

RITA-2- Justieren

0. Shutdown Justierung (optisch)

Die Monochromator Translationstische sind durch die optische Justierung so eingestellt, dass die Rotation um die Drehachse des Monochromators die kleinsten Abweichungen zeigt. Anschliessend wurden die Translationsmotoren ausgeschaltet, um versehentliche Bewegungen auszuschliessen.

Vergleiche die Werte für diese Motoren mit denen im technischen Logbuch.

1. Laser

- Laser auf das X95 Profil der Monochromatorseite stellen
- Der Goniometertisch muss eben sein, also mit der Wasserwaage die Nullpunkte von GL und GU bestimmen.
- Mit dem Laser die Probenzentrierung ausmessen (Nadel verwenden, TU, TL auf Null setzen, TU ausmessen, Proben Tisch 90 Grad drehen, TL ausmessen)
- Mit Laser Nullposition 2T und OMA überprüfen (2T und OMA auf ihre jeweiligen Nullpositionen stellen)

2. Bestimmung der Neutronenenergie

- 40' Kollimation bei Monochromator einsetzen, Monitor auf 600 mm X95 Profil stellen, 3cm Schlitz (15 mm) vor Monitor.
- Monochromator wird flach gestellt (keine Krümmung)
- 2TM auf gewünschten Wert fahren (siehe Tabelle 1)

Scan OMM um nominellen Wert,

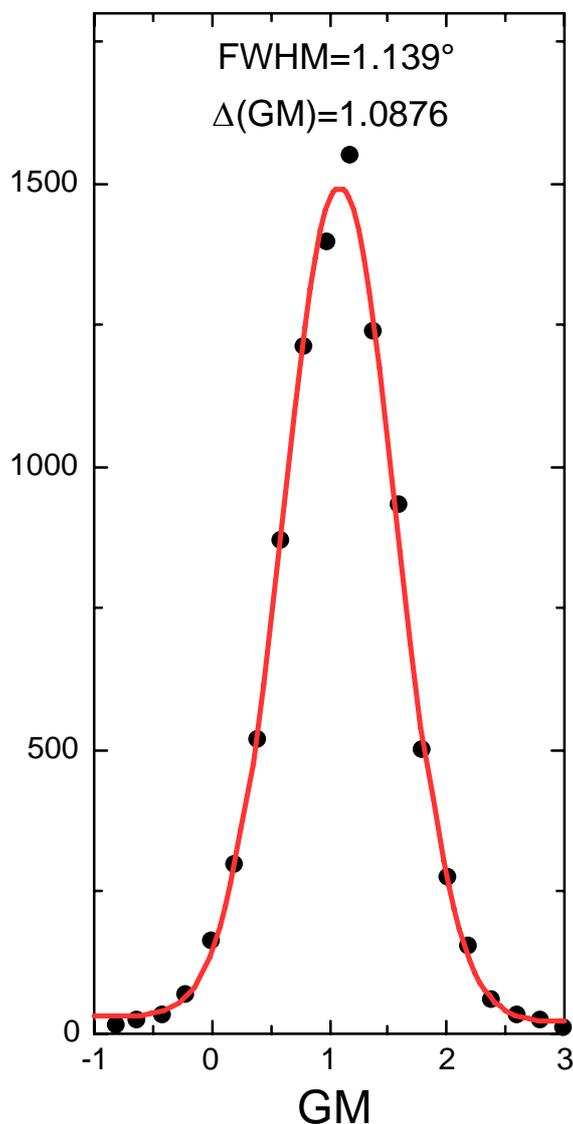
sma omm, omm-2., omm+2., 21, 1000 (Misst 21 Punkte im Bereich ± 2 Grad um die jetzige Position von OMM.

finde maximale Intensität für OMM,

remo OMM, 2TM/2. (=Setze OMM auf halben Wert von 2TM)

Der Monochromator steht auf einem Winkeltisch (Tascom-Bezeichnung für den Motor: GM) und kann deshalb als Ganzes auch gedreht werden: Wir überprüfen den Status von GM mit einem Scan um GM: (Prüfe, ob der Motor für GM überhaupt aktiv ist (PSI Motorensteuerung). Wir setzen vor den Monitor eine Blende ein, die den Strahl in vertikaler Richtung beschränkt (Vertikale Öffnung 30 mm)

sma gm,gm-1.,gm+3.,21,1000 (Scannt 21 Punkte im Bereich ± 2 Grad um die jetzige Position von gm.



Figur 1: Bestimmung der optimalen Goniometereinstellung GM des Monochromators mit einem Scan (Neutronenenergie $E=4$ meV). Die FWHM-Breite der gemessenen Linie beträgt 1.14° und die maximale Intensität wird bei $GM=1.0876$

Finde die maximale Intensität für gm, fahre Motor gm auf diesen Wert und schalte Motor wieder aus. Entferne die eben eingesetzte Blende.

Energie [meV]	Wavelength [Å]	OMM (Θ Monochromator °)	2TM (2Θ Monochromator)
3.63575	4.7434	45.00	90.00
5.0	4.0448	37.08	74.17
8.0	3.1977	28.47	56.94
13.68	2.4453	21.38	42.76

Tabelle 1: Streuwinkel OMM und 2TM bei speziellen Energien

Im September 2002 wurden folgende Monitorzählzeiten (Mon=10000) bei 1281μA gemessen.

Energie [meV]	Zeit [s]
13.7	16.9
8.0	8.4
5.6	8.0
4.6	7.5

Tabelle 2: Messzeit für Monitor=10000 für verschiedene Energien

Bestimmung des 2T Nullpunkts

Wir nehmen die Risø TAS-6 Al₂O₃ Probe, um die Energie der einfallenden Neutronen und des 2T Nullpunkts (Zählrate im Detektor AUX) zu bestimmen. Einsetzen eines 40' Kollimators nach der Probe und Einbau des Lasers auf dem Analysator X95 Kollimator so drehen dass Lichtstrahl auf der Probe maximal wird (Check für Orientierung des Kollimators). RITA-2 ist jetzt im 2 Achsenmodus, wir messen die Intensitäten mehrerer Peaks sowohl links wie rechts vom einfallenden Strahl.

Al₂O₃ Strukturdaten

Raumgruppe: R-3c

Number: 167

Pearson symbol: hR10

Einheitszellen Daten:

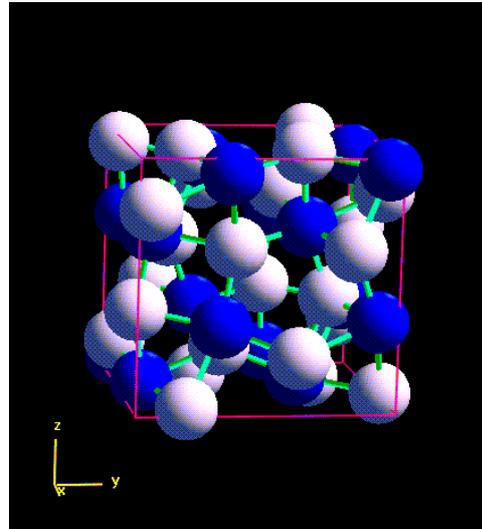
a = 4.758 Å, c = 12.991 Å

α = 90°, β = 90°, γ = 120°

Atomlagen:

Al at (0, 0, 0.355)

O at (0.303, 0, 1/4)



Figur 1: Strukturansicht von Al₂O₃

Die Lazy-Eingabe für Al₂O₃:

```
TITLE AL2O3
CONDIT      2.4571  5.0 75.0    NE
CELL        4.76100          12.99100    120
SPCRGP R  -3  C
ATOM  AL   1  0          0          0.355
ATOM  O    1 0.303    0          0.25
```

```
INTENSITY CALCULATION FOR AL2O3
TRIGONAL STRUCTURE
A=  4.76100, C= 12.99100, WL= 2.45710
```

```
SCATTERING FACTOR COEFFICIENTS
B(AL)= 0.34490 CM-12, B(O)= 0.58030 CM-12
```

Energie [meV]	2Θ (012) d=3.4811 Å	2Θ (104) d=2.5513 Å	2Θ (006) d=2.1652 Å	2Θ (113) d=2.0861 Å	2Θ (116) d=1.6017
Intensity	84.5	56.9	143.7	693.68	1176.62
3.63575	85.89	-	-	-	
5.0	71.04	104.87	-	-	
8.0	54.68	77.61	95.20	100.07	
13.68	41.13	57.27	68.76	71.76	99.52

Tabelle 3: Al₂O₃ Reflexe bei speziellen Energien

2.2 Wie führt man die Korrektur von OMM und 2T durch ?

Das Bragg Gesetz [$\lambda=2d_{hkl}\sin(\Theta)$ mit Wellenlänge, d_{hkl} Gitterabstand der Reflektion (hkl) und Θ halber Streuwinkel] wird für die Reflektion am Monochromator (PG 002) und an der Al_2O_3 Probe angesetzt:

$$\text{Monochromator} \quad \lambda=2d_{PG002}\sin(\Theta_M) = 2d_{PG002} \sin(OMM+\Delta OMM) \quad [1]$$

$$\text{Probe} \quad \lambda=2d_{hkl}\sin(\Theta) = 2d_{hkl}\sin[(2T+\Delta 2T)/2] \quad [2]$$

Wobei ΔOMM und $\Delta 2T$ die gesuchten Nullpunktänderungen für die Winkel OMM und 2T sind.

Gleichsetzen von [1] und [2] und Auflösen nach 2T ergibt dann:

$$2T=2 \operatorname{asin}[d_{PG00}/ d_{hkl} \sin(OMM+\Delta OMM)]- \Delta 2T \quad [3]$$

Mittels des modifizierten fit Programmes **eich** lassen sich dann die Korrekturen berechnen: (Lising siehe Anhang 1) Eich benötigt das Input file eich.inp und bearbeitet das Daten file, das folgende Struktur haben muss:

Reflex	Lage des Reflexes	Fehler der Reflex	Lage
also			
d_{hkl}	2T	$\Delta 2T$	

2.3 Ein Beispiel: RITA-2 Eichung September 2002

Im folgenden beschreiben wir eine RITA-2-Eichung bei 13.68 meV¹. Als Standardprobe diente die TAS-6 Al_2O_3 Probe. Die Messzeit pro Punkt betrug (bei einem Monitor von 2000) 5.5 Sekunden. Die Tabelle A.3 im Anhang zeigt, wo wir Reflexe erwarten können.

Figur 2 zeigt die Lagen der beobachteten Reflexe: (012) bei 41.061°, (014) bei 57.407°, (006) bei 69.141°, (113) bei 71.881°, (024) bei 89.320° und (116) bei 99.616°. Die Abweichung zu den erwarteten Werten zeigt, dass wir sowohl in 2T als auch OMM (und auch 2TM) Korrekturen vornehmen müssen.

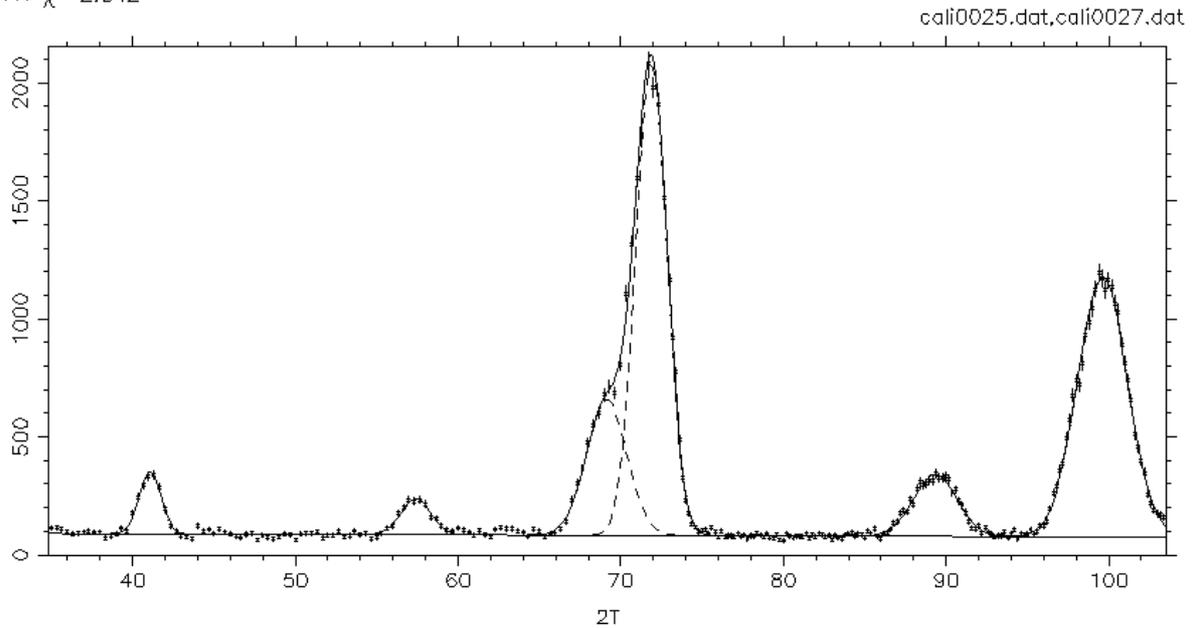
Wir messen auch den (012) Reflex bei negativen Streuwinkeln – dadurch wird die Korrektur in 2T von der in OMM entkoppelt.

¹ Da RITA-2 nicht am Ende des Leiters RNR-13 montiert ist, können die Reflexe zur Leiterseite hin (also rechts) nur beschränkt erreicht werden. Mit der Handsteuerung sollte vorher das maximale 2T bestimmt werden.

RITA-2 Calibration LL-Scat Al2O3 Enom=13.68 meV Time=5.5 sec

Position	Max.Intensity	Int.Intensity	fwhm (Gaussian)	fwhm (Lorentzian)
41.061 ± 0.036	262.2	439 ± 23	1.57 ± 0.08	0
57.407 ± 0.070	151.8	352 ± 23	2.18 ± 0.15	0
69.141 ± 0.037	573.8	1779 ± 43	2.91 ± 0.07	0
71.881 ± 1E-2	1987.3	4815 ± 53	2.28 ± 0.02	0
89.320 ± 0.042	263.3	879 ± 28	3.14 ± 0.09	0
99.616 ± 0.018	1098.1	4207 ± 48	3.60 ± 0.04	0
Int.Intens.Exp.	Bg(Pos)	dBg/dx		
12518 ± 71	88.8 ± 2.0	-0.219 ± 0.063		

Monitor 2000
 *** χ^2 2.042



Figur 2: Messung der Al₂O₃ Reflexe, Intensitäten durch AUX Detektor gemessen. Streugeometrie des Instruments LR: Streuung nach links beim Monochromator, Streuung nach links an der Probe. Folgende Reflexe sind zu sehen: (012) bei 41.061°, (014) bei 57.407°, (006) bei 69.141°, (113) bei 71.881°, (024) bei 89.320° und (116) bei 99.616°. Nur ein Reflex ist bei einer Streuung nach rechts (Einschränkung wegen des Neutronenleiters) beobachtbar: Der (012) bei -41.191° (siehe Figur 3).

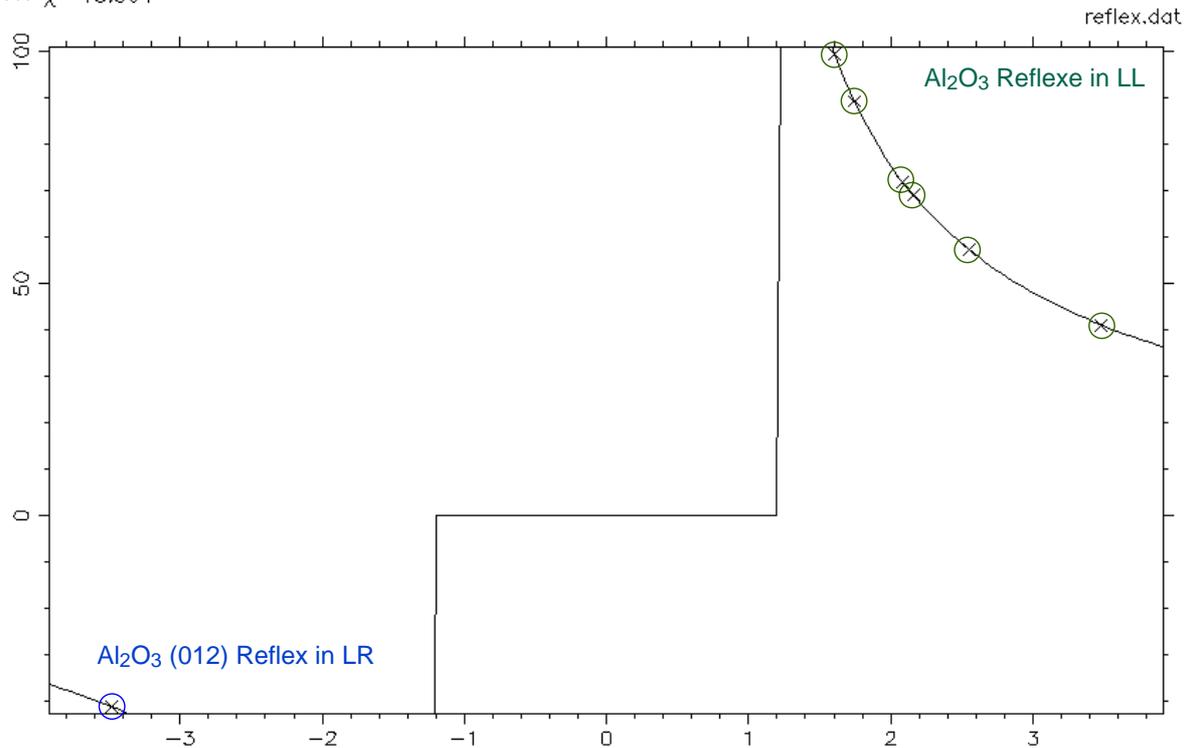
Die Lagen der Reflexe werden in einem Datenfile zusammengefasst:

d_{hkl}	2Θ	$\Delta(2\Theta)$	
3.4811	41.061	0.036	Streuung nach rechts
2.5513	57.407	0.070	“
2.1652	69.141	0.037	“
2.0861	71.881	0.010	“
1.7405	89.320	0.042	“
1.6017	99.616	0.018	“
-3.4811	-41.191	0.013	Streuung nach rechts

Eich liefert die Korrekturen: $\Delta OMM=0.03$ und $\Delta 2T=0.0006$, (siehe Figur 3) zur Korrektur verwendet man den TASCOM Befehl **remo**:

RITA-2 Eichung Sep/02 Al₂O₃ 2T und OMM (2TM) Korrekturen
 Delta OM Delta 2T
 0.0303 ± 0.0102 0.000587 ± 0.038811

*** χ^2 18.564



Figur 3: Beispiel einer OMM und 2T Korrektur. Horizontale Achse : Gitterebenenabstand der Al₂O₃ Reflexe, falls 2T < 0 dann auch dhkl < 0. Das Programm eich liefert folgende Korrekturwerte: $\Delta OMM=0.03^\circ$ und $\Delta 2T=0.0006^\circ$. Die eingezeichnete Funktion Eich wird im Anhang A.1.1 beschrieben.

Da $\Delta 2T$ so klein ist, lassen wir 2T unverändert, dafür führen wir die Korrekturen für ΔOMM und $\Delta 2TM$ durch: Wir fragen die Positionen von OMM und 2TM ab:

tascom> ?*OMM* --> OMM=21.38 und *tascom*> ?*2TM* --> 2TM=42.76
remo omm,21.38+0.03 und *remo 2tm,42.76+0.06*

Aus der Korrektur kann man berechnen, wie gross die Wellenlänge (Energie) der Neutronen im Experiment war: $\lambda^*=2\cdot d\cdot\sin(\Theta-\Delta\Theta)^2$, wir finden $E=13.72$ meV - und da dies grösser als die Normenergie $E_{\text{nom}}=13.68$ meV ist, sind die Al_2O_3 Reflektionen zu kleineren Winkeln hin verschoben. Die Energie war also um 0.3% verstellt.

2.4 Streugeometrie und Linienbreiten

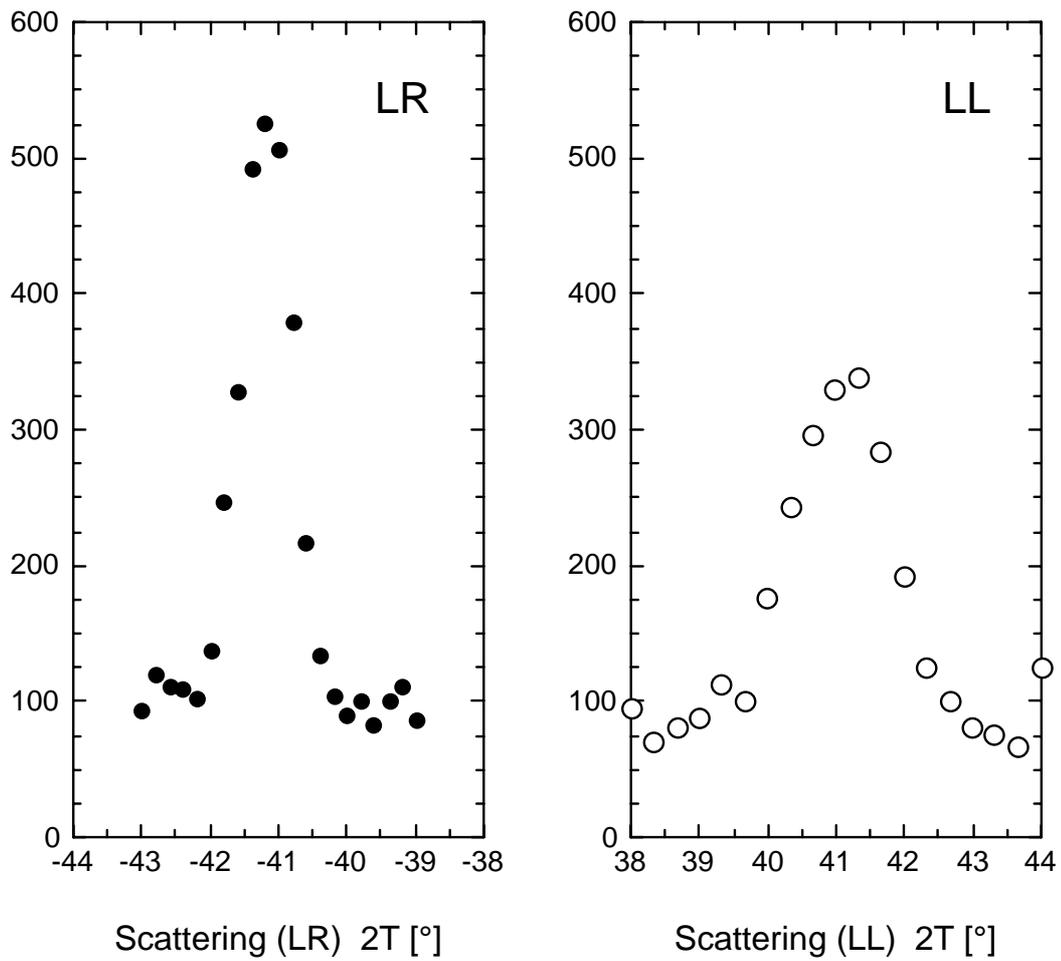
Vergleicht man die Eigenschaften des Al_2O_3 -(012) Reflexes in Links /Rechts Konfiguration (LR) (Figur 4, links) mit denen des (012) Reflexes in Links/Links (LL), so sieht man, dass in LR Konfiguration die maximale Intensität höher und die Linienbreite (FWHM) deutlich kleiner ist. Die *integrale* Intensität bleibt jedoch gleich.

Al_2O_3 (012)	LR	LL
Maximale Intensität	451.6	261.6
FWHM [°]	0.873(28)	1.560(88)
Integrierte Intensität	420(15)	434(27)

Tabelle 4: Charakteristische Grössen der Al_2O_3 -(012) Reflexe gemessen in LR und LL Konfiguration.

Im Anhang A.4 ist ein Abschnitt aus Bacon's Neutron Diffraction abgedruckt, wo dieses Phänomen weiter beschrieben wird.

² $\Theta=OMM=21.38$, $-\Delta\Theta=-\Delta OMM$ im Sinusterm, da wir mit *remo* eine Änderung der Winkelablesung definiert haben.



Figur 4: Je nach Streukonfiguration ändern sich die Linienbreite und die maximale Intensität der Al_2O_3 - Reflexe. Hier als Beispiel der (012)-Reflex: LR: Links/Rechts Streuung, LL: Links/Links Streuung. Die integrierte Intensität bleibt in beiden Fällen dieselbe. Monitor 2000, Messzeit 5.5 Sekunden bei einem Protonenstrahl von $1240 \mu\text{A}$.

3. Eichen Detektorarm 2TA

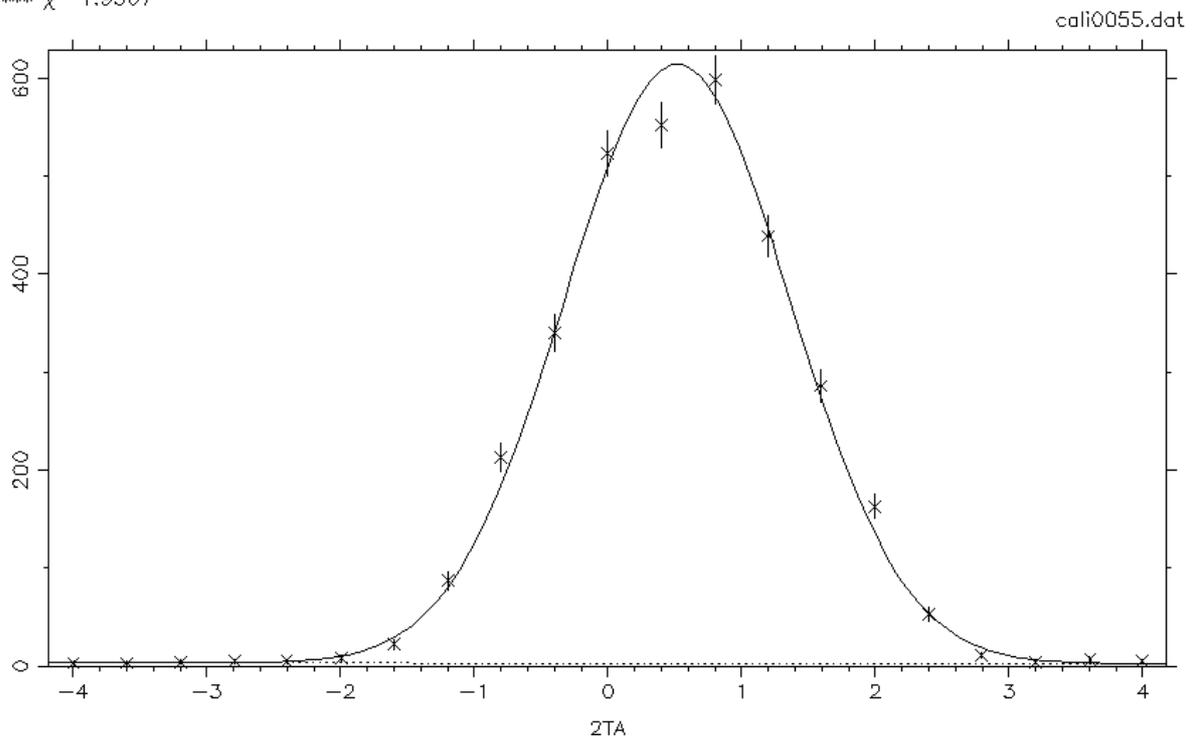
Tascom erlaubt es, die Detektorfläche in Fenster³ zu unterteilen, in denen separat gezählt wird. Die aktive Detektorfläche besteht aus 128 senkrechten und 128 waagerechten Drähten mit einer Höhe von 500 mm und einer Breite von 300 mm. Ein vertikaler Draht deckt also $300/128 = 2.34$ mm Breite, ein horizontaler Draht $500/128 = 3.91$ mm Höhe ab.

2TA Scan Al₂O₃ Reflex 13.68 meV 7.5 mm 3chaL slit

Position	Max.Intensity	Int.Intensity	fwhm (Gaussian)	fwhm (Lorentzian)
0.518 ± 0.021	612.2	1296 ± 33	1.989 ± 0.034	0

Int.Intens.Exp.	Bg(Pos)	dBg/dx
1307 ± 23	2.71 ± 0.87	-0.1058 ± 0.2751

Monitor 2000
*** χ^2 1.9367



Figur 4: Scan des Detektorarmwinkels 2TA um seine Nulllage. Die aufgetragene Intensität entspricht dem folgenden elektronischen Detektorfenster mit den Koordinaten $x_1=64, x_2=65, y_1=34, y_2=94$. Hier ist 2TA um 0.518° dejustiert. Der einfallende Neutronenstrahl wird von einem starken Al₂O₃ Reflex der Probe erzeugt.

Wir definieren zum Beispiel ein Fenster in TASCOCM:

```
tascom> window_no=1  
tascom> w1x1=64
```

³ Neun solche Fenster können maximal in TASCOCM definiert werden.

```
tascom> w1x2=65
tascom> w1y1=34
tascom> w1y2=94
```

Die Dimensionen dieses “elektronischen Fensters” betragen $(w1x2-x1x1+1)*2.34= 4.68$ mm Breite und $(w1y2-x1y1+1)*3.91= 238.51$ mm Höhe.

Der Streuwinkel 2T wird auf Null gesetzt, danach eine Messung mit 2TA um Null durchgeführt⁴ – in unserem Fall wird der einfallende Neutronenstrahl durch einen starken Al₂O₃ Reflex erzeugt..

```
SMA 2TA,-4,4,21,2000
```

Das Maximum in **IW1** ergibt dann den Nullpunkt für 2TA, also:

```
tascom> 2T=0.518 (2T wird zur maximalen Intensität gefahren)
tascom> remo 2T,0 (Der neue Nullpunkt wird gesetzt)
```

4. Eichen Monochromatorkrümmung

Jetzt entfernen wir den 20' Kollimator nach der Probe für den nächsten Schritt. Die Energie der einfallenden Neutronen ist nun bestimmt, was nun optimiert werden kann, ist die Krümmung des Monochromators CUM. TASCUM verwendet ein Macro⁵, um die energieabhängige Krümmung zu berechnen:

$$CUM = A_1 + A_2 \cdot 2 \cdot d_{PG002} \cdot \sqrt{\frac{E}{81.804}}, \text{ mit } A_1=0.44 \text{ und } A_2=10.87$$

Die Konstanten A₁ und A₂ werden experimentell bestimmt:

Als Probe nehmen wir Vanadium. Der Streuwinkel 2T wird auf 90 Grad gesetzt. Wähle danach eine Energie für die einfallenden Neutronen und messe die Intensität der gestreuten Neutronen als Funktion von CUM (siehe Figur 5):

⁴ Falls der Detektor durch den direkten Strahl geführt wird, muss vorher überprüft werden, ob genügend Plexiglas im Flugweg den Strahl auch sicher abschwächt.

⁵ TASCUM rechnet CUM als Funktion von $\sin(OMM)$, aber hier ist die CUM als Funktion der Energie gegeben, um es dem User etwas einfacher zu machen. Die Konstanten bleiben bei beiden Formen natürlich dieselben.

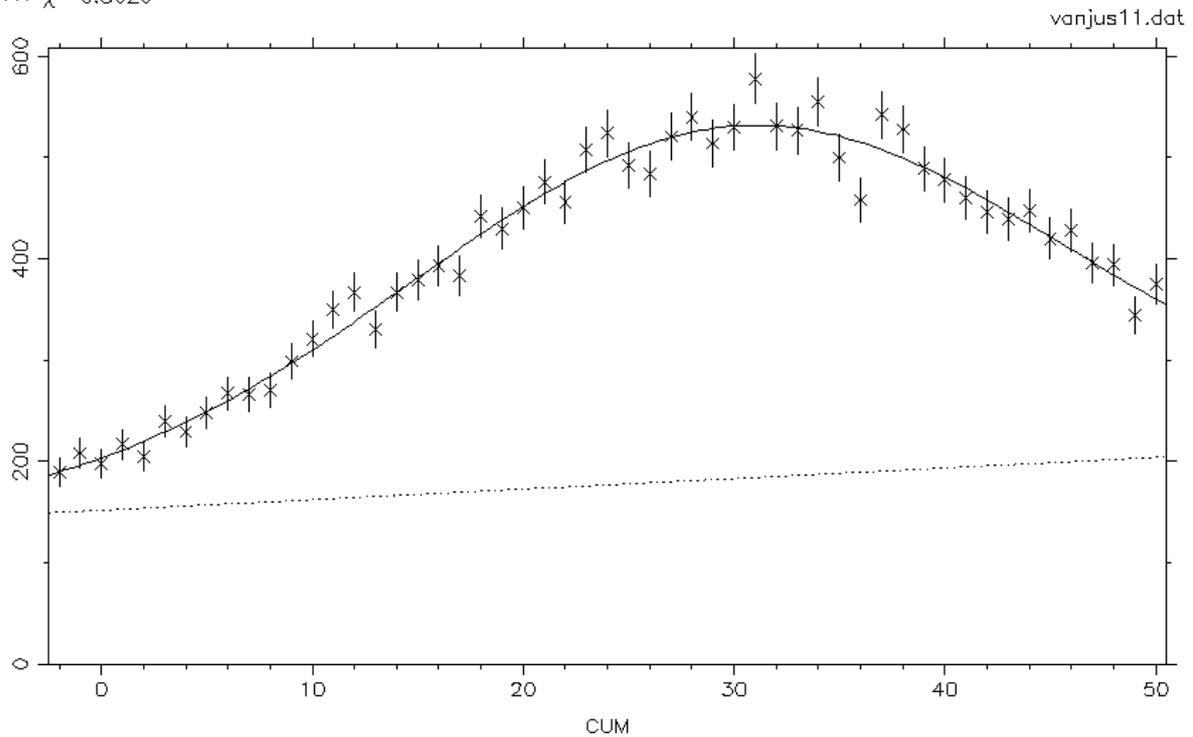
RITA-2 Eichung CUM E=14.68 meV LL Mai 2002

Position 30.34 ± 0.86	Max.Intensity 348.2	Int.Intensity 13575 ± 2765	fwhm (Gaussian) 36.6 ± 3.5	fwhm (Lorentzian) 0
------------------------------	------------------------	-----------------------------------	-----------------------------------	------------------------

Int.Intens.Exp. 11849 ± 335	Bg(Pos) 183.4 ± 40.7	dBg/dx 1.043 ± 0.708
------------------------------------	-----------------------------	-----------------------------

Monitor 10000

*** χ^2 0.8629



Figur 5: Messung des maximalen Flusses bei $E=14.68$ meV als Funktion der Monochromatorkrümmung CUM. Beachte die grosse Breite (FWHM=36.6) der Linie. Aus den so energieabhängig bestimmten CUM_{max} Werten werden anschliessend die Tascom-macro Parameter A_1 und A_2 berechnet .

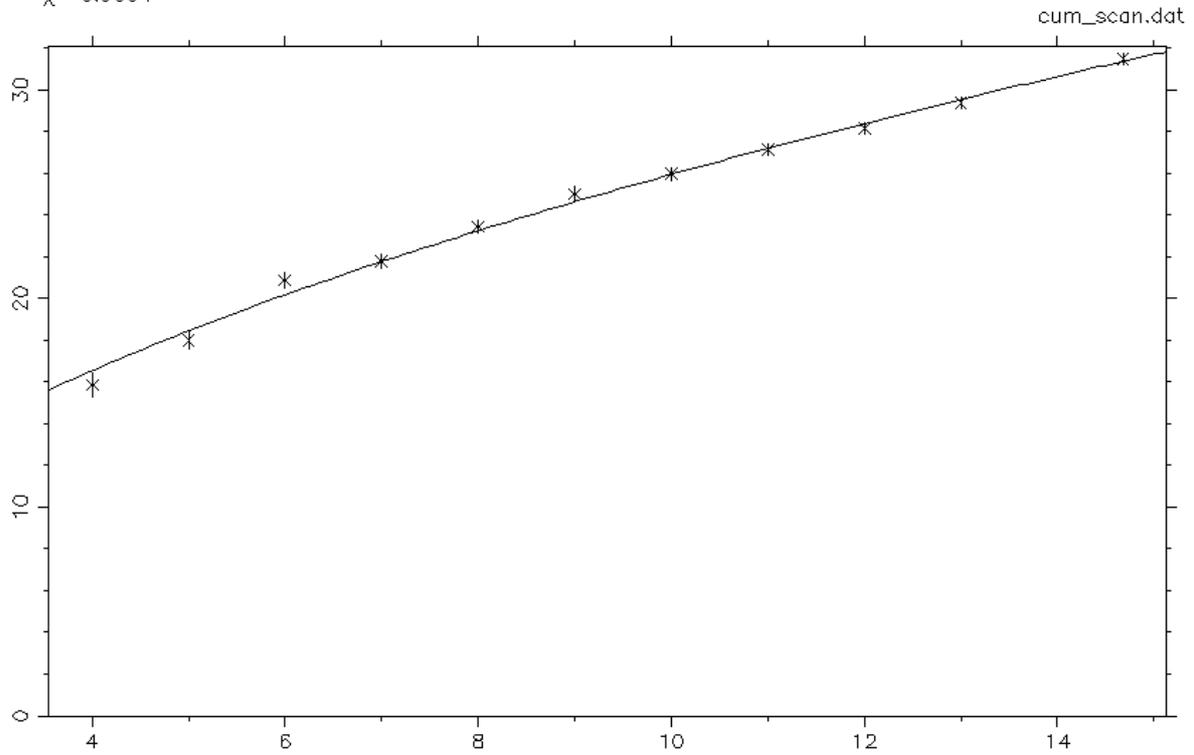
```
tascom> ef=3
tascom> sma cum,0.,50.,51,1000
.....
tascom> ef=13.68
tascom> sma cum,0.,50.,51,1000
```

Im Anhang ist das FIT macro Curve angegeben, dass aus den Werten von CUM_{max} die Parameter A_1 und A_2 bestimmt, ein Fit ist in Figur 6 abgebildet.

RITA-2 Monochromator Curvature CUM as function of incident neutron energy

A1 A2
0.370 ± 0.610 10.91 ± 0.26

*** χ^2 0.9954

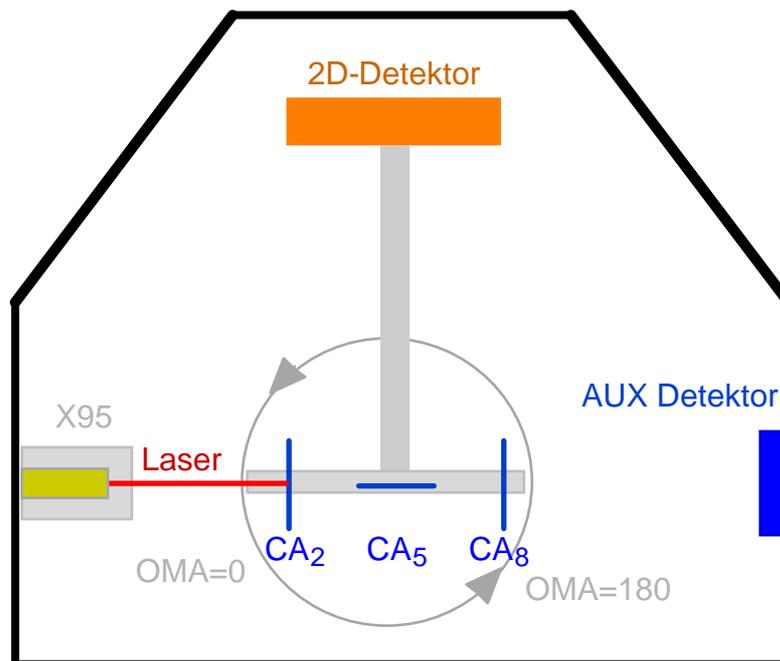


Figur 6: Berechnung der Tascom-macro Parameter $A_1 = 0.37$ und $A_2 = 10.91$ aus den CUM_{max} -Werten aufgetragen als Funktion der Neutronenenergie.

5. Eichen der Analysator Graphitplättchen CA_i

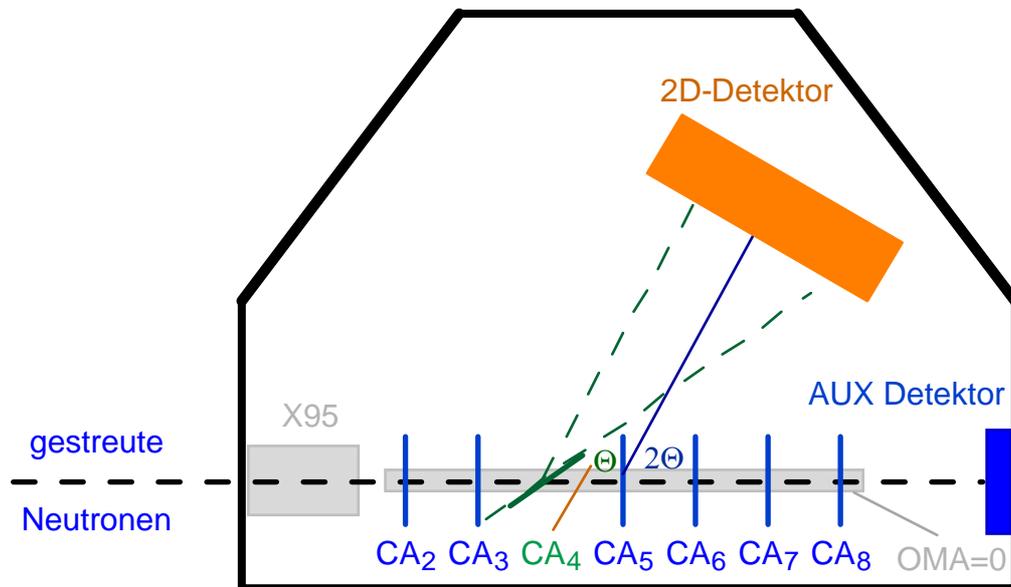
Der RITA-2 Analysator besteht momentan aus 7 einzeln drehbaren Graphit-Plättchen (Drehwinkel CA_i) und auch der Analysator als Ganzes kann um seine Achse (Drehwinkel OMA) gedreht werden. Neun Plättchen könnten montiert werden, die jetzt eingesetzten Plättchen belegen die Motoren $CA_2 - CA_8$. (Siehe Figur 7).

Wir montieren den Laser auf dem Analysatoren X95 Profil und drehen den Analysator parallel zum Lichtstrahl, also $OMA=0$). Alle CA_i sollen auf Null gestellt werden bis auf das am weitesten vom Laser entfernt Plättchen CA_8 , das senkrecht zum Strahl gestellt wird. Der Laser sollte jetzt das Zentrum des Plättchens beleuchten. Dies ist gleichzeitig ein Test, ob OMA wirklich die Nullposition erreicht hat.



Figur 7: Der Nullpunkt von OMA wird mit Hilfe eines Lasers bestimmt. Alle Drehachsen der Plättchen müssen parallel zum Laserstrahl sein. Deshalb wird im ersten Schritt alle $CA_i=0$ gesetzt (=Plättchen parallel zum Lichtstrahl) ausser die beiden äussersten. OMA wird mit der Handsteuerung solange gefahren, bis der Laserstrahl das Zentrum des Plättchens trifft. Dreht man OMA um 90 Grad sollte nun der Laserstrahl die Mitte des zentralen Plättchens 5 treffen, bei einer Drehung um 180 Grad, die Mitte des anderen, äusseren Plättchens. Fehler in der Nullpunktjustierung von OMA machen sich später in fehlerhafter Positionierung des Analysators bei Fokussierung bemerkbar.

Korrekturen werden mit OMA durchgeführt. Sobald CA₈ zentriert ist, rotiere OMA um zuerst um 90, dann um 180 Grad, falls der Nullpunkt von OMA korrekt gesetzt wurde, sollte auch jetzt der Laserstrahl die Mitten der Plättchen CA₅ und CA₂ ausleuchten. Anschliessend werden die restlichen Plättchen kontrolliert, ob der Laserstrahl des Zentrum des jeweiligen Plättchens trifft.



Figur 8: Eichung der Analysator Graphitplättchen in der Transmissionsgeometrie. OMA auf Null gestellt, alle Plättchen ausser , wie hier im Beispiel CA₄, werden *senkrecht* zum einfallenden Strahl gestellt. Wir benutzen den an Al₂O₃ gestreuten Strahl. Diese Art Eichung kann aber auch im direkten, ungestreuten Strahl durchgeführt werden. Wenn die Braggbedingung für das Graphitplättchen 4 besteht, also CA₄= Θ , werden Neutronen aus dem direkten Strahl weggestreut und die Zählrate im Detektor AUX sinkt. Der 2D-Detektor befindet sich bei 2Θ , die weggestreuten Neutronen treffen aber nur für das zentrale Plättchen 5 das Zentrum des 2D Detektors.

Der Laser wird nun entfernt, und eine enge (PSI-) Blende aufs X95 Profil montiert (7.5 mm Breite).

Nun werden alle Plättchen auf Null gestellt (CA_i=0), danach wird für jedes Plättchen einzeln ein CA_i-Scan durchgeführt (Figur 8) , man wird sehen, dass Neutronen bei optimaler Ausrichtung weggestreut werden und nicht mehr im Direktstrahl-Monitor AUX ankommen, man beobachtet also eine Absorptionslinie im Zähler AUX (siehe Figur 9) , das Minimum bestimmt nun den optimalen Wert für die CA_i.

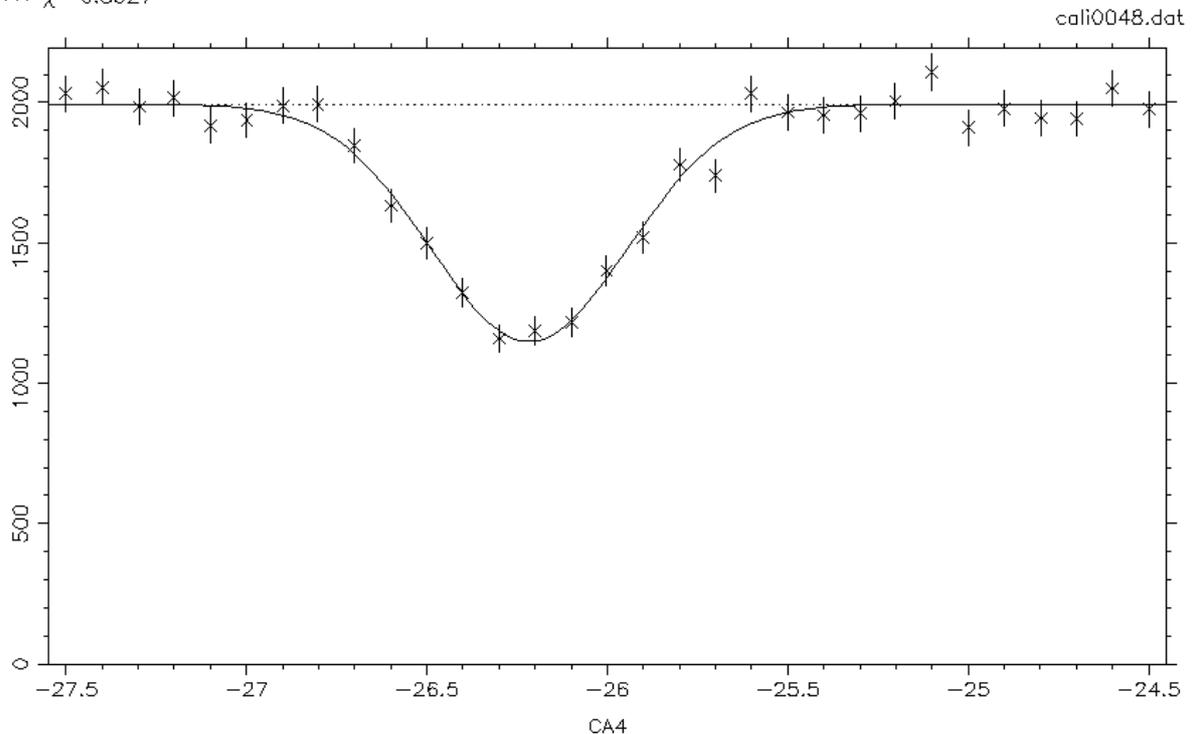
CA4 SCAN ABSORPTION IN AUX 7.5 mm 3chaL slit

Position	Max.Intensity	Int.Intensity	fwhm (Gaussian)	fwhm (Lorentzian)
-26.217 ± 0.011	-843.2	-579 ± 31	0.645 ± 0.031	0

Int.Intens.Exp.	Bg(Pos)	dBg/dx
-577 ± 33	1993 ± 16	0

Monitor 10000

*** χ^2 0.8327



Figur 8: Eichung des Analysator Graphitpättchens 4 in der Transmissionsgeometrie mit $E=13.68$ meV. OMA auf Null gestellt, alle anderen Plättchen *senkrecht* zum einfallenden Strahl gestellt. Wir benutzen den an Al_2O_3 gestreuten Strahl. Diese Art Eichung kann aber auch im direkten, ungestreuten Strahl durchgeführt werden. Die grosse Abweichung von 4.8° zum Normwert von $\text{OMM}=21.376$ wurde durch eine vorgängige, fehlerhafte Justierung des Analysatorwinkels OMA verursacht.

Benutze anschliessend den Befehl **remo**, um die CA_i auf den richtigen Wert zu setzen:

tascom> **remo** CA8,OMM (Wegen der elastischen Streuung muss jetzt der Winkel CA_8 gleich dem Monochromatorwinkel OMM sein. Dies wird nun für alle Plättchen wiederholt.

6. Test des Analysatorwinkels OMA

Die Abweichung des Analysatorwinkels OMA vom optimalen Nullpunkt sollte nun nicht mehr gross sein. Wir setzen alle CA_i nun auf Null (in anderen Worten: flacher Analysator) und führen einen OMA-Scan durch, um die Neutronen wegzustreuen, das Minimum sollte nun auch bei $\text{OMA}=\text{OMM}$ auftreten.

Anhang

A.1 Korrektur OMM und 2T Macro

A.1.1 Listing des FIT Macros Eich: eich.for

```

      program FIT                                ! change FIT to your own program name
! -----
!
! Simple user function example (straight line).
!
      implicit none
      external RITA_FUN                          ! change FIT_LIN_FUN to your own function name
! ---
! Welcome message
!
      type '(5(/X,A))'
      1,'Program FIT'
      1,'-----'
      1,'Calibration RITA-2'
! ---
! Function title and parameter names
!
      call fit_userfun('RITA-Eichen', rita_fun)  ! function title, function
      call fit_userpar('OMM:Delta OMM')         ! first parameter: background at zero
      call fit_userpar('2T:Delta 2T')          ! second parameter: slope
      call fit_main
      end

!
! real function rita_fun(x,p,n,mode,cinfo)
! -----
!
      implicit none

      real x          ! x-value
      integer n       ! number of parameters
      real p(n)       ! parameters
      real dpg        ! Lattice Spacing PG002
      real omm        ! Position of monochromator
      real pi
      real s          ! Fuer check asin()
      integer mode    ! mode
      integer cinfo   ! calculation information (see below)

      pi=3.1415926

      if (mode .eq. 0) then
! Define here your own function
      s=dpg/x*sin((omm+p(1))/180.*pi)

      if (abs(s) .gt. 1.0) rita_fun=0.

      if (abs(s) .le. 1.0) rita_fun=2.*180./pi*asin(s)-p(2)

      elseif (mode .lt. 0) then
! Use this part to do some initialisations.
! (e.g. read files, write out comments on your user function)
! This section is called by FIT_FUN (command FUN)

      open (unit=9,file='eich.inp',status='old',form='formatted')
      read(9,*) dpg    ! PG002 Lattice spacing
      read(9,*) OMM   ! Position of Monochromator
      write(6,100) dpg,omm,' Parameter d002 und OMM eingelesen'
100  format (2x,f8.3,2x,f8.3,32a)
      type *
```

```

type *, 'to define your own user function leave FIT and type MYFIT'
type *, 'Example: STRAIGHT LINE'

endif
end

```

A.1.2 Input File eich.inp

```

3.354          ! Gitterabstand PG(002) Monochromator
21.376         ! OMM Wert bei Eichmessung, hier fuer 13.68 meV

```

A.1.3 Datenfile der September 2002 Eichmessung: sep02.dat

d_{hkl}	2Θ	$\Delta(2\Theta)$
3.4811	41.061	0.036
2.5513	57.407	0.070
2.1652	69.141	0.037
2.0861	71.881	0.010
1.7405	89.320	0.042
1.6017	99.616	0.018
-3.4811	-41.191	0.013

A.2 Monochromator Krümmung CUM

A.2.1 FIT macro curve.for

```

      program FIT                                ! change FIT to your own program name
      !-----
      !
      ! Simple user function example (straight line).
      !
      implicit none
      external curve_mono_FUN                    ! change FIT_LIN_FUN to your own
function name

      !---
      ! Welcome message

      type '(5(/X,A))'
      1, 'Program FIT'
      1, '-----'
      1, 'Monochromator Curvature Parameters A1 & A2'

      !---
      ! Function title and parameter names
      !
      call fit_userfun('Mono Curvature', curve_mono_fun)    ! function
title, function
      call fit_userpar('A1:A1')                            ! first parameter: background at
zero
      call fit_userpar('A2:A2')                            ! second parameter: slope
      call fit_main
      end

      real function curve_mono_fun(x,p,n,mode,cinfo)
      !-----

      implicit none

      real x          ! x-value
      integer n       ! number of parameters
      real p(n)       ! parameters
      integer mode     ! mode
      integer cinfo    ! calculation information (see below)

      if (mode .eq. 0) then

! Define here your own function

      curve_mono_fun=p(1)+p(2)*2*3.354*sqrt(x)/sqrt(81.804)

      elseif (mode .lt. 0) then

! Use this part to do some initialisations.
! (e.g. read files, write out comments on your user function)
! This section is called by FIT_FUN (command FUN)

      type *
      type *, 'Curvature Monochromator x-value: neutron energy'
      type *, '                               y-value: CUM'
      type *
```

```
endif
end
```

A.2.2 Daten-File Struktur

(Energie meV	CUM _{max}	Δ Cum _{max})
3.00000	14.40355	1.1
4.00000	16.56372	1.3
5.00000	18.46687	0.9
6.00000	20.18745	1.1
7.00000	21.76968	1.0
8.00000	23.24239	0.8
9.00000	24.62558	1.2
10.00000	25.93384	0.9
11.00000	27.17817	1.3
12.00000	28.36711	1.2
13.00000	29.50745	1.0
14.00000	30.60472	1.1
15.00000	31.66345	1.3
16.00000	32.68745	1.1
17.00000	33.67991	1.2

A.2.3 TASCUM Macro

Zu finden im Account tasfiles, Directory commands/scans

```
! TASCUM macro, version 2.1, April 2001
!  
! RITA-2 PG monochromator setting measured by FA at PSI
!  
! Written by      : DFM, 17.4.97
! Rewritten by   : KL, 19.6.01
! Rewritten by   : FA, 5.6.02
! Using Fit constants A1=0.44 and A2=10.87
! tauPG = 1.87325
! ki = tauPG/(2*sin(2TM/2))
CUM = 0.44+10.87/sin(OMM)
```

A.3 Lazy Output für Al₂O₃ bei 13.68 meV

```

* .*****.*****.*****.*****.*****.*****.*****.*****.*
* TITLE AL2O3
* CONDT 2.4453 5.0 75.0 NE
* CELL 4.76100 12.99100 120
* SPCRGP R -3 C
* ATOM AL 1 0 0 0.355
* ATOM O 1 0.303 0 0.25
* .*****.*****.*****.*****.*****.*****.*****.*****.*

```

TRIGONAL STRUCTURE
A= 4.76100, C= 12.99100, WL= 2.44530

H	K	L	THETA	2THETA	D VALUE	INTENSITY	/F (HKL) /	MULT	LPG
0	1	2	20.56	41.13	3.4811	86.1	2.2	6	8.66
1	0	4	28.63	57.27	2.5513	57.9	2.4	6	4.96
1	1	0	30.90	61.81	2.3805	6.7	0.9	6	4.42
0	0	6	34.38	68.76	2.1652	146.1	7.6	2	3.80
1	1	3	35.88	71.76	2.0861	545.3	8.7	6	3.59
1	1	-3	35.88	71.76	2.0861	545.3	8.7	6	3.59
2	0	2	38.48	76.96	1.9650	6.1	1.0	6	3.30
0	2	4	44.62	89.25	1.7405	179.0	5.6	6	2.85
1	1	6	49.76	99.52	1.6017	325.6	7.8	6	2.66
1	1	-6	49.76	99.52	1.6017	325.6	7.8	6	2.66
2	1	1	52.20	104.40	1.5473	47.5	3.0	6	2.61
1	2	-1	52.20	104.40	1.5473	47.5	3.0	6	2.61
1	2	2	53.79	107.57	1.5154	0.0	0.1	6	2.60
2	1	-2	53.79	107.57	1.5154	0.0	0.1	6	2.60
0	1	8	54.02	108.04	1.5109	60.6	3.4	6	2.60
1	2	-4	60.48	120.96	1.4050	111.6	4.6	6	2.68
2	1	4	60.48	120.96	1.4050	111.6	4.6	6	2.68
3	0	0	62.82	125.65	1.3744	1000.0	13.5	6	2.77
2	1	-5	66.19	132.37	1.3364	53.8	3.0	6	2.96
1	2	5	66.19	132.37	1.3364	53.8	3.0	6	2.96
2	0	8	73.42	146.85	1.2757	0.4	0.2	6	3.82

A.4 Intensitäten und Linienbreiten: Ein Abschnitt aus Bacon's *Experimental Techniques For Diffraction Measurements*

4.3. Analysis of the monochromatic beam: parallel and antiparallel positions

The wavelength composition of the reflected beam from the monochromator can be examined by means of a second single crystal set at the centre of the second rotating table. This measurement serves to determine the amount of second-order contamination, that is neutrons with a wavelength equal to a half that of the fundamental, which is present in the 'monochromatic' beam. A curve illustrating this has already been given in Fig. 4 and should always be borne in mind in interpreting diffraction patterns, particularly, for example, when weak lines due to superlattices are being sought. If a complete diffraction pattern is plotted for this analysing crystal, by rotating the crystal with the counter following at twice the angular velocity, it will be found that the angular widths and intensities of corresponding lines on the two sides of the zero position are quite different. This is a well-known fact from the theory of double-crystal spectrometry (see Zachariasen 1945; Compton and Allison 1935) and is interpreted most simply when identical crystals are used on the two tables. It can then be shown that in the case of the so-called 'parallel position', for which the incident and twice-reflected beams are parallel, the widths of the spectrum and of the rocking curves of the crystals are proportional to their mosaic spread. On the other hand, in the antiparallel position the widths are much greater, being roughly proportional to the sum of the mosaic spread and the angle of collimation. The practical result of this is shown in Fig. 49, which shows some experimental curves obtained with calcium fluoride crystals for two different degrees of collimation. In the parallel position the width of the rocking curve at half the peak intensity is about 7' for both the fine and coarse collimation. The collimator angles were $\pm 8'$ and $\pm 22'$ respectively in the two cases. For the antiparallel position the width is equal to 20' for the fine collimation and has increased to 46' for the coarse collimation. With a given collimator the integrated reflections in the parallel and antiparallel positions will be equal. It follows therefore that the narrower rocking curve and spectrum on the 'parallel' side of the zero position are associated with proportionally higher peak intensities as can be seen in Fig. 49. Use of the parallel arrangement is therefore very advantageous.

Calculation shows that for identical crystals the rocking curve width on the parallel side is equal to about 3η , where η is the standard

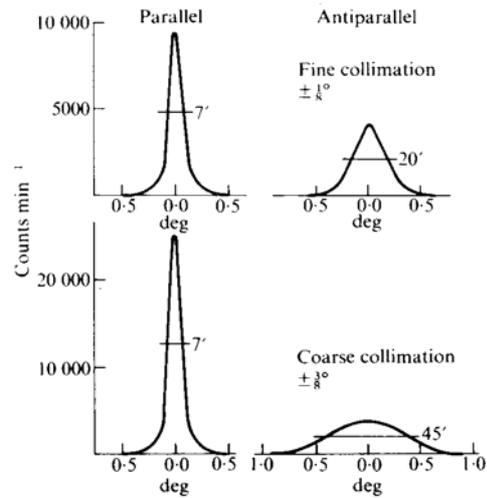


FIG. 49. Parallel and antiparallel rocking curves with fine and coarse collimation.

deviation of their common mosaic spread, as defined in Chapter 3. With different crystals, for which the two Bragg angles θ_1 and θ_2 are not equal, and which may also have different mosaic spreads, the rocking curve width is increased but is still, nevertheless, much smaller than for the corresponding spectrum on the antiparallel side. Equally, it is found that a good deal of focusing action is obtained even when the diffracting sample on the second table is a polycrystalline powder. Fig. 50 illustrates this, showing the parallel

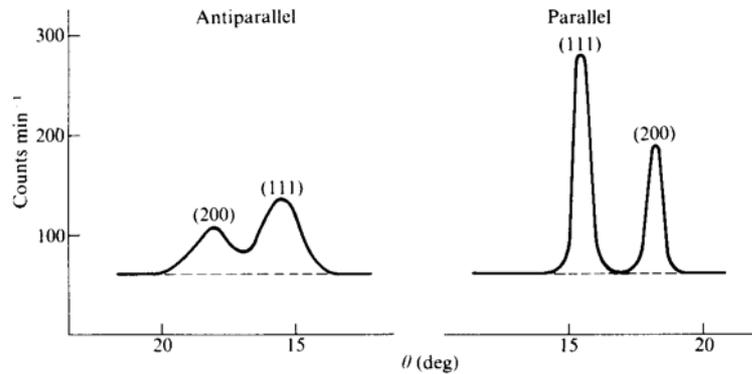


FIG. 50. Comparison of 'parallel' and 'antiparallel' powder diffraction spectra of nickel.

and antiparallel (111) and (200) spectra of a polycrystalline sample of nickel using a lead monochromator. The improved resolution and increased peak-height which is obtained for the parallel position is of great value in practice and it is normally arranged, as in Fig. 9, to record the diffraction patterns on this side.

The characteristics of a crystal C_1 for use as a monochromator can be studied by mounting it on the spectrometer in the normal sample position so that it reflects a monochromatic beam produced by some highly perfect crystal C_2 , such as silicon or germanium. Ideally the interplanar spacings of C_1 , C_2 should be equal, giving a true parallel position for the reflection which is being examined. The homogeneity of C_1 can then be studied by observing the variation of both its reflectivity and rocking curve as the monochromatic beam is allowed to fall on different portions of the surface.

A.3 Datenblatt für gesintertes Aluminiumoxid (Corundum) Al₂O₃

Reference: NIST Structural Ceramics Database, SRD Database Number 30.

Reference: "Evaluated Material Properties for a Sintered alpha-Al₂O₃," R. G. Munro, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 80, pp. 1919-1928 (1997).

Material Summary:

Alumina ceramics are typically polycrystalline materials that are formed by sintering or hot pressing. Sintering is typically performed at about 1700 °C. A small amount of MgO may be added to control the grain size during sintering. The data presented here were derived from reported values for high purity (99.5 % or higher) and nearly fully densified (98 % of the theoretical density, or higher) sintered alpha-alumina materials with a nominal grain size of 5 µm.

Crystal System: Corundum, space group R3̄c, 2 formula units per unit cell, but most commonly referred to a larger hexagonal cell with 6 formula units.

Melting Point: 2050(4) °C

Nominal Grain Size: 5 µm

Creep Characteristics in Flexure in the range 100 MPa to 200 MPa, 1200 °C to 1800 °C:

 Activation energy: 325(25) kJ/mol

 Stress exponent: 1.08(5)

Property Table

Numbers in parentheses denote estimated combined standard uncertainties of the last given digit.

For example, 2050(4) is equivalent to 2050 +/- 4.

Property [unit]	20 °C	500 °C	1000 °C
Bulk Modulus [GPa].....	257(50)	247	237
Compressive Strength [GPa].....	3.0(5)	1.6	0.7
Creep Rate [10 ⁻⁹ s ⁻¹] at 150 MPa.....	0	0	4
Density [g/cm ³].....	3.984(2)	3.943	3.891
Elastic Modulus [GPa].....	416(30)	390	364
Flexural Strength [MPa].....	380(50)	375	345
Friction Coefficient [] at 2 GPa....	0.40(5)	0.8	0.4
Hardness (Vickers, 1 kg) [GPa].....	15(2)	8.5	4.6
Lattice Parameter a(hexagonal) [Å]..	4.761(3)	4.777	4.797
Lattice parameter c(hexagonal) [Å]..	12.991(7)	13.040	13.102
Poisson's Ratio [].....	0.231(1)	0.237	0.244
Shear Modulus [GPa].....	169(1)	158	146
Sound Velocity, longitudinal [km/s].	11.00(30)	10.77	10.54
Sound Velocity, shear [km/s].....	6.51(20)	6.33	6.14
Specific Heat [J/kg·K].....	755(15)	1165	1255
Tensile Strength [MPa].....	267(30)	267	243
Thermal Conductivity [W/m·K].....	33(2)	11.4	7.22
Thermal Diffusivity [cm ² /s].....	0.111(20)	0.0251	0.0150
Thermal Expansion from 0 °C [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	4.6(2)	7.1	8.1