discussed with respect to equilibrium bulk structures in the surfactant solutions and the adsorption behavior of these surfactants to granular carbon and porous silica substrates.

Partial structure factors in star polymer/colloid mixtures

J. Stellbrink^{1,3}, J. Allgaier¹, D. Richter¹, J. Dzubiella², C.N. Likos², H. Löwen²,
A.B. Schofield³, W.C.K. Poon³, and P. Pusey³

¹IFF-Neutronenstreuung, FZ Jülich GmbH, D-52425 Jülich, Germany

²Theoretische Physik II, Universität Düsseldorf, D-40225 Düsseldorf, Germany

³Dep. Physics and Astronomy, The University of Edinburgh, Edinburgh EH9 3JZ, UK

E-mail: j.stellbrink@fz-juelich.de

Addition of (star) polymer to colloidal suspensions induces an attractive part to the hard sphere potential, which is of purely entropic origin ("depletion interaction"). We investigated the influence of star polymer functionality f on the phase behaviour in star polymer/colloid mixtures. Experimentally we investigated mixtures of PMMA colloids, which behave as hard spheres in *cis*-decalin, and poly(butadiene) star polymers with $f=2$ (linear reference), 6, 16 and 32. At the same time a theoretical frame work was developed, which starts from the star-star potential and results in a modified pair potential for star polymer/hard sphere interactions. One result of this new potential is, that the unusual star polymer structure factor $S_{ss}(Q)$ should be mediated to the colloid-colloid structure factor $S_{cc}(Q)$ in the fluid phase.

Using SANS we were able to measure the partial structure factors in star polymer/hard sphere mixtures. Fig.1 shows $S_{cc}(Q)$ obtained from mixtures with increasing star polymer packing frac-

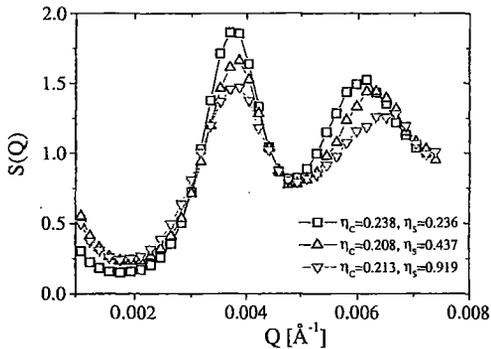


Figure 1: Experimental colloid structure factor $S_{cc}(Q)=I(Q)/P(Q)$ vs. scattering vector Q , with $P(Q)$, the colloid form factor obtained from dilute solution. The star polymer scattering length density was matched using a mixture containing 6.1% *d-cis* decalin and 93.9% *h-cis* decalin. $R_c=1040\text{\AA}$, $R_s=514\text{\AA}$, $f=32$.

tion η_s , but constant η_c . At these high star polymer concentrations we are in the metastable gel phase, which results in an upturn at low Q . Additionally two well pronounced peaks were found in $S_{cc}(Q)$. Both peak heights decrease with increasing amount of star polymer, indicating a decreasing structural order. The same effect was observed experimentally for $S_{ss}(Q)$ in pure star polymer solutions around their overlap concentration c^* . These preliminary results corroborate the effects expected from theo-

ry and are a promising approach for explaining the structural properties of star polymer/hard sphere mixtures starting from a microscopic interaction potential.

Self and collective dynamics of ordered star polymer solutions

J. Stellbrink, J. Allgaier, M. Monkenbusch and D. Richter

IFF-Neutronenstreuung

FZ Jülich GmbH,

D-52425 Jülich, Germany

E-mail: j.stellbrink@fz-juelich.de

Star polymers, i.e. f monodisperse linear chains tethered to a central core, can actually be viewed as hybrids between polymer-like entities and colloidal particles. This hybrid character is resembled in the microscopic dynamics of star polymers obtained by neutron spin echo spectroscopy (NSE). We investigated self and collective dynamics of ordered star polymer solutions well above c^* by changing the ratio of protonated/deuterated star polymers. Analyzing the initial decay of $S(Q,t)$, i.e. the short time dynamics of star polymers, we found that their polymer character dominates the dynamics at high Q . Here the expected intrastar Zimm dynamics is observed independently from labeling. At low Q , on the other hand, self and collective dynamics becomes discernible. For hard sphere colloids it is found that $\Gamma/Q^2 = D_{\text{eff}} = D_0 H(Q)/S(Q)$, with $H(Q)$ the hydrodynamic function. $D_0/S(Q)$, with D_0 the diffusion coefficient at infinite dilution obtained from

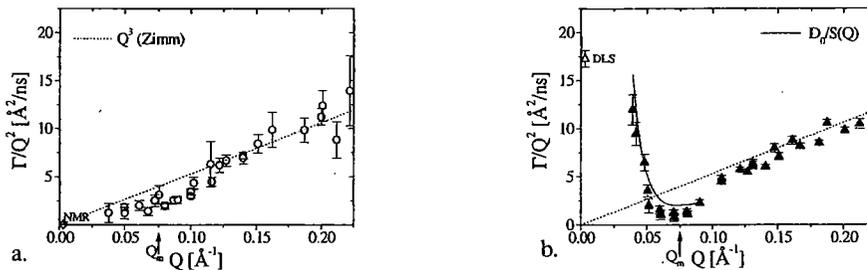


Figure 1: Reduced initial decay rate Γ/Q^2 as a function of scattering vector Q for a poly(isoprene) star polymer with arm number $f=18$ and $M_{w,arm}=7500\text{g/mol}$, total volume fraction $\Phi=0.32$; a. self (20% labeled) and b. collective dynamics (100% labeled). Also shown are data obtained by DLS and pfg-NMR.

dynamic light scattering (DLS) is also shown in fig 2b. The low Q data are well described by this term, thus the colloidal aspect is dominating in this Q -range.

For covering the slowed down dynamics at Q_m , the peak position in $S(Q)$, the dynamic time range of NSE was extended for the first time up to 350ns using long wavelengths, $\lambda=19\text{\AA}$, at IN15(ILL, Grenoble). Here we found that $S(Q,t)/S(Q,0)$ relaxes into a concentration dependent plateau. The plateau height gives the mean square displacement $\langle r^2 \rangle^{1/2}$ of star cores, which is related to the blob size ξ of the surrounding star polymer solution obtained by dynamic light scattering.

SEQUENCE-DEPENDENT HYDRATION PROPERTIES OF IONIC ABA AND BAB TRIBLOCK COPOLYMER MICELLES FROM SANS.

S. Vass,[†] K. Haimer,[‡] G. Meier^{‡}, H. Grimm^{*}, M. Klapper,[‡] and S. Borbély[§]*

[†]KFKI Atomic Energy Research Institute, Budapest, Hungary

[‡]Max-Planck-Institut für Polymerforschung, Mainz, Germany

**Institut für Festkörperforschung, FZ Jülich, Jülich, Germany*

[§]Research Institute for Solid State Physics and Optics, Budapest, Hungary

E-mail: szvass@sunserv.kfki.hu

SANS experiments were made on aqueous (D₂O) solutions of ABA- and BAB triblock copolymer micelles formed from poly(methyl methacrylate) and poly(sodium acrylate) blocks. The scattering curves were interpreted by choosing a $\varphi_c(r) \sim 1 - \text{erf} [(r - r_c) / \sqrt{2}\sigma_c]$ type function for representing the probability density of finding a hydrophobic (A) unit at distance r from the center of the micellar core of mean radius r_c , and a $\int_0^\infty \varphi_c(t) \exp[-(r-t)^2 / 2\sigma_s^2] dt$ type function for representing that of a hydrophilic (B) unit. The interaction between the charged micelles could be formally described in terms of volume exclusion and the Deryaguin-Landau-Verwey-Overbeek (DLVO) potential.

A reasonable fit could be achieved only if the volumes of the units were considered free fitting parameters. The volume of the hydrophobic methyl-methacrylate groups in both types of micelle was the same; the volume of the sodium acrylate units, however, was significantly greater in BAB micelles, where the side chains could freely float around the cores. This property of the elementary volumes is confirmed by the Porod-invariant at every solute concentration in a model-free way, and preliminary results from neutron backscattering indicate that the two types of triblock copolymer micelles effect on the solvent in different ways.

Support from Bundesministerium für Bildung und Forschung, BASF AG, Ludwigshafen, and from the National Foundation for Scientific Research, Hungary (OTKA) contract No. T029958 is gratefully acknowledged.

BESTIMMUNG DER AUSTAUSCHKINETIK VON PEP-PEO BLOCKCOPOLYMER-MIZELLEN MITTELS ZEITAUFGELÖSTER NKWS

A. Poppe, L. Willner, J. Allgaier, M. Monkenbusch und D. Richter

*Forschungszentrum Jülich
Institut für Festkörperforschung
52425 Jülich
E-mail: l.willner@fz-juelich.de*

Das untersuchte PEP-PEO ist ein amphiphiles Blockcopolymer. Es besteht aus dem unpolaren Poly(ethylenpropylen) und dem sehr polaren Polyethylenoxid. Dies hat zur Konsequenz, daß sich das PEP-PEO hinsichtlich seiner Löslichkeitseigenschaften sehr gegensätzlich verhält und nahezu alle gängigen Lösungsmittel für einen der beiden Blöcke selektiv sind. Mizellbildung ist daher eine charakteristische Eigenschaft dieses Blockcopolymeres. Das Mizellarisierungsverhalten in wässriger Lösung als Funktion der Zusammensetzung und des Molekulargewichts des Blockcopolymeres ist bereits gründlich untersucht worden /1,2,3/. Hingegen ist generell wenig über die Kinetik der Mizellbildung und über Austauschraten von Unimern zwischen Blockcopolymeren bekannt. Dies liegt daran, daß Untersuchungen zum Gleichgewicht Unimer/Mizelle experimentell schwer zu realisieren sind. Dies gelang unter Gleichgewichtsbedingungen nur durch Fluoreszenzmessungen, wobei allerdings eine der Komponenten mit einem Fluoreszenzlabel modifiziert werden mußte, oder durch Elektronenmikroskopie und Lichtstreuung an Blockcopolymermizellen, die sich hinsichtlich ihrer Größe deutlich unterscheiden.

In diesem Beitrag sollen erstmals Untersuchungen zur Kinetik der Mizellbildung mit Hilfe zeitaufgelöster Neutronenkleinwinkelstreuung vorgestellt werden. Das Prinzip dieses Experiments besteht darin, volldeuterierte und vollprotonierte Mizellen miteinander zu vermischen und die durch den Unimeraustausch verbundene Abnahme der Streuintensität zeitaufgelöst zu verfolgen. Diese Methode hat den Vorteil, daß sich die Markierung der Polymere auf den H/D Austausch beschränkt und die physikalischen und chemischen Eigenschaften weit weniger beeinflusst als voluminöse, fluoreszierende Seitengruppen. Die kinetischen Untersuchungen wurden zunächst in Wasser an einem PEP5(M=5000)-PEO15(M=15000) Blockcopolymer durchgeführt. In diesem System konnte selbst bei erhöhten Temperaturen kein Unimeraustausch beobachtet werden. Die Resultate zeigen, daß die Mizellen aufgrund der hohen Oberflächenspannung von PEP in Wasser kinetisch eingefroren sind. Eine messbare Austauschrate konnte in Dimethylformamid, welches ebenfalls ein selektives Lösungsmittel für PEO ist, beobachtet werden. Die Auswertung der Messungen ergibt zwei zeitlich voneinander separierte Prozesse. Während der schnellere von beiden einer Unimerfreisetzung bzw. Insertion zugeordnet werden kann, gibt es für den langsameren zweiten Prozess bislang kein mikroskopisches Model. Experiment und Ergebnisse werden in diesem Beitrag vorgestellt und diskutiert.

/1/ A. Poppe et al., *Macromolecules* 30 (1997) 7463.

/2/ L. Willner et al., *Europhys. Lett.*, 51 (6) (2000) 628.

/3/ H. Kaya et al., in Vorbereitung.

ZEITAUFGELÖSTE SANS-MESSUNGEN ZUM SCHERINDUZIERTEN LAMELLEN-ZU-VESIKEL ÜBERGANG BEI LYOTROPEN LAMELLAREN PHASEN

Johannes Zipfel¹, Florian Nettesheim², Peter Lindner¹, Ulf Olsson³, Walter Richtering²

¹Institut Laue-Langevin, Grenoble/France, ²U Kiel, Deutschland, ³U Lund, Schweden

E-mail: zipfel@ill.fr

Der Einfluß von Scherung auf die Orientierung und Struktur komplexer Fluide ist von großem Interesse. Besonders lamellare Phasen wurden seit den grundlegenden Arbeiten von Diat et al. intensiv untersucht; diese zeigen zwei interessante Eigenschaften unter Scherung.

Zum einen können die Lamellen in Abhängigkeit von der Scherrate in unterschiedlichen Orientierungen zum Scherfeld vorliegen. Von besonderem Interesse ist aber die scherinduzierte Bildung von geschlossenen multilamellaren Vesikeln (MLV's) aus planaren Lamellen, die als Systeme zur kontrollierten Wirkstofffreisetzung Verwendung finden könnten.

Ziel unserer Untersuchungen¹ war eine zeitaufgelöste Untersuchung dieses Lamellen-zu-Vesikel Übergangs mit Hilfe von in-situ Rheo-Kleinwinkelneutronenstreuung (SANS). Im System des nichtionischen Tensids C₁₀E₃ (Triethylenglykoldecylether) konnte ein temperaturabhängiger Übergang von multilamellaren Vesikeln zu Lamellen gefunden werden. Dieser Übergang wurde zur Herstellung eines definierten Ausgangszustandes orientierter Lamellen benutzt, um zeitaufgelöste kinetische Untersuchung zur scherinduzierten Vesikelbildung durchzuführen. Anhand von Streuexperimenten am Kleinwinkelinstrument D11 des ILL konnte die Bildung metastabiler, multilamellarer Zylinder als plausible Zwischenstufe auf dem Weg zu dicht gepackten Vesikeln gezeigt werden. Die Bildung dieser Zylinder war unabhängig von der Scherrate von der Deformation kontrolliert. Ausgehend von diesen Zylindern wurden mit fortlaufender Scherung zunächst einzelne Vesikel in der lamellaren Matrix gebildet, die dann in eine dichte Packung von monodispersen Vesikeln umgewandelt wurden.

Abschliessend wird im Vortrag diskutiert, inwieweit sich die Ergebnisse auf andere Systeme (amphiphile Blockcopolymere) übertragen lassen und mögliche Voraussetzungen für die Vesikelbildung diskutiert.

(1) J.Zipfel, F. Nettesheim, U. Olsson, T. Le, P. Lindner, W.Richtering, *Europhys. Lett* 2000, accepted.

INELASTISCHE NEUTRONENSTREUUNGS- EXPERIMENTE ZUR GLASDYNAMIK IN EINGESCHRÄNKTER GEOMETRIE

R. Zorn, D. Richter

*Institut für Festkörperforschung, Forschungszentrum Jülich,
D-52425 Jülich, Deutschland; E-mail: r.zorn@fz-juelich.de*

L. Hartmann, F. Kremer

Universität Leipzig, Institut für Experimentalphysik, D-04103 Leipzig, Deutschland

B. Frick

Insitut Laue-Langevin, B. P. 156, F-38042 Grenoble Cedex, Frankreich

Die Dynamik glasbildender Flüssigkeiten und Polymere in mesoskopischen „Confinements“ (1–10 nm) ist Gegenstand vieler neuerer Experimente und Computersimulationen. Hauptziel dieser Untersuchungen ist, zu klären, ob es eine sog. Kooperativitätslänge in dieser Größenordnung gibt, die für den Glasübergang charakteristisch ist. Der Einsatz inkohärenter inelastischer Neutronenstreuung zur Beobachtung dieser Dynamik weist einige Vorteile auf: molekulare Längenskala, Additivität der Effekte von Matrix und eingeschlossenem Material, „Markierung“ durch Protonen.

Die hier beschriebenen Experimente wurden an der glasbildenden Flüssigkeit Salol, eingeschlossen in mikroporösem Quarzglas (Porendurchmesser: 25–200 Å), durchgeführt. Um den für die Beobachtung von Glasdynamik erforderlichen dynamischen Bereich zu erfassen, wurden Flugzeitspektroskopie (IN6, ILL Grenoble) und Rückstreupektroskopie (IN16) kombiniert. Dabei wurde numerische Fouriertransformation eingesetzt, mit deren Hilfe sich die intermediäre Streufunktion $I(Q,t)$ im Bereich $t = 0.2\text{--}2000$ ps bestimmen läßt.

Die schnellste glasspezifische Dynamik, der sog. Boson-Peak (Schwingungsmoden bei ≈ 1 meV), zeigt einen deutlichen Effekt des Confinements: Die Moden bei niedrigsten Frequenzen werden stark unterdrückt. Erstaunlicherweise ist dieser Effekt sogar bei den höchsten Porengrößen noch zu beobachten.

Im intermediären Bereich des „Schnellen Prozesses“ (≈ 1 ps) zeigt sich nur ein geringer Einfluß.

Die inelastischen Neutronenstreuungsexperimente zur langsamen Glasdynamik (≈ 1 ns) bewegen sich am Rande des experimentell Möglichen. Sie bestätigen das allgemeine Resultat, daß die Relaxationszeitverteilung für das eingeschlossene Material verbreitert ist. Jedoch scheinen sie – im Gegensatz zu früheren Messungen mit Impedanzspektroskopie – im Mittelwert eine Verlangsamung der Dynamik im Confinement anzuzeigen.

Einfluß von Verformung und Wärmebehandlung auf die Gußtextur von γ -TiAl

H.-G. Brokmeier

Technische Universität Clausthal.

Institut für Werkstoffkunde und -technik

Außenstelle am GKSS Forschungszentrum Geesthacht GmbH

Geesthacht, Deutschland

Brokmeier@gkss.de

Die Entwicklung von Prozeßrouten zur Herstellung von Halbzeugen auf Basis von Titanaluminiden beginnt häufig mit dem Guß. Beim Guß entstehen typische Texturen, die zum einen die Gebrauchseigenschaften des Materials beeinflussen und zum zweiten für die Weiterverarbeitung von Bedeutung sind. Frühere Untersuchungen haben zum Beispiel gezeigt, daß die Wahl der Legierungselemente einen Einfluß auf die Texturentwicklung hat [1]. Die folgenden Untersuchungen wurden mit der Legierung Ti-47at.%Al-4at.%(Cr,Nb,Mn,Si,B) durchgeführt, deren Hauptphase das tetragonale γ -TiAl ist mit einem geringen Volumenanteil von hexagonalem α_2 -Ti₃Al. Zwei Aspekte standen im Mittelpunkt dieser Untersuchungen. Die Prozeßtemperatur für das Warmstrangpressen der Gußproben wurde auf 1250°C, 1300°C und 1380°C eingestellt. Für alle Proben betrug der Umformgrad 85%. Im Anschluß daran wurde eine Wärmebehandlung von 2h bei 1030°C mit einer Offenabkühlung durchgeführt.

Die Textur der einzelnen Probenzustände inklusive der Gußtextur wurde mittels Neutronen am Diffraktometer TEX-2 [2] bestimmt. Neutronen wurden aus zwei Gründen eingesetzt. Zum einen gewährleistet die Neutronenbeugung eine gute Kornstatistik auch im Falle der grobkörnigen Gußproben und zum zweiten werden die Reflexüberlagerungen zwischen den strukturell sehr ähnlichen γ -TiAl und α_2 -Ti₃Al minimiert. Die Auslöschung zahlreicher γ -TiAl Reflexe ist Neutronen spezifisch und begründet sich in den Streulängen von Ti und Al. Beim Primärguß bildet sich eine deutlich ausgeprägte $\langle 111 \rangle$ Fasertextur. Durch die uniaxiale Verformung beim Rundstrangpressen wird eine hochsymmetrische Textur erwartet, die sich auch mehr oder weniger deutlich einstellt. Besonders wichtig für die Diskussion der Materialeigenschaften ist die Tatsache, daß alle Behandlungen zu einer Abnahme der Textur geführt haben. Die Texturunterschiede, die für die unterschiedlichen Verformungstemperaturen festgestellt worden sind, spielen sich bei geringen Regelungsgraden ab. Für dieses Material bei diesen Verformungen und Wärmebehandlungen hat die Textur keinen Einfluß auf die Anisotropieeigenschaften.

[1] G. Bermig, J. Tobisch, H.-G. Brokmeier, K. Wurzwaller, Texture of uniaxial compressed two-phase titan-aluminides, *Materials Science Forum*, **133-136**, 555-560, 1993.

[2] H.-G. Brokmeier, U. Zink, R. Schnieber, B. Witassek, TEX-2, Texture Analysis at GKSS Research Center (Instrumentation and Application) in: *Texture and Anisotropy of Polycrystals* ed. R. Schwarzer, TTP Transtech Publications, Zürich, *Materials Science Forum* **273-275**, 277-282, 1998.

Zerstörungsfreie Texturanalyse von Matrix und Ausscheidungen einer AlCaZn Legierung

H.-G. Brokmeier^a, R.E. Bolmaro^b, S.P. Silveti^c, O.A. Villagra^c

^aTechnische Universität Clausthal.

Institut für Werkstoffkunde und -technik

Außenstelle am GKSS Forschungszentrum Geesthacht GmbH

Geesthacht, Deutschland

Brokmeier@gkss.de

^bFac. de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura. CONICET-UNR.

Instituto de Física Rosario

Rosario, Argentina

^cCiudad Universitaria

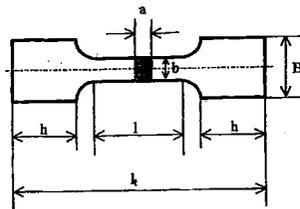
Fac. de Matemática, Astronomía y Física. UNC

Córdoba, Argentina

Die Texturuntersuchungen in AlCaZn Legierungen werden durchgeführt, um einen Beitrag zur Beschreibung der Superplastizität zu liefern. Es wird erwartet, daß im Falle von Korngrenzengleitung vermehrt unabhängige Kornrotationen stattfinden, die zu einer Abnahme der Texturschärfe führen. Neben dem Verhalten der Matrix kommt den Ausscheidungen eine besondere Bedeutung zu. Es ist bekannt, daß sich in AlCaZn bis zu 20% Ausscheidungen der tetragonalen Phase $Al_{4-x}CaZn_x$ bilden. Über die Rolle von Ausscheidungen insbesondere über den Einfluß von Ausscheidungsorientierungen wurde mangels experimenteller Ergebnisse viel diskutiert. Deshalb wurde im Rahmen einer umfangreichen Arbeit zur Texturteilung der AlCaZn Legierung in Abhängigkeit vom Verformungsgrad (13% bis 50%) und Wärmebehandlung (550°C 1h bis 80h) ein Meßverfahren zur zerstörungsfreien lokalen Texturbestimmung von Matrix und Ausscheidung getestet. Bei den Standardzugproben, mit den Maßen der abgebildeten Probenskizze, konnte im Kopfbereich der unverformte Zustand und im Mittelbereich der verformte Zustand gemessen werden. Zur Zeit sind Neutronen ohne Konkurrenz.

Probenskizze von AlCaZn Zugproben

| | | |
|-----|-------------------|--------|
| a- | Probendicke | 1.9 mm |
| b- | Probenbreite..... | 3.4mm |
| B- | Kopfbreite..... | 9.1mm |
| h- | Kopfhöhe..... | 9.7mm |
| l- | Meßlänge..... | 12.6mm |
| lt- | Gesamtlänge..... | 35.5mm |



Die Texturteilung der Al-Matrix entspricht in der Tendenz den Erwartungen. Die Textur nimmt mit zunehmender Verformung ab. Für die Temperaturbehandlung läßt sich feststellen, daß starke Texturänderungen der Textur des Ausgangsmaterials innerhalb von Wärmebehandlungszeiten von 1-2h auftreten während längere Temperungszeiten nur noch einen geringen Einfluß haben. Die Textur der $Al_{4-x}CaZn_x$ wurde an ersten Proben ermittelt. Die Meßzeiten sind deutlich länger als für die Matrix. Das überraschende experimentelle Ergebnis war eine sehr starke Regelung der Ausscheidungen, an deren Erklärung noch gearbeitet wird.

Neutronenbeugungsuntersuchungen bis 1000°C an dekadagonalen Quasikristallen

F.Frey¹, K.Hradil², M. de Boissieu³, A.Letoublon^{1,4}, E.Weidner¹ und G.McIntyre⁵

¹LMU, Institut für Kristallographie und Angewandte Mineralogie, München

²JM Universität, Institut für Mineralogie, Würzburg

³LTPCM, ENSEEG, St.Martin d'Herès, France

⁴Ames Laboratories, Ames, Iowa, USA

⁵ILL, Grenoble, France

E-mail: frey@yoda.kri.physik.uni-muenchen.de

Zur Klärung der komplexen (Fehl-) Ordnungszustände in dekadagonalen Quasikristallen wurde die diffuse Neutronenstreuung von $\text{Al}_{72}\text{Co}_{16}\text{Ni}_{12}$ -"Einkristallen" (Probenmaterial von Tsai, NIRIM, Sendai, Japan) am Gerät D10/ILL vermessen. Neutronenstreuuntersuchungen wurden komplementär zur (diffusen) Röntgenbeugung eingesetzt, um den relativen Einfluß der Übergangsmetallkomponenten Ni/Co zu kontrastieren, thermisch bedingte diffuse Streuung (mittels eines Analysators) zu separieren und - gegenüber Röntgenverfahren vergleichsweise einfache - in-situ Hochtemperaturuntersuchungen bis 1000°C durchführen zu können. Die Verfügbarkeit eines Flächendetektors erwies sich für die Aufnahme der diffusen Streuung als besonders vorteilhaft. Erste qualitative Ergebnisse geben Auskunft über das Verschwinden diffuser Schichtlinien (senkrecht zur ausgezeichneten dekadagonalen Achse = Richtung der Periodizität) und vom Verschwinden von überlagerter Nahordnungsmodulationen knapp 80°C unterhalb des Schmelzpunktes. Ein damit zusammenhängender Ordnungszustand kolumnarer Cluster löst sich somit erst bei sehr hohen Temperaturen auf. Dieser Vorgang ist reversibel mit einer Hysterese von rund 30°C. Weitere quantitative Analysen verschiedenster diffuser Streuanteile, insbesondere in den quasiperiodischen Ebenen, bedürfen spezieller Auswertprogramme, die gegenwärtig in Arbeit sind. Über Ergebnisse - vergleichend mit denen aus der Analyse diffuser Röntgen (Synchrotron-) Daten - wird berichtet.

Das Vorhaben wurde aus Mitteln der DFG unter Fr 747/13-2 gefördert.

γ' -PRECIPITATES DISSOLUTION IN Ni-BASE SUPERALLOY: IN SITU SANS INVESTIGATION

R. Gilles¹, P. Strunz^{2,3}, D. Mukherji⁴, A. Wiedenmann², J. Roesler⁴ and H. Fuess¹

¹ Technische Universität Darmstadt, Petersenstr. 23, 64287 Darmstadt, Germany

Mailing address: Technische Universität München, Neue Forschungs-Neutronenquelle, Reaktorstation, 85747 Garching, Germany; E-mail: rgilles@frm2.tum.de

² Hahn-Meitner Institut Berlin, Glienickerstr. 100, 14109 Berlin, Germany

³ Nuclear Physics Institute, 25068 Rez near Prague, Czech Republic

⁴ Technische Universität Braunschweig, Langer Kamp 8, 38106 Braunschweig, Germany

The γ' -phase morphology is an essential factor which determine the mechanical properties of the precipitate-hardened Ni-base superalloys. A harmful segregation of heavy elements (e.g. W, Mo, Re [1,2]) during solidification of the superalloy can only be eliminated by using a homogenizing heat treatment which needs to be carried out in the single phase (γ) field above the γ' solvus but below the solidus temperature. A precise knowledge of the temperature range of this narrow window (defined by the solvus and the solidus temperatures) is an important technological parameter.

Small-Angle Neutron Scattering (SANS) was employed for in-situ observation of the dissolution of precipitates in Re-rich superalloy [3]. As cast as well as heat treated samples were in situ examined using facility V4 at the Hahn-Meitner-Institut in Berlin, Germany, equipped with the high-temperature furnace. Temperature dependence of the relative volume fraction and the size distribution of smaller γ' precipitates, the specific surface of large inhomogeneities as well as some other parameters were determined from the 2D scattering curves.

In a certain temperature region above 1250°C, the scattering curve is formed by two contributions (from precipitates and from small islands of liquid phase) which complicates the determination of the temperature where all γ' precipitates are already dissolved. Nevertheless, a conclusion about the temperature at which the precipitates dissolve and about the temperature at which the incipient melting starts can be done [4,5].

The total scattering probability is suggested as the measure of the overall homogeneity of the distribution of elements in the sample. The temperature dependence of this parameter indicates the optimum solution procedure.

References

- [1] P. Caron, T. Khan, J. Mater. Sci. and Eng. **61** (1983) 173-184.
- [2] R. A. MacKay, M.V. Nathal, Acta Metall. Mater. **38** (1990) 993-1005.
- [3] R.J.R. Miller, S. Messoloras, R.J. Stewart & G. Kosterz, J. Appl. Cryst. **11** (1978) 583.
- [4] P. Strunz, D. Mukherji, R. Gilles, A. Wiedenmann, J. Roesler and H. Fuess, in preparation.
- [5] R. Gilles, D. Mukherji, P. Strunz, A. Wiedenmann, J. Roesler and H. Fuess, Journal of Materials Processing & Technology, submitted.

SANS - UNTERSUCHUNGEN ZU VERÄNDERUNGEN IN DER NANOSTRUKTUR VON HYDRATISIERENDEM TRICALCIUMSILICAT

F. Häußler¹⁾, S. Palzer¹⁾ und A. Eckart²⁾

¹⁾Universität Leipzig, Institut für Massivbau und Baustofftechnologie
Leipzig, Deutschland

²⁾Bauhaus-Universität Weimar, F.A. Finger-Institut für Baustoffkunde
Weimar, Deutschland

E-mail: haeuss@wifa.uni-leipzig.de

Aufgrund der masseprozentualen Zusammensetzung von Portlandzement (PZ) sind im hydratisierenden Zementstein die Calciumsilicathydrat-(C-S-H)-Phasen, welche infolge der Hydratation von Tricalciumsilicat (C_3S) und Dicalciumsilicat (C_2S) entstehen, die festigkeitsbestimmenden Hydratationsprodukte. Der weitaus größte Teil des hydratisierenden Zementsteins besteht aus Calciumsilicathydraten variabler Zusammensetzung, wobei der W/Z-Wert die Art der entstehenden C-S-H-Phasen beeinflusst. Das Calciumsilicathydrat (C-S-H-Phase) bildet eine poröse Struktur. Für ein Verständnis der Strukturbildungs- und -umwandlungsprozesse während der Hydratation sind Kenntnisse auch über die Nanostruktur der C-S-H-Phasen erforderlich. C_3S kann als Modellsubstanz zur Beschreibung der Entstehung der Haupthydratationsprodukte (C-S-H-Phasen) in hydratisierendem PZ verwendet werden. Obwohl hinsichtlich der Auswirkungen auf makroskopisch verfolgbare Zementsteineigenschaften der Einfluß von CO_2 auf die Zementsteinmorphologie unter dem Begriff Carbonatisierung hinlänglich bekannt ist, bedürfen die damit verbundenen Vorgänge im Nanometerbereich weiterer Untersuchungen.

Mit der Neutronenkleinwinkelstreuung (SANS) als ein zerstörungsfreies Verfahren hat man ein Instrumentarium zur Verfügung, welches die Morphologie in dem benötigten Größenbereich analysieren kann. Ein besonderer Vorteil für derartige Fragestellungen ist, daß Langzeituntersuchungen realisierbar sind, insbesondere auch wiederholte Messung an ein und derselben Probe.

Exemplarisch werden hier SANS-Studien an hydratisierenden C_3S -Proben mit unterschiedlicher Herstellung (Variation des CO_2 -Einflusses, des Probenalters und des Wasser-Zement-Wertes) beschrieben und diskutiert. Die Streukurven wurden mittels verschiedener Modellansätze (fraktale Strukturen, innere Oberflächen und Teilchengrößenverteilung) ausgewertet und interpretiert. H_2O und D_2O sind gezielt zur Veränderung des neutronenoptischen Kontrasts als Anmachwasser zur Hydratation eingesetzt worden.

Studium der Phasenseparation an geschmolzenen Ga-Tl Legierungen mit Neutronenstreuung

Th. Halm, J. Nomssi Nzali, W. Hoyer, R.P. May¹⁾ und W. Bionducci²⁾

Technische Universität Chemnitz, Institut für Physik 123402, D-09107 Chemnitz

E-mail: hoyer@physik.tu-chemnitz.de

¹⁾ Institut Laue-Langevin, PB 156, F-38042 Grenoble

²⁾ Laboratoire Leon Brillouin, C.E. de Saclay, F- 91191 Gif-sur-Yvette

Die strukturellen Änderungen von flüssigen Legierungen des Systems Ga-Tl, welches im flüssigen Zustand nur begrenzt mischbar ist, wurden mittels Neutronenweit- und kleinwinkelstreuung untersucht. Dazu wurde nach einer bis zu drei Tagen dauernden Homogenisierungsphase (die Proben wurden bei einer über der kritischen Temperatur $T_c=574^\circ\text{C}$ liegenden Temperatur gehalten) die Temperatur schrittweise hin zur Binodaltemperatur verringert und die Streuintensität gemessen.

Im Fall der Kleinwinkelstreuung (durchgeführt am D22, ILL Grenoble) war für die Proben mit 35, 40 (kritische Konzentration) und 45 at.% Tl ein deutliches Ansteigen der Streuintensität bei Annäherung an die Binodaltemperatur zu beobachten. Dies wird mit dem Anwachsen der Konzentrationsfluktuationen erklärt, die offenbar bei Temperaturen von ca. 55 K oberhalb von T_c bereits vorhanden sind und mit abnehmender Temperatur ansteigen. Bei einer Auftragung der inversen Intensität über das Quadrat des Impulsübertrages ergeben sich annähernd lineare Kurvenverläufe, aus denen sich eine Korrelationslänge (ein Maß für die Ausdehnung dieser Fluktuationen) ableiten läßt.

Die aus den Weitwinkelstreuexperimenten (ausgeführt am 7C2, LLB Saclay) gewonnenen Faber-Ziman Strukturformfaktoren zeigen hingegen keine signifikanten Änderungen im betrachteten Temperaturbereich, das heißt, die Nahordnung ändert sich nicht bei Annäherung der Temperatur an die kritische Temperatur.

Aus diesen Resultaten wird geschlußfolgert, daß bereits bei ca. 55 K oberhalb von T_c mikroentmischte Bereiche in der Schmelze vorhanden sind, die bei Annäherung an T_c wachsen, deren Nahordnung sich dabei aber nicht ändert.

TEXTUREN EXPERIMENTELL VERFORMTER HÄMATITERZE MIT MAGNETIT UND WÜSTIT

H. Siemes und B. Klingenberg

Institut für Mineralogie und Lagerstättenlehre, RWTH Aachen, 52056 Aachen

E. Jansen und W. Schäfer

Mineralogisch-Petrologisches Institut, Universität Bonn, 53115 Bonn

G. Dresen, E. Rybacki und M. Naumann

GeoForschungsZentrum Potsdam, 14473 Potsdam

E-mail: w.schaefer@fz-juelich.de

Aus Polfigurmessungen am Bonner Texturdiffraktometer SV7-b am FRJ-2 im FZ Jülich wurden an Erzen die Verformungstexturen der Mineralkomponenten Hämatit, Magnetit und Wüstit als Funktion unterschiedlicher experimenteller Verformungsbedingungen abgeleitet. Das Ausgangsmaterial war in Form zylindrischer Proben von 10 mm Durchmesser und 20 mm Länge präpariert. Die bei Temperaturen zwischen 700°C und 1100°C sowie Drucken bis 400 MPa verformten Proben wiesen bei Verformungsraten zwischen 10^{-4} und 10^{-6} s^{-1} Verformungen (strain) zwischen 0.8 und 21.7 % auf. Das bei den Verformungen benutzte Eisenjacket reagiert mit der Hämatitprobe zunächst zu Magnetit, das dann in Wüstit übergeht. Dank der ortsauflösenden Detektorausstattung des Texturdiffraktometers mit einer 2Θ -Abdeckung von ca. 50° wurden bei einer Wellenlänge von 1.20 \AA jeweils ca. 40 Reflexe aller Mineralkomponenten in einem einzigen Probenscan gleichzeitig erfasst. Mit dem Programm MENTEX von H. Schaeben wurden aus den Messdaten dreidimensionale Orientierungsdichten berechnet und mit modellierten Polfiguren verglichen.

Bei Stauchverformungen senkrecht zur Foliation ändern sich die in den unverformten Proben vorhandenen schwachen Hämatit-Ausgangstexturen nur unwesentlich. Bei Verformungen parallel zur Foliation entstehen drei deutlich unterschiedliche Texturmuster. Das Muster 1 kennzeichnet die dominante Wirksamkeit des $a\{110\}m\langle 1-10 \rangle$ -Gleitsystems. Das ab 800°C vorherrschende Muster 2 zeigt eine mit dem Basisgleitsystem $c(001)a\langle 110 \rangle$ verknüpfte Rotation. Das oberhalb 1000°C und kleinsten Verformungsraten erkennbare Muster 3 wird auf den zunehmenden Einfluß von Diffusionsprozessen zurückgeführt. Die Polfiguren der Wüstitkrusten zeigen eine $\langle 220 \rangle$ -Fasertextur mit einer schwächeren $\langle 100 \rangle$ -Komponente parallel zur Stauchrichtung. Die Magnetitkrusten zeigen ebenfalls die $\langle 220 \rangle$ -Fasertextur und eine bisher bei kubischen Mineralen nicht bekannte Komponente einer $\langle 111 \rangle$ -Fasertextur.

Danksagung: DFG-Projekt-Nr. Si209-27/1+2. BMBF-Förderung unter Projekt-Nr. KI5BO2-2.

RELAXATION AND DIFFUSION IN GLASS-FORMING METALLIC LIQUIDS

A. Meyer¹, S. Roth¹, H. Schober^{1,2}, W. Petry¹

¹*Physik-Department E13, Technische Universität München, 85747 Garching, Germany*

²*Institut Laue-Langevin, 38042 Grenoble, France*

Until recently cooling rates of $10^4 - 10^6$ K/s were necessary to obtain metallic glasses. Newly developed metallic glass forming alloys based on Pd, however, show critical cooling rates as low as 0.1K/s. This allows the casting of bulk metallic glass. Their glass forming ability is accompanied by a viscosity which is at their liquidus temperature 3-4 orders of magnitude higher than in simple metallic liquids at their melting points.

We present results of quasielastic neutron scattering experiments at the time-of-flight spectrometer IN6 (ILL) on $\text{Pd}_{43}\text{Ni}_{10}\text{Cu}_{27}\text{P}_{20}$ ($T_{liq}=863$ K). The conventional glass transition occurs at $T_g=578$ K. Using a wavelength of 5.1 \AA the signal is dominated by incoherent contributions from Ni (73%) and Cu (20%), as the first structure factor maximum occurs at $q_0=2.9 \text{ \AA}^{-1}$. The microscopic dynamics in the liquid phase are similar to that of other non metallic glass forming systems. The ps dynamics indicate a fast relaxation process in accordance with predictions by the mode-coupling theory. The long time decay of correlations can be well described by a Kohlrausch stretched exponential. The q -dependence of the structural relaxation times behaves as expected for the hydrodynamic limit. Hence, structural relaxation leads to a long range diffusion, from which a mean diffusivity for the Ni- and Cu- atoms can be calculated. The results are on a $10^{-10} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ scale — some two orders of magnitude smaller than in simple metallic liquids.

Phasonen in icosaedrischen AlPdMn Quasikristallen

W.Schweika, N. Shramchenko*, R. Caudron*, R. Bellissent*

Forschungszentrum Jülich

Institut für Festkörperforschung

52425 Jülich

w.schweika@fz-juelich.de

* *Laboratoire Leon-Brillouin Saclay*

AlPdMn Quasikristalle wachsen in außergewöhnlich guter struktureller Qualität, doch beobachtet man diffuse Streuung in der Umgebung von Braggreflexen, die auf Phasonen, also charakterischen Defekten quasikristalliner Strukturen, hinweisen. Nach der elastischen Theorie von Jaric und Nelson ist diese diffuse Streuung analog zur Huangstreuung proportional zu $1/q^2$. Drei Typen einer Phasoneninstabilität führen, so M. Widom, zu besonderen Anisotropien und starker diffuser Streuung, je nach Verhältnis der Phasonenkopplungskonstanten (K_1 und K_2).

Wir haben die elastisch diffuse Streuung eines AlPdMn Quasikristalls in einem weiten Temperaturbereich von R.T. bis 1023 K mit unterschiedlicher Auflösung an den Instrumenten DNS (Jülich), V2 (HMI) und 4F2 (LLB) gemessen, und die Wirkungsquerschnitte mittels Vanadium absolut bestimmt. Damit können im Prinzip die Phasonenkopplungskonstanten unabhängig bestimmt werden.

Die diffuse Streuung in der Umgebung der Braggreflexe zeigt die vorhergesagte charakteristische $1/q^2$ Abhängigkeit sowie eine deutliche Anisotropie, die durch Phasonenunordnung und den elastischen Eigenschaften des Quasikristalls gut beschrieben werden können. Terme proportional zu $1/q$, die auf Defekte mit Relaxationsvolumen schließen lassen könnten, wurden nicht beobachtet. Das Verhältnis der zwei relevanten Phasonkopplungskonstanten K_2/K_1 liegt relativ nahe zu einer Instabilität (face instability), bei der die Braggintensitäten verschwinden und die diffuse Streuung divergieren sollten. Die Zunahme der diffusen Streuung mit abnehmender Temperatur wird im Bild einer solchen weichen Phasonenmode diskutiert.

SANS-Untersuchung zur Ausscheidungshärtung von zweiphasigen γ -TiAl-Legierungen

P. Staron, U. Christoph, F. Appel, H. Clemens
*GKSS Forschungszentrum
Institut für Werkstofforschung
D-21502 Geesthacht
E-mail: Staron@gkss.de*

Zweiphasige Titanaluminid-Legierungen werden wegen ihrer geringen Dichte als Ersatzmaterial für Nickelbasis-Superlegierungen in einigen Hochtemperaturanwendungen im Flugzeugturbinebau betrachtet. Daher müssen ihre mechanischen Eigenschaften im Vergleich mit dem durch die Superlegierungen gesetzten hohen Standard bewertet werden. Bei einer geplanten Einsatztemperatur von 700° C sind die Festigkeit und Kriechfestigkeit der Titanaluminide zur Zeit noch niedriger als die der Superlegierungen. Um diesen Nachteil durch die Auslegung der Komponenten auszugleichen, wären relativ massive Komponenten erforderlich, was die Gewichtseinsparung reduzieren würde. Um dieses Problem zu lösen, wurde der Einfluß einer Mischkristall- und Ausscheidungshärtung auf die mechanischen Eigenschaften untersucht. Von den untersuchten Dotierungselementen scheint Kohlenstoff am vielversprechendsten zu sein, da er zu signifikanten Verbesserungen der Festigkeitseigenschaften führt.

Für diese Untersuchungen wurden Proben der Zusammensetzung Ti-48,5at%Al-0,4at%C hergestellt. Die gegossene Legierung wurde heißisostatisch gepreßt, um die Porosität zu reduzieren, und isotherm geschmiedet. Bei einer anschließenden Homogenisierungsbehandlung bei 1250° C liegt eine hohe Konzentration an gelöstem Kohlenstoff vor, durch nachfolgendes Abschrecken wird dieser Zustand eingefroren. Bei einer darauffolgenden Auslagerung für 24 h bei 750° C bildet sich eine Verteilung feiner Perowskit-Ausscheidungen, die als Gleithindernisse wirken und Versetzungsbewegungen effektiv behindern. Dieser Mechanismus führt zu einem hohen athermischen Beitrag zur Fließspannung, der zu einer deutlichen Steigerung der Hochtemperaturfestigkeit führt. Im Vergleich dazu ist die Kohlenstoff-Mischkristallhärtung im abgeschreckten Zustand weniger effektiv für die Materialhärtung.

Die Größenverteilung und der Volumenbruchteil der Ausscheidungen wurde mittels Neutronen-Kleinwinkelstreuung analysiert und mit den Ergebnissen von TEM-Untersuchungen verglichen. Im Hinblick auf die gewünschte Verbesserung der Kriechfestigkeit wurde die Stabilität dieser Ausscheidungsverteilung bei Langzeitauslagerung untersucht. Die Ergebnisse werden im Zusammenhang mit der Fließspannung und dem Kriechverhalten diskutiert.

STRUKTURUNTERSUCHUNGEN AN BESTRAHLTEN RUSSISCHEN REAKTORDRUCKBEHÄLTERSTÄHLEN MIT NEUTRONENKLEINWINKELSTREUUNG

A. Ulbricht¹, J. Böhmert¹, P. Strunz², C. Dewhurst³, M.-H. Mathon⁴

¹Forschungszentrum Rossendorf e.V., Institut für Sicherheitsforschung,

PF 51 01 19, 01314 Dresden, e-mail: A.Ulbricht@fz-rossendorf.de

²HMI Berlin, ³ILL Grenoble, ⁴LLB Saclay

Das Strahlenfeld schneller Neutronen in der Umgebung des Reaktorkernes bewirkt eine Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften des Druckbehälters. Der Effekt ist als Strahlenversprödung bekannt und besitzt, vor allem für die russischen Druckwasserreaktoren vom Typ WWER hohe sicherheitstechnische Relevanz. Die werkstoffstrukturellen Ursachen sind noch nicht ausreichend aufgeklärt. Da die strahlenbedingten Strukturänderungen im Nanometerbereich liegen, erweisen sich Kleinwinkelstreuexperimente als ein geeignetes Werkzeug zur besseren Aufklärung. Grundwerkstoff und Schweißgut verschiedener Chargen aus russischen Druckbehälterstählen vom Typ 15CrMoV2, 15CrNiMoV2 und 10CrMnNiMo wurden im russischen Prototypreaktor WWER-2 in Rheinsberg in Hochflußkanälen jeweils während eines Reaktorzyklus bis zu Fluenzen von 13×10^{19} n/cm² bestrahlt und anschließend mechanisch geprüft. Ein Teil des Bestrahlungsgutes wurde vor der Prüfung bei 475° C für 100 h ausgeheilt. Von den untersuchten Werkstoffen wurden an den Neutronenkleinwinkelversuchsanlagen im HMI Berlin, ILL Grenoble und LLB Saclay Kleinwinkelexperimente im Streuvektorbereich von 0,1 bis 3 nm⁻¹ durchgeführt. Die Kleinwinkelstreuintensität war in allen Fällen im Q-Bereich von 0,8 bis 3 nm⁻¹ im bestrahlten Zustand erhöht. Thermisches Ausheilen reduziert die Streuintensität wieder. Dem Kleinwinkelstreuereffekt ist ein winkelunabhängiger Streubetrag überlagert, der auf jeden Fall bei der weiteren Analyse zu berücksichtigen ist. Im bestrahlten Zustand liefern die Fouriertransformationen der Streukurven ein ausgeprägtes Maximum in der Größenverteilung der Strukturinhomogenitäten mit einem Radius von 1 bis 2 nm. Ihr Volumengehalt ist abhängig von der Zusammensetzung der Stähle und steigt mit der Neutronenfluenz. Bestimmt werden Werte zwischen 0,1 und 0,7 vol.%. Die Größe dieser Strahlendefekte wird nicht beeinflusst durch die Parameter des Strahlenfeldes innerhalb der hier untersuchten Variationsbreite. Ein Vergleich der Streukurven mit magnetischen und nuklearen Streukontrast zeigt, dass die durch Bestrahlung gebildeten Defekte von unterschiedlichem Typ sein müssen. Diese Unterschiede sind interpretierbar, wenn den Defekten unterschiedliche Zusammensetzungen zugrunde gelegt werden. Die Ausheilbehandlung bewirkt je nach Defektyp einen vollständigen oder partiellen Abbau der Bestrahlungsdefekte. Wachstumsprozesse werden nicht beobachtet.

MODELLIERUNG ELASTISCHER GESTEINS- EIGENSCHAFTEN AUS DEN MINERALTEXTUREN UND VERGLEICH MIT EXPERIMENTELLEN ERGEBNISSEN

K. Ullemeyer¹, S. Siegesmund² und P.N.J. Rasolofosaon³

¹ *Universität Freiburg, Geologisches Institut, Freiburg*

E-mail: kulleme@gwdg.de

² *Universität Göttingen, Institut für Geologie und Dynamik der Lithosphäre, Göttingen*

³ *Institut Français du Pétrole, Geophysics Department, Rueil Malmaison, France*

Reflexions- und refraktionsseismische Messungen sind unentbehrliche Methoden zur Aufklärung von Strukturen in der tieferen Erdkruste. Für das Verständnis seismischer Reflektoren, die auf Kontraste in den akustischen Eigenschaften zurückgehen, sind Informationen zu den elastischen Eigenschaften der vorherrschenden Gesteinstypen unerlässlich. Die elastischen Gesteinseigenschaften sind unterschiedlich anisotrop und hängen vor allem von der Gesteinszusammensetzung, den Mineraltexturen (und damit auch von den elastischen Mineralensoren) und dem Rißgefüge (Porosität) ab. Während dem Rißgefüge in der oberen Kruste noch erhebliche Bedeutung zugemessen wird, werden die elastischen Gesteinseigenschaften in größeren Tiefen vermutlich nur von den Texturen bestimmt (Siegesmund 1996) und sollten demzufolge in guter Näherung aus Texturmessungen modellierbar sein.

Vom zentralen Teil des TRANSALP reflexionsseismischen Profils durch die Ostalpen wurden an den wichtigsten Gesteinstypen (bisher 5 Proben) mittels Neutronenstreuung die Mineraltexturen bestimmt und daraus die Kompressionswellengeschwindigkeit V_p der Probe und deren Anisotropie berechnet. Im Vergleich zu experimentellen V_p - Bestimmungen bei einem Umschließungsdruck von $P_{conf} = 200$ MPa (entsprechend 6-7 km Krustentiefe) sind die mittleren Geschwindigkeiten geringfügig höher, die Anisotropie der V_p - Verteilungen liegt zwischen 2% - 9% (5% - 16% bei $P_{conf} = 200$ MPa). Unter Annahme realistischer Lagerungsbedingungen und unter Berücksichtigung der Anisotropie berechnete Reflexionskoeffizienten an lithologischen Grenzflächen können nicht größer werden als $R_c = 0.15$. Diese geringe Reflektivität erklärt nicht starke Reflektoren in den seismischen Profilen. Es muß geschlossen werden, daß bisher nicht berücksichtigte Faktoren eine bedeutende Rolle spielen oder die Modellannahmen zur Bestimmung der Reflektivität der Erdkruste einer wesentlichen Verbesserung bedürfen.

Siegesmund, S., 1996, Geotektonische Forschungen 85, 1-123.

Schriften des Forschungszentrums Jülich. Reihe Materie und Material:

1. Physik der Nanostrukturen

Vorlesungsmanuskripte des 29. IFF-Ferienkurses vom 9. bis 20.3.1998
(1998), ca. 1000 Seiten
ISBN 3-89336-217-7

2. Magnetische Schichtsysteme

Vorlesungsmanuskripte des 30. IFF-Ferienkurses vom 1. bis 12.3.1999
(1999), ca. 1300 Seiten, zahlreiche z.T. farb. Abb.
ISBN 3-89336-235-5

3. Femtosekunden und Nano-eV: Dynamik in kondensierter Materie

Vorlesungsmanuskripte des 31. IFF-Ferienkurses vom 13. bis 24.3.2000
(2000), ca. 1000 Seiten, zahlreiche z. T. farb. Abb.
ISBN 3-89336-205-3 (Hardcover)

4. Massenspektrometrische Verfahren der Elementspurenanalyse

Kurzfassungen der Vorträge und Poster des 5. Symposiums und des 12. ICP-MS-
Anwendertreffens vom 18. bis 21. September 2000 in Jülich
zusammengestellt von H.-J. Dietze, J. S. Becker (2000), xvi, 109 Seiten
ISBN 3-89336-267-3

5. Neutron Scattering

Lectures of the Laboratory Course
held at the Forschungszentrum Jülich from 26 September to 6 October 2000
herausgegeben von Th. Brückel, G. Heger, D. Richter (2000), 382 Seiten
ISBN 3-89336-269-X

6. Baryon Excitations

Lectures of the COSY Workshop
held at the Forschungszentrum Jülich from 2 to 3 May 2000
edited by T. Barnes and H.-P. Morsch (2000), 203 pages
ISBN 3-89336-273-8

7. Neue Materialien für die Informationstechnik

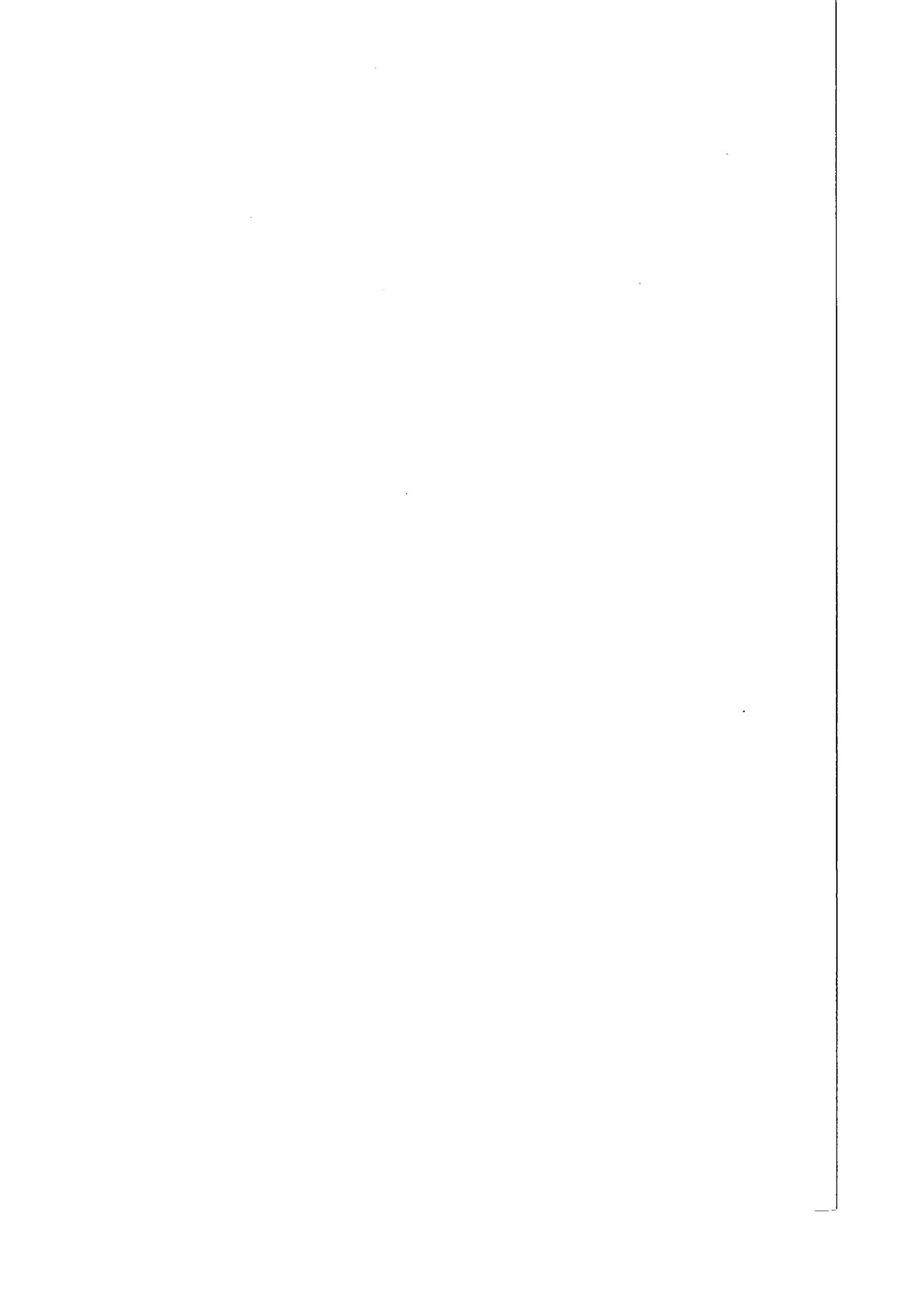
Vorlesungsmanuskripte des 32. IFF-Ferienkurses vom 05. bis 16.03.2001
herausgegeben von R. Waser (2001), ca. 1200 Seiten, zahlreiche z. T. farb. Abb.
ISBN 3-89336-279-7

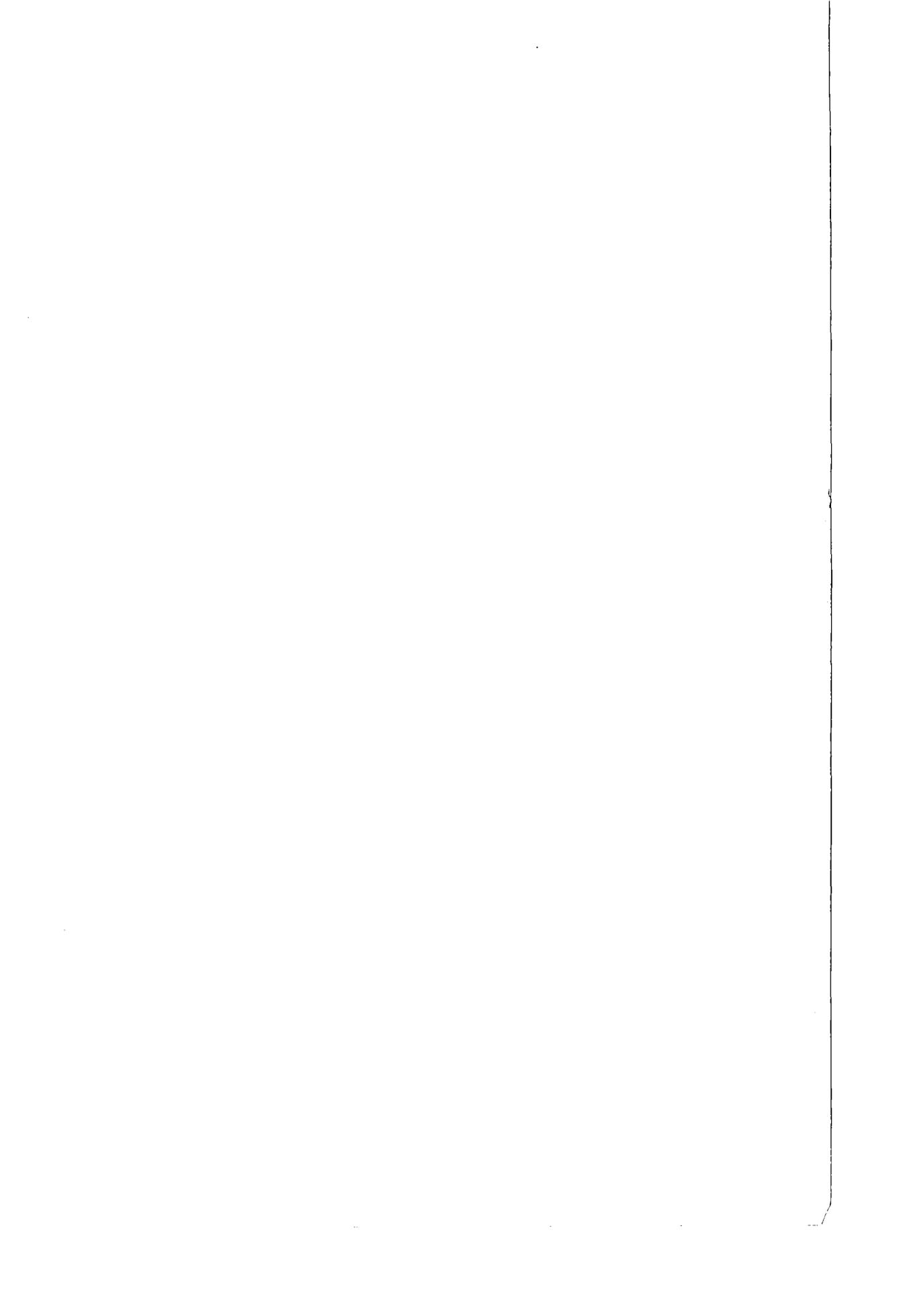
8. Deutsche Neutronenstreutagung 2001

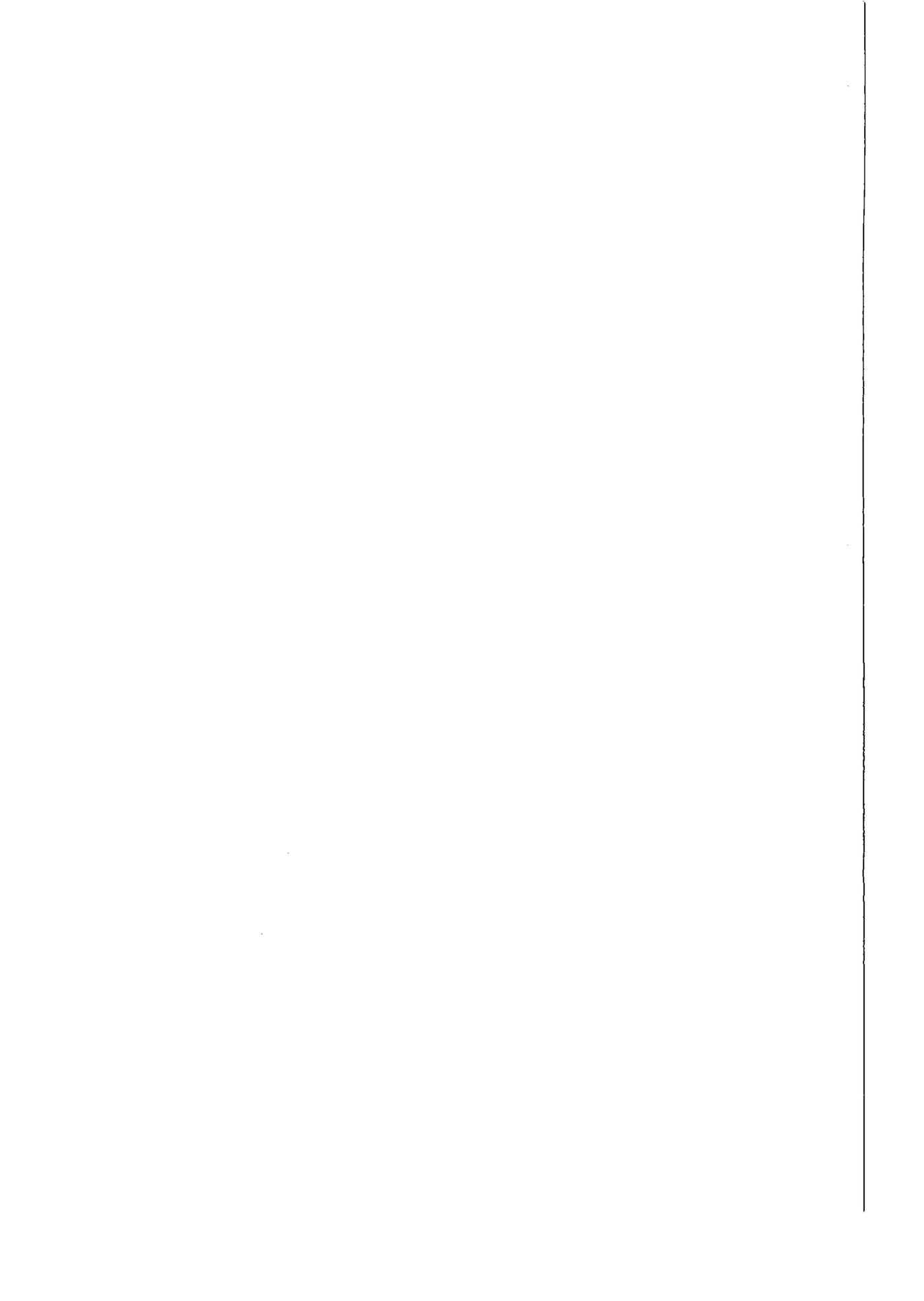
Kurzfassungen der Vorträge und Poster der

Deutschen Neutronenstreutagung 2001 vom 19. bis 21. Februar 2001 in Jülich
zusammengestellt von Th. Brückel (2001), ca. 180 Seiten

ISBN 3-89336-280-0







Forschungszentrum Jülich



Band / Volume 8
ISBN 3-89336-280-0

Materie und Material
Matter and Materials