

Vorläufiger Projektbericht

Das neue Flat-Cone-Diffraktometer

Ein Prototyp für eine neuen Generation

von Neutronen-Diffraktometern

Dr. Jens-Uwe Hoffmann

Ausführender Projektleiter und leitender Instrumentverantwortlicher

Ein Gemeinschaftsprojekt des Helmholtz Zentrum Berlin für Materialien und Energie (HZB, ehem. HMI Berlin) und der Universität Tübingen, gefördert durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF).

Entwurf vom 9. September 2013

Zusammenfassung

Nach über einem viertel Jahrhundert des erfolgreichen Betriebs des Flat-Cone-Diffraktometer E2 am Forschungsreaktor BER II des Hahn-Meitner-Instituts (HMI jetzt HZB¹) wurde im Jahr 2004 ein technische Erneuerung notwendig. Dies wurde zum Anlass genommen den Umbau als Prototyp für das Erneuerungsprogramm der Neutronenstreulinstrumente am BER II zu nutzen.

Durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) wurden Drittmittelgelder im Rahmen der Großgeräteförderung für die Erneuerung des Detektorsystems des Flat-Cone-Diffraktometers E2 der Universität Tübingen² zur Verfügung gestellt. Mit einer zusätzlichen finanziellen und personellen Unterstützung des HZB ist es gelungen das Instrument technisch und wissenschaftlich auf einem hohen Niveau zu modernisieren.

Das Ziel der Modernisierung waren u.a. die vollständige 3-dimensionale Erfassung von Bragg-Reflexen und die effiziente Messung von Pulver-Proben. Dabei stand die Untersuchung von diffusen Streuphänomenen (auf Empfehlung des KFN³) im Vordergrund. Industrielle Anwendungen, wie z.B. Texturanalyse, sind weitere Anwendungsgebiete des neuen Instruments.

Es wurden vier 30 cm × 30 cm große 2-dimensionale Delaylinedetektoren (PSDs) der Firma *DENEX* installiert, welche sich innerhalb des Gehäuses entlang einer Kreisbahn frei positionieren lassen. In Zusammenarbeit mit der Herstellerfirma konnten die Detektorrahmen minimiert werden, so dass die „blinden“ Bereiche zwischen den Detektoren gering im Vergleich zur eigentlichen Detektorflächen sind. Mit nur zwei Positionen des Detektorsystems lässt sich die ganze Streuebene untersuchen.

In nur drei Jahren von der Projektierung über die Konstruktion und Fertigung, hin zum Aufbau des Instruments in der Experimentierhalle des HZB, wurden zusätzlich noch andere Umbaumaßnahmen durchgeführt. Es wurden u.a. die gesamte Elektronik, ein Großteil der Software und der gesamte Pneumatik-„Tanzboden“ erneuert. Dabei wurden die neusten verfügbaren Komponenten verwendet um so neue Standards innerhalb des Zentrums zu etablieren, welche auch an internationale Standards gekoppelt sind (z.B. das international verwendete Datenformat *NeXus*^{HDF5}).

Mit dem Ende der BMBF-Förderung im März 2007 waren praktisch alle nötigen Erneuerungsarbeiten am neuen Flat-Cone-Diffraktometer E2 abgeschlossen. Mit der vollständigen Inbetriebnahme steht deutschen und internationalen Wissenschaftlern ein einzigartiges und leistungsstarkes Diffraktometer zur Verfügung.

In einer Instrumentbegutachtung im Jahr 2013 wurde das E2 von einem

¹Das Hahn-Meitner Institut und die BESSY GmbH wurden 2009 zum Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie (HZB) zusammengeschlossen und ist Mitglied des Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungszentren e.V..

²Die Universität Tübingen war bis 2012 Eigentümer und Betreiber des Flat-Cone Diffraktometers E2.

³Das Komitee Forschung mit Neutronen (KFN) vertritt, laut Satzung, alle Wissenschaftler in der Bundesrepublik Deutschland, die mit Neutronen arbeiten oder die der Forschung mit Neutronen nahestehen.

unabhängigen Expertengremium als einzigartiges Spitzengerät bewertet.

Es folgten Optimierungen zur Reduzierung der Untergrundstrahlung (u.a. elektrisch verstellbare Blende) und die Verbesserung der Auswertesoftware. Zusätzlich wurde eine Neutronen-Kamera installiert.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Entstehungsgeschichte	1
1.1.1	1982-1997	1
1.1.2	1998-2003	2
1.1.3	2004-2012	2
1.1.4	Finanzierung	3
1.2	Nutzung	3
1.3	Das E2 im internationalen Vergleich	4
1.4	Wissenschaftliche Hintergrund	5
1.5	Ausblick	8
2	Mechanische Komponenten	9
2.1	Strahlführung	9
2.1.1	Kollimatoren in der Burg	9
2.1.2	Monochromator	10
2.1.3	Blendensystem und Sekundär-Shutter	10
2.2	Pneumatik	12
2.2.1	Probentisch	12
2.2.2	Luftkissenfüße	12
2.2.3	Tanzboden	14
2.2.4	Positioniersystem	14
2.3	Gehäuse	15
2.3.1	Radialkollimator	16
2.3.2	Abschirmung	18
2.3.3	Montageöffnungen	18
2.3.4	Translation der Detektorbank	18
2.3.5	Positionierung und Halterung der Detektoren	20
3	Instrumentelektronik	23
3.1	Detektorsystem	23
3.1.1	Der neue Ansatz	23
3.1.2	Planung des Detektorsystems	25
3.1.3	DENEX Flächendetektoren	26
3.2	Zählerkarten	29
3.2.1	Dubna-Karte	29
3.2.2	PXI-System von National Instrument	30
3.3	Motorsteuerung	31
3.3.1	Übersicht	31
3.3.2	Standard Steuerung ST222	33
3.3.3	Embedded Software	36
3.3.4	Hochleistungssteuerung ST224	36
3.3.5	SSI Umsetzer	38
3.3.6	Resolverkarte	38

3.4	Computersysteme	39
3.4.1	Übersicht	39
3.4.2	Ethernet - LAN	39
3.5	Stromversorgung	40
4	Software	41
4.1	Infrastruktur	41
4.2	Datenmengen und -formate	42
4.2.1	Primärformate	43
4.2.2	Standard- und Archivformate: NeXus	43
4.2.3	Nutzformate	45
4.3	Instrumentsteuerungssoftware CARESS	45
4.4	Datensammler	46
4.4.1	Grundidee	46
4.4.2	Umsetzung	48
4.4.3	Dateiformate	49
4.5	Konfigurationsprogramm	49
4.6	Auswertesoftware TVneXus	51
4.6.1	Der Vorgänger - TVtueb	52
4.6.2	Übersicht über TVneXus	53
4.6.3	Basis-Programm	54
4.6.4	Visualisierung	55
4.6.5	Mausinteraktion	55
4.6.6	Berechnungen/Analysefunktionen	55
4.6.7	Export Möglichkeiten	56
4.6.8	Modellierung von magnetisch diffuser Streuung	57
4.6.9	Fehlordnungsstreuung	59
4.6.10	Berechnung Eis-Streuung mit GPUs	59
5	Flat-Cone-Technik	61
5.1	Flat-Cone-Geometrie	61
5.1.1	Messung von Pulverproben	63
5.1.2	Messung von Einkristallen	63
5.2	Umsetzung	64
5.3	Technische Erweiterung	65
6	Energieanalyse Option	67
7	Messbetrieb	71
7.1	Instrumentparameter	71
7.2	Neutronenkamera	71
7.3	Web-Cam	71

Kapitel 1

Einleitung

1.1 Entstehungsgeschichte

1.1.1 1982-1997

Anfang der 1980er Jahre wurde am Institut für Kristallographie der Universität Tübingen um Prof. Wolfram Prandl und Prof. Dietmar Hohlwein ein Konzept für ein vollkommen neuartiges Neutronenstreulinstrument entwickelt [HKK⁺83] [HKP⁺84] [HHP86]. Das sogenannte Flat-Cone-Diffraktometer basiert auf der aus der Röntgenstreuung bekannten *Weissenberg*geometrie [Bue42]. Dabei ist es möglich höhere Streuebenen in einem Einkristall zu vermessen. In Kapitel 5 wird die Flat-Cone Technik kurz umrissen.

80ziger Jahre



2006



Abbildung 1.1: Das Flat-Cone-Diffraktometer der 80er Jahre hat noch keinen Radialkollimator. Rechts daneben der neue E2 Aufbau in einem frühen Stadium des Umbaus.

So wurde das Flat-Cone-Diffraktometer E2 1982 mit „Verbundforschungsförderung“ durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) am Forschungsreaktor *BER II* des Hahn-Meitner-Instituts Berlin (heute HZB⁴) als ein Pulver- und Einkristalldiffraktometer mit Lineardetektor erbaut und im Rahmen des Berlin Neutron Scattering Center (BENSC⁵) in Zusammenarbeit mit der Universität Tübingen betrieben (siehe Abb. 1.1).

Das wissenschaftlichen Tätigkeitsfeld war vor allem die Untersuchung von komplexen magnetischen und strukturellen Ordnung in Pulverproben.

⁴Das Hahn-Meitner Institut und die BESSY GmbH wurden 2009 zum Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie (HZB) zusammengeschlossen und ist Mitglied des Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungszentren e.V..

⁵Das Berlin Neutronen Scattering Center (BENSC) wurde 2009 in die Nutzerplattform des HZB eingliedert und existiert seit dem nicht mehr als Markenname.

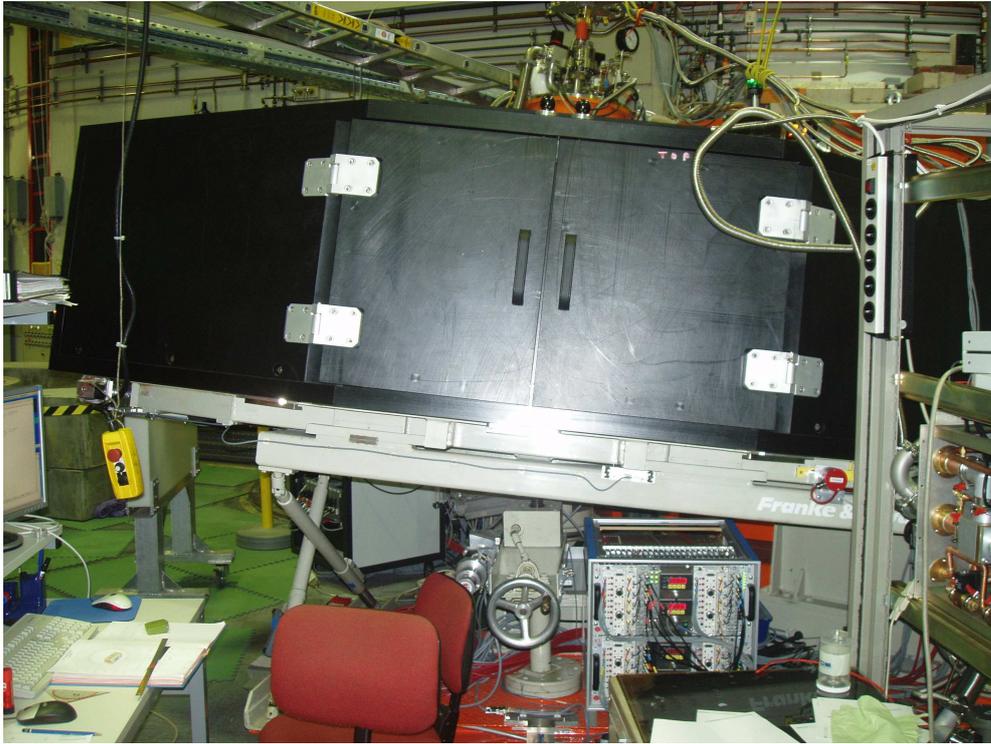


Abbildung 1.2: Das Flat-Cone-Diffractometer im Einsatz (2012).

1.1.2 1998-2003

In diesem Zeitraum wurde durch Dr. Jens-Uwe Hoffmann und Dr. Rainer Schneider das Gerät thematisch weg von der Pulverstrukturanalyse, hin zu einem nahezu reinen Einkristall-Diffraktometer geführt. Das neue Interessensfeld war die magnetische diffuse Streuung in Manganiten und Seltenerdmetallen (in Zusammenarbeit mit der Universität Dresden). Die beiden Wissenschaftler entwickelten eine neue Programm-Plattform (*TVtueb*, Abs. 4.6.1) zur Modellierung diffuser Streumuster in magnetischen Materialien mittels eines Mean-Field-Theorie Ansatzes. In Zusammenarbeit mit der Ludwig-Maximilians-Universität München (LMU), wurde die Software um ein Modul zur Modellierung von strukturellen Unordnungsphänomenen erweitert. Eine neue Möglichkeit des Gerätes war die Kombination der Flat-Cone-Technik (vgl. Abs. 5) mit einem Magnetfeld am Probenort von bis zu 5 T, insbesondere für die Anwendung bei magnetischer diffuser Streuung und komplexen magnetischen Überstrukturen.

Von Prof. Hohlwein wurden Drittmittel vom BMBF für einen neuen fokussierenden PG Monochromator (Fluss wurde um einen Faktor von 2,5 erhöht) eingeworben.

1.1.3 2004-2012

Im Jahr 2004 begann die Universität Tübingen unter der Projektführung von Dr. Jens-Uwe Hoffmann mit der Modernisierung des Flat-Cone Diffractometers E2, mit Unterstützung des BMBF und des HZB. Die wichtigste Inve-

stitution war ein neues 2D-Detektor-System, bestehend aus vier $300 \times 300 \text{ mm}^2$ Flächen-Detektoren welche sich auf einem Schienensystem im inneren der Detektorabschirmung bewegen kann. Weitere Neuerungen waren die Möglichkeit die Kippung des Dektorsystem entsprechend der Flat-Cone-Geometrie computergesteuert zu betreiben und der Austausch aller Motoren und elektronischen Komponenten, sowie die Erneuerung des Tanzbodens für die Luftkissenfüße, die eine Bewegung des ganzen Detektorsystems erlauben.

Ein zentraler Aspekt war die Entwicklung eines neuen Scan- und Datenanalyse-Konzeptes. Die neue Generation von Neutroneninstrumenten verwendet das *NeXus*⁶ Dateiformat für einen einfachen Datenaustausch und zur Archivierung. Die neue Software *TVneXus* (vgl. Abs. 4.6) ist in der Lage die Daten parallel zu verarbeiten, teilweise in Kombination mit GPUs⁷.

Nach der Schließung des Instituts für Kristallographie der Universität Tübingen, setzte das Institut für Angewandte Physik (Uni. Tübingen) die E2 Aktivität bis 2012 fort und übertrug danach das Instrument vollständig an das Helmholtz Zentrum Berlin.

1.1.4 Finanzierung

Im Zeitraum bis 2004 wurden der Betrieb als „Verbundforschung“ durch die Uni. Tübingen vom BMBF⁸ finanziert. Ab 2004 wurden durch eine Veränderung der Fördervoraussetzung nur noch Neuentwicklungen zugelassen. Es gelang mit einem überzeugenden Konzept dennoch für das Upgrade Programm im Zeitraum von 2004 bis 2007 Fördergelder in einer Höhe von 300000€ vom BMBF einzuwerben. Die zweite Hälfte der Investitionen wurde durch das HMI/HZB bereit gestellt. Es wurden auch die vorhandene Infrastruktur (Werkstätten usw.) des HMI zur Verfügung gestellt. Zusätzlich wurde, im Rahmen des Prototyp-Projekts auch Tanzboden, Instrumentrechner und Schrittmotorsteuerung finanziert.

Insgesamt wurden im Zeitraum von 2004 bis 2012 für die „Erneuerung des Flat-Cone-Diffraktometer“ fast 1 Million Euro (Personal und Investitionen) ausgegeben.

1.2 Nutzung

Die Messzeit wird zurzeit zu 50% durch Eigenforschung des HZBs und 50% durch BENSCH (vergeben durch einen Nutzerausschuss) genutzt. Es existiert eine größere Nachfrage nach Messzeit als vergeben werden kann (siehe Tab. 1.1).

Die Nutzungsart hat sich durch das Setzen neuer Schwerpunkt auf Einkristallmessungen seitens der Instrumentverantwortlichen in den letzten Jahren gewandelt. Zuvor wurden vor allem Pulverproben untersucht (mittlere Auflösung bei hoher Intensität). Dieser Messbedarf wurde durch die Inbetriebnahme des

⁶Vergleiche Abschnitt 4.2.2 und die Web-Seite: www.nexusformat.org

⁷Grafikprozessor (englisch Graphics Processing Unit) - GPU ist optimal zu Berechnung von Matrixsystemen durch Aufteilung (Parallelisierung) auf viele Rechenkerne.

⁸Bundesministerium für Bildung und Forschung

<i>cycle</i>	<i>Request (days)</i>	<i>load factor</i>	<i>Proposals (total)</i>	<i>Proposals (Germany)</i>	<i>Proposals (EU)</i>	<i>Proposals (others)</i>
2013 I	42	0.64	5	1	1	3
2012 II	no proposal round					
2012 I	84	1.04	12	3	4	5
2011 II	no proposal round					
2011 I	33	1.22	4	2	1	1
2010 II	52	1.68	8	3	0	5
2010 I	56	1.00	8	2	3	3
2009 II	33	0.85	5	2	1	2
2009 I	55	1.49	9	3	3	3
2008 II	90	1.88	14	4	5	5
2008 I	51	3.40	8	3	3	2
2007 II	15	1.36	3	0	2	1
2007 I	58	2.42	8	3	3	2
2006 II	84	6.46	11	3	7	2
2006 I	59	1.97	10	4	3	3
Average	54.77	1.98	8.08	2.54(31.4%)	2.77(34.3%)	2.85(35.3%)

Tabelle 1.1: Nutzung des Flat-Cone Diffraktometer E2 durch externe Nutzer.

Pulver-Diffraktometers FIREPOD (E9) und der Spezialisierung des Diffraktometers E6 auf einfache Strukturverfeinerung kompensiert. Der Messzeitanteil von Pulverproben am E2 ist weit unter 10% gesunken.

1.3 Das E2 im internationalen Vergleich

Der Marktwert des Flat-Cone-Diffraktometers lässt sich am ehesten mit Instrumenten vergleichen, die sowohl für Pulver- als auch für Einkristallmessungen eingesetzt werden. Konkurrenzfähige Pulverinstrumente mit einer mittleren Auflösungsqualität in Europa sind das *D1B* am *ILL*, das Diffraktometer *G4-1* am *LLB* und das Instrument *DMC* am *SINQ*. Alle Instrumente werden hauptsächlich für Pulverproben verwendet. In der Tabelle 1.2 sind die Eigenschaften aufgelistet.

	D1B (ILL)	G4-1 (LLB)	DMC (SINQ)	E2 (HMI)
Max flux (2.4 Å)	6.5E6 $\frac{n}{cm^2s}$	4E6 $\frac{n}{cm^2s}$	Not specified	2E6 $\frac{n}{cm^2s}$
Det. solid angle	0.12 sterad	0.12 sterad	0.12 sterad	0.16 sterad
Detector efficiency	60%	50-60%*	50-60%*	90%
Focus at sample	5x2 cm^2	5x1 cm^2	Not specified	4x2 cm^2
Q_n -factor	3-4	1.5		1

Tabelle 1.2: Vergleich von anderen Instrumenten mit dem Flat-Cone-Diffraktometer. Dabei ist Q_n der normalisierte Faktor für $Q=1$ vom E2. Einträge, die mit * gekennzeichnet sind, sind Schätzungen.

In der Vergangenheit war die Flat-Cone-Technik mit Lineardetektor einzigartig im Bereich der Neutronenstreuung. Ein ähnliches Diffraktometer wurde am *High Flux Isotope Reactor* (HFIR, USA) am *ORNL* installiert.

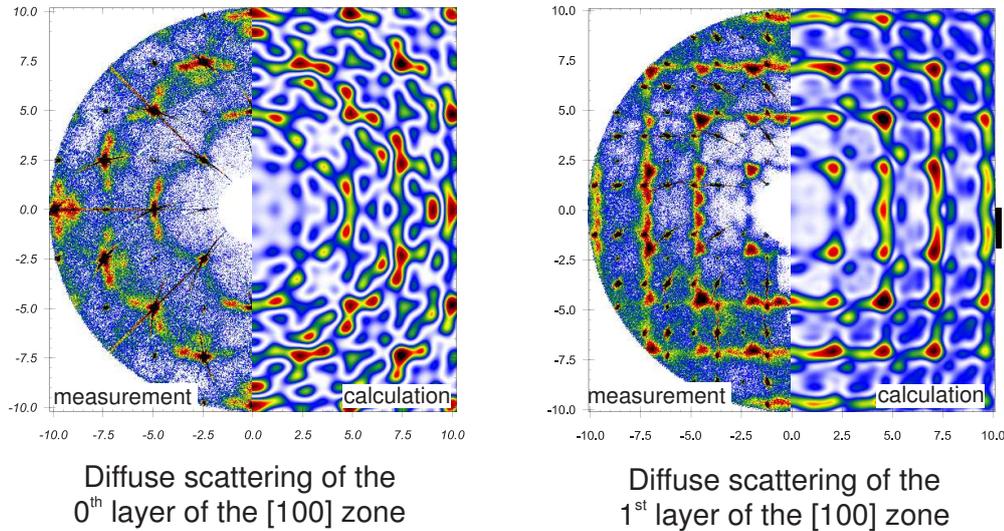


Abbildung 1.3: Messung der strukturellen diffusen Neutronenstreuung in Zirkonia, welches in λ -Sonden Anwendung findet und deren Anpassungen an eine Theorie.

1.4 Wissenschaftliche Hintergrund

Das Flat-Cone Diffraktometer ist darauf spezialisiert komplexe Nahordnungsphänomene in Einkristallen zu untersuchen und in-situ Experimente durchzuführen. Die Wellenlänge von $\lambda = 2.4 \text{ \AA}$ ist optimal für die magnetische Streuuntersuchungen bei Temperaturen bis 30 mK und Magnetfeldern bis zu 6 T für aktuelle wissenschaftliche Themen. Mit der Computer gesteuerten Flat-Cone-Option in Kombination mit der Höheninformation der 2D-Detektor ist es möglich, eine breite Schicht des dreidimensionalen reziproken Raum abzurastrern. Der Einsatz von hochaufgelösten Detektoren hat die Ergebnisse erheblich verbessert. Die Hilfestellung bei der Auswertung von komplexen Datensätzen gewinnt für Messgäste immer mehr an Bedeutung.

Das wissenschaftlichen Interessen konzentriert sich zunehmend auf Materialien, die von Natur aus Untergitter- oder diffuse Streuung zeigen. Diese Arten von Streuung ist sehr schwach und benötigt langen Messzeiten bei einem Instrument mit sehr niedriger Hintergrundstreuung. Die zeitaufwendige Datenanalyse wird durch langfristige Kooperationen (Uni. Tübingen, TU Dresden, MLU München, Uni. Bonn, Nation Lab Ames / USA, und MPI Dresden) und ergänzende Aktivitäten mit Synchrotronstrahlung unterstützt. Dabei ist das zur Verfügung stellen von geeigneter Software wie *TVtueb* [HSRH99] [SHH01] und dessen Nachfolger *TVneXus* (vgl. Kap. 4.6) von besonderer Bedeutung. Die Zusammenarbeit mit anderen Zentren der Helmholtzgemeinschaft ist bei der Entwicklung neuer Analyse-Techniken und die Umsetzung einer höheren Performance für die Modellierung/Analyse wichtig. Dazu vertritt Herr Dr. Jens-Uwe Hoffmann das HZB in der sonderfinanzierten Gruppe PNI-HDRI⁹.

Bei Eigenforschungsaktivitäten und der Zusammenarbeit mit Partnern aus

⁹PNI-HDRI steht für High Data Rate Initiative der Photonen- Neutronen- und Ionenquellen der Helmholtz-Gemeinschaft

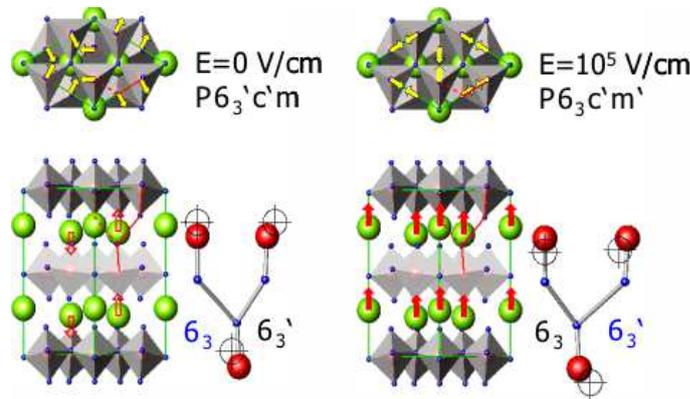


Abbildung 1.4: Strukturelle Erklärung zum Schalten der ferromagnetischen Ordnung durch ein elektrisches Feld in HoMnO_3 . [LLA⁺04]

dem neuen Virtuellen Instituts der Helmholtz-Gemeinschaft stehen neuartige Materialien mit komplexer Ordnung und Wechselwirkung zwischen mehreren konkurrierenden Komponenten¹⁰ im Vordergrund. Sie stellen eine besondere Herausforderung dar, zu dessen Realisierung das E2 entwickelt wurde. Der direkte Zugang zu Nahordnungs- und konkurrierende/topologischen Phasen, die Kombination von neuen Analysemethoden mit voller 3D-Informationen aus Neutronen und Röntgenstrahlenexperimenten ermöglicht es erhebliche Fortschritte auf diesem Gebiet zu machen. Das E2 ist eines der wenigen Instrumente weltweit, wo diese Untersuchungen durchgeführt werden können.

Beispiele für die Anwendungen des E2 sind

1. Schnelle Ionenleiter und Batterie-Materialien:

Ionische Wechselwirkungen zwischen der Ladungsträger führen zu komplexen kurzreichweitig geordnete Strukturen, die Funktionalität und das Lade-Entlade-Verhalten bestimmen. Eng verwandt sind elektrochemische Reaktionen in Festkörpern. Dies wird mittels Eigenforschung in Zusammenarbeit mit MLU München, Saclay, Royal Holloway, U Oxford, Argonne National Laboratory und ESRF, bearbeitet. Siehe Abbildung 1.3. [KBF⁺00] [KBHH⁺02] [FBKB05] [KBBF⁺05] [RMT⁺07] [MRG⁺09]

2. Ferroelektrika:

Eine technologisch wichtige Klasse von Materialien sind die Ferroelektrika. Diese haben eine enge Analogie mit Spin-Modellen und sind geeignet für neue Ansätze bei magnetischen Systemen. Siehe Abbildung 1.4. [LLA⁺04] [FLL⁺05] [WML⁺10]

3. Magnetokalorische Materialien:

Die Forschung konzentriert sich zur Zeit auf magnetische Formgedächtnislegierungen bei Raumtemperatur (in Zusammenarbeit mit der Natio-

¹⁰Z.B. multifunktionale Oxide und stark frustrierte Magnete mit hervorragender technologischer und wissenschaftlicher Bedeutung

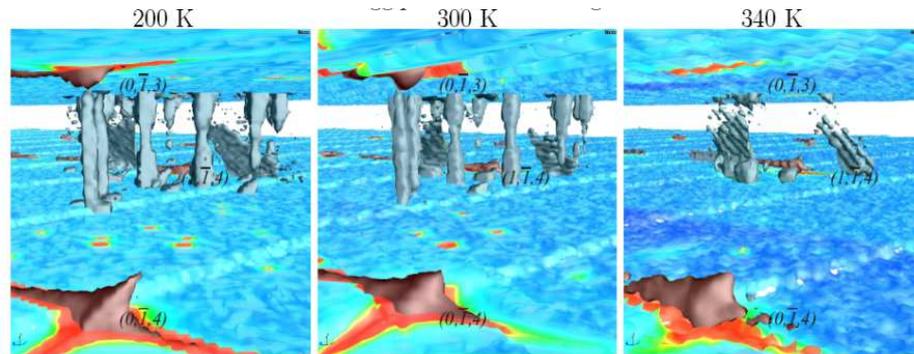


Abbildung 1.5: Messung von diffuser Streuung mit harter Synchrotronstrahlung (ID11, ESRF) in Natriumkobaltat (Na_xCoO_2)

nen Akademie der Wissenschaften der Ukraine) (siehe Abbildung 4.14). [Gla03] [GMG⁺03] [GMSD03] [GMDH04] [GGs⁺06] [UOGG09] [CGH⁺11]

4. Novel Thermoelectric:

Hierbei ist die Spin-Entropie die wichtige Eigenschaft, die es zu untersuchen gilt. Anwendungen umfassen derzeit Punktkühlmittel von integrierten Schaltungen und Kälte- und Energierückgewinnung aus Abwärme. Hier wird Eigenforschung in Zusammenarbeit mit dem Argonne National Laboratory betrieben. Siehe Abbildung 1.5. [RMT⁺07] [MRG⁺09].

5. Multifunktionale Oxide:

Multiferroika, CMR-Effekt, sowie kurzreichweitige strukturelle und magnetische Fehlordnung. Siehe Abbildung 1.6.

[HHS00b] [CSH⁺02] [LTH⁺03] [HHS03b] [HHS03a] [RPS⁺04] [LTA⁺04] [CKD⁺06] [WML⁺10] [MRK⁺12] [GMI⁺12] [BDD⁺12]

6. Intermetallische und schwere Fermionen-Materialien:

Komplexe Anordnung und Änderungen durch unterschiedliche Felder und Drücke. [SHD⁺04] [FKD⁺04] [FKD⁺07] [IEK⁺09] [TLF⁺10] [TFD⁺11]

7. Topologische und stark frustriert Systeme:

Dieses Themengebiet ist eng mit dem neuen Virtual Institute (VI) verbunden und konzentriert sich auf Eigenschaften wie die Spin-Bahn-Kopplung, Eis-Regeln und Quantentunnel-Effekte. Neue Materialien sollen innerhalb des VI untersucht werden. Neuere Arbeiten zu diesem Thema umfasst erneute Untersuchungen von Wassereis mit neuen Theorien. Siehe Abbildung 4.16 [KBC⁺04] [WLK⁺08] [MTG⁺09]

Ein weiteres zu erschließendes Anwendungsgebiet ist die Texturanalyse, welche von besonderem Interesse für die industrielle Forschung ist.

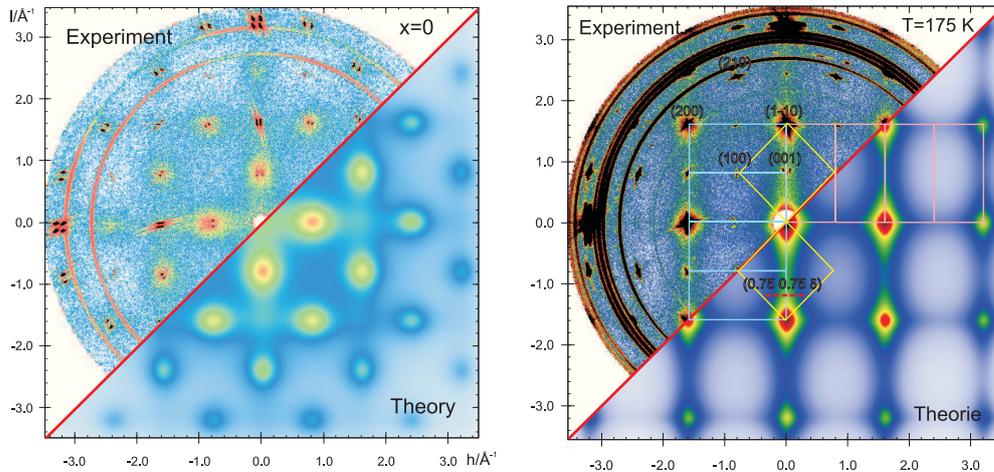


Abbildung 1.6: Eine angepasste Meanfield-Theorie an die Streuverteilung von $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ mit ($x = 0$ und 0.12).

1.5 Ausblick

In Zukunft wird das Flat-Cone Diffraktometer zu Themen in der magnetischen diffuse Streuung durch verbesserte Software für die Datenanalyse und die Modellierung von Streubildern mit GPU-Technologie neue Akzente setzen. Neue Ansätze für große N-Modellsysteme, die gestützt auf diffuse Neutronenstreudaten genutzt werden können. Ergänzt durch Monte Carlo Rechnungen sind die Möglichkeit gegeben auch allgemeine Austauschkopplungskräfte zu behandeln.

Die wissenschaftlichen Fragestellungen richten sich immer mehr auf komplexe Materialien mit stark frustrierten und topologischen Eigenschaften. Diese Materialien sind wichtig für die Grundlagenforschung und der Anwendungen in der Energie- und Informationstechnologie. Die Bedeutung des Geräts ist besonders für das neue geförderte Virtuelle Institut (VI) zum Thema „New States of Matter and their Excitations“ sichtbar.

Kapitel 2

Mechanische Komponenten

In diesem Kapitel wird ein Überblick über die einzelnen erneuerten Komponenten gegeben. Dabei wird nicht zwischen Finanzierungen durch die Uni. Tübinger und dem HZB unterschieden.

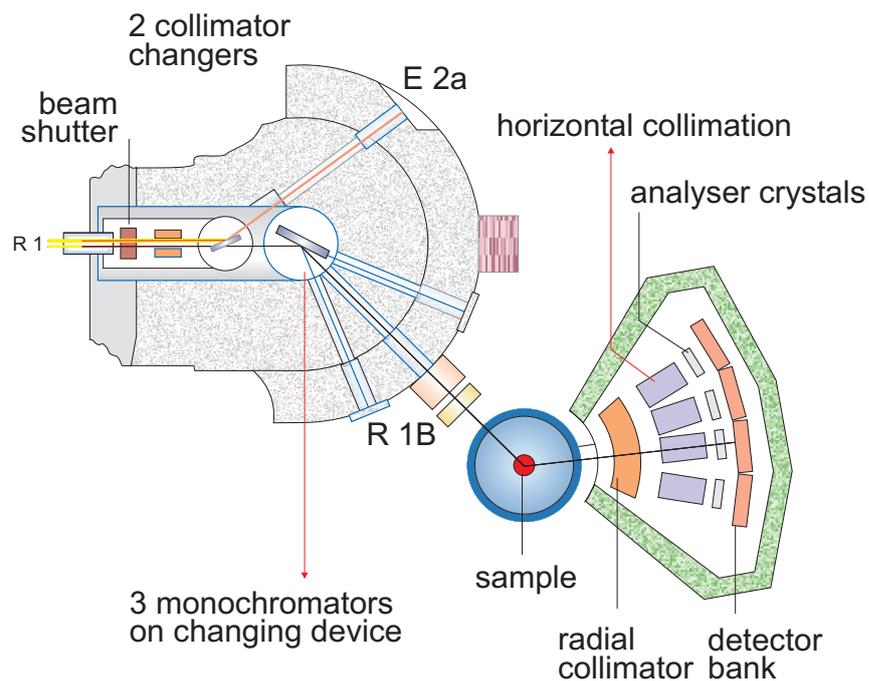


Abbildung 2.1: Übersichtsskizze des Instrumentenaufbaus mit den wichtigsten Komponenten.

2.1 Strahlführung

Die Strahlführung in der Abschirmburg muss erhalten bleiben. Dennoch wurden Änderungen am Strahlführungssystem selbst durchgeführt. Dabei wurde die Mechanik überprüft und alle elektronischen Teile wie Motoren, Kabel und Encoder ausgewechselt, da diese durch die hohe Strahlungsbelastung schnell altern und ein späterer Austausch mit einem größeren Aufwand verbunden wäre. Außerhalb der Burg wurden das Shutter-System und die Kollimatoren erneuert. In Abbildung 2.1 ist der Instrumentenaufbau skizziert.

2.1.1 Kollimatoren in der Burg

Der Neutronenstrahl trifft, vom Reaktor aus gesehen, nach dem passieren des Primärshutters, als erstes auf den Wechsel-Kollimator. Die Kollimation kann

Kollimatorwechsler



Monochromatorwechsler



Abbildung 2.2: a) Auf der linken Seite ist der Kollimatorwechsler zu sehen mit den 30' und 15' Kollimatoren. b) Das rechte Bild zeigt den auf den Kopf gelegten Monochromatorwechsler mit den Monochromatoren aus Kupfer, Germanium und Graphit.

über ein Aufzugsystem (siehe Abbildung 2.2a) eingestellt werden. Es ist eine Kollimation von 15', 30' und 60' möglich. Die Schrittmotoren des Wechslers, als auch die zur Positionierung der Kollimatoren, wurden erneuert. Die Steuerung erfolgt über die neue Steuerung ST222 (vgl. Abs. 3.3.2). Damit können auch die Miniaturmotore direkt betrieben werden.

2.1.2 Monochromator

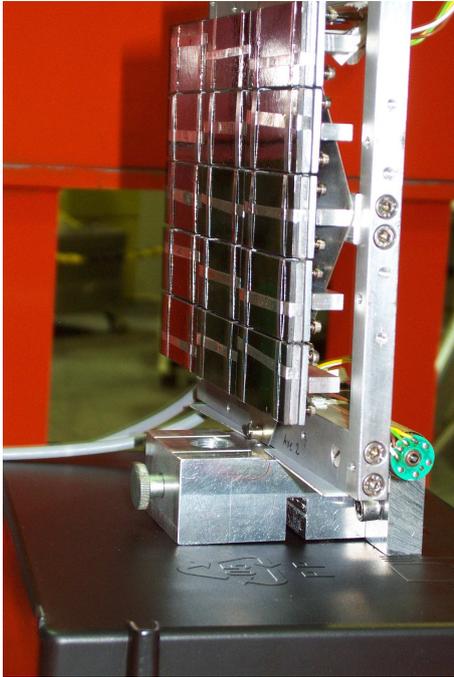
Nach der Kollimierung trifft der Strahl auf den Monochromator. Es stehen drei Monochromatoren zur Verfügung mit Wellenlängen von 0.91 Å (Cu), 1.21 Å (Ge) und 2.39 Å (PG). Der Wechsel erfolgt über ein Karussellsystem (siehe Abbildung 2.2b). Die Karusselache, als auch die Achsen für die Drehung (ω), die Kippung (φ) und der Translation wurde mit Resolver versehen. Damit ist es über eine Umsetzungselektronik (Abschnitt 3.3.6) möglich die Achsenposition auszulesen und der Motorsteuerung rückzumelden.

Der Graphit-Monochromator (PG) kann vertikal fokussiert werden (siehe Abbildung 2.3a). Die Motoren wurden auch hier ausgetauscht. Die Steuerung aller Achsen erfolgt über die neue ST222-Steuerung (Abs. 3.3.2).

2.1.3 Blendensystem und Sekundär-Shutter

Nachdem ein monochromatischer Neutronenstrahl durch dem Monochromator entstanden ist, wird dieser durch den Strahlkanal (siehe Abb. 2.3b) aus der Burg herausgeführt. Der Anbau (siehe Abb. 2.4) wurde weitestgehend ersetzt

Fokussierender Monochromator



Strahlkanal



Abbildung 2.3: a) Auf dem linken Bild ist der fokussierende Graphit Monochromator zu sehen. b) Die rechte Seite zeigt den Strahlkanal der aus der Burg heraus führt.

und neu gestaltet. So befinden sich alle Komponenten auf optischen Reitern, die eine schnelle Anpassung auf verändernde Experimentaufbauten ermöglicht. Die optische Bank lässt sich bei Bedarf leicht erweitern.

Der Strahlengang kann mit dem Sekundär Shutter aus Blei geschlossen werden. Hier wurden Veränderung vorgenommen um die Betriebszuverlässigkeit zu erhöhen und den Einsatz auch bei hohen äußeren magnetischen Streufeldern zu garantieren. Die Bewegung des Bleiklotz wird durch einen Pneumatikzylinder (vgl. Abs. 2.2) bewirkt.

Es folgt der Graphit-Filter. Er dient bei einer Wellenlänge von 2.4 \AA , Neutronen mit halber Wellenlänge herauszufiltern. Das Gehäuse wurde durch boriiertes PE (mit starkem Absorptionseffekt) ersetzt, um Untergrundeffekte zu minimieren. Über ein stabiles Schienensystem ist es möglich den Filter hinein und heraus zu nehmen, wenn eine andere Wellenlänge gewünscht ist.

Der Referenzzähler, welcher den Neutronenfluss misst, befindet sich zwischen dem Filter und dem Blendensystem als eigentlichen Stahlausgang. Das Auslesen des Zählers erfolgt über die Timer-Counter-Karte von Nation Instrument (siehe Abs. 3.2.2).

Die neue elektronisch verstellbare Blende kann über den Computer gesteuert werden, damit nur die Probe ausgeleuchtet wird und Untergrundeffekt minimiert werden. Die Positionen der einzelnen boriierten Aluminiumbleche werden mit Absolutenkodern ausgelesen und über eine Motorsteuerung zurück gemeldet.



Abbildung 2.4: Elektrische Blende mit sekundär Shutter

2.2 Pneumatik

Das gesamte Pneumatiksystem musste aufgrund des Alters erneuert werden. Das Luftdrucksystem wird im Wesentlichen für die Luftkissenfüße (Steuerung über Motorsteuerung ST222 und den Sekundär-Shutter benötigt).

2.2.1 Probenstisch

Prinzipiell könnte auch der Probenstisch, der weitgehend unverändert geblieben ist, mittels Luftdruck bewegt werden. Diese Option wird allerdings nicht benutzt, auch wenn entsprechende Winkelencoder vorhanden sind, die die genaue Position wiedergeben können.

Als zusätzlicher Aufbau auf dem Probenstisch, der normalerweise aus der Drehachse (ω), den Kippachsen (χ_1 und χ_2) und der zweiten Drehachse (φ) bestehen, kann noch eine Translation eingesetzt werden. Dazu steht ein kleiner und ein großer X-Y-Tisch, der auch für schwere Lasten wie Magnete geeignet ist und pneumatisch betrieben wird, zur Verfügung. Die Druckverteilung erfolgt über das Verteil-Panel (siehe Abb. 2.5).

2.2.2 Luftkissenfüße

Um den Probenstisch herum bewegt sich die gesamte Detektorbank auf Luftkissenfüße, welche gesäubert und mit neuen Schläuchen versehen wurden. Es befinden sich weiterhin jeweils vier Teller an jeder Einheit. Es wurden vier dieser Einheiten unter dem Detektorsystem verteilt (unter jeder Ecke; siehe Abb.



Abbildung 2.5: Neue elektrische Pneumatik-Verteilung.

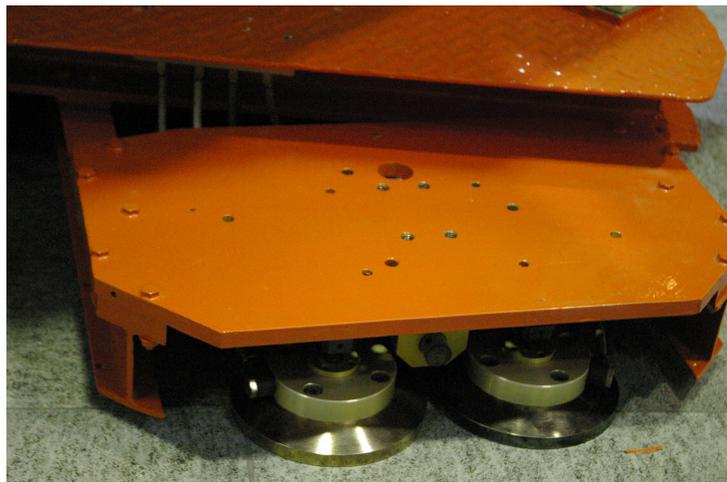


Abbildung 2.6: Die Luftkissenfüße zum Bewegen des Detektorgehäuses.

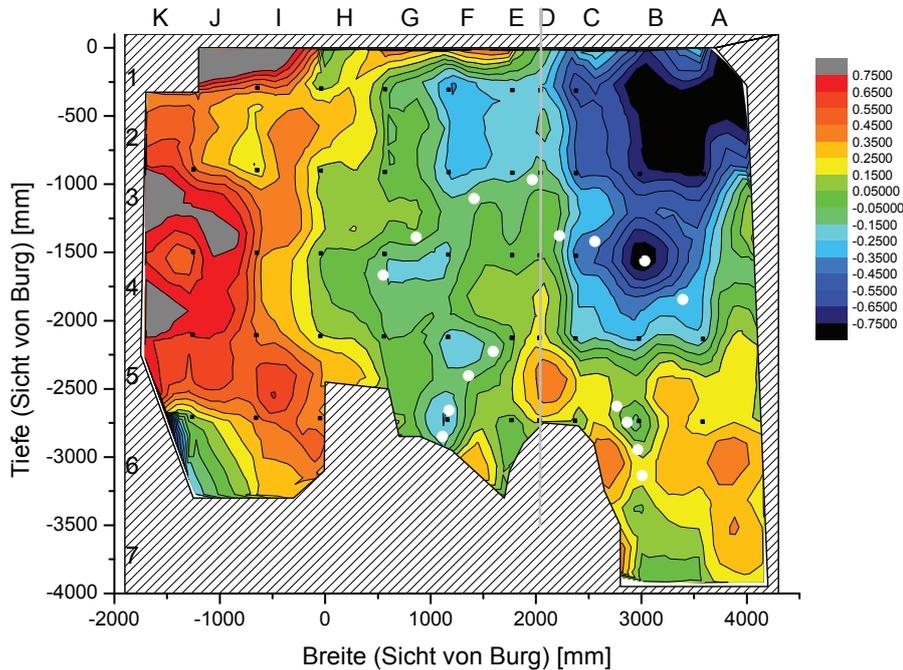


Abbildung 2.7: Höhenprofil des Tanzbodens.

2.6).

2.2.3 Tanzboden

Der ursprüngliche „Tanzboden“ hatte nicht mehr eine ausreichende Qualität um eine problemlose Bewegung der Detektorbank zu gewährleisten. Der gesamte Boden am Flat-Cone-Diffraktometer wurde gegen einen Boden aus Granitplatten ausgetauscht (siehe Abb. 2.8).

Leider zeigten sich nach einiger Zeit wieder Schwierigkeiten in der Bewegung. Durch die großen Abstände der FüÙe zueinander und der nicht gleichmäßigen Druckbelastung werden besonders hohe Ansprüche an die Planarität des Bodens gestellt. Nach Überprüfung des Bodens mit einem Laser-Tracker und der Erstellung eines Höhendigramms (durch Dr. Jens-Uwe Hoffmann, siehe Abb. 2.7) konnte der Boden so bearbeitet werden, dass eine müheloser Betrieb möglich ist.

2.2.4 Positioniersystem

Das eigentliche Positioniersystem wurde überholt, blieb aber von der Funktionsweise identisch. Pneumatisch wird das Antriebsrad, welches durch einen Schrittmotor angetrieben wird, auf den Boden gedrückt. Als wichtigste Neuerung ist hier die Verwendung eines kombinierten Inkremental-Absolut-Kodierers zu nennen. Dadurch kann die neue Motorsteuerung bereits während der Bewegung auf Reibungs- und Rutschverluste reagieren.

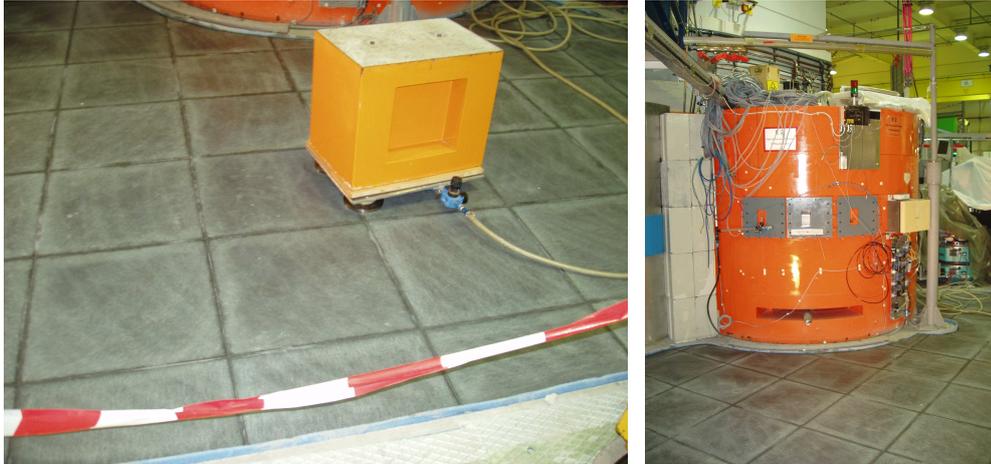


Abbildung 2.8: Der sogenannte „Tanzboden“ auf dem sich die Pneumatikfüße bewegen.

2.3 Gehäuse

Das Gehäuse dient zum einen der Abschirmung von Strahlung, sowohl von außen (Untergrundstrahlung), als auch von innen zum Schutz vor Streustrahlung. Es beinhaltet die eigentlichen Detektoren mit ihrem Positionierungssystem und die Kollimatoren zur Strahlführung bzw. zur Reduzierung von störenden Streueffekten.

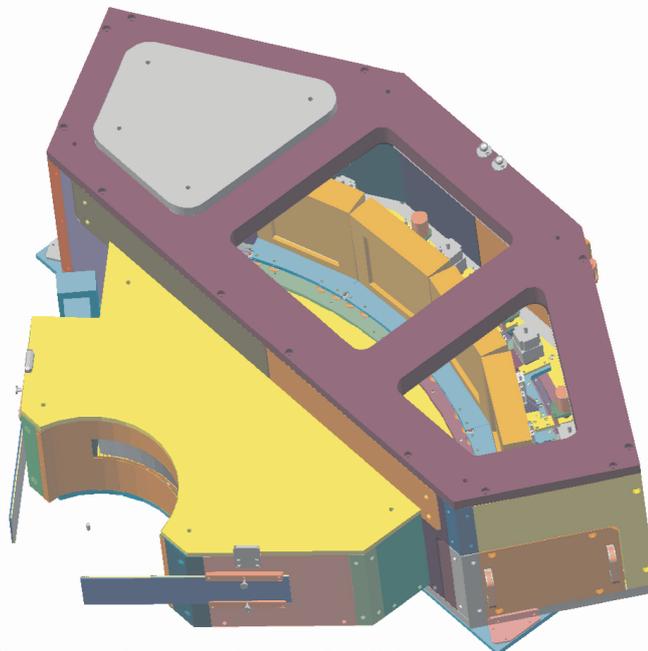


Abbildung 2.9: Konstruktionszeichnung des Gehäuses

Das gesamte Gehäuse wurde neu konstruiert (Abb. 2.9). Dazu wurde die 3D-Konstruktionssoftware *SolidWorks* verwendet, die es ermöglicht alle Bewegungsabläufe zu simulieren. Durch den dazugehörigen Viewer war es möglich



Abbildung 2.10: Der fertige Aufbau in der Werkstatt.

alle Beteiligten in die Planung mit einzubeziehen, dass galt im Besonderen für die Werkstätten in Tübingen. Die Endmontage aller Komponenten wurde durch die Zentralwerkstatt des HZB ausgeführt (Abb. 2.10).

2.3.1 Radialkollimator

In der „Nase“ des Gehäuses befindet sich der Radialkollimator (siehe Abb. 2.11). Er soll Streustrahlung, die nicht vom Probenort kommt, ausblenden. Dazu gehören z.B. Pulverstreuung vom Aluminium-Devars der Kryostaten, der sich ebenfalls im Strahlengang befindet. Durch den größeren vertikalen Öffnungswinkel (von 3° auf nun 10°) musste die Höhe des Radialkollimators verdoppelt werden, bei gleichzeitigem horizontalen Öffnungswinkel von über 90° .

Für einen solchen großen Radialkollimator musste ein neues Konzept entwickelt werden. Bei der Verwendung von Cadmium, wie es bis dahin üblich war, wäre der Kollimator zu schwer geworden. Die großen Platten aus dem weichen Cadmium verbiegen sich aufgrund der Bewegung leicht. Anstatt dem Cadmium wurden mit Gadoliniumoxid beschichtete Aluminium-Bleche (0.5 mm) verwendet. Die Justage (Drehung um Mittelachse) ist nun über einem Schrittmotor Computer kontrolliert möglich. Nach der Justage kann die Position fixiert werden.

Damit die Platten nicht den „Sichtbereich“ der Detektoren eingrenzt, bewegt sich der Kollimator mit einer konstanten Geschwindigkeit um den Probenort herum. Die Zeit für den Richtungswechsel sollte möglichst kurz sein. Diese Bewegung wird durch ein herzförmiges Antriebsrad (siehe Abb. 2.12) realisiert. Per Software kann die Bewegungsgeschwindigkeit eingestellt werden.

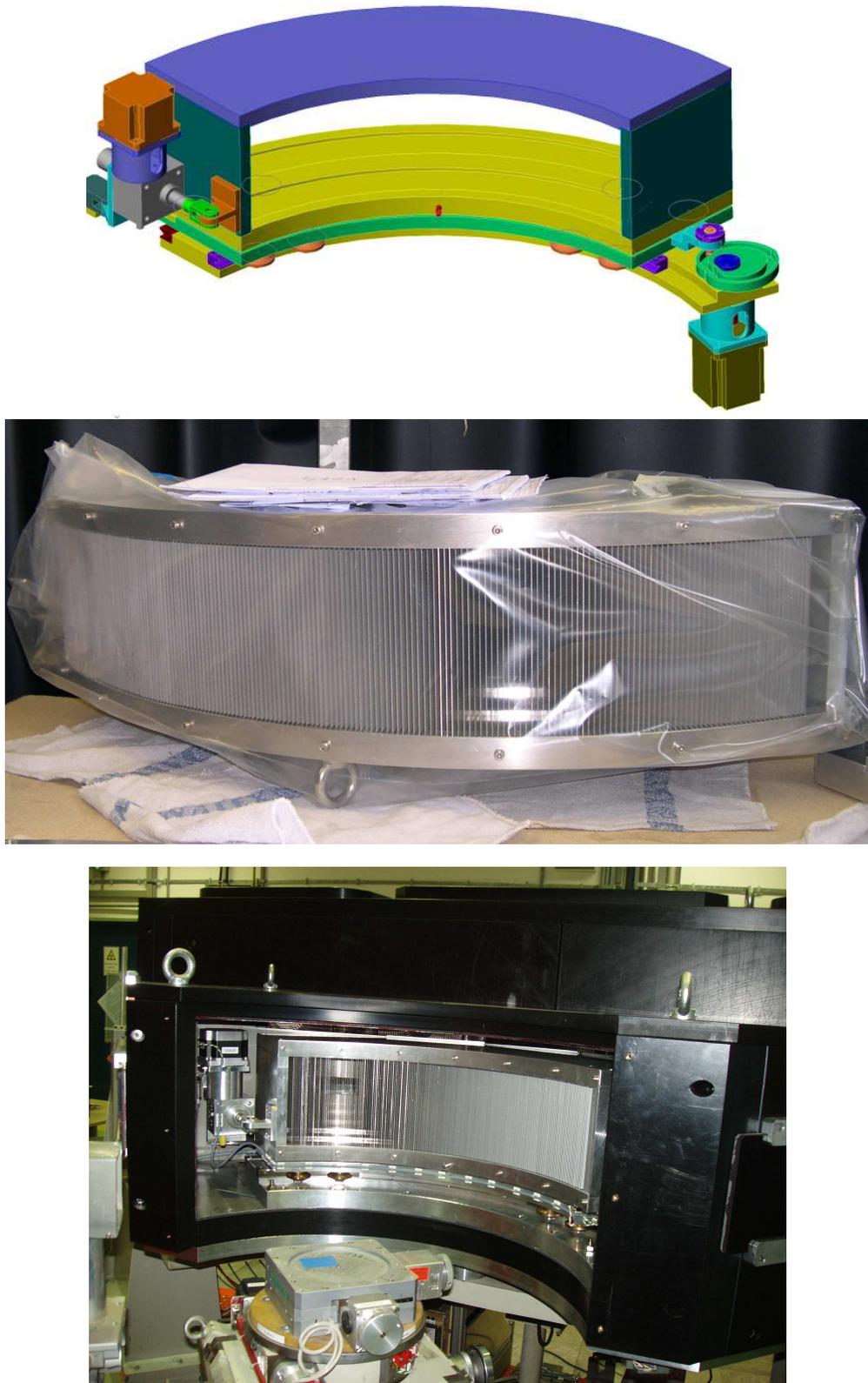


Abbildung 2.11: Oben ist die Skizze für den gesamten Radialkollimator mit Schiene, Antrieb und Justageeinrichtung dargestellt. In der Mitte ist der neue Radialkollimator zu sehen, vor dem Einbau in das Gehäuse (ohne Führungsschiene und Antriebe) und im unteren Bild eingebaut in der „Detektor-Nase“. Auf der linken Seite ist die Justageeinheit gut zu erkennen.



Abbildung 2.12: Das Antriebsherz für den Radialkollimator.

Es sind noch weitere, hier horizontale Kollimatoren, im Gehäuse einsetzbar. Diese werden nur für die Energie-Analyse-Option (siehe Kap. 6) benötigt.

2.3.2 Abschirmung

Die Abschirmung besteht aus 100 mm Polyethylen-Platten (PE), 5 mm Bor-cabid-Platten (B_4C) und innen 1 mm Cd-Bleichen (siehe Abb. 2.13). Durch die breitere „Nase“, die den größeren Radialkollimator aufnehmen muss, wurde eine bessere Abschirmung gegen Streustrahlung erreicht. Es wurden an beiden Seiten kleine verschiebbare „Strahlenschutzwände“ angebracht, die sowohl die Abstrahlung, als auch Untergrundstrahlung unterbinden.

2.3.3 Montageöffnungen

Bei dem neuen Gehäuse wurde auf die Möglichkeit eine nachträgliche Montage- und Demontage der Detektoren geachtet. Montageöffnungen wurden oben auf den Detektor angebracht, als auch eine Klappe an der Seite zur Entnahme der „Detektor-Wagen“ (siehe auch Abbildung 2.15) eingebaut.

Der Anschluss der Detektoren und deren Wartung kann von der Rückseite über eine große Doppeltür (siehe Abb. 2.13) erfolgen.

2.3.4 Translation der Detektorbank

Der Translationsmechanismus des Detektorgehäuses (siehe Abb. 2.14) wurde so erneuert, dass sie mit der neuen Motorsteuerungselektronik (Abs. 3.3.2) angesprochen und betrieben werden kann. Ein Encoder gibt Auskunft über die genaue Position und ermöglicht auch die Überprüfung von nicht-gewünschten Verschiebungen beim Kippen der Detektorbank.



Abbildung 2.13: Die rückseitige Tür des Gehäuses. Es sind die verschiedenen Schichten der Abschirmung zu erkennen.



Abbildung 2.14: Die Translationsachse für das Detektorgehäuse. Oben ist der Antrieb mit Getriebe zu sehen und unten die Schienen mit Encoder.

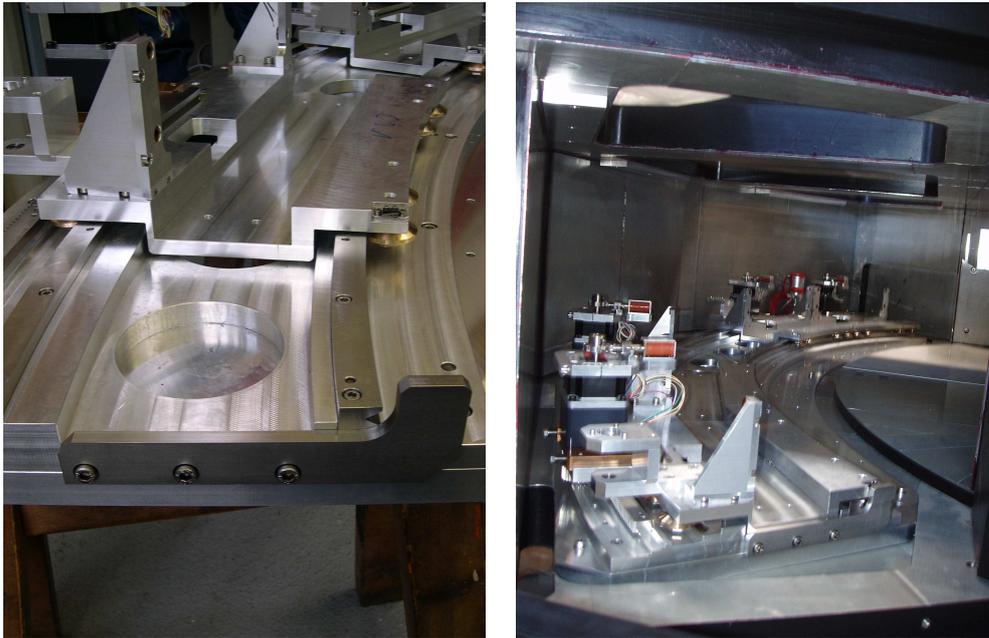


Abbildung 2.15: Befestigungswagen für die Detektoren vor dem endgültigen Einbau.

2.3.5 Positionierung und Halterung der Detektoren

Der sensibelste Teil des Umbaus war die Positionierung der neuen Flächendetektoren (Abs. 3.1.3). Die vertikale Position wurde so gewählt, dass die Hauptstreuebene nicht in der Mitte, sondern im unteren Viertel liegt. Dadurch ist der Sichtbereich der aus der Ebene heraus gestreuten Neutronen größer (off-scattering).

Die Konstruktionen der „Befestigungs-Eisenbahn“ sind in Abbildung 2.15 gezeigt. Die „Wagen“ bewegen sich entlang eines Zahnradstrangs und sind mit eng ineinander greifende Schienen und Räder befestigt. Die Detektoren können individuell in horizontaler Richtung positioniert werden, d.h. sie können sich innerhalb des Detektorgehäuses, entlang des Teilkreises bewegen, um auch bei der Flat-Cone-Technik eine lückenlose Abbildung des reziproken Raums zu ermöglichen. Jeder Detektor ist mit einem eigenen Schrittmotor (selbst hemmend), einer elektrischen Bremse, die eine Verschiebung des Wagen bei gekippten Detektor verhindert und einem Positionskodierer ausgestattet. Durch die Bremse (stromlos aktiv) ist es möglich sowohl den Strom an der Bremse als auch den Haltestrom des Motors während der Messung abzuschalten und so Störeffekte in der Detektorelektronik auszuschließen.

Die Positionen der „Wagen“ werden mit den Positions-Kodierer über eine von der Antriebsachse entkoppelte eigene mechanische Positionsaufnahme bestimmt. Die Endschalter befinden sich an den Detektorwagen. Durch Verwendung von speziellen Encodern ist es zudem möglich direkt auf blockierte Systeme zu reagieren.

Wichtig ist außerdem eine betriebssichere Kabelführung (der Positionierung- und Detektorelektronik, siehe Anschlüsse in Abb. 2.16) auch bei gekippten De-



Abbildung 2.16: Die fertig montierten und angeschlossenen Detektoren mit Endschal-
ter und Encoder auf den Detektor-Wagen.

tektor.

Kapitel 3

Instrumentelektronik

Zur Instrumentelektronik gehören im wesentlichen das Detektorsystem, die Zählerkarten, die Motorsteuerung, die Computersysteme und als das „Nervensystem“ des Instruments – das Ethernet-Netz. Wichtig ist ein entstörtes Stromnetz.

Im folgenden werden die einzelnen Bereiche einzeln vorgestellt.

3.1 Detektorsystem

Die zentrale Aufgabe beim BMBF-Projekt war die Erneuerung der Detektoren. Im Folgenden wird der Werdegang skizziert. Danach wird das System kurz vorgestellt.

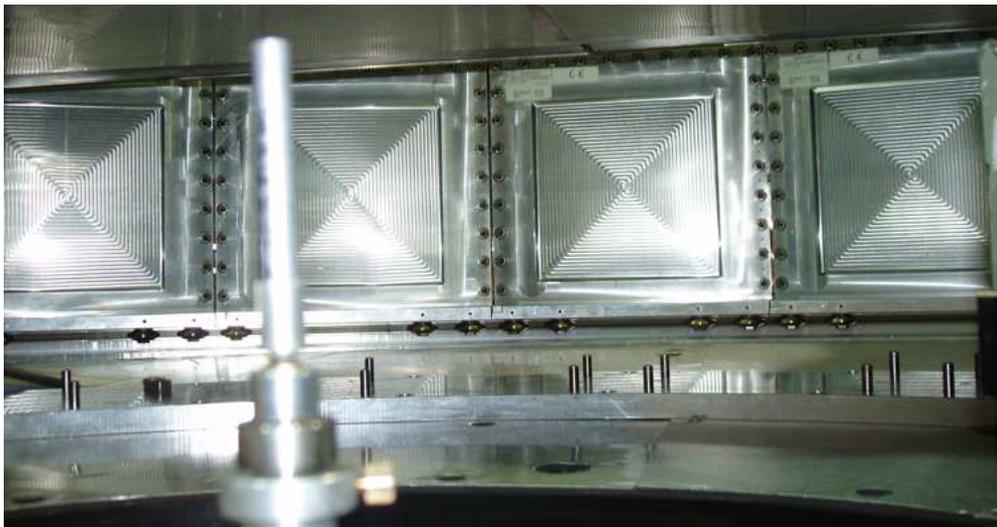


Abbildung 3.1: Vorderansicht der eingebauten Detektoren.

3.1.1 Der neue Ansatz

Die Großforschungszentren weltweit stehen in einem ständigen Wettstreit um die besten Forschungsgeräte und damit auch um die Spitzenforschung. Der Forschungsreaktor BER II (der einen zugesagte Betriebszeit bis 2020 hat) gilt im internationalen Vergleich als Mittelflussreaktor. Daraus ergibt sich ein hoher Innovationsdruck, der zum Teil durch die hervorragende Probenumgebung gemindert wird. Nur durch ein umfassendes Upgrade-Programm für alle Instrumente konnte eine internationale Wettbewerbsfähigkeit gesichert werden. Dazu gehörte die Verwendung von Flächenzähler, die die Einzel- bzw. Lineardetektoren ersetzt haben. Mit dem E2 wurde erstmals im Institut eine Detektorbank aus mehreren Flächenzähler realisiert.

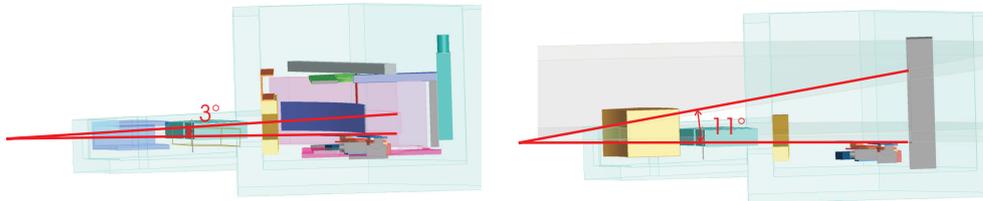


Abbildung 3.2: Der Vergleich des Öffnungswinkels bei der alten Detektor-„Banane“ (integral) und den neuen Flächendetektoren (PSD).

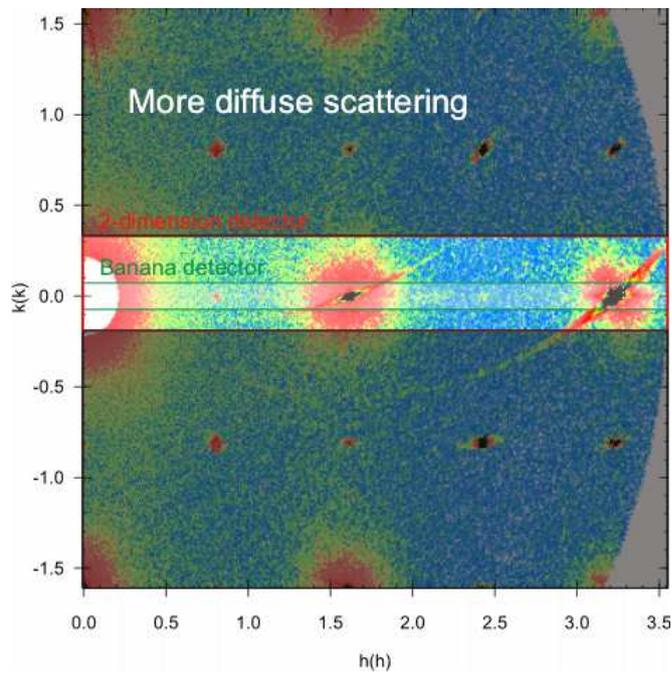


Abbildung 3.3: Der Vorteil von Flächenzählern gegenüber dem alten Lineardetektor wird am Beispiel der diffusen Streuung deutlich. Der grüne Kasten ist der Sichtbereich der Lineardetektors, der rote Kasten der des Flächenzählers.

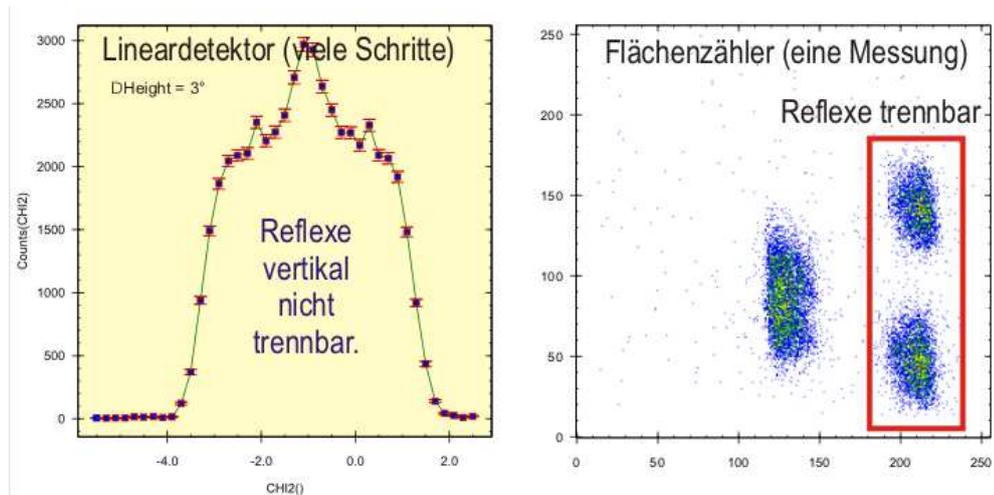


Abbildung 3.4: Messungen zum Vergleich von Daten mit dem alten Lineardetektor (links) und den neuen Flächenzählern (rechts). Eine Trennung der eng liegenden Reflexe war mit dem alten Detektor nicht möglich.

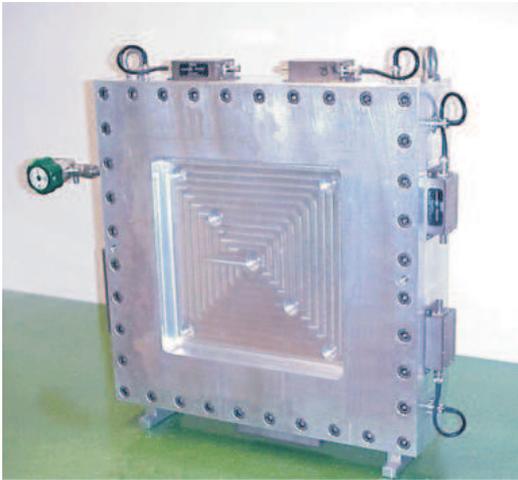
Durch den Wechsel vom Lineardetektor mit einem integralen (nicht ortausgelösten) Öffnungswinkel von 3° zu den vier zweidimensionalen „Standard“ Detektoren (siehe Abbildung 3.2), ergeben sich für das Flat-Cone-Diffraktometer folgenden fünf Vorteile zur Effizienzsteigerung.

1. Erhöhung der Auflösung für Pulver- und Einkristallmessungen
2. Reduzierung der Messzeit pro Messung durch eine bessere Effizienz und die Vergrößerung der Detektorhöhe.
3. Optimierung für Einkristallmessungen auch mit eng beieinander liegenden Verzwilligungen und Kristalliten (3-dim. Datenerfassung), u.a. zur Charakterisierung neu hergestellter Einkristalle.
4. Aufnahme von breiten Streuverteilung (z.B. diffuse magnetische Streuung) die von scharfen Reflexen (z.B. Nukleare Bragg-Streuung) getrennt werden müssen (siehe Abb. 3.3).
5. Neue Möglichkeit der industrienahen Forschung durch Textur-Analyse.

3.1.2 Planung des Detektorsystems

Ein neues System musste die Möglichkeiten und Eigenschaften des bisherigen 1-dimensionalen Bananendetektors übertreffen, um die hohen Investitionen rechtfertigen zu können. Das Gesamtsystem muss in der Lage sein einen 2θ -Bereich von 80° abzudecken in nur zwei Messpositionen. Um die bestmögliche Instrumentauflösung nutzen zu können benötigten die Detektoren eine Pixelgröße kleiner als 0.1° . Bei der Messung bei dieser Auflösung musste mit der Banane (Kanalabstand von 0.2°) ebenfalls in zwei Positionen, um 0.1° versetzt, gemessen werden.

a) ARES Detektor



b) E2 - DENEX Detektor



Abbildung 3.5: a) Ein Detektor wie er am ARES der GKSS eingesetzt wird, ist für unser Projekt nur bedingt sinnvoll. So befinden sich sämtliche Anschlüsse an den Seiten. Der Rand ist für unsere Anwendung zu breit. Außerdem gibt es Schwierigkeiten mit den Dichtungen. b) Alle Probleme wurden von der Firma DENEX zu unserer vollsten Zufriedenheit gelöst.

Die Flächendetektoren können nicht in einer Größe gebaut werden, die den gesamten gewünschten Bereich (Zwei-Theta-Bereich 80°) und der gewünschten Höhe ($>10^\circ$) in einem Gehäuse überdeckt. So wurden vier Detektoren mit einer Größe von $30\text{ cm} \times 30\text{ cm}$ (256×256 Kanäle, Raumwinkelgröße von $10^\circ \times 10^\circ$) mit einer möglichst schmalen Randbereich spezifiziert und ausgeschrieben. In Abbildung 3.2 ist der neue Strahlengang verdeutlicht.

Als Grundlage für die Abschätzung der benötigten Detektorauflösung wurden die Auflösungsuntersuchungen von Jing Tu [Tu] verwendet. In dieser Arbeit wird von den alten Vertikalkollimatoren ausgegangen, welchen einen Öffnungswinkel von $10'$ (heute $15'$), $30'$ und $60'$ hatten. Die beste Halbwertsbreite in 2Theta-Richtung wird in der Arbeit mit 0.25° angegeben. Eine Pixelgröße von 0.05° ist eine sinnvolle Größe, woraus sich für einen Proben-Detektor-Abstand von 1.6 m eine reale Pixelgröße von ca. 1.5 mm ergibt.

Aus Geometriegründen wird in horizontaler Richtung die gleiche Pixelgröße verwendet. Der Vorteil der vertikalen Auflösung wird in Abbildung 3.4 verdeutlicht.

3.1.3 DENEX Flächendetektoren

Die europaweite Ausschreibung gewann die Firma *DENEX*. Es konnte sowohl der Liefertermin, als auch die ausgeschriebene Spezifikation vollständig eingehalten werden und waren außerdem an der Optimierung ihrer Detektoren auf unsere Anforderungen interessiert. Dazu gehörte das vollständig verlegen aller Anschlüsse auf die Rückseite des Detektors. In Abbildung 3.5a ist ein bis dahin üblicher Detektor zu sehen. Daneben die modifizierte Variante für das E2.

Eigenschaft	Werte
Aktive Fläche (Fenster)	300 x 300 mm ²
Neutronen sensitiver Bereich	ca. 280mm x 280mm
Tiefe des Detektor Volumens	20 mm
Detektorgas	³ He: ~ 4.8 bar CF ₄ : ~ 1.2 bar
Maximal Gesamtgasdruck im Detektor	~ 6 bar
Ortsauflösung (FWHM)	< 3 mm x 4 mm
Effektivität für thermische Neutronen	0.9 Å > 45%
Fenstermaterial	Al-Mg-Si Verbindung
Fensterdicke	10 mm
Untergrund ohne Neutronen	≪ 1/s
γ-Sensibilität ϵ_γ	$\epsilon_\gamma < 10^{-5}$ bei E ~ 1 MeV
Anoden Draht	Ø ~ 8 µm Au-Coated Tungsten/Rhenium
Kathoden Draht	Ø ~ 30 µm Au-coated Tungsten/Rhenium
Delay Lines	
Anzahl der Schritte	150
Delay pro Schritt	~ 1.7 ns
Gesamt Delay	~ 255 ns
Dimensionen	
Höhe	447 mm
Breite	447 mm
Dicke	110 mm
Gewicht	(70 kg) 40 kg
Totzone zwischen den Detektoren	159 mm

Tabelle 3.1: Die Spezifikation für die neuen DENEX-Detektoren.

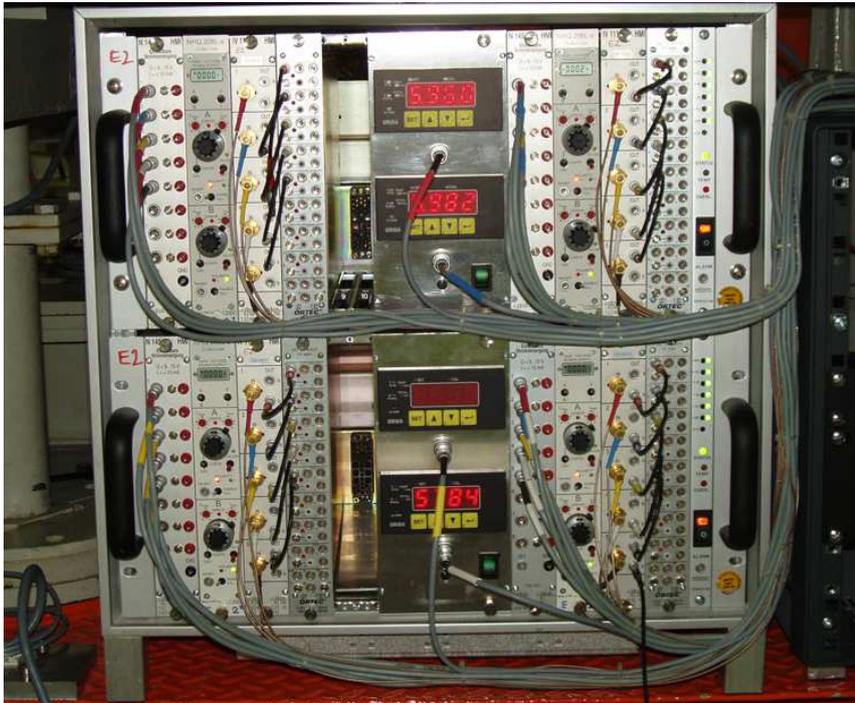


Abbildung 3.6: Detektor-Verstärkerelektronik mit Hochspannungsversorgung und Anzeigen für die Überwachung des Detektorinnendrucks.

Zu erkennen sind z.B. Vorverstärker und Befüllungsventil, als auch die elektronische Drucküberwachung, die verhindert, dass der Gasdruck im Detektor unzulässig absinkt und diesen nachhaltig beschädigt.

Eine weitere Besonderheit stellte der schmale Rahmen um die neutronenaktive Fläche herum dar. Dadurch können die Detektoren dicht zusammengestellt werden, bei nur kleinen Lücken im Messraum. Die individuelle Positionierbarkeit der Detektoren auf bestimmte Einkristallreflexe oder Pulverlinien ermöglicht auch In-Situ-Messungen.

Durch die Verwendung von ^3He als Stoppgas bei einem Druck von über 4 bar, ist die Nachweiswahrscheinlichkeit gegenüber dem alten Bananendetektor mit BF_3 um einen Faktor 4 größer. Insgesamt kann man mit einer mehr als 10-mal höheren Neutronenausnutzung bei Pulvermessungen rechnen.

Die Beschaffung wurde von Herrn Dr. Wilpert und Herrn Dr. Jens-Uwe Hoffmann organisiert. Im September 2005 wurden die ersten zwei Detektoren geliefert, welche die erwarteten guten Eigenschaften zeigten. Sie wurden umgehend an den Instrumenten E3 und E6 betrieben um Erfahrungen im Langzeitbetrieb zu sammeln. Die restlichen zwei Detektoren wurden Anfang 2006 geliefert, so dass der enge Zeitrahmen für den Umbau eingehalten werden konnte.

In Tabelle 3.1 sind die wichtigsten Eigenschaften der Detektoren zusammenfassend aufgeführt.



Abbildung 3.7: Die verwendete Detektorkarte aus Dubna.

3.2 Zählerkarten

Es werden zwei Arten von Zählerkarten verwendet. Zum einen die sogenannte *Dubna*-Karte, welche für das Auslesen der Flächenzähler genutzt wird und zum Anderen eine Standardzählerkarten von *National Instruments* für den Referenzzähler (Monitor) bzw. Zeitmessung (Timer).

3.2.1 Dubna-Karte

Die Detektorelektronik für das Flächendetektor-Array ist außerhalb des Gehäuses in einem Rack untergebracht (siehe Abb. 3.6) und wird in vierfacher Ausführung benötigt. Dort befinden sich die Verstärker und die Hochspannungsvorsorgung für die Detektoren. Über doppelgeschirmte Coaxial-Kabel geht das Signal in ein weiteres Rack indem sich die Computer des Instruments befinden. Dort werden sie in die zwei Detektor PCs mit jeweils zwei Detektorkarten aus Dubna (siehe Abb. 3.7) geführt.

Die Detektorkarte wurde in einer Zusammenarbeit zwischen dem Forschungszentrum Dubna (RUS) und dem HMI/HZB entwickelt. Zur Verwendung der Karte muss ein PCI Bus mit einer 5V Leitung in den Computer vorhanden sein. Das schränkt die verfügbaren Mainboards ein, da diese heutzutage nur mit den moderneren PCIe Slots ausgestattet sind. In Zukunft soll eine unabhängige Einheit mit Ethernetanschluss die jetzige PCI-Karte ersetzen.

Die Kommunikation vom Detektor-PC zu dem Rechner auf dem die Instrumentsteuerungssoftware *CARESS* (Abs. 4.3) erfolgt mittels *CORBA*¹¹ über

¹¹Die Common Object Request Broker Architecture kurz CORBA ist eine objektorientierte Middleware, die plattformübergreifende Protokolle und Dienste definiert und von der Object Management Group (OMG) entwickelt wird. CORBA vereinfacht das Erstellen verteilter Anwendungen in heterogenen Umgebungen.



Abbildung 3.8: Rechner für ein PXI System (NI-8196) mit einer Counter-Karte (NI-6602) von National Instrument.

das Ethernet-Netz (Abs. 3.4.2). Die Software die für die Steuerung und Visualisierung der Detektordaten entwickelt wurde, basiert auf dem Softwarepaket *ROOT*¹² vom *CERN*¹³. Die Rohdaten werden daher auf den PCs im *ROOT*-Format mit allen Kartenparameter und unterschiedlichen Histogrammen zwischengespeichert. Das Flat-Cone Diffraktometer ist das einzige Instrument am BER II, der diese vollständig in die Messdaten-Files übernimmt und so eine Dokumentation bzw. Archivierung erleichtert (vgl. mit Datensammler-Konzept in Abs. 4.4).

3.2.2 PXI-System von National Instrument

Damit die Messungen auf den tatsächlichen Neutronenfluss normiert werden können, muss dieser mittels eines Referenzzählers (Monitor) bestimmt werden. Außerdem soll auch die Messzeit pro Messpunkt (Timer) bestimmt werden. Dazu wird das kommerzielles PXI-System von *National Instrument* verwendet. Auf einem „Embedded Computer“ (siehe Abb. 3.8) übernimmt eine vom HZB entwickelte LabView-Software die Steuerung und die Kommunikation (über *CORBA* per Ethernet) zum Instrumentsteuerungsrechner. Die eigentliche Counter-Karte wird über den internen PXI-Bus angesprochen. Es können auch weitere Karten (z.B. eine IO-Karte) angeschlossen werden.

¹²Offizielle Webseite: <http://root.cern.ch/>

¹³CERN: Europäische Organisation für Kernforschung

3.3 Motorsteuerung

3.3.1 Übersicht

Mit der Umsetzung des neuen Motorsteuerungskonzept von Lutz Rossa (u.a. ST222 incl. Encoder-Karte) steht eine neue moderne industriestandardorientierte Steuerungselektronik zur Verfügung, die ohne die alten Bussysteme *CAMAC* und *VME* auskommen. Die Gesamte am Instrument benutzte Elektronik kann über interne Ethernet-Verbindung (Abs. 3.4.2) angesprochen werden. Der Austausch von Rechnern wird dadurch sehr erleichtert, da keine speziellen Bus-Karten mehr umgesteckt werden müssen. Die Kommunikation, unter anderem zu den Encodern, erfolgt über den in der Industrie üblichen *CAN-Bus*.

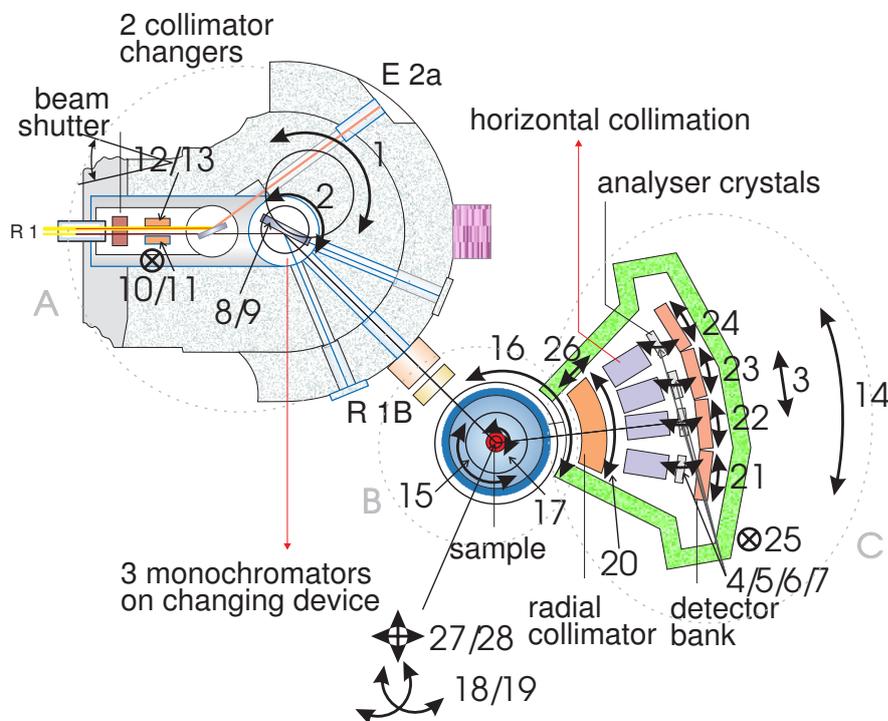


Abbildung 3.9: Die nummerierten Motorachsen am E2 entsprechend der Tabelle 3.2.

Für die neue Lösung (*ST222* und *ST224*) werden kleinere Komponenten benutzt, die zusammen in einem 19-Zoll-Einschub eingebaut werden können. Damit diese Lösung die vorhandenen Steuerungen ersetzen konnte, musste sie alle benötigten Funktionen der bisherigen Steuerungen *ST180* und *Y66* unterstützen. Die Steuerung muss in der Lage sein mehrere Achsen gleichzeitig zu fahren, muss über eine Handbedienung verfügen, Referenzfahrten erlauben, selbstständiges Regelung bzw. Nachpositionieren (nur zusammen mit einem Positionsgeber) und richtungsabhängiges Anfahren an eine Zielposition erlauben.

In Tabelle 3.2 sind alle benötigten Achsen entsprechend Abbildung 3.9 tabelliert.

	Real Axis Name	Caress Name	Area
1	Monochromator Changer	MONOC	A
2	Monochromator Angle	OMGM	A
3	Translation Det.-Shield	HTRANS	C
4	Analysator 1	ANA1	C
5	Analysator 2	ANA2	C
6	Analysator 3	ANA3	C
7	Analysator 4	ANA4	C
8	Fokussierung 1	M1_FOC1	A
9	Fokussierung 2	M1_FOC2	A
10	Translation 30' Collim.	COLL/COLL30	A
11	Translation 15' Collim.	COLL/COLL15	A
12	Tilt 30' Collimation	COLL30T	A
13	Tilt 15' Collimation	COLL15T	A
14	TTHS total	TTHS	B
15	PHIS	PHIS	B
16	OMGS	OMGS	B
17	OMGX	OMGX	B
18	CHI1	CHI1	B
19	CHI2	CHI2	B
20	Radialkollimator	RADCOLL/RADFREQ	C
21	TTH1	TTH1	C
22	TTH2	TTH2	C
23	TTH3	TTH3	C
24	TTH4	TTH4	C
25	Tilting Detector	MU	C
26	Rot. Radialcollimator	OMGR	C
27	Translation Monochrom.	MONTR	A
28	Cradle Monochromator	MONTI	A
29	Slit Sample Left	S1L	B
30	Slit Sample Right	S1R	B
31	Slit Sample Top	S1U	B
32	Slit Sample Bottom	S1D	B
<i>xx</i>	Sample Table Angle	TTH_MONO	A
<i>33</i>	Translation Sample x	X	B
<i>34</i>	Translation Sample y	Y	B

Tabelle 3.2: Liste mit Motorachsen entsprechend Abbildung 3.9. Die Achse *xx* besitzt nur einen Encoder und keinen Motor. Die Achsen 33 und 34 sind geplant.



Abbildung 3.10: Die Steuerung ST222 (links) mit CPU-Einheit (oben links) und die Steuerung ST224 (rechts unten) im Steuerungs rack am Flat-Cone Diffraktometer.

3.3.2 Standard Steuerung ST222

Die nachfolgende Bilder und Beschreibung sind zum Teil aus dem Entwurf von Lutz Rossa [RW05] entnommen. In Abbildung 3.11 und 3.12 ist der prinzipielle Aufbau der Motorsteuerung skizziert. Eine CPU-Einheit (siehe Abb. 3.10) bildet das Bindeglied zwischen dem *Ethernet* und dem *CAN-Bus*, welches mit den einzelnen Steckkarten, der *ST224* und dem *SSI-Umsetzer* (siehe Abb. 3.13) für die Encoder, verbunden ist. Die Steckkarten wurden mit LEDs zu Statusabfrage und Schalter bzw. Drehregler für eine manuelle Steuerung ausgestattet. In einzelnen wurden folgende Komponenten verbaut.

- PC/104-Rechner (Kontron MOPSlcd7; Celeron 300MHz, 256MB RAM, 256MB Solid State Disk) mit PC/104-CAN-Bus Karte (Advantec PCM-3680; 2 galvanisch getrennte CAN-Bus-Anschlüsse)
- unterstützte Motorcontroller (beide mit Eingang für optionalen Inkrementalencoder):
 1. Copley Controls Corp. „Stepnet Panel“ bzw. „Stepnet Micro Panel“
 2. Beckhoff Busklemme KL2531/KL2541
- unterstützte Absolutencoder (Positionsgeber):
 1. FRABA Posital GmbH mit Ethernet- oder CAN-Bus-Anschluß
 2. Beckhoff Busklemme KL5001 (SSI-Geber) an Beckhoff Controller mit CAN-Bus (LC / BK / BC / BX51xx) und Ethernetanschluss (BK / BC9000)
- Beckhoff Busklemme KL5101 und KL5111 (Eingang für Inkrementalencoder)

3.3.3 Embedded Software

Die auf der CPU-Einheit installierte Software besteht aus:

- Betriebssystem: Debian Linux „Sid“ mit Kernelversion 2.4.27 und CAN-Treiber der Fa. Port
- CORBA: omniORB 4.0.6
- Webserver: fnord 1.9
- Steuerungssoftware

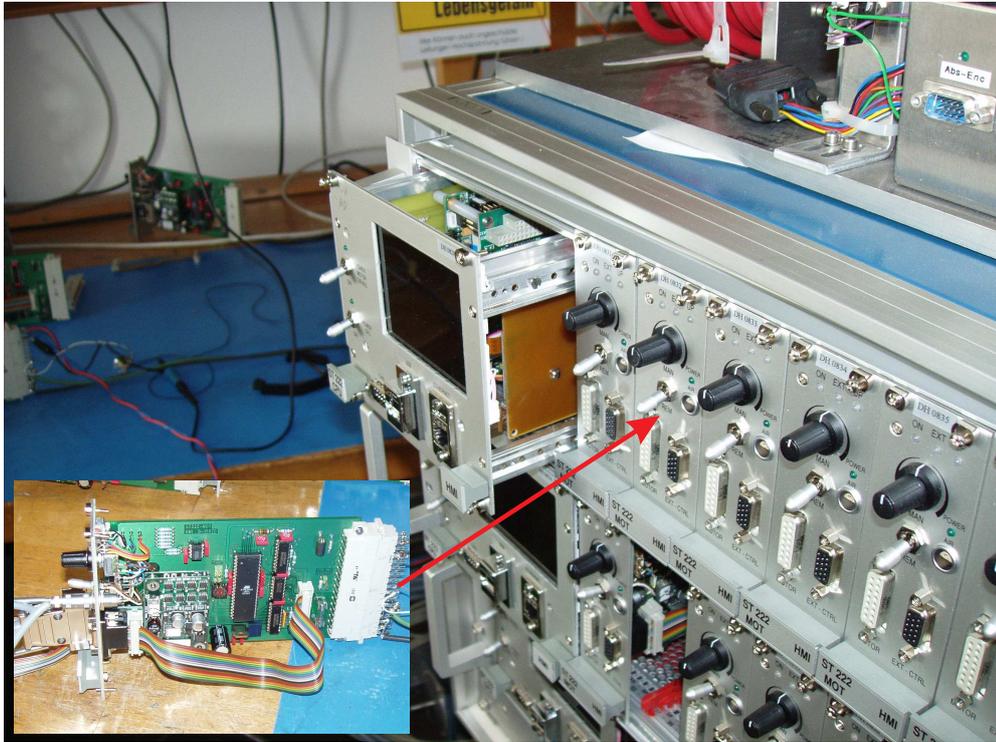
Die Steuerungssoftware wurde in der Datenverarbeitungsabteilung des HZB entwickelt und übernimmt in der CPU-Einheit verschiedene Aufgaben.

- Geräteserver:
Der Geräteserver steuert alle unterstützten Geräte an, speichert dauerhaft deren Gerätedaten und Einstellungen. Er unterstützt, dass mehrere Motoren gleichzeitig laufen und auch die aktuellen Positionen gelesen und zwischengespeichert werden können.
- Generischen *CORBA-Gerät* für *CARESS*:
Es übersetzt *CARESS*-Befehle (siehe 4.3) in Anfragen an den Geräteserver und Antworten des Geräteservers in Statusmeldungen an *CARESS*. Er speichert Geräteparameter für die Dauer der Nutzung durch die Instrumentsteuerungssoftware und übernimmt das Nachpositionieren und das richtungsabhängige Anfahren einer Zielposition.
- Website:
Für die Konfiguration bzw. den schnellen Zugriff auf wichtige Geräteparameter, als auch den „Handbetrieb“ eines Gerätes. Hiermit können Geräte eingerichtet und getestet werden.
- Visualisierung:
Auf dem Monitorausgang werden von ausgewählte Achsen der Status und die Position angezeigt, unabhängig von der Instrumentsteuerungssoftware.

3.3.4 Hochleistungssteuerung ST224

Die Steckmodule der *ST222* mit den *Stepnet Micro Panel* ist im Strom und in der Funktionalität aufgrund der kleinen Bauart sehr beschränkt. Für Motorachsen mit stärkerer Leistung oder mit einem kombinierten Inkremental/Absolutencodern müssen die leistungsstärkeren *Stepnet Panel* verwendet werden. Die Steuerung *ST224* bietet die Montageplattform für diese Module und deren Spannungsversorgung. Die Motorströme werden über ein externes *Delta Power Supply* gespeist. Die Anschlüsse entsprechen dem HZB Standards. In Abbildung 3.10 ist der Einschub zu sehen.

a) Steuereinheit



b) SSI-Umsetzer



Abbildung 3.13: In Abbildung a) ist die Steuereinheit zu sehen mit dem herausgezogenem „Embedded Computer“. Im Bild ist außerdem noch die Seitenansicht einer Steckkarte auf der sich die eigentliche Steuerplatine (*Stepnet Micro Modul*) befindet, zu erkennen. In Abbildung b) ist der SSI-Umsetzer zu sehen, der die seriellen Signale der Encoder in den CAN-Bus einschleift.

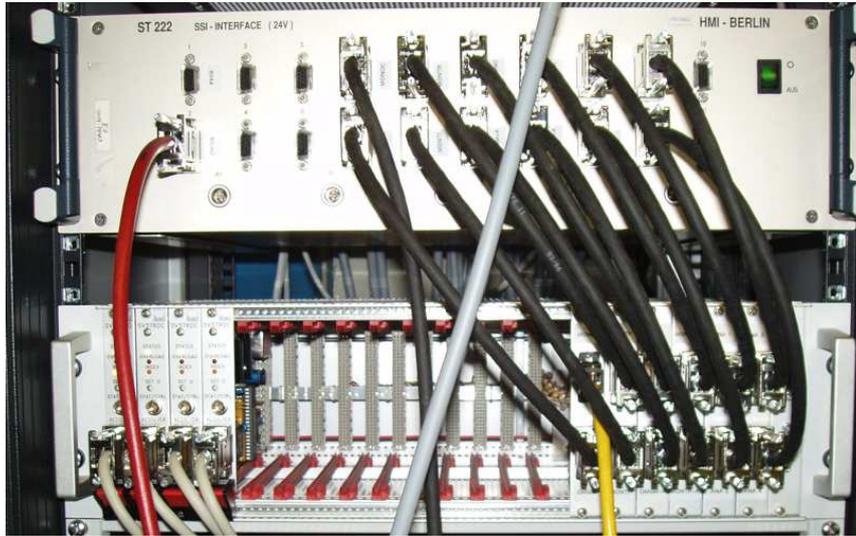


Abbildung 3.14: Steckmodule für das Auslesen von Resolvem und der Ausgabe als SSI-Absolutenkoder.

3.3.5 SSI Umsetzer

Um die Positionsinformationen der Encoder nach dem SSI-Standard in die *CAN-Bus*-Kommunikation einbinden zu können, wurden in einem Einschub Beckhoff-Klemmen mit SSI-CAN Übersetzer eingebaut und intern mit Strom versorgt. Zusätzlich wurden auch Ausleseelektronik für Kippsensoren und eine optogekoppelte Trennung des *CAN-Bus* integriert. In Abbildung 3.13b ist der Einschub zu sehen. Die Anschlüsse entsprechen dem HZB Standard.

3.3.6 Resolverkarte

Normale optische Absolutencoder sind sehr strahlungsempfindlich und könne so nicht innerhalb der Hauptabschirmung um den Monochromater herum verwendet werden. Gerade in dem schlecht zugänglichen Bereich ist aber eine genaue Positionsbestimmung wichtig. Als Alternative kann man magnetische Resolver verwenden, die aber nur „single turn“ betrieben werden können, also keine Informationen über die Zahl der Gesamtumdrehungen liefert. Diese Funktion wird von speziell entwickelten *Resolverkarten* (siehe Abb. 3.14) übernommen. Da die Achsen im Normalbetrieb nur elektrisch betrieben werden können, ist das ohne Problem möglich. Batterien können diese Informationen auch bei Stromausfall puffern bis sie stromfrei gespeichert sind.

3.4 Computersysteme

3.4.1 Übersicht

Insgesamt sind fünf Rechner-Gruppen zu unterscheiden die direkt dem Flat-Cone-Diffraktometer zugeordnet sind.

1. Instrument PCs
 - Instrumentsteuerungsrechner (*)
 - Detektor-PCs (2x)*
2. Embedded Systems
 - PXI-System*
 - ST222-CPU (2x)*
3. Service Systeme (E-Halle)
 - Probenumgebungs-PC
 - User PC
4. Service Systeme (HZB Campus)
 - Datensammler-Workstation
 - Windows-Application Server
 - Data Buffer Fileserver (Schnellerer Datenzugriff und Datenbackup)
5. Backupsystem (E-Halle)
 - Backup Datensammler Rechner*
 - Backup Window Application Server*

Alle mit * gekennzeichneten Rechner befinden sich in einem lokalen Netzwerk und können nur über den Instrumentsteuerungsrechner erreicht werden. Diese Rechner und die Rechner der E-Halle befinden sich in einem separaten USV-gepufferten Rack.

3.4.2 Ethernet - LAN

Das Flat-Cone Diffraktometer ist das erste Instrument in der E-Halle, welches bereits vollständig mit 1 GBit/s an das Intranet angekoppelt ist. Dazu ist der 1 GBit Switch über Glasfaser mit dem Hauptknotenpunkt verbunden. Um den Betrieb es Instruments auch ohne die Dienste des restlichen Netzes nutzen zu können und die instrumentnahen PCs vor Störungen von außen zu schützen, wurde ein lokales 1 GBit Netz aufgebaut. Die Dienste werden vom Instrumentrechner zur Verfügung gestellt.

Über die in alle Racks eingebauten Patch-Einschübe ist eine flexible Konfiguration möglich. Die Racks sind über fest installierte LAN-Verbindungen mit dem Computer Rack verbunden.

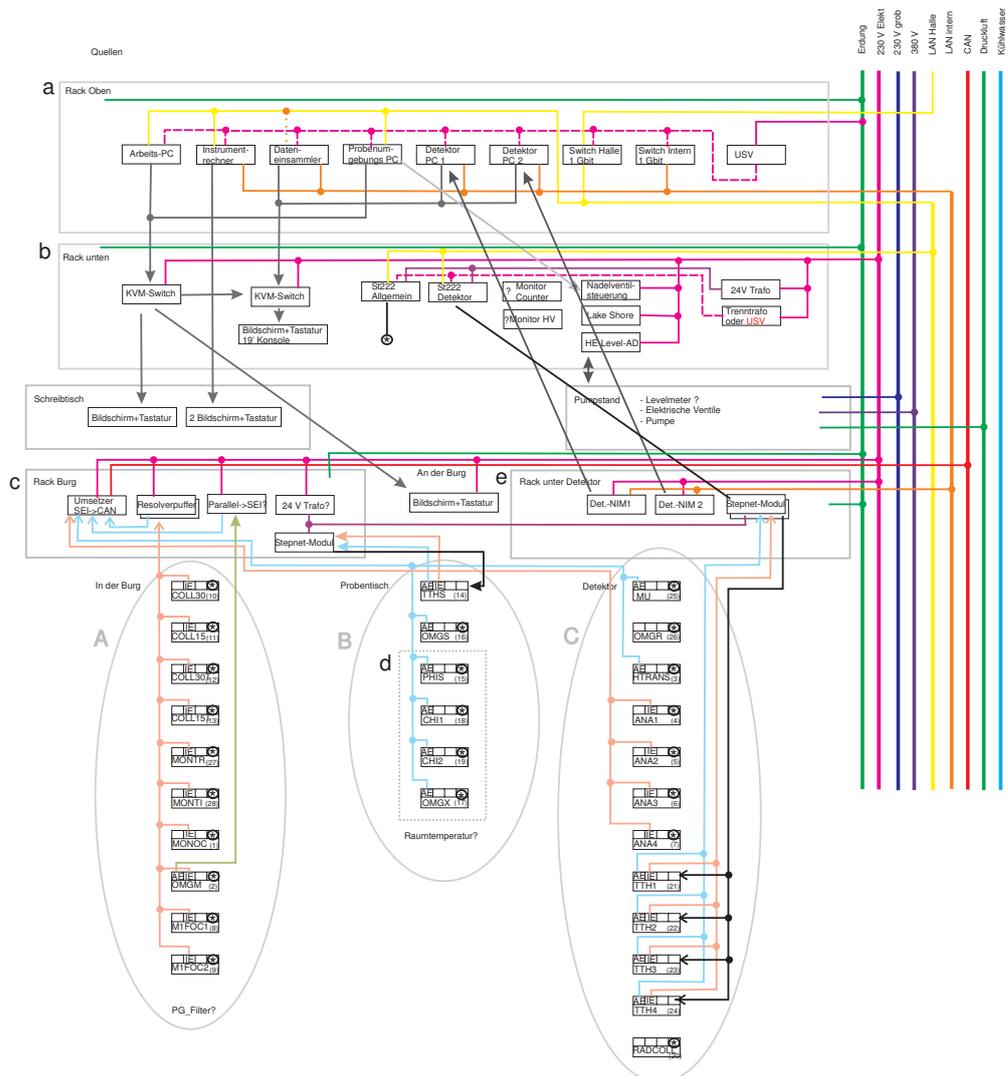


Abbildung 3.15: Der Blockschaftplan für das E2.

3.5 Stromversorgung

In dem Blockschaltplan in Abbildung 3.15 sind alle Leitungen schematisch verzeichnet, die zum Betrieb des E2 notwendig sind. Im Wesentlichen sind das die Motor- und Encoder-Leitungen.

Um die Arbeitssicherheit am Instrument zu erhöhen, werden die Leitungen zu den wichtigsten Entnahmepunkten fest verkabelt. Dabei wird zwischen dem „rauscharmen“ Elektronik-Stromnetz und dem „grobem“ Pumpen-Stromnetz unterschieden, um Störungen in der sensiblen Messelektronik zu verhindern. Um Potenzialprobleme zu vermeiden sind alle Racks galvanisch getrennt und eine schleifenfreie Erdungsverkabelung realisiert.

Kapitel 4

Software

Ein oft unterschätzter Aufgabenbereich bei der Erstellung eines großen wissenschaftlichen Projektes ist die Verarbeitung der gewonnenen Daten und deren Archivierung. Die Arbeitsgruppe Kristallographie der Uni Tübingen besitzt eine lange Tradition auf dem Gebiet der Datenanalyse (z.B. *Simref* [MIP88]).

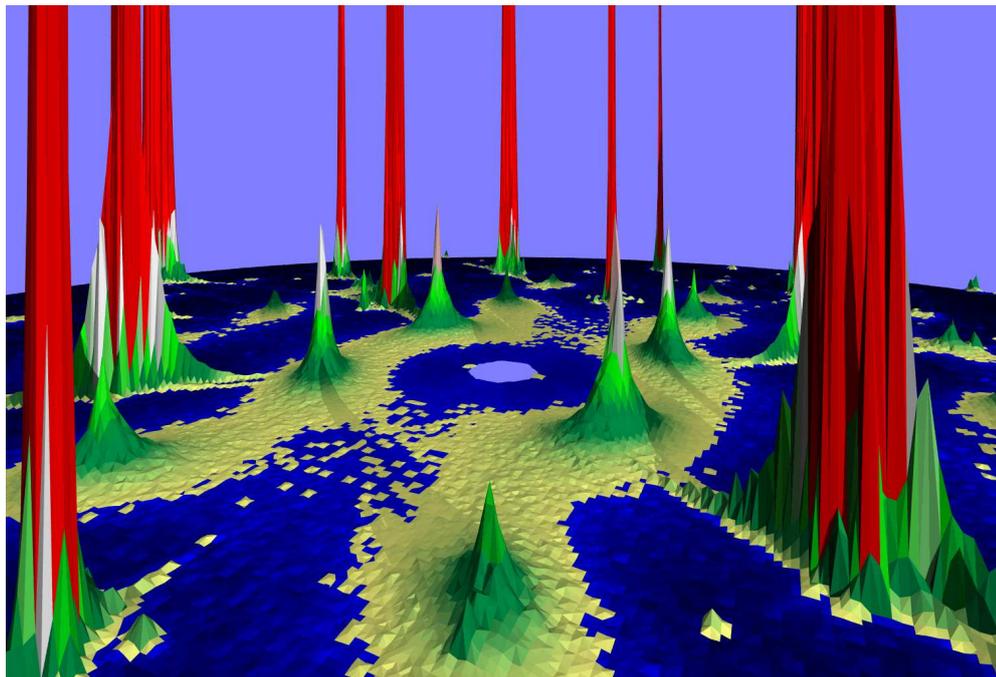


Abbildung 4.1: Bragg und magnetisch diffuse Streuung in MnO [HHS03b]: Die Intensitätsverteilung in der (hhl)-Ebene von MnO in der paramagnetischen Phase bei $T = 200$ K. Die gigantischen roten Baumstämme sind die Bragg Reflexe und die glatten Hügel ist die zu untersuchende diffuse Streuung. Visualisiert wurde dieser Messsatz mit *POV-Ray* und *TVtueb*.

4.1 Infrastruktur

Die Universität Tübingen beteiligte sich, vertreten durch Dr. Jens-Uwe Hoffmann¹⁴, aktiv an der Entwicklung der Datenverarbeitungsinfrastruktur am Hahn-Meitner-Institut/Helmholtz-Zentrum Berlin. Bereits umgesetzte Projekte

¹⁴Herr Dr. Jens-Uwe Hoffmann war von 2006 bis 2009 Mitglied im Daten-Verarbeitungsausschuss (DVA) des HMI, dessen Vorsitz er inne hat. Genauso ist er seit August 2006 auch im *NIAC* (International Advisory Committee.), dem Gremiums für die Standardisierung von *NeXus*, Mitglied. Seit 2010 ist er Mitglied in der PNI-High-Data-Rate-Initiative der Helmholtz-Gemeinschaft.

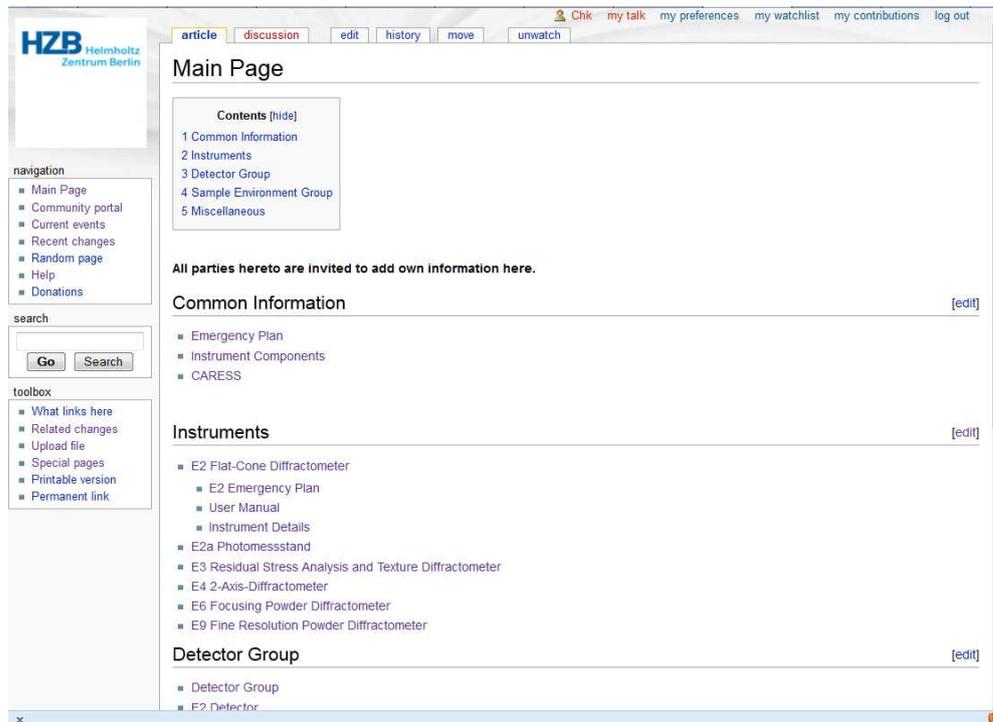


Abbildung 4.2: Internes Wiki-System als Dokumentation für die Instrumente.

sind u.a. die Einführung eines Wiki-Systems¹⁵ zur Dokumentation (Betriebsanleitung) der Neutronenstreulinstrumente des HZBs (siehe Abb. 4.2). Bereits 1999 setzte die Arbeitsgruppe Tübingen am HMI mit eigenen Servern neue Maßstäbe in puncto Datensicherheit und Verfügbarkeit von Daten.

4.2 Datenmengen und -formate

Die entscheidende Schwierigkeit bei der Erweiterung der Software für die neue Instrumentengeneration sind die großen Datenmengen. Die Lineardetektor-Daten wurden den Benutzer aufgrund der leichteren Auswertbarkeit im ASCII-Format zur Verfügung gestellt. Bei der Nutzung von nur einem Flächendetektor konnten Programme wie *TVtueb*¹⁶ (siehe Abbildung 4.3 und Abschnitt 4.6.1) mit entsprechenden Modulen¹⁷ erweitert werden und das binäre Datenformat der Instrumentsteuerungssoftware *CARESS* einzulesen. Für das Beispiel der Eigenspannungsanalyse wird pro Messpunkt sehr lange gemessen, d.h. trotz des Flächendetektors sind die Datenrate gering. Das gilt auch für Pulvermessungen.

¹⁵Das Wiki-System entstanden als Wissensmanagement-Tool im Umfeld der „Entwurfsmuster“-Theoretiker nach einer Idee aus dem Jahre 1995. Einer der bekanntesten System ist das Wikipedia Lexikon (www.wikipedia.de) welches auf Wikimedia (<http://wikimediafoundation.org/wiki/Home>) basiert, wie das HMI Wiki.

¹⁶Software von J.-U. Hoffmann und R. Schneider.

¹⁷Erweiterung erfolgte durch Dr. Rainer Schneider für die Eigenspannungsanalyse der Instrumente E3 und E7

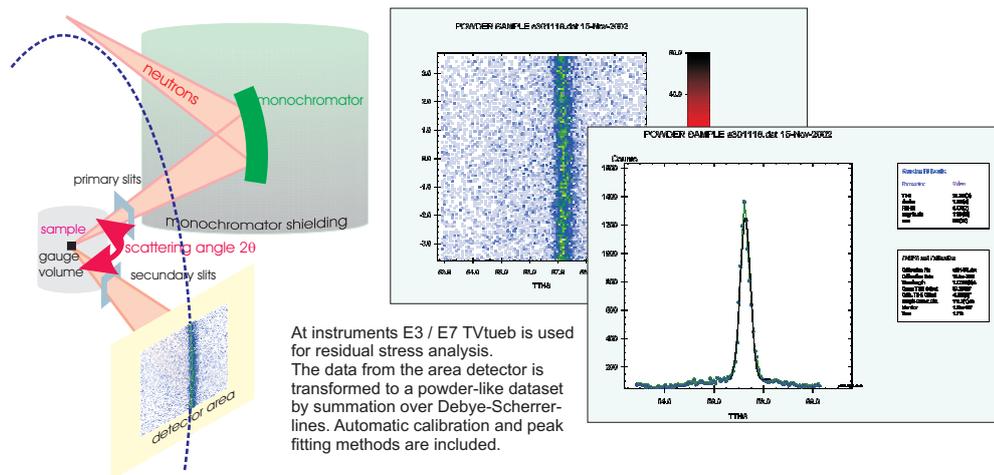


Abbildung 4.3: *TVtueb* besitzt bereits die Möglichkeit Flächendetektordaten zu verarbeiten und auf den Debye-Scherrer-Ringen aufzusummieren.

Bei Einkristalluntersuchungen werden in relativ kurzer Zeit viele Messpunkte aufgenommen. Dabei soll eine Datenreduktion erst bei der Datenauswertung erfolgen. Die entstehenden binären Datenmengen können wie folgt abgeschätzt werden:

Ausgehend von 256 x 256 Pixel pro Flächendetektor ergeben sich ca. 262000 Pixel für die gesamte Detektorbank. Für eine vollständigen 2Theta-Bereich bedeutet das ca. 524000 Pixel. Intern sind pro Pixel 4 Byte vorgesehen, woraus sich pro Schritt eine Datenmenge von ca. 2 MByte ergibt. Bei Einkristallmessungen wird der Kristall um eine Achse senkrecht zum Strahl gedreht. Normalerweise reicht die Aufnahme eine halbe Ebene (180°) aus. Für eine ungenaue Übersicht werden mindestens 360 Schritte verwendet. Bei einer genauen Strukturbestimmung ist es sinnvoll, aufgrund der verbesserten Auflösung, bis zu 1800 Schritte zu wählen. Das ergibt Datenmengen von 0,7 bis 3,5 GByte pro gemessener Ebene. Dennoch sind aufgrund der kurzen Messungen die einzelnen Frame fast leer. Die Daten lassen sich deshalb gut, um etwa ein Faktor von 10, komprimieren (ohne Informationsreduzierung oder Datenverfälschung).

Prinzipiell sind drei Daten-Format-Gruppen zu unterscheiden: Primärformate, Archiv-Formate und Nutzformate.

4.2.1 Primärformate

Die ersten sind die „primären Datenformate“, wie sie von *CARESS*, dem Probenumgebungs-PC oder dem Detektorsystem (*ROOT*) erzeugt werden. Das bisherige binäre Speicherformat von *CARESS* reicht nicht mehr aus um diese zusammengefassten Daten zu speichern. Auch ist keine Komprimierung vorgesehen.

4.2.2 Standard- und Archivformate: NeXus

Eine weitere Format-Gruppe sind die „Archivformate“. Dabei verwendet man nach Möglichkeit Standardformate um eine spätere Migration zu vereinfachen.

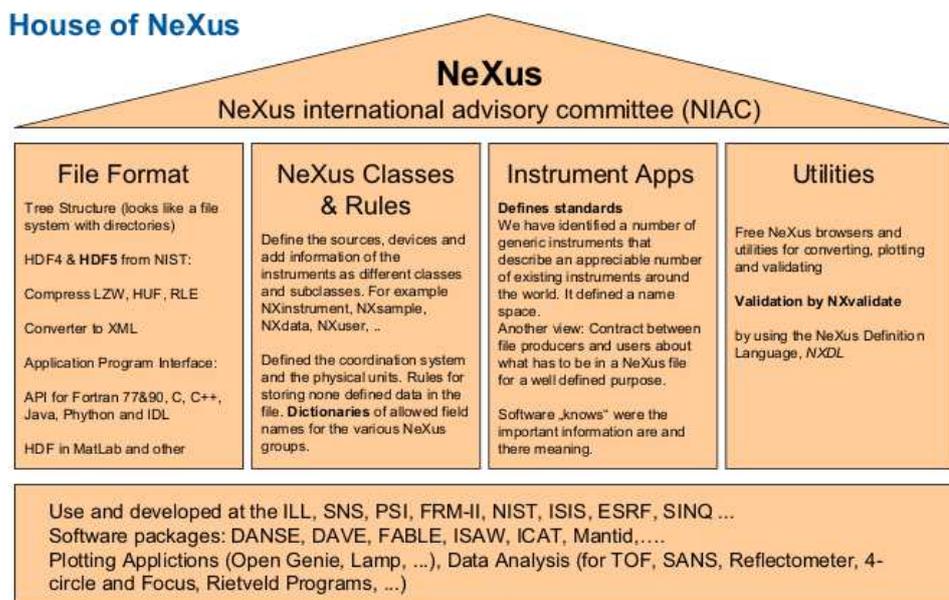


Abbildung 4.4: Das prinzipielle Konzept von *NeXus*.

Am HZB hat man sich in Abstimmung mit *PanData*¹⁸ und mit der *PNI-HDRI*¹⁹ für das standardisierte internationale Datenformat *NeXus* entschieden. In Abbildung 4.4 sind die wichtigsten Komponenten dargestellt aus dem sich *NeXus* zusammensetzt, da es weit mehr als ein reines Datenformat ist. Zum einen ist da das reine Dateiformat, welches entweder die binären Formate *HDF4* oder *HDF5* sein können, oder ein ASCII XML-Format. Für große Datenmengen hat man sich auf das *HDF5* Datenformat geeinigt (*NeXus*^{HDF5}). Es stehen hier verschiedene APIs zur Einbindung in eigene Software-Projekte zur Verfügung. Das Andere sind die *NeXus*-Klassen. Sie definieren die wichtigsten Komponenten eines Instruments und deren Parameter. Des weiteren gibt es noch Instrumentanwendungen die einen Typus von Instrumenten beschreiben und die nötigen Einträge festlegen (Namensdefinition). Alle anfallenden Daten eines Experimentes können gespeichert werden. Aus den *NeXus*-Daten lassen sich leicht Einträge in Meta-Datenbanken (*icat*²⁰) erzeugen. Als letzte Säule für *NeXus* werden verschiedenste Programmwerkzeuge zur Verfügung gestellt.

Im Ergebnis entsteht eine File-System ähnliche Speicherstruktur wie sie in Abbildung 4.5 an einem Beispiel dargestellt ist.

Der *TVtueb*-Nachfolger *TVneXus* ist speziell, wie es der Name schon verrät, für das *NeXus*-Format optimiert. Ein Konverter der die Primärdaten einsammelt und in einem *NeXus*-File speichert steht zur Verfügung (vgl. Abs. 4.4). Mit dem *NeXus*-Format können leicht Daten ausgetauscht werden und von anderer Auswertesoftware genutzt werden.

¹⁸Europäische Zusammenarbeit der Großforschungsanstalten auf dem Gebiet der Datenverarbeitung.

¹⁹High Data Rate Initiative der PNI-Zentren der Helmholtz-Gemeinschaft.

²⁰ICAT: Open Soucre Metadaten Management Programm; Website: <http://code.google.com/p/icatproject/>

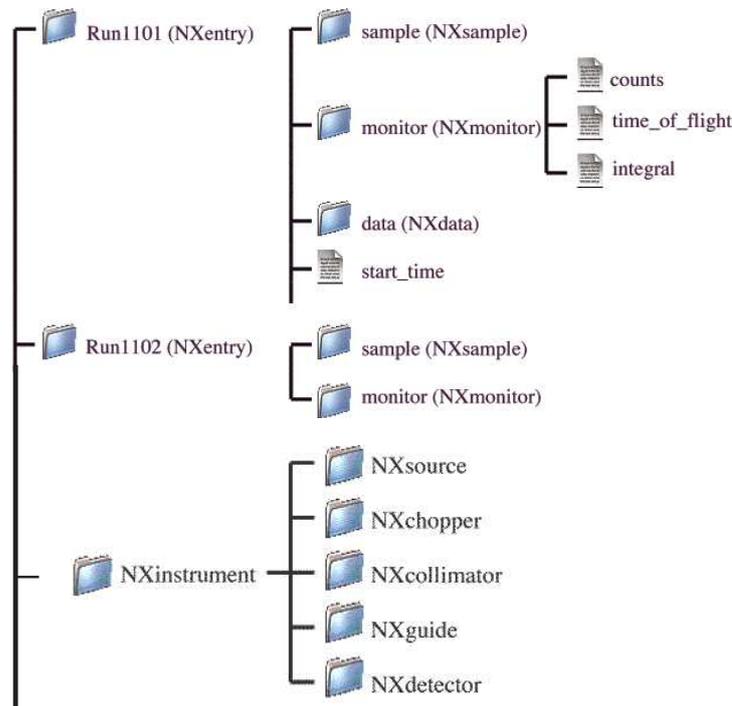


Abbildung 4.5: Die innere Struktur von NeXus Daten setzt sich aus NeXus Klassen zusammen. Den Klassen werden Namen zugeordnet, welche zum Teil bereits fest definiert sind.

4.2.3 Nutzformate

Wünschenswert sind zusätzliche, an das Instrument angepasste „Nutzformate“, wie sie zum Beispiel bei Drei-Achsen-Instrumenten vorkommen. Hier ist eine einfache Tabellenkalkulation mit Informationen über die reziproke Position (hkl), dem Energieübertrag (ΔE) und der Neutronenintensität (I) in mehr als 95% der Messungen ausreichend und zum Teil auch notwendig, da diese Informationen nicht direkt in den primären Messdaten enthalten sind. Es findet meist eine Vorauswertung statt. Durch die Verwendung von *NeXus* ist es für das Flat-Cone Diffraktometer möglich automatische Transformation in den reziproken Raum und eines Pulver-Diffraktogramms ebenfalls in der Datei zu speichern.

4.3 Instrumentsteuerungssoftware CARESS

Text von O.-P. Sauer:

CARESS ist ein stabiles Programmsystem zur Steuerung von Neutronenstreulinstrumenten. Mit *CARESS* werden Instrumentkomponenten eingestellt, Messabläufe (scans) über mehrere Einstellungen gefahren, Daten erfasst und gespeichert, erfasste Daten protokolliert und grafisch dargestellt. Die Bedienung erfolgt über eine grafische Benutzerschnittstelle auf der Basis von *OSF/MOTIF* bzw. *Qt*.

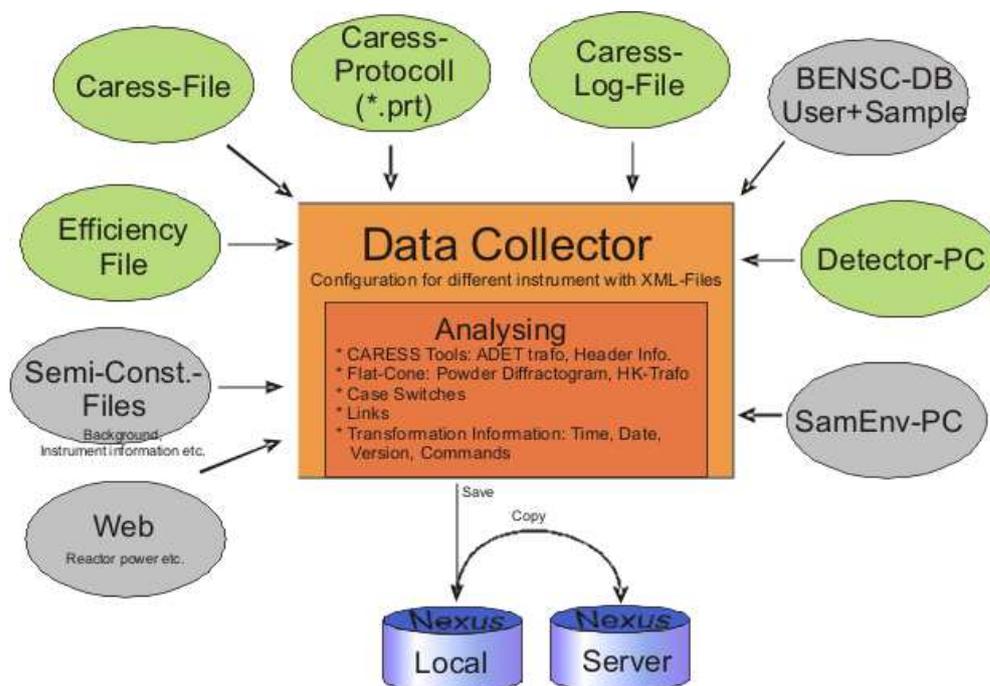


Abbildung 4.6: Konzept des Dateneinsammlers

Mehr als 100 verschiedene Hardware-Komponenten wie Motorsteuerungen, Zähler, Histogramm-Module, Detektor-Systeme (Linear- und Flächenzähler), Stromversorgungen, Temperatursteuerungen, Geschwindigkeitsselektoren, Chopper usw. sind derzeit mittels CARESS integrierbar. Diese Komponenten können über *CAMAC*, *VME*, *PXI*, *Ethernet*, *CAN-Bus*, *IEC-488* oder *RS-232* angesteuert werden.

Gegenwärtig wird CARESS auf Workstations unter LINUX eingesetzt und fortlaufend weiter entwickelt, um es an die Bedürfnisse der Experimentatoren anzupassen.

4.4 Datensammler

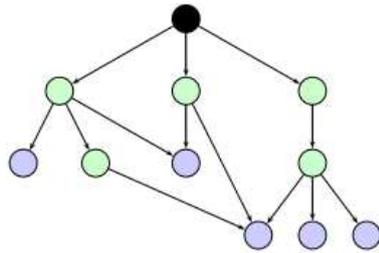
Leider ist *CARESS* nicht für das direkte schreiben von *NeXus*-Dateien geeignet. Daher wurde eine unabhängige Software zwischen *CARESS* und den fertigen *NeXus*-Files implementiert.

Der folgende Text ist in Teilen aus der Diplomarbeit von Jörg Gasse [Gas06] entnommen.

4.4.1 Grundidee

Im Rahmen einer Diplomarbeit mit dem Thema *Konzeptionierung und Erstellung einer Software zur Serialisierung und automatisierten Analyse von komplexen Daten aus unterschiedlichen Quellen* [Gas06] wurde von Dipl.-Ing. Jörg Gasse an der Fachhochschule für Wirtschaft Berlin, ein Programm entwickelt,

Multi-Bäume zur Threadverwaltung
Was muss in welcher Reihenfolge bearbeitet werden.



Klassendiagramm für Datensammler
Objektorientiertes Konzept

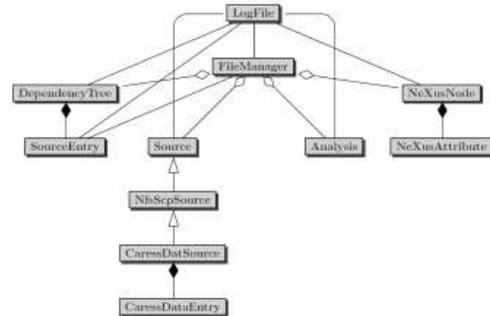


Abbildung 4.7: Auf der linken Seite sind die Multi-Bäume veranschaulicht die zur Threadverwaltung genutzt werden. Recht ist das Klassendiagramm des Datensammlers abgebildet.

welches die entstehenden Daten in einer Datei zusammenfassen kann und sogar vorverarbeiten kann. Die Arbeit wurde in der Abteilung Magnetismus (SF2) des Hahn-Meitner-Institutes (HMI) unter Anleitung von Dr. Jens-Uwe Hoffmann angefertigt.

In der Diplomarbeit wurde ein Konzept vorgestellt, welches es ermöglicht, die bei Neutronenstrahlexperimenten anfallenden Daten zentral zu erfassen, ggf. erste Analysenfunktionen zu starten, sowie das Abspeichern in einer zentralen *NeXus*-Datei und der anschließenden Archivierung der Datei in einer zentralen Einrichtung des HZBs. Das Konzept wurde in ein Programm umgesetzt, wobei das Hauptaugenmerk auf den Punkten Abhängigkeitsauflösung zwischen den Daten, parallele Ausführung von Prozessen und leichte Erweiterbarkeit durch weitere Module, hauptsächlich zur Datenanalyse, lag.

Die Daten für das Programm werden über das Netzwerk bezogen, der Aborteort der Daten kann aber erst zur Laufzeit des Programms ermittelt werden. Bestimmte Daten müssen also zwingend vor anderen Daten konvertiert werden, um die weitere Ausführbarkeit zu gewährleisten. Schwierigkeiten ergeben sich dadurch, dass möglichst alle Operationen parallel ablaufen sollen, um so Netzwerk- und Prozessorauslastung zu optimieren und die Dauer der Programmausführung zu verringern.

Die Schwierigkeit besteht dabei vor allem im Datentransfer aus den teilweise HZB-eigenen Datenformaten in das universelle *NeXus*-Format, sowie dem Einsatz von mehreren Bibliotheken, die zum Teil einen parallelen Zugriff auf den selben Datenbestand verbieten.

Unter anderem muss das Programm selbständig ablaufen und daher sehr robust sein. Das Programm ist einfach um weitere Klassen zur Konvertierung und Analyse zu erweitern. Die Daten werden effizient im Speicher gehalten um mehrfache Lesevorgänge zu vermeiden.

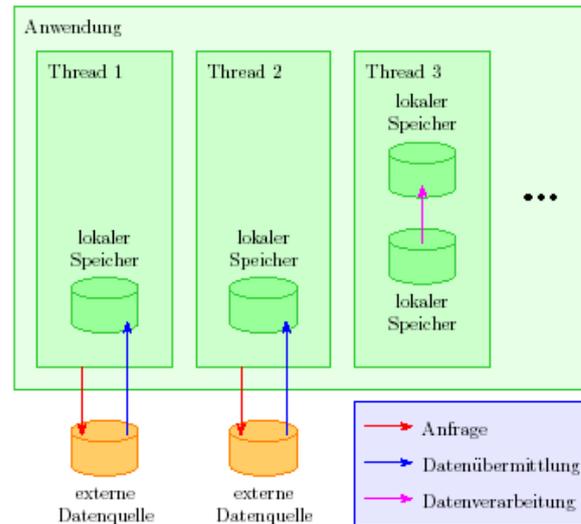


Abbildung 4.8: Parallelisierung innerhalb der Datensammler-Anwendung

Bei dem Programm sind folgende Punkte umgesetzt worden:

- Robustheit des Programms
- Keine Eingriffe durch den Benutzer erforderlich
- Parallelisierung der verschiedenen Aufgaben
- Ermittlung von Datenquellorten zur Laufzeit
- Abhängigkeitsauflösung der Datenquellen untereinander
- Leichte Erweiterbarkeit durch neue Module zur Datenübertragung, -konvertierung und -analyse.

4.4.2 Umsetzung

Das Programm (im Folgenden als Datensammler bezeichnet) soll hauptsächlich Routinearbeiten erledigen, die Beschaffung der Daten und deren Transfer bzw. Konvertierung in das *NeXus*-Dateiformat. Durch Erweiterungen des Datensammlers wurde es möglich Analysefunktionen und -verfahren auf die Daten anzuwenden. Das Programm soll autonom die ihm gestellte Aufgabe verrichten, eventuelle Fehler erkennen, diese abfangen und eine Fehlermeldung ausgeben. Bei kritischen Fehlern sind trotzdem alle noch ausführbaren Aufgaben zu erledigen. Weite Teile des Programms werden parallel ausgeführt. Vor allem die Datenakquisition eignet sich auf Grund der Menge der zu übertragenden Daten dafür hervorragend. So kann ein Thread²¹ z. B. die Messdaten von den Messdaten-PCs über das Netzwerk übertragen, während ein anderer Thread die Daten der Probenumgebung aus der Datenbank ausliest. Im Idealfall verfügt der

²¹Threads sind Programmabschnitte, die innerhalb einer Anwendung parallel ablaufen.

Rechner, auf dem der Datensammler läuft, über eine sehr schnelle Netzwerkanbindung und kann so die Daten von mehreren PCs gleichzeitig übertragen und lokal hinterlegen.

Während ein Thread noch Daten über das Netzwerk transferiert, kann ein weiterer Thread bereits die ersten Daten in die neue Datei konvertieren. Je nach Aufwand für die Konvertierung kann hier sogar eine optimale Auslastung von Netzwerkstrecken und CPU²² erreicht werden. Die schnelle Auswertung der Daten ermöglicht außerdem die zeitnahe Analyse und Darstellung der Daten durch externe Anwendungen.

In Abbildung 4.8 ist dieser Sachverhalt kurz dargestellt. Die ersten beiden Threads der Anwendung sind mit der Beschaffung der Daten beschäftigt. Sie schicken eine Anfrage an einen entfernten Rechner auf dem die Daten liegen und lassen sich die Daten über das Netzwerk zuschicken. Im Speicherbereich der Anwendung werden die Daten für einen schnellen Zugriff hinterlegt. Der dritte Prozess kümmert sich bereits um die Datenverarbeitung. Er analysiert die Daten aus dem oberen Speicherbereich und schreibt die verarbeiteten Daten (oder Ergebnisse) in den unteren Speicherbereich.

Der Datensammler kann Abhängigkeiten zwischen verschiedenen Datenquellen erkennen und zur Laufzeit auflösen. Ebenso kann er nicht auflösbare Abhängigkeiten und Ringabhängigkeiten aufdecken um so die erste aufgestellte Anforderung (keine Benutzerinteraktion / Deadlocks) nicht zu verletzen.

4.4.3 Dateiformate

Der Datensammler verarbeitet mehrere verschiedene Dateitypen während seiner Ausführung. Darunter zählen das *NeXus*- Dateiformat als Ausgabeformat des Datensammlers, das *XML*-Format, welches für die Konfigurationsdateien und als Unterformat für *NeXus* benutzt werden kann, das Format *HDF5*, ebenfalls ein Unterformat von *NeXus* und mehrere Eingabedatenformate. Das erste Format ist das *CARESS*-Datenformat, welches hauptsächlich Umgebungsparameter für den Ablauf des Experiments enthält und die Detektordaten in *ROOT*-Dateien. Außerdem können *XML*, *ASCII* und *HDF4/HDF5* Daten gelesen werden. Bei den meisten dieser Dateiformate besteht die Möglichkeit auf eine zur Verfügung gestellte API²³ zurückzugreifen. In Abbildung 4.6 ist das Zusammenspiel der einzelnen Komponenten noch einmal verdeutlicht.

4.5 Konfigurationsprogramm

Um den Datensammler konfigurieren zu können und um eine entsprechende *NeXus* Vorlage leicht anfertigen zu können, hat Dr. Jens-Uwe Hoffmann ein GUI²⁴-Programm (siehe Abb. 4.9) geschrieben, welches einem aktiv bei den folgenden Aufgaben unterstützt.

²²Central Processing Unit

²³Application Programming Interface - bekannte Schnittstelle zur Benutzung von Programmerroutinen aus anderen Bibliotheken

²⁴Graphical User Interface

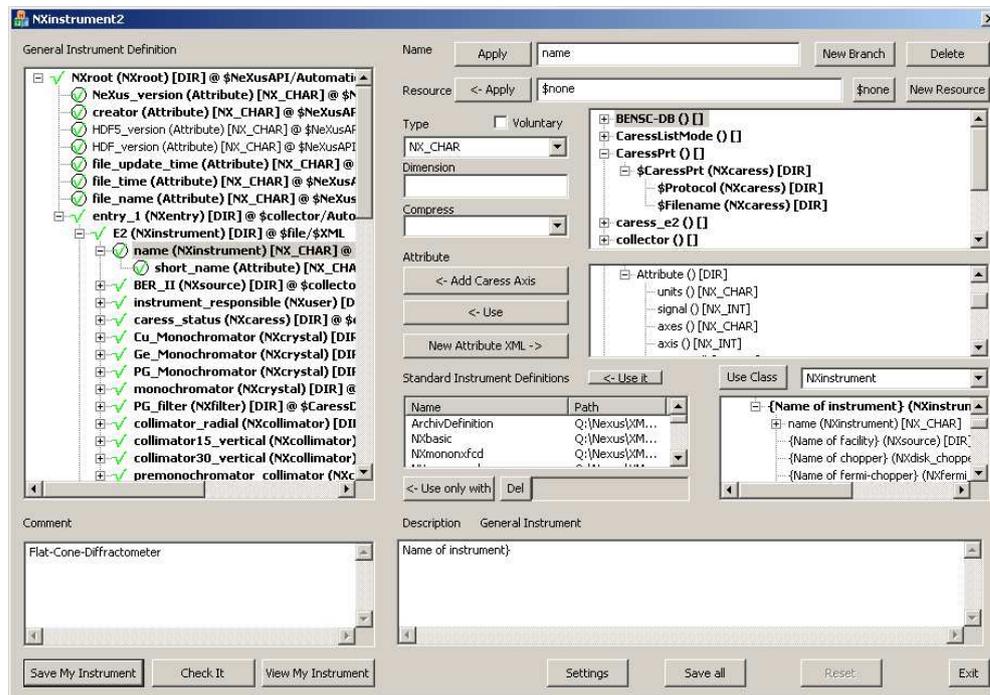


Abbildung 4.9: Konfigurationswerkzeug für den Datensammler und zur Erstellung einer NeXus Formatvorlage.

- Erstellen des *NeXus*-Grundbaumstruktur (gemäß Klassendefinitionen)
- Definition von Datenquellen
- Automatische Analyse der CARESS-Beispieldaten
- Farbliches kennzeichnen wichtiger (zwingender) Einträge
- Attributverwaltung
- *NeXus* Instrumentdefinitionen werden mit dem eigenem Entwurf abgeglichen.
- Ändern des Typs, der Dimension und des Kompressionsverfahrens je Eintrag.
- Automatische Überprüfungsroutine
- Einfügen von Kommentaren (z.B. für Meta-Daten)
- Die Speicherung der Informationen erfolgt als *XML*-Datei.

Ohne dieses Programm ist eine einfache umfassende Konfiguration von komplexen Instrumenten wie das Flat-Cone-Diffraktometer E2 nur schwer möglich.

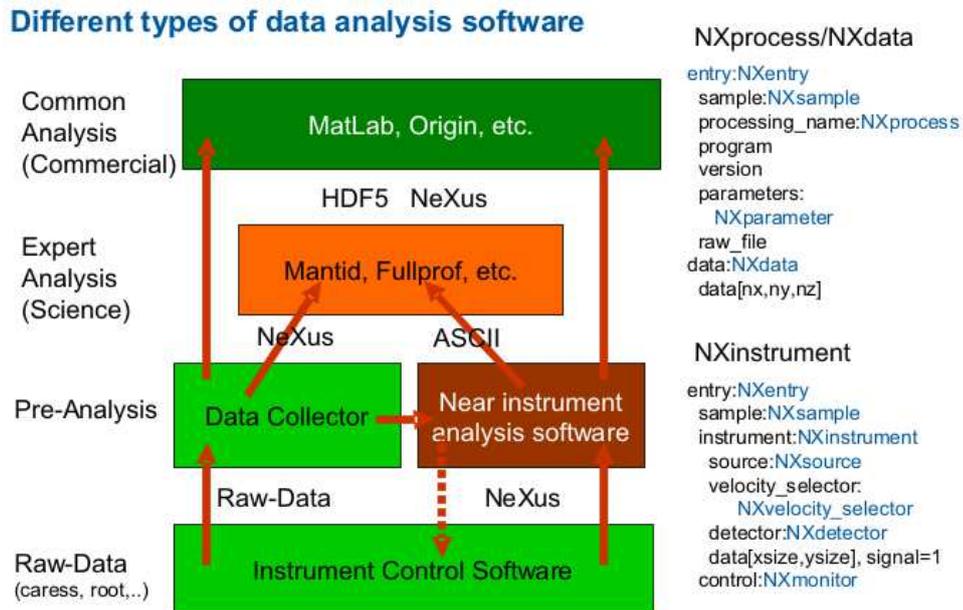


Abbildung 4.10: Schematische Darstellung des Workflow bei der Datenanalyse.

4.6 Auswertesoftware TVneXus

Als Auswertesoftware wurde am Flat-Cone-Diffraktometer (und an den Instrumenten E3, E6 und E7) im wesentlichen die Programme *TVtueb* und *Bean*²⁵ benutzt. Wie im folgenden gezeigt wird, reichen diese Anwendungen nicht mehr aus. Bei der Auswertung von Flächendetektordaten muss aufgrund der geringen Zählereignisse pro Pixel (Kanal) überlegt werden, ob man anstatt der normalen Zählstatistik²⁶ auf die „Statistik der kleinen Zahlen“²⁷ zurück gegriffen werden muss.

Mit Einführung der Nachfolgesoftware *TVneXus* wurden annähernd der gleiche Funktionsumfang, wie von *TVtueb* bekannt, zur Verfügung gestellt.

In Abbildung 4.10 ist der schematische Arbeitsweg zur Datenanalyse dargestellt. Als erstes entstehen die Daten in einem Rohdatenformat am Instrumentrechner und anderen PCs am Experiment. Danach werden sie im Datensammler in ein *NeXus*-File zusammengefasst, um danach mit einer instrumentnahen Software (hier *TVneXus*) die Messdaten zu korrigieren und in den gewünschten Nutzraum umzuwandeln. Danach kann mit anderen Softwarepaketen weiter gearbeitet werden.

²⁵Weitere Informationen auf den HZB Web-Page: <http://www.helmholtz-berlin.de>

²⁶Eine große Anzahl an Ereignissen die nach dem „Gesetz der großen Zahlen“ behandelt werden können. Danach leitet sich z.B. der Fehler bzw. Standardabweichung des gezählten Mittelwertes von $N \gg 0$ Ereignissen ab als $\delta_{\bar{x}} = \delta_x / \sqrt{N}$ (vgl. z.B. [Tay88]).

²⁷Es handelt sich um einen Spezialfall der *Poisson*-Verteilung, die sich mit nur einer geringen Anzahl an Ereignissen beschäftigt.

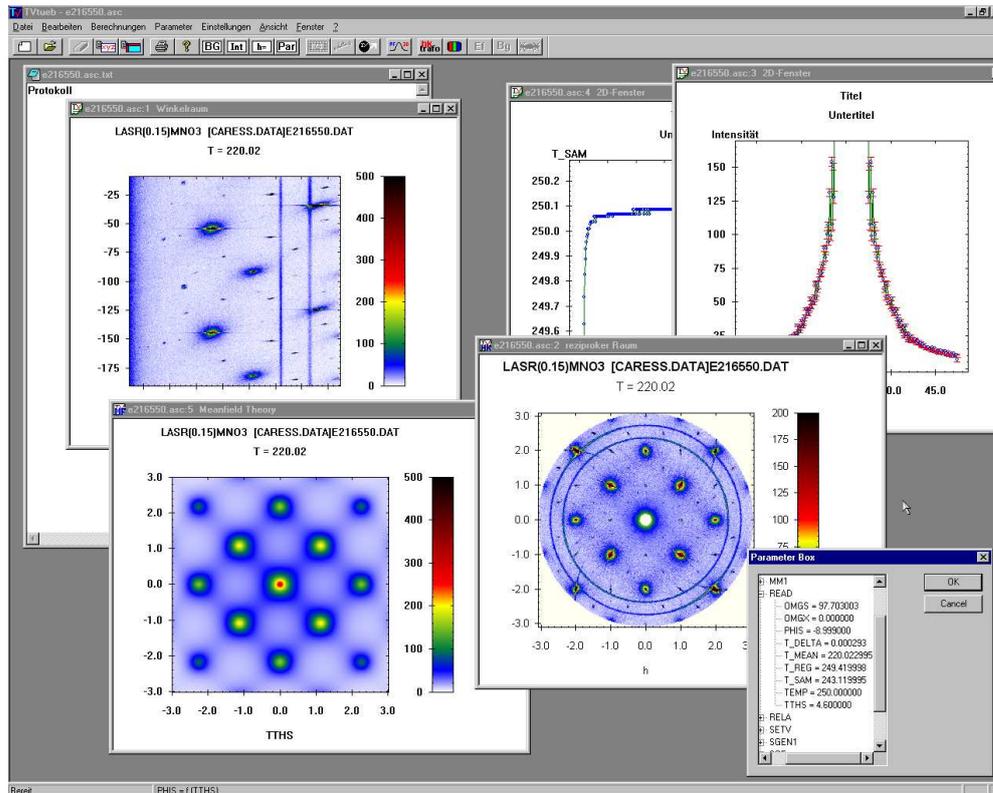


Abbildung 4.11: Das äußere Erscheinungsbild von *TVtueb*. Es sind folgende Fenster zu sehen: Rohdaten, transformiert in den reziproken Raum Daten, mit einer Theorie angepassten Daten, Protokollfenster, Schnitt durch die Daten, Dargestellte Messparameter und Instrumentparameter.

4.6.1 Der Vorgänger - TVtueb

Ein wichtiger Baustein für die wissenschaftliche Arbeit ist das Vorhandensein von verschiedenen Datenanalysemöglichkeiten. Dazu wurde von der Arbeitsgruppe Tübingen²⁸ [HSRH99] [SHH01] das Softwarepaket *TVtueb* (siehe Abbildung 4.11) entwickelt, mit dem die Messdaten dargestellt werden können (z.B. Transformation in den reziproken Raum). Es können theoriefreie Analysen der Daten vorgenommen werden. Diese Basissoftware, welche den Usern der Instrumente E2, E3, E6 und E7 kostenfrei zur Verfügung gestellt wurde, dient als Plattform zur Entwicklung von durch Theorien gestützte Datenanalysen, wie z.B. die Anpassung an magnetisch diffuse Neutronenstreuverteilungen mittels einer paramagnetischen Molekular-Feld-Theorie mit Onsager-Erweiterung oder die Anpassung von struktureller Fehlordnung.

Das Programm wurde auch am DMC und am HRPD des Paul-Scherrer-Institut Villingen und am ILL Grenoble verwendet.

²⁸Die Universität Tübingen hatte für den Betrieb des Flat-Cone-Diffraktometers Mitarbeiter an das HMI entsandt. Zur Zeit der Programmentwicklung von *TVtueb* bestand die Gruppe aus J.-U. Hoffmann, R. Schneider und D. Hohlwein

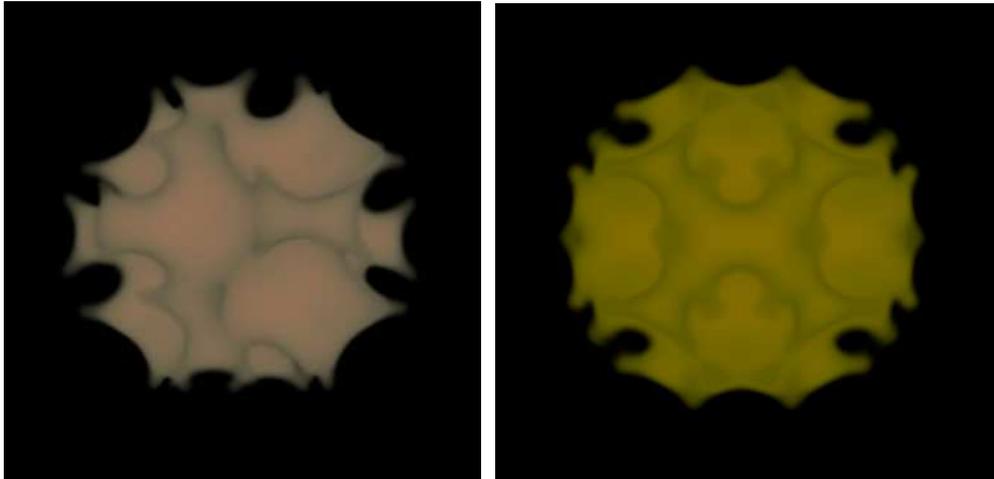


Abbildung 4.12: Mit *TVtueb* berechnete diffuse Neutronenstreuung von MnS_2 im dreidimensionalen reziproken Raum nach den Parametern von T. Chatterji et al. [CBB91]. Die Darstellung erfolgte mit dem Programm *VG Studio Max*. Die Bilder zeigen die Streuung bei unterschiedlichen Darstellungsgrenzen. Links sind die inneren „spitzeren“ und rechts die „breiten“ äußeren Streuerverteilungen zu erkennen.

4.6.2 Übersicht über TVneXus

Dennoch reicht das bisherige Programm *TVtueb* nicht für die Auswertung der großen Datenmengen aus. Ein neues Programm soll die Struktur von *NeXus* im Speicher abbilden. Es wurde das Programm *TVneXus* entwickelt.

Dabei konnte auf Routinen aus dem umfassenden Programmpaket *TVtueb* zurückgegriffen werden. So wurde auch dieses neue Programm in der Programmiersprache *MS Visual C++* verwirklicht. Das äußere Erscheinungsbild ist vertraut (Vergleiche Abb. 4.13 und Abb. 4.11).

Leider standen keine Personalmittel für diese Software-Entwicklung zur Verfügung. Die Software wurde nun alleine von J.-U. Hoffmann weiterentwickelt, da es keine vergleichbare Alternative gab. Nur mit einem mächtigen Analyse-Werkzeug kann die Leistungsfähigkeit des Instrumentes vollständig genutzt werden. Folgende Aufgaben wurden geleistet:

- Umstellung vom alter MS Visual C++ Version 6.0 auf die neuste MS Visual C++ Version mit gleichzeitigem Wechsel zur 64-bit Windows-Plattform um auch große Datenmengen problemlos bearbeiten zu können.
- Erweitern des Datenmanagements für Datensätze aus mehreren Flächendetektoren (große Datenmengen).
- NeXus Files können eingelesen werden.
- Detektorpositionen müssen untereinander korreliert werden.
- Berechnung von Beobachtungsebene auch bei Flat-Cone-Geometrie. (virtuelle Detektoröffnung und Höhenoffset).

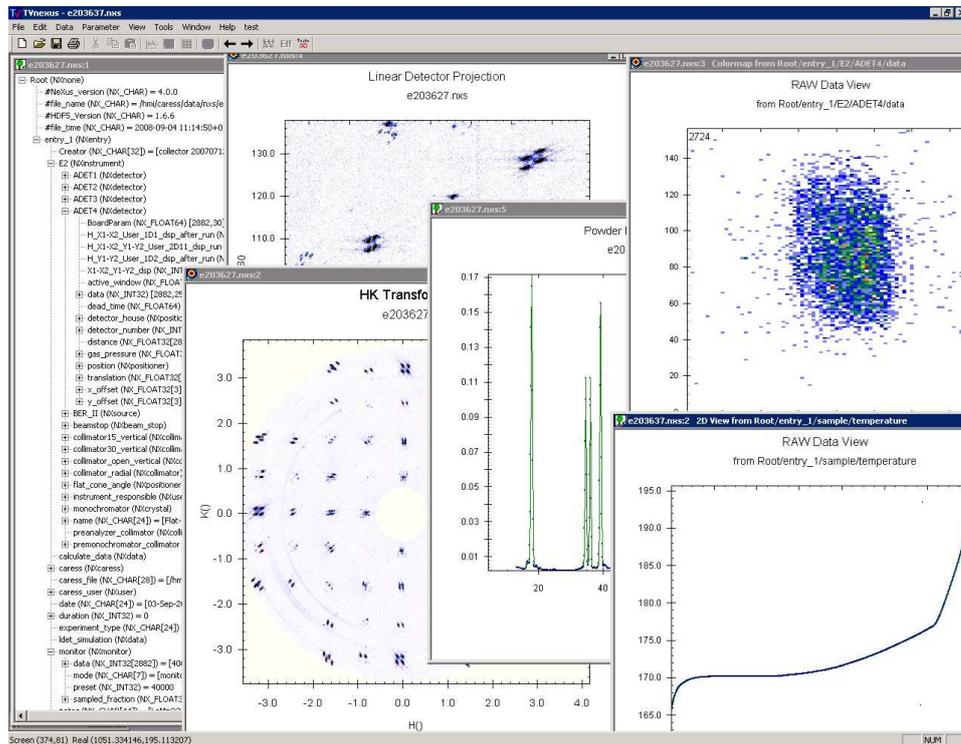


Abbildung 4.13: Das von *TVtueb* vertraute Layout wurde von *TVneXus* beibehalten.

- Korrekturmöglichkeit von Fehlorientierung der Einkristallprobe, vor allem bei Flat-Cone-Messungen. Nun gibt es die Möglichkeit in der Flat-Cone-Geometrie die Kippung fehlorientierte Einkristalle zu korrigieren.
- Schnittstellen für andere Auswerte-Programme wurden geschaffen.
- Spezielle Einkristallfunktionen wurden implementiert.

Mit dem neuen E2 können dreidimensionalen Informationen aufgenommen werden, mit *TVneXus* verarbeitet werden und mit den verschiedenen Theorie-Modulen angepasst werden.

Die Aufgaben des Programms ist die Visualisierung, Auswertung und Manipulation der 3D-Datensätze. Es ermöglicht den Datentransfer mit Hilfe der Windows-Zwischenablage bzw. durch die Konvertierung in andere Dateiformate zu anderen Programmen.

Das Basisprogramm kann mit Modulen zur Modellierung von Theorien und deren Anpassungen an die Messdaten erweitert werden.

4.6.3 Basis-Programm

In dem Basis-Programm von *TVneXus* sind die Funktionen verfügbar, die zum Einlesen, Speichern und Bearbeiten der Daten notwendig sind. Das Programm wird den Experimentatoren kostenfrei zur Verfügung gestellt.

In dieser Übersicht werden einige ausgewählte Möglichkeiten aufgeführt.

- Transformation der Daten, z.B. in den reziproken Raum (*hkl*-Transformation) sind integriert.
- Es kann eine Analyse des Untergrundes durchgeführt werden. Datensätze können entsprechend korrigiert werden.
- Mehrere Datensätze können zusammengeführt werden. Die Zuordnung der Daten an die ursprüngliche Messung ist weiterhin möglich.
- Verschiedene Integrations- und Summationsfunktionen stehen zur Verfügung. Die Ergebnisse lassen sich in einer 2D-Darstellung visualisieren.
- Aus den Datensätzen können Streuereignisse herausgelöscht (kreisförmig, rechteckig oder Debye-Scherrer-Ringe) werden.
- Die wichtigsten Funktionen können auf mehrere Datensätze gleichzeitig angewendet werden.

Bei der Umsetzung des Programms wurde darauf geachtet das keine Datenreduzierung durchgeführt wird. Die Summe der Streuereignisse bleibt bei allen Transformationen, bei Ausnahmen wird darauf hingewiesen, konstant. Das bedarf einer Trennung zwischen Rohdaten und Transformatierten Daten, so dass die Zählstatistik durch das mitführen des Referenz-Monitors erhalten bleibt.

4.6.4 Visualisierung

Ein wichtiger Teil des Programms ist die schnelle und präsentationsreife Darstellung der Daten. Die Intensitäten werden farbkodiert dargestellt. Diese Kodierung ist frei zu definieren. Die x -Achse der Darstellung kann alternativ als Detektor-Kanäle oder 2θ (Streuwinkel) abhängig aufgetragen werden. Teilbereiche können heraus vergrößert werden. Es ist möglich die Graphiken in andere Programme zu übernehmen.

4.6.5 Mausinteraktion

Das Herausvergrößern erfolgt, wie der Großteil der zur Verfügung gestellten Funktionen, durch Mausinteraktion. Zusätzlich werden auf der Statusliste die Koordinaten für die entsprechende Darstellung angezeigt. Maxima können automatisch gefunden werden. Es besteht die Möglichkeit über den mit der Maus angehenden Bereich zu integrieren. Durch das automatische auffinden von Intensitätsmaxima lassen sich die Gitterkonstanten und der ω -Offset (Drehung des Einkristalls um die Normale der Streuebene) bestimmen.

4.6.6 Berechnungen/Analysefunktionen

Das Programm stellt eine Reihe wichtiger Rechenoperationen zur Verfügung. Eine Besonderheit des Programms ist es mehrere Datensätze zusammenzuführen. Dennoch bleiben diese getrennt gespeichert, so dass z.B. die Parameterköpfe

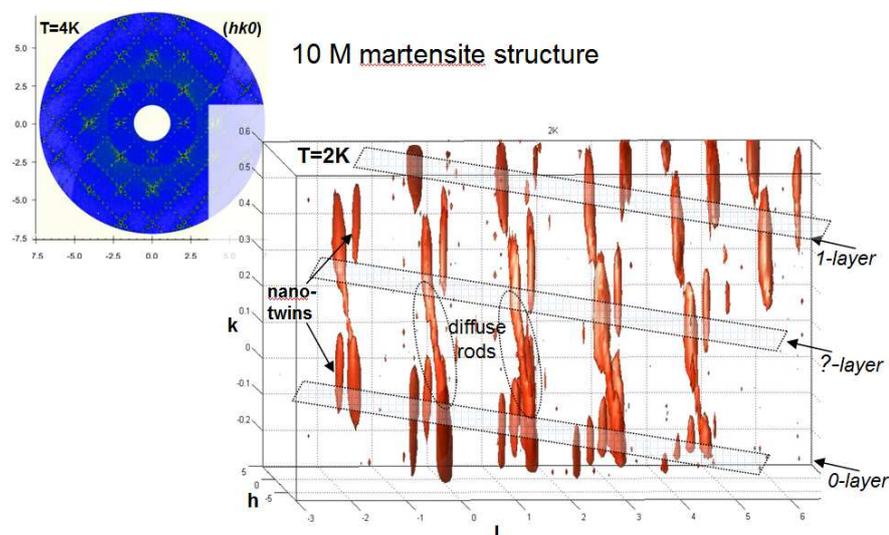


Abbildung 4.14: Lösung der Überstruktur in der magnetischen Formgedächtnislegierung $\text{Ni}_{51}\text{Mn}_{27}\text{Ga}_{22}$. Darstellung mit MatLab.

weiterhin einzeln betrachtet werden können. Die Datensätze werden erst in der Darstellung gemischt.

Eine wichtige Aufgabe des Programms ist die Berücksichtigung von Korrekturen. Die Detektor-Effizienz (Efficiency) ermöglicht das Ausgleichen von Detektorschwächen. Der instrument- und aufbauspezifische Untergrund in 2θ -Richtung kann abgezogen werden.

Einen großen Funktionsumfang besitzen die Löschroutinen. Dabei werden die Streueignisse aus dem Datensatz entfernt und als *Empty* gekennzeichnet. Eine Speicherung des bearbeiteten Datensatzes ist möglich. Sämtliche Löschroutinen werden mitprotokolliert. Diese Informationen können auf andere Datensätze angewendet werden. Ein nachträgliches editieren ist möglich. Im Einzelnen lassen sich folgende Löschroutinen unterscheiden: Aus den Datensätzen können Quader, Ellipsoide oder Doppelkegel (Debye-Scherrer-Ringe) herausgelöscht werden.

Das Programm *TVneXus* ist in der Lage Bragg-Reflexe zu indizieren, wenn vorher die Atompositionen bekannt sind und angegeben werden können. Es kann die Orientierungsmatrix (UB-Matrix) aus einem Datensatz automatisch berechnen.

4.6.7 Export Möglichkeiten

Im Wesentlichen werden die Daten über die Zwischenablage von *Windows* ausgetauscht. Dabei stehen mehrere Formate zur Verfügung. Zum einen, dass so genannte *Array*-Format, wobei die erste Zeile und Spalte die x - und y -Achse aufführt und die Intensitäten vollständig aufgefüllt werden. Bereiche ohne Daten werden leer gelassen. Als anderes Format stehen *Tuple* zur Verfügung. Es gibt hierbei zwei Varianten. Das Standardformat ist den x und y -Wert, als auch die Intensität hintereinander pro Zeile zu schreiben. Nicht vorhandene Werte

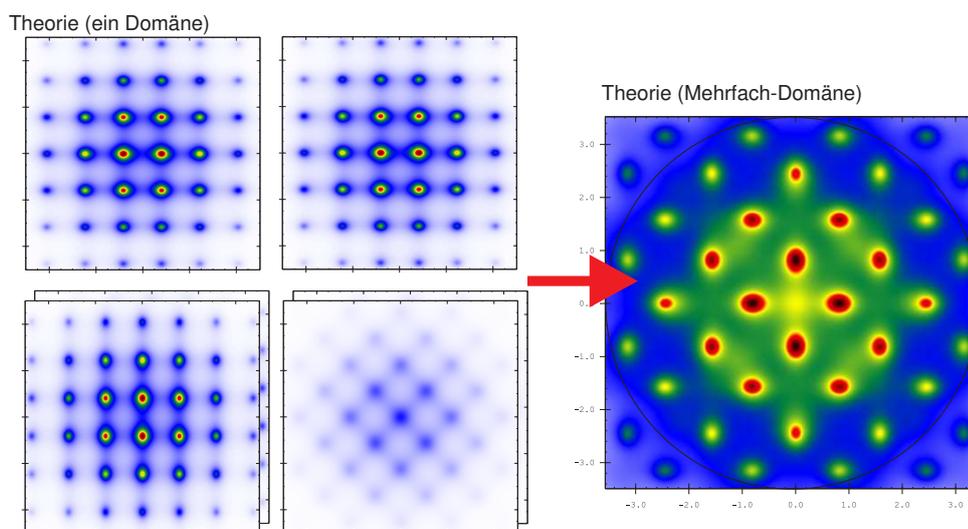


Abbildung 4.15: Modelliertes diffuses Streubild von sechs Domänen am Beispiel von dem antiferromagnetischen LaMnO_3 .

werden nicht aufgeführt. Als Ergänzungsformat kann ein Gewichtungsfaktor hinzugefügt werden. Entsprechend kann dieses als Datei gespeichert werden (entspricht dem Instrument 10-Format von *Fullprof*²⁹).

Die graphische Darstellung kann über eine *PostScript*-Ausgabe (Drucker) in ein File erfolgen oder ebenfalls über die Zwischenablage im Meta-Graphik-Format oder als Bitmap kopiert werden. Mehrere Layer werden automatisch nummeriert gespeichert.

Eine Besonderheit ist die Möglichkeit den *MatLab*-Server³⁰ direkt zu nutzen. Dabei werden die Datensätze direkt in *MatLab* zur Verfügung gestellt und können dort weiterverarbeitet werden. In Abbildung 4.14 ist ein Beispiel für eine 3D-Darstellung zu sehen.

4.6.8 Modellierung von magnetisch diffuser Streuung

Die entwickelten Erweiterungsmodule ermöglichen es theoretische Streuverteilungen an die Messdaten anzupassen. Dabei ist das Basis-Programm zur Vorbereitung der Messdaten unentbehrlich. Störeffekte können kompensiert oder entfernt werden. Der für die Anpassung interessante Bereich kann gewählt werden. Gleichzeitig dient es auch zur Darstellung der theoretischen Streuverteilung.

Die Theiemodule sind möglichst allgemein gehalten und die Parameter werden über eine interaktive Eingabemaske festgelegt. Diese können gespeichert werden. Die Fortschritte und das Ergebnis werden in einem Protokoll festgehalten. Es ist jederzeit möglich den aktuellen Stand der Verfeinerung anzuzeigen.

²⁹Fullprof: Ist eine Rietveld Analyse Software zur Verfeinerung von Pulverneutronenstreu-daten. Webseite: <http://www.ill.eu/sites/fullprof/>

³⁰MatLab ist eine kommerzielle Software des Unternehmens The MathWorks (<http://www.mathworks.de>) zur Lösung mathematischer Probleme und zur grafischen Darstellung der Ergebnisse.

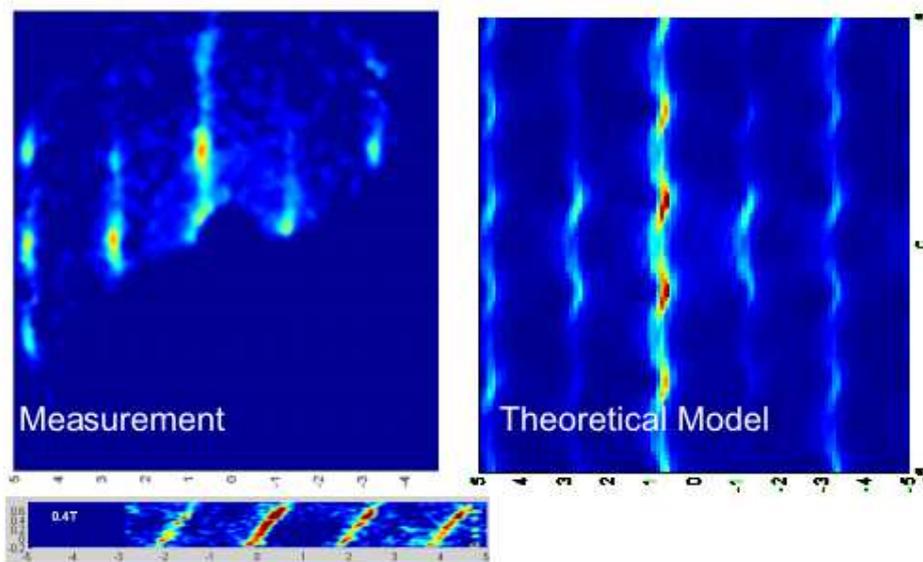


Abbildung 4.16: Diffuse magnetische Neutronenstreuung, die als Nachweis für die Existenz von magnetische Monopole gilt (entsprechend Dirac-Monopole).

Die Verfeinerungen laufen als Hintergrundprozess ab und werden mittels eines *Thread Managers* gesteuert. Dieser ermöglicht es mehrere Fits zu starten die nacheinander oder parallel abgearbeitet werden.

Für die Auswertung der paramagnetischen diffusen Neutronenstreudaten von Einkristallen war es notwendig, neue Methoden zu entwickeln. In Rahmen der Entwicklung vom Programmpaket *TVtueb* und des entsprechendem Modul für magnetisch diffuse Streuung wurden bereits eine Reihe von Substanzen untersucht. So wurden die Manganate aus der $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ Gruppe [HSM00b], Seltenenerden Metalle Terbium und Holmium als Modellsysteme [SCHH00] [SCHH01a], Bilayersystem $\text{La}_{1.2}\text{Sr}_{1.8}\text{Mn}_2\text{O}_7$ [CSH⁺02], die Modellsubstanzen MnF_2 [Hoh02] und MnO [HHS03b], als auch andere hexagonale Manganate [LTH⁺03] untersucht.

Ausgangsposition für die Beschreibung der magnetisch diffusen Neutronenstreuung ist die Arbeit von Thomas Brüchel [Brü88]. Dieser Ansatz der Molekularfeld-Theorie wurde für beliebige Kristallgitter erweitert und ermöglicht die Bestimmung von Wechselwirkungsparameter für mehrere Atome pro Elementarzelle. Diese wurde durch die Einführung einer renormalisierten Temperatur [HZ00], welche als ein fitbarer Zusatzparameter zu verstehen ist, der in den Arbeiten von Prof. Hohlwein et. al [Hoh02] [HHS03b] durch einen Osager-Ansatz [Ons36] ersetzt wurde, berechenbar.

Die Gitterstruktur kann durch die Angabe der Atompositionen und der Atomart eingegeben werden. Das Programm ermöglicht das überlagern mehrerer Streubild von verschiedenen Kristallite bzw. Domänen (siehe Abb. 4.15) mit unterschiedlicher Gewichtung. Neben einer beliebigen Anzahl an Wechselwirkungsparametern lassen sich auch der Skalenfaktor, div. Offsets, ein inkohärenter Untergrund, Wellenlänge, Anisotropien und die renormalisierte Temperatur, verfeinern.

Zur Überprüfung der Anpassungen wird in dem Protokoll eine Reihe von

Zusatzinformationen festgehalten, z.B. Korrelationsmatrix, Fehler der einzelnen Parameter und auch eine Überprüfung des Minimums der Abweichung $\bar{\chi}^2$.

Um die Güte der Anpassung auch optisch beurteilen zu können, wurde die farbkodierte Differenz-Flächendarstellung eingeführt. Diese Darstellung dient zum Auffinden größerer, z.B. durch ein falsches Modell hervorgerufener, Differenzen im resultierenden Streubild.

4.6.9 Fehlordnungsstreuung

Eine andere Ursache für diffuse Streuung ist die strukturelle Fehlordnung, z.B. durch Leerstellen oder Dotierung mit Fremdatomen. Am Beispiel von Zirkonia wurde diese Fehlordnungsstreuung modelliert und angepasst [KBHH⁺02]. Dazu wurde die Differenzstruktur zwischen idealer und verschobener Atomlage als Fouriertransformierte berechnet. In Abbildung 1.3 sind einige Ergebnisse dargestellt.

4.6.10 Berechnung Eis-Streuung mit GPUs

Aus mehreren Datensätzen wird ein großer 3D-Datensatz zusammengestellt, der in einem physikalischen sinnvollen Raum transformiert wird. Bei Einkristallen ist dieses der reziproke Raum. Bei den am Flat-Cone durchgeführten Messungen ist dieser ca. $400 \times 400 \times 200$ groß, das zusammen 32 Mio. Pixel ergibt. Möchte man dieses Streubild mit einer Theorie modellieren, werden die Daten mit einer Fit-Routine angepasst. Pro Anpassungsschritt, für einen vollständige Anpassungen werden zwischen 10 und 100 Schritte benötigt, müssen die Theoriewerte entsprechend der zu verfeinernden Parameter ausgerechnet werden. Bei einer solchen hohen Anzahl an Rechnungen wird eine Rechenzeit von bis zu einem Tag pro Schritt benötigt. Deshalb wurden von Dr. Jens-Uwe Hoffmann die Möglichkeit geschaffen leistungsstarke GPU-Karten³¹ mit über 400 Prozessorkernen für die Berechnungen zu benutzen. Jetzt reduziert sich die Zeit pro Schritt auf 5-10 Minuten. Mit der Verbindung der Fit-Funktionalität mit der Rechenleistung der GPUs ist für die Analyse von komplexen Streudaten ein großer Schritt vorwärts gemacht worden. Die Programmierung der GPUs erfolgte in der Programmiersprache *CUDA*³².

³¹Es werden die Tesla-Karten von NVidia genutzt.

³²CUDA (Compute Unified Device Architecture) ist eine von Nvidia entwickelte Programmiersprache, die eine direkte Programmierung der Grafikprozessoren (GPU) erlaubt.

Kapitel 5

Flat-Cone-Technik

Den Namen Flat-Cone-Diffraktometer hat das E2 von der gleichnamige Flat-Cone-Geometrie erhalten, welche den flachen Streukegel der höheren Ebene beschreibt. Dazu wird (im einfachsten Fall) der gebogene Detektor auf einer Kugel mit den Polen in der normalen Streuebene senkrecht zum einfallenden Strahl gekippt. In Abbildung 5.1 ist diese Kippung zu sehen.



Abbildung 5.1: E2 im Flat-Cone-Betrieb mit Magneten.

5.1 Flat-Cone-Geometrie

Von Prof. J. Ihringer.

Beim Messen eines Beugungsbildes ist es wünschenswert, zur optimalen Auflösung die Information aus dem vollen Raumwinkelbereich zu erfassen. Die konstruktive Realisierung der Diffraktometer zur Messung auf „einer Vollkugel“ erfordern mehrere Freiheitsgrade und sind deshalb mechanisch aufwendig (5-Kreis Geräte, Kappa Diffraktometer).

Weil Neutronen einen - im Vergleich zur Röntgenstrahlung - geringen Wirkungsquerschnitt mit Materie haben, sind die Proben mit ihrer Umgebung,

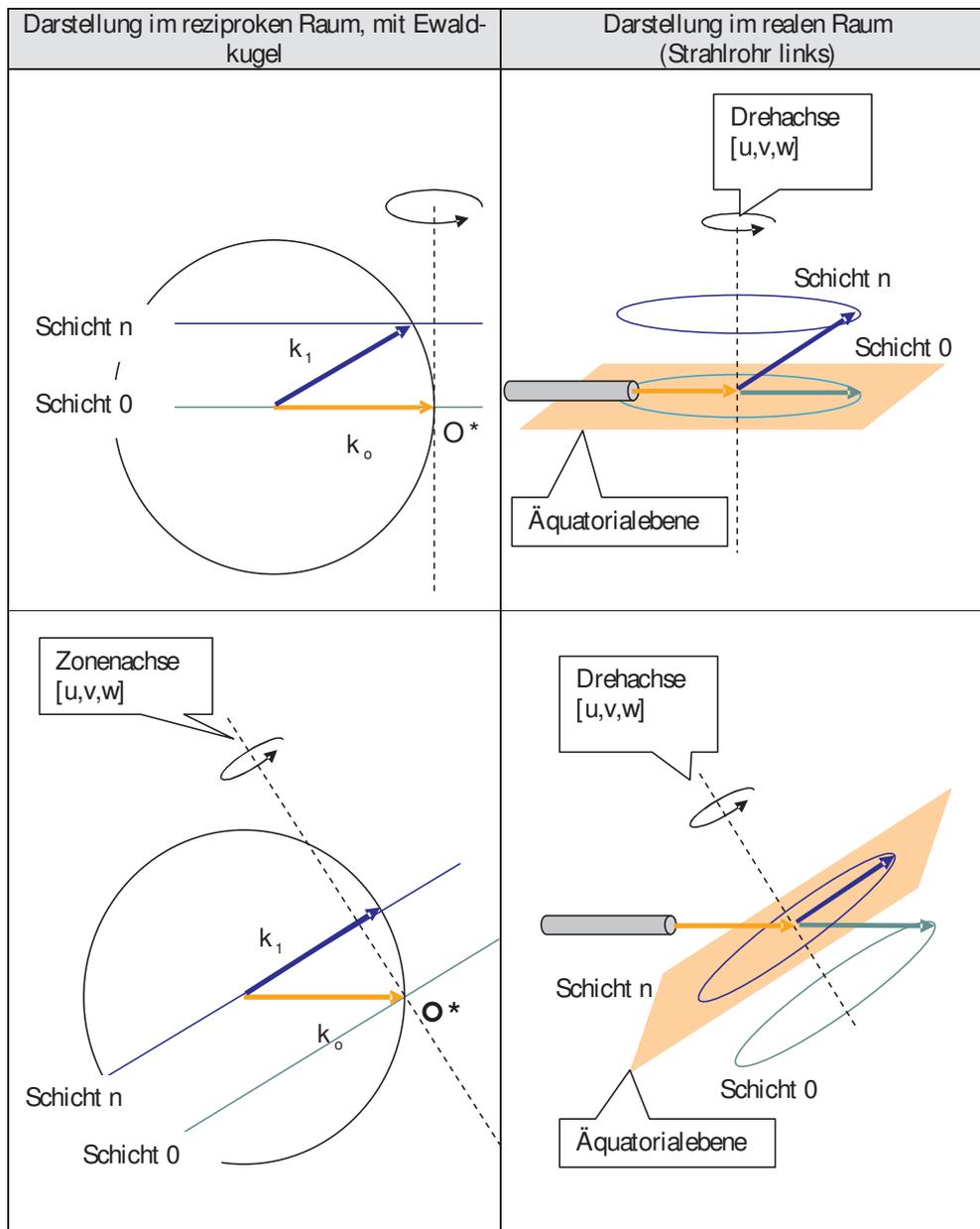


Abbildung 5.2: Aufbau in Drehkristall- (oben) und Flat-Cone Geometrie (unten). Durch entsprechende Neigung des Geräts wird die Schicht n in die Äquatorialebene gelegt. Orange: Primärstrahl, Grün: Schicht 0, Blau: Schicht n . k_0 und k_1 sind die Wellenvektoren der einfallende bzw. von einem Reflex angeregten Strahlung. Von Prof. Ihringer.



Abbildung 5.3: Der Unterbau des Gehäuses. Es wurden die Encoder und die Motoren ausgetauscht.

Kryostaten oder Öfen, und die Zähler groß und schwer. Deshalb werden Konstruktionen mit wenigen mechanischen Freiheitsgraden bevorzugt.

Die einfachste Konstruktion für ein Diffraktometer besteht aus einem Drehtisch, in dessen Zentrum die Probe gelagert wird. Eine bevorzugte Ebene ist dann die „Äquatorialebene“. Ihre Normale ist die Achse des Drehtisches, in ihr liegt die Probe.

5.1.1 Messung von Pulverproben

Bei Pulverproben erscheint die Beugung in Kegeln um den Primärstrahl. Deshalb genügt die Messung der in die Äquatorialebene auslaufenden Strahlung. Zu diesem Zweck liegen die Zähler in der Äquatorialebene.

5.1.2 Messung von Einkristallen

Die Drehachse des Diffraktometers ist die Zonenachse $[u,v,w]$ des Kristalls. Die Koordinaten u,v,w sind durch die Justierung des Kristalls auf dem Tisch gegeben (siehe Abbildung 5.2).

Liegt der einfallende Strahl in der Äquatorialebene, dann werden in dieser Ebene nur Reflexe beobachtet, deren Indizes (h,k,l) der Bedingung $uh + vk + wl = 0$ genügen.

Reflexe, für die $uh + vk + wl = n$ mit $n \neq 0$ gilt, können in „höheren Schichten“ beobachtet werden. Dazu müssen die Zähler aus der Äquatorialebene



Abbildung 5.4: Neuer Schrittmotor zum Heben des Detektors.

angehoben und zur Probe hin ausgerichtet werden, was vor allem bei mehreren Zählern mit großem mechanischen Aufwand verbunden ist.

An diesem Punkt setzt die *Flat-Cone* Technik ein. Man erreicht durch Kippen der Äquatorialebene um einen bestimmten Winkel gegenüber der Richtung des Primärstrahls, dass mit sonst unverändertem Aufbau die Reflexe aus höheren Schichten gemessen werden können. Für diese Reflexe gilt $uh + vl + wl = n$ mit $n \neq 0$, der Wert für n der gewünschten Schicht definiert den Kippwinkel des gesamten Aufbaus. Gekippt wird der Drehtisch mitsamt der Probe und den Zählern.

Die Flat-Cone Technik erweitert die Möglichkeiten eines Drehkristall-Diffraktometers. Mit nur einem zusätzlichen Freiheitsgrad wird ein größerer Bereich des reziproken Gitters messbar.

5.2 Umsetzung

Wie bereits oben angedeutet gibt es eine einfache Geometrie, wenn die Kippung der Probe direkt auf den Strahl zu erfolgt, also $\text{CHI1} = 0$ (quer), $\text{CHI2} = \mu \neq 0$ (parallel) und $\text{OMGS} = \omega = 0$ ist $\text{TTHS} = 2\theta = 0$, so dass die Drehachse bei 90° steht. Für eine höhere Ebene entlang $c^* = 1/c$ ergibt sich so für die Ebene (h, k, x) folgender Zusammenhang.

$$\sin \mu = \frac{xc^*}{k} = \frac{x\lambda}{c} \quad (5.1)$$

Der Detektor wird um den Winkel μ angehoben. Die Drehung des Einkristalls erfolgt nun mit der Achse PHIS = ϕ .

Für den allgemeinen Fall für OMGS = TTGS = ν gilt

$$\sin \mu = \frac{xc^*}{k \cos \nu} = \cos \left(\frac{k \cos(x\lambda)}{c \cos \nu} \right). \quad (5.2)$$

5.3 Technische Erweiterung

Der Unterbau des Gehäuses bleibt weitgehend erhalten, da die Flat-Cone-Technik weiter möglich sein soll (siehe Abbildung 5.3). Die Tragkraft von 1000 kg ist gewährleistet.

Die Kippung des Detektors kann nun rechnergesteuert mit Hilfe der Instrumentsteuerungssoftware *CARESS* vorgenommen werden. In Verbindung mit der bereits vom Rechner steuerbaren Kippung der Probenwiege ist eine vollständige automatische Vermessung des reziproken Raumes möglich. Um es technisch zu realisieren wurde der Motor ausgetauscht (siehe Abb. 5.4).

Kapitel 6

Energieanalyse Option

Die Funktionalität der Energieanalyse-Option kann nach dem Umbau erhalten werden. Allerdings werden die bisherigen 5 Analysatoren (siehe Messergebnisse in Abbildung 6.1) auf 4 reduziert, sodass jeder Analysator vor einem Detektor platziert ist. Die Abstände zwischen den Analysatorfenstern wird von 5.8° auf 11° vergrößert. In Abbildung 6.2 ist der neue Aufbau zu sehen.

VANADIUM MIT ANALYSATOREN, GRAPHIT, 30 MIN E224639.DAT;1
T = 299.63

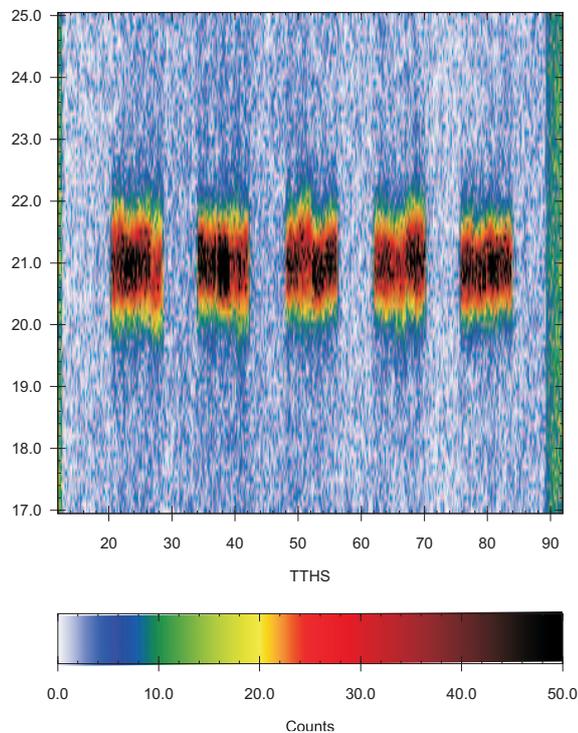


Abbildung 6.1: Test der Analysatorfenster mittels einer inkohärent streuenden Vanadiumprobe mit dem alten Detektosystem.

Es kann beim Umbau auf die motorgesteuerte Hubeinrichtung für die Analysatorkristalle verzichtet werden, da im gesamten genutzten Streubereich der Strahl in den Detektor fällt. Andererseits müssen die Analysatoren und die Horizontal-Kollimatoren nachträglich in den Strahlengang gebracht werden. Die neuen Halterungen wurden so angebracht, dass es sogar möglich ist im gekippten Zustand die Energie zu analysieren. In wieweit es notwendig sein wird, auch den unteren Teil des Detektors abzuschatten, kann in der Testphase geklärt werden und ist nachträglich leicht zu modifizieren.

Der Umbau bewirkt eine weitgehende Verbesserung des Aufbaus. Mit einer Blende lässt sich der Strahl auf eine Höhe von 12 mm verkleinern. Dadurch

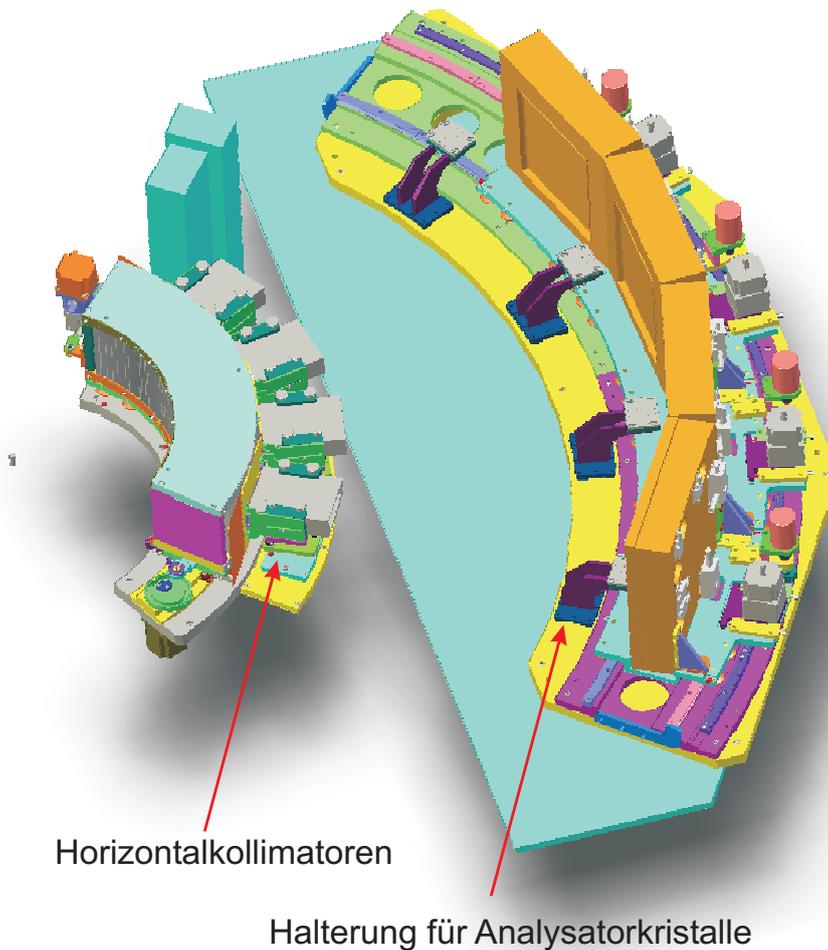


Abbildung 6.2: Geplanter Aufbau der Energieanalyse-Einheit.

wird eine höhere Linearität bei der Messung erreicht. Gleichzeitig vergrößert sich der Messbereich um mehr als 10 meV und die Auflösung wird verbessert.

Modellrechnungen haben gezeigt, dass eine optimierte Positionierung der Analysatoren erst nach Inbetriebnahme des Detektorsystems sinnvoll ist, da diese genau auf die Strahlebene angepasst werden müssen. Die nötigen Teile werden in einem zweiten Abschnitt gefertigt. Herr Dr. Mezei (ehem. BENSC Direktor) hat besonders auf die Notwendigkeit hingewiesen, diese Funktion zu erhalten. Auch ein unabhängiges Gutachtergremium weißt darauf hin, dass es mehr Möglichkeiten der Energieanalyse im HMI geben sollte.

Genauere Informationen über Auflösung bei der Energieanalyse Funktion finden sich in der Doktorarbeit von R. Born [Bor88].

Die Halterungen für die Horizontalkollimatoren wurden vollständig neu konstruiert (siehe Abbildung 6.3).



Abbildung 6.3: Halterungen für die horizontalen Kollimatoren welche für die Energieanalyse benötigt werden. Im integralen Betriebsmodus werden diese herausgenommen.

Kapitel 7

Messbetrieb

7.1 Instrumentparameter

Hier noch einmal die Zusammenstellung aller wichtigen Instrumentparameter für die Durchführung an Experimenten vom Flat-Cone Diffraktometer E2.

Beam tube	R 1B
Collimators: primary	15', 30', 60' (open)
Monochromator crystals:	Cu 220 ($\lambda=0,091$ nm) Ge 311 ($\lambda=0,121$ nm) PG 002 ($\lambda=0,241$ nm)
Range of scattering angle	$-10^\circ < 2\Theta < 107^\circ$
2 Θ -resolution	0.2°- 1°
Tilting angle	$0^\circ < \mu < 20^\circ$
Detector Radius	1600 mm
Maximum Angular range inhouse	80°
Efficiency at 0,09 nm 0,24 nm	>45% >90%
Flux at sample position flat PG monochromator without collimation	$2 * 10^6$ n/cm ² s

Tabelle 7.1: Die E2 Leistungsdaten.

7.2 Neutronenkamera

Ein weitere wichtige Ergänzung ist die Installation einer elektrischen Neutronenkamera. In Kombination mit der elektrisch betriebenen Blende ist eine Minimierung von Untergrundeffekten möglich.

Die Kamera kann sowohl über einen Bildschirm, als auch über einen Computer ausgelesen werden. Die Software wurde so modifiziert, dass die Strahlmitte und die maximale Strahlgröße automatisch eingezeichnet werden und eine Justage der Probe leicht möglich ist. Dies wird durch eine Präzisionshalterung ermöglicht. Die Neutronenkamera ist in Abbildung 7.1 im eingebauten Zustand zu sehen.

7.3 Web-Cam

Um den Betrieb zu erleichtern wurde eine fernsteuerbare Web-Cam eingerichtet. Dabei wurden die Aspekte der Objektsicherheit, des Datenschutzes und der



Abbildung 7.1: Neutronen-Kamera.

Arbeitnehmerrechte berücksichtigt. In Abbildung 7.2 ist nur die Kamera, da die Darstellung im eingebauten Zustand aus Sicherheitsgründen nicht erlaubt ist.



Abbildung 7.2: Fernüberwachung des E2 mittels einer ferngesteuerten Netzwerk-Kamera.

Abbildungsverzeichnis

1.1	Das alte E2	1
1.2	E2 im Jahr 2012	2
1.3	Zirkonia	5
1.4	Ferroelektrik	6
1.5	Natriumkobaltat	7
1.6	LaSrMnO ₃	8
2.1	Übersichtsskizze vom E2	9
2.2	Kollimator- und Monochromatorwechsler	10
2.3	PG Monochromator und Strahlkanal	11
2.4	Blende und Shutter	12
2.5	Pneumatik-Verteilung	13
2.6	Luftkissenfüße	13
2.7	Höhenprofil des Tanzboden	14
2.8	Neue Tanzboden	15
2.9	Konstruktionszeichnung des Gehäuses	15
2.10	Aufbau in der Werkstatt	16
2.11	Radialkollimator	17
2.12	Antriebsherz	18
2.13	Tür vom Gehäuse	19
2.14	Translationsachse	19
2.15	Detektor-Wagen	20
2.16	Angeschlossene Detektoren	21
3.1	Vorderansicht von Detektoren	23
3.2	Vergleich des Öffnungswinkels	24
3.3	Mehr diffuse Streuung	24
3.4	Verdeutlichung der vertikalen Auflösung	25
3.5	ARES und E2 Detektor	26
3.6	Detektor Rack	28
3.7	Detektorkarte	29
3.8	NI Counter	30
3.9	Achsenplan	31
3.10	ST222 und ST224 am E2	33
3.11	ST222 Prinzip-Skizze 1	34
3.12	ST222 Prinzip-Skizze 2	35
3.13	Foto von ST222	37
3.14	Resolvermodule	38
3.15	Blockschaltplan	40
4.1	POV Bild	41
4.2	Wiki	42
4.3	TVtueb-Erweiterung	43
4.4	NeXus Haus	44
4.5	NeXus Baum	45

4.6	Konzept des Dateneinsammlers	46
4.7	Multibäume und Klasendiagramm	47
4.8	Parallelisierung innerhalb des Datensammlers	48
4.9	NXinstrument2 Screenshot	50
4.10	Schema der Datenanalyse	51
4.11	ScreenShot TVtueb	52
4.12	Berechnete diffuse Neutronenstreuung	53
4.13	TVnexus Screenshot	54
4.14	NiMnGa Alloy	56
4.15	LaMnO ₃	57
4.16	Magnetische Monopole	58
5.1	Flat-Cone Betrieb	61
5.2	Flat-Cone Geometrie	62
5.3	Unterbau des Gehäuses	63
5.4	Flat-Cone Motor	64
6.1	Test-Energieanalyse an Vanadium	67
6.2	Geplanter Aufbau für Energieanalyse	68
6.3	Horizontal Kollimatoren Halterung	69
7.1	Neutronenkamera	72
7.2	Web-Cam	72

Tabellenverzeichnis

1.1	E2 Nutzung	4
1.2	Instrumentenvergleich	4
3.1	Detektorspezifikation	27
3.2	Motorachsen	32
7.1	E2 Leistungsdaten	71

Literaturverzeichnis

- [ARRI03] S.C. Abrahams, J. Ravez, H. Ritter, and J. Ihringer, *Structure-property correlation over five phases and four transitions in $Pb_5Al_3F_{19}$* , Acta Crystallographica B **B59** (2003), 557.
- [BDD⁺12] *W. Bazela, M. Dul, V. Dyakonov, L. Gondek, A. Hoser, J.-U. Hoffmann, B. Penc, A. Szytula, Z. Kravchenko, I. Nosalev, and A. Zarzycki, *Magnetic and neutron diffraction studies of the polycrystalline and nanoparticle $TbMnO_3$* , Acta Physica Polonica A **122** (2012), no. 2, 384–90.
- [BDK⁺11a] *M.T. Borowiec, V.P. Dyakonov, E.N. Khatsko, T. Zayarnyuk, E.E. Zubov, A. Szewczyk, M.U. Gutowska, A.I. Rykova, J. Pietosa, A. Majchrowski, E. Michalski, J.-U. Hoffmann, K. Prokes, K. Wozniak, L. Dobrzycki, M. Baranski, V. Domukhovski, V. Shtyrkhunova, J. Zmija, and H. Szymczak, *The magnetic properties of potassium holmium double tungstate.*, Low Temperature Physics **37** (2011), no. 8, 678–83.
- [BDK⁺11b] *_____, *The magnetic properties of potassium holmium double tungstate.*, Fizika Nizkikh Temperatur **37** (2011), 854–859.
- [BDS⁺11] *M.T. Borowiec, V.P. Dyakonov, A. Szewczyk, M.U. Gutowska, T. Zayarnyuk, E.E. Zubov, A. Majchrowski, E. Michalski, J.-U. Hoffmann, K. Prokes, K. Wozniak, L. Dobrzycki, E.N. Khatsko, V. Rykova, Domukhovski, M. Baranski, V. Shtyrkhunova, J. Zmija, and H. Szymczak, *The specific heat of potassium holmium double tungstate.*, Phase Transitions **84** (2011), 944–951.
- [Bor88] Reinhard Born, *Ein spektrometer für elastische und inelastische neutronenstreuung und dessen anwendung auf orientierungsfehlordnung in ammoniumchlorid*, Ph.D. thesis, Eberhard-Karls-Universität, Tübingen, 1988.
- [Brü88] Th. Brückel, *Magnetische Fehlordnung in dem Mischsystem $(Fe_xCr_{1-x})_2Ca_3(GeO_4)_3$* , Ph.D. thesis, Eberhard-Karls-Universität, Tübingen, 1988.
- [Bue42] M.J. Buerger, *X-ray crystallography*, Wiley, 1942.
- [CBB91] T. Chattopadhyay, Th. Brückel, and P. Burlet, *Spin correlation in the frustrated antiferromagnet MnS_2 above the Néel temperature*, Phys. Rev. B **44** (1991), no. 14, 7394–7402.
- [CGH⁺11] *M. Chmielus, I. Glavatsky, J.-U. Hoffmann, V.A. Chernenko, R. Schneider, and P. Müllner, *Influence of constraints and twinning stress on magnetic field-induced strain of magnetic shape-memory alloys.*, Scripta Materialia **64** (2011), 888–891.

- [CKD⁺06] *T. Chatterji, M.M. Kozam, F. Demmel, W. Schmidt, J.-U. Hoffmann, U. Amann, R. Schneider, G. Dhalenne, R. Suryanarayanan, and A. Revolevschi, *Coexistence of ferromagnetic and antiferromagnetic spin correlations in $La_{1.2}Sr_{1.8}Mn_2O_7$* , Physical Review B **73** (2006), no. 10, 104449.
- [CSH⁺02] *T. Chatterji, R. Schneider, J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, R. Suryanarayanan, G. Dhalenne, and A. Revolevschi, *Diffuse magnetic scattering above T_C in quasi-two-dimensional $La_{1.2}Sr_{1.8}Mn_2O_7$* , Physical Review B **65** (2002), 134440.
- [CSHH00] *T. Chatterji, R. Schneider, J.-U. Hoffmann, and D. Hohlwein, *Spin correlations in the bilayer manganite $La_{1.2}Sr_{1.8}Mn_2O_7$* , BENSCH Experimental Reports 1999, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 2000, p. 110.
- [FBKB05] F. Frey, H. Boysen, and I. Kaiser-Bischoff, *Diffuse scattering and disorder in zirconia*, Zeitschrift fuer Kristallographie **220** (2005), 1017–1026.
- [FKD⁺04] *M. Frontzek, A. Kreyssig, M. Doerr, J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, H. Bitterlich, G. Behr, and M. Loewenhaupt, *Magnetic properties of Tb_2PdSi_3* , Physica B **350** (2004), e187–e189.
- [FKD⁺07] *M. Frontzek, A. Kreyssig, M. Doerr, A. Schneidewind, J.-U. Hoffmann, and M. Loewenhaupt, *Frustration in R_2PdSi_3 ($R=Tb,Er$) compounds: spin-glass or magnetic short range order? Neutron diffraction studies*, Journal of Physical Condensed Matter **19** (2007), 145276.
- [FLL⁺05] M. Fiebig, T. Lottermoser, T. Lonkai, A.V. Goltsev, and R.V. Pisarev, *Magnetoelectric effects in multiferroic manganites*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **290-291** (2005), 2883–90.
- [Gas06] J. Gasse, *Konzeptionierung und Erstellung einer Software zur Serialisierung und automatisierten Analyse von komplexen Daten aus unterschiedlichen Quellen*, Master’s thesis, Fachhochschule für Wirtschaft (FHW) Berlin, 2006.
- [GG⁺06] *I. Glavaskyy, N. Glavatska, O. Söderberg, S.-P. Hannula, and J.-U. Hoffmann, *Transformation temperatures and magnetoplasticity of $Ni-Mn-Ga$ alloyed Si, In, Co or Fe* , Scripta Materialia **54** (2006), 1891.
- [Gla03] N. Glavatska, *Redistribution of twin martensitic domains in magnetic shape memory Ni_2MnGa alloys caused by external magnetic field*, Ferroelectrics **290-292** (2003), 93–102.

- [GMDH04] N. Glavatska, G. Mogylnyy, S. Danilkin, and D. Hohlwein, *Temperature dependence of lattice parameters in martensite and effect of the external magnetic field on martensite structure in Ni₂MnGa studied in situ with neutron diffraction*, Materials Science Forum **443-444** (2004), 397–400.
- [GMG⁺03] N. Glavatska, G. Mogilniy, I. Glavatskiy, S. Danilkin, D. Hohlwein, A. Beskrovnij, O. Soederberg, and V. Lindroos, *Temperature dependence of martensite structure and its effect on magnetic-field-induced strain in Ni₂MnGa magnetic shape memory alloys*, Journal de Physique IV **112** (2003), 963–967.
- [GMI⁺12] *I.V. Golosovsky, A.A. Mukhin, V.Yu. Ivanov, S.B. Vakhrushev, E.I. Golovenchits, V.A. Sanina, J.-U. Hoffmann, R. Feyerherm, and E. Dudzik, *Neutron powder diffraction and single crystal x-ray magnetic resonant and non-resonant scattering studies of the doped multiferroic Tb(Bi)MnO₃*, European Physical Journal B **85** (2012), no. 3, 103.
- [GMSD03] N. Glavatska, G. Mogilniy, S. Danilkin, and D. Hohlwein, *Temperature dependence of lattice parameters in martensite and effect of the external magnetic field on martensite structure in Ni₂MnGa studied in situ with neutron diffraction*, Materials Science Forum **443-446** (2003), 397–400.
- [Gra03] H.A. Graf, *Single-crystal neutron diffractometry - recent developments and trends*, Zeitschrift für Kristallographie **218** (2003), 75.
- [GRW⁺10] *M.C.R. Gibson, K.C. Rule, A.U.B. Wolter, J.-U. Hoffmann, O. Prokhnenko, D.A. Tennant, S. Gerischer, M. Kraken, F.J. Litterst, S. Süllow, J. Schreuer, H. Luetkens, A. Brühl, B. Wolf, and M. Lang, *Magnetoelastic and structural properties of azurite Cu₃(CO₃)₂(OH)₂ from neutron scattering and muon spin resonance*, Physical Review B **81** (2010), no. 14, 140406.
- [HH99] *J.-U. Hoffmann and D. Hohlwein, *Magnetic diffuse scattering in La_{0.85}Sr_{0.15}MnO₃*, BENSIC Experimental Reports 1998, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 1999, p. 33.
- [HHP86] D. Hohlwein, A. Hoser, and W. Prandl, *Collection of Bragg Data with a Neutron Flat-Cone diffractometer*, J. Appl Cryst. **19** (1986), 262.
- [HHS00a] *J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, and R. Schneider, *Magnetic diffuse scattering in La_{0.85}Sr_{0.15}MnO₃*, BENSIC Experimental Reports 1999, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 2000, p. 32.
- [HHS00b] *_____, *Magnetic diffuse scattering in LaMnO₃*, BENSIC Experimental Reports 1999, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 2000, p. 33.

- [HHS01a] *_____, *Diffuse scattering and domain distribution in $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ with $x = 0$ and $x = 0.1$* , BENSIC Experimental Reports 2000, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 2001, p. 6.
- [HHS01b] *_____, *Magnetic diffuse scattering in $La_{0.85}Sr_{0.15}MnO_3$* , BENSIC Experimental Reports 2000, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 2001, p. 5.
- [HHS02a] *_____, *Magnetic correlations in $La_{0.9}Sr_{0.1}MnO_3$* , BENSIC Experimental Reports 2001, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 2002, p. 20.
- [HHS02b] *_____, *Magnetic diffuse scattering in $La_{0.8}Sr_{0.2}MnO_3$* , BENSIC Experimental Reports 2001, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 2002, p. 21.
- [HHS02c] *J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, and R.P. Schneider, *Magnetic short range order in $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ ($x = 0, 0.1, 0.15$ and 0.2)*, ESS European Conference - Abstract Book, ESS Council, 2002, p. 49.
- [HHS03a] *_____, *Magnetic short range order in $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ ($x = 0, 0.1, 0.15$ and 0.2)*, 3rd European Conference on Neutron Scattering - Abstract Book, University of Montpellier, 2003.
- [HHS03b] *D. Hohlwein, J.-U. Hoffmann, and R. Schneider, *Magnetic interaction parameters from paramagnetic diffuse neutron scattering in MnO* , Physical Review B **68** (2003), 140408R.
- [HHSM00a] *J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, R. Schneider, and A.H. Moudden, *Kurzreichweitige magnetische Ordnung in $La_{0.85}Sr_{0.15}MnO_3$* , 8. Jahrestagung der DGK - Referate, Deutsche Gesellschaft für Kristallographie, 2000, p. 68.
- [HHSM00b] *J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, R. Schneider, and A.H. Moudden, *Magnetic short-range order in $La_{0.85}Sr_{0.15}MnO_3$* , Physica B **276-278** (2000), 608–609.
- [HHSM01a] *J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, R. Schneider, and A.H. Moudden, *Kurzreichweitige magnetische Ordnung in $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ ($x = 0$ und 0.15)*, Deutsche Neutronenstreutagung 2001 - Kurzfassungen, Forschungszentrum Jülich, 2001, p. 46.
- [HHSM01b] *J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, R. Schneider, and A.H. Moudden, *Magnetic short-range order in $La_{0.9}Sr_{0.1}MnO_3$* , International Conference on Neutron Scattering, Technische Universität München - Conference Program and Abstracts, 2001, p. 191.
- [HKK⁺83] D. Hohlwein, M. Kabs, K. Knorr, S. Krasnicki, and W. Prandl, *Position-Sensitive Detection of Thermal Neutrons* (P. Convert and J.B. Forsyth, eds.), Academic Press, London, 1983.

- [HKP⁺84] D. Hohlwein, M. Kabs, W. Prandl, H. Dachs, and A. Axmann, *Atomkernenergie-Kerntech.* **44** (1984), 790–797.
- [Hof02] *J.-U. Hoffmann, *Untersuchung der magnetischen kurzreichweitigen Ordnung in gering dotierten $La_{1-x}Sr_xMnO_3$ mit diffuser Neutronenstreuung*, Ph.D. thesis, Eberhard-Karls-Universität, Tübingen, 2002.
- [Hoh02] D. Hohlwein, *Magnetic interactions and Onsager reactionfield from paramagnetic diffuse neutron scattering*, *Appl. Physics A* **74** (2002), S740.
- [HSH⁺02] *J.-U. Hoffmann, R.P. Schneider, D. Hohlwein, I. Kaiser, and T. Chatterji, *Neutron diffuse scattering studies of disordered crystals with the Berlin Flat-Cone diffractometer*, ESS European Conference - Abstract Book, ESS Council, 2002, p. 5.
- [HSRH99] *J.-U. Hoffmann, R. Schneider, H. Ritter, and D. Hohlwein, *TVtube - Software zur Auswertung diffuser Streuung am Flat-Cone Diffraktometer E2/HMI*, Deutsche Neutronenstreutagung 1999 (Potsdam) - Abstracts, Hahn–Meitner–Institut Berlin, 1999, p. 91.
- [HZ00] D. Hohlwein and T. Zeiske, *Paramagnetic short-range order in MnF_2 beyond the critical region*, *Physica B* **276-278** (2000), 584.
- [IEK⁺09] *D.S. Inosov, D.V. Evtushinsky, A. Koitzsch, V.B. Zabolotnyy, S.V. Borisenko, A.A. Kordyuk, M. Frontzek, M. Loewenhaupt, W. Löser, I. Mazilu, H. Bitterlich, G. Ber, J.-U. Hoffmann, R. Follath, and B. Büchner, *Electronic structure and nesting-driven enhancement of the RKKY interaction at the magnetic ordering propagation vector in Gd_2PdSi_3 and Tb_2PdSi_3* , *Physical Review Letters* **102** (2009), 046401.
- [KBBF⁺05] *I. Kaiser-Bischoff, H. Boysen, F. Frey, J.-U. Hoffmann, D. Hohlwein, and M. Lerch, *The defect structure of Y- and N-Doped zirconia*, *Journal of Applied Crystallography* **38** (2005), 139–46.
- [KBC⁺04] A. Kohout, I. Batko, A. Czopnik, K. Flachbart, S. Matas, M. Meisner, Y. Paderno, N. Shitsevalova, and K. Siemensmeyer, *Phase diagram and magnetic structure investigation of the fcc antiferromagnet hob_12* , *Physical Review B* **70** (2004), no. 22, 224416–1–7.
- [KBF⁺00] I. Kaiser, H. Boysen, F. Frey, M. Lerch, D. Hohlwein, and R. Schneider, *Diffuse scattering in quaternary single crystals in the system Zr-Y-O-N*, *Zeitschrift für Kristallographie* **215** (2000), 437.
- [KBHH⁺02] *I. Kaiser-Bischoff, D. Hohlwein, J.-U. Hoffmann, R.P. Schneider, H. Boysen, and F. Frey, *Diffuse scattering of Y-doped zirconia-oxynitride*, ESS European Conference - Abstract Book, ESS Council, 2002, p. 50.

- [KHH06] *U. Koebler, A. Hoser, and J.-U. Hoffmann, *Crystal field effects in the 3d transition metal compounds*, Physica B **382** (2006), no. 1-2, 98–104.
- [KHHT06] *U. Koebler, A. Hoser, J.-U. Hoffmann, and C. Thomas, *One-dimensional bulk ferromagnets: NdAl₂ and hcp cobalt*, Solid State Communications **137** (2006), no. 6, 301–5.
- [LCP⁺07] *P.-A. Lindgård, T. Chatterji, K. Prokes, V. Sikilenko, and J.-U. Hoffmann, *Magnetic diffuse scattering from Nd above T_N and deduced exchange interaction parameters*, Journal of Physical: Condensed Matter **19** (2007), 286201.
- [LHIP02] T. Lonkai, D. Hohlwein, J. Ihringer, and W. Prandl, *The magnetic structure of ymno_{3-δ} and homno₃*, Applied Physics A **A74** (2002), S843.
- [LLA⁺04] T. Lottermoser, T. Lonkai, U. Amann, D. Hohlwein, J. Ihringer, and M. Fiebig, *Magnetic phase control by an electric field*, Nature **430** (2004), 541–4.
- [LTA⁺04] T. Lonkai, D.G. Tomuta, U. Amann, J. Ihringer, R.W.A. Hendrikx, D.M. Tobbens, and J.A. Mydosh, *Development of the high-temperature phase of hexagonal manganites*, Physical Review B **69** (2004), no. 13, 134108.
- [LTH⁺03] *Th. Lonkai, D.G. Tomuta, J.-U. Hoffmann, R. Schneider, D. Hohlwein, and J. Ihringer, *Magnetic two-dimensional short-range order in hexagonal manganites*, Journal of Applied Physics **93** (2003), no. 10, 8191.
- [MIP88] J.K. Maichle, J. Ihringer, and W. Prandl, *Simultaneous structure refinement of neutron, synchrotron and x-ray powder diffraction patterns*, Journal of Applied Crystallography **21** (1988), 22–27.
- [MRG⁺09] *D.J.P. Morris, M. Roger, M.J. Gutmann, J.P. Goff, D.A. Tennant, D. Prabhakaran, A.T. Boothroyd, E. Dudzik, R. Feyerherm, J.-U. Hoffmann, and K. Kiefer, *Crystal-to-stripe reordering of sodium ions in Na_xCoO₂ (x ≥ 0.75).*, Physical Review B **79** (2009), 100103(R).
- [MRK⁺12] *D. Meier, H. Ryll, K. Kiefer, B. Klemke, and R. and Fiebig M. Hoffmann, J.-U. and Ramesh, *Mutual induction of magnetic 3d and 4f order in multiferroic hexagonal ErMnO₃*, Physical Review B **86** (2012), no. 18, 184415.
- [MTG⁺09] *D.J.P. Morris, D.A. Tennant, S.A. Grigera, B. Klemke, C. Castellano, R. Moessner, C. Czternasty, M. Meissner, K.C. Rule, J.-U. Hoffmann, K. Kiefer, S. Gerischer, D. Slobinsky, and R.S. Perry, *Dirac strings and magnetic monopoles in the spin ice Dy₂Ti₂O₇.*, Science **326** (2009), 411–414.

- [Ons36] L. Onsager, *Electric moments of molecules in liquids*, J. Am. Chem. Soc. **58** (1936), 1486.
- [RDK⁺06] *S. Raasch, M. Doerr, A. Kreyssig, M. Loewenhaupt, M. Rotter, and J.-U. Hoffmann, *Magnetic shape memory effect in the paramagnetic state in rcu_2 (r =rare earth) antiferromagnets*, Physical Review B **73** (2006), no. 6, 64402.
- [RDS⁺03] K. Recko, L. Dobrzynski, K. Szymanski, D. Satula and L. Perzyska, M. Biernacka, J. Waliszewski, P. Zaleski, W. Suski, K. Wochowski, M. Hofmann, and D. Hohlwein, *Magnetic properties of $ThFe_xAl_{12-x}$ alloys*, Physica Status Solidi A **196** (2003), no. 1, i344–7.
- [RMT⁺07] *M. Roger, D.J.P. Morris, D.A. Tennant, M.J. Gutmann, J.P. Goff, J.-U. Hoffmann, R. Feyerherm, E. Dudzik, D. Prabhakaran, N. Shannon, B. Lake, and P.P. Deen, *Patterning of sodium ions and the control of electrons in sodium cobaltate*, nature **445** (2007), 631.
- [RPS⁺04] M. Regulski, R. Przenioslo, I. Sosnowska, D. Hohlwein, and R. Schneider, *Neutron diffraction study of the magnetic structure of α - Mn_2O_3* , Journal of Alloys and Compounds **362** (2004), 236–40.
- [RPSH03] *M. Regulski, R. Przenioslo, I. Sosnowska, and J.-U. Hoffmann, *Incommensurate magnetic structure of β - MnO_2* , Physical Review B **68** (2003), 172401.
- [RPSH04] *_____, *Short and Long Range Magnetic Ordering in β - MnO_2 - a temperature study -*, Journal of the Physical Society of Japan **73** (2004), no. 12, 3444–7.
- [RRG⁺11] *K.C. Rule, M. Reehuis, M.C.R. Gibson, B. Ouladdiaf, M.J. Gutmann, J.-U. Hoffmann, S. Gerischer, D.A. Tennant, S. Süllo, and M. Lang, *Magnetic and crystal structure of azurite $Cu_3(CO_3)_2(OH)_2$ as determined by neutron diffraction.*, Physical Review B **83** (2011), 104401.
- [RW05] Lutz Rossa and F. Wulf, *Eine neue Motorsteuerung für CARESS*, 2005.
- [SCHH00] *R. Schneider, T. Chatterji, J.-U. Hoffmann, and D. Hohlwein, *Paramagnetic short-range order in Holmium*, Physica B **276-278** (2000), 610–611.
- [SCHH01a] *_____, *Magnetic diffuse scattering in Tb*, International Conference on Neutron Scattering, Technische Universität München - Conferencs Programme and Abstracts, 2001, p. 119.

- [SCHH01b] *_____, *RKKY-artige Wechselwirkung in der paramagnetischen Phase von Holmium*, Deutsche Neutronenstreutagung 2001 - Kurzfassungen, Forschungszentrum Jülich, 2001, p. 63.
- [SDG⁺03] O. Stockert, M. Deppe, C. Geibel, F. Steglich, D. Hohlwein, and R. Schneider, *Neutron diffraction study of the magnetism in single-crystalline $CeCu_2(Si_{1-x}Ge_x)_2$* , Acta Physica Polonica B **34** (2003), 963–966.
- [SHD⁺04] O. Stockert, Z. Hossain, M. Deppe, D. Hohlwein, and G. Geibel, *Magnetic order of $CePd_5Ge_3$ and $CePt_5Ge_3$* , Journal of Magnetism and Magnetic Materials **272-276** (2004), e479–e480.
- [SHH01] *R. Schneider, J.-U. Hoffmann, and D. Hohlwein, *TVtueb - Visualisierung und Auswertung zweidimensionaler Diffraktionsdaten - Analyse diffuser Streuintensitäten*, Deutsche Neutronenstreutagung 2001 - Kurzfassungen, Forschungszentrum Jülich, 2001, p. 64.
- [Tay88] John R. Taylor, *Fehleranalyse*, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1988.
- [TFD⁺11] *F. Tang, M. Frontzek, J. Dshemuchadse, T. Leisegang, M. Zschornak, R. Mietrach, J.-U. Hoffmann, W. Löser, S. Gemming, D.C. Meyer, and M. Loewenhaupt, *Crystallographic superstructure in R_2PdSi_3 compounds ($r = \text{heavy rare earth}$)*, Physical Review B **84** (2011), 104105.
- [TLF⁺10] *Fei Tang, P. Link, M. Frontzek, J.-M. Mignot, J.-U. Hoffmann, W. Löser, and Loewenhaupt, *Neutron diffraction study of magnetic structures in single crystal Ho_2PdSi_3 in magnetic fields up to 5 t*, Journal of Physics: Conference Series **251** (2010), 012017.
- [Tu] J. Tu, *Powder Measurements on the Neutron Diffractometer E2*.
- [UOGG09] A. Ustinov, L. Olikhovska, N. Glavatska, and I. Glavatsky, *Diffraction features due to ordered distribution of the twin boundaries (110), $\langle 110 \rangle$ in orthorhombic Ni-Mn-Ga crystals*, Journal of Applied Crystallography **42** (2009), 211–216.
- [WLK⁺08] T. Weissbach, T. Leisegang, A. Kreyssig, M. Frontzek, J.-U. Hoffmann, D. Souptel, A. Köhler, G. Behr, P. Paufler, and D. C. Meyer, *Intergrowth of several solid phases from the Y-Ni-B-C system in a large YNi_2B_2C crystal.*, Journal of Applied Crystallography **41** (2008), 738.
- [WML⁺10] *C. Wehrenfennig, D. Meier, Th. Lottermoser, Th. Lonkai, J.-U. Hoffmann, N. Aliouane, D.N. Argyriou, and M. Fiebig, *Incompatible magnetic order in multiferroic hexagonal $DyMnO_3$* , Physical Review B **82** (2010), 100414(R).

*) Eigene Beiträge

Danksagung

Mein herzlichster Dank gilt den vielen Kollegen die geholfen haben dieses Projekt erfolgreich durchzuführen. Im Besonderen danke ich:

D. Hohlwein, W. Prandl, J. Ihringer, F. Schreiber, A. Tennant, F. Mezei, H. Graf, U. Amann, W. Altmann, F. Bacher, J. Beckmann, S. Bernd, M. Fromme, J. Gasse, S. Gerischer, G. Grothe, T. Kaulich, I. Köhne, A. Legler, Th. Lonkai, H. Matiske, M. Meissner, B. Muche, Ch. Pietsch, W. Przybilla, Ch. Rethfeldt, R. Ringel, L. Rossa, O.-P. Sauer, M. Schilling, H.-P. Schneider, R. Schneider, J. Schulz, G. Schulze, Th. Spreu, M. Stephan, N. Stüßer, P. Tauchelt, K. Tietz, R. Tuchen, Th. Wilpert, B. Willimzik, W. Winter und F. Wulf.

