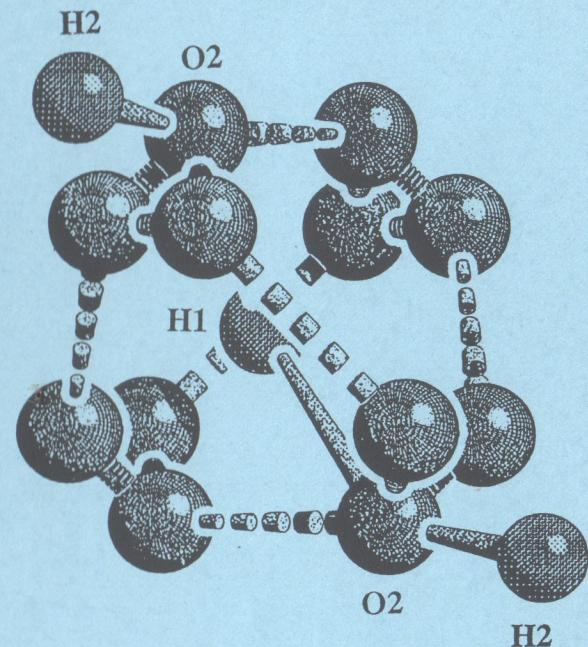
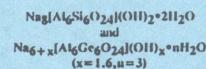


Number 4
December 1993

SWISS NEUTRON NEWS



Schweizerische Gesellschaft für Neutronenstreuung
Société Suisse pour la Diffusion des Neutrons
SGN / SSDN

Umschlagbild

Neutron scattering from hydrogen in materials (p. 13): The hydrogen dihydroxide anion, O₂H₃⁻, in one out of 12 possible statistically distributed orientations. These guests were located with neutrons, NMR- and IR in the 8:2:2 Sodalithes, Na₈[Al₆Si₆O₂₄](OH)₂·H₂O (courtesy: J. Felsche et al.).

Impressum:

- Herausgeber: Schweizerische Gesellschaft für Neutronenstreuung
- Vorstand:
Präsident: Prof. Dr. A. Furrer, ETH Zürich
Vizepräsident: Prof. Dr. K. Yvon, Univ. de Genève
Beisitzer: Prof. Dr. H.U. Güdel, Univ. Bern
Sekretär: Dr. P. Böni, PSI Villigen
- Ehrenmitglieder:
Prof. Dr. W. Hälg, ETH Zürich
Prof. Dr. K.A. Müller, IBM Rüschlikon und Univ. Zürich
- Rechnungsrevisoren:
Dr. P. Fischer, ETH Zürich
Dr. P. Schobinger, ETH Zürich
- Korrespondenzadresse:
Schweiz. Ges. für Neutronenstreuung
Laboratorium für Neutronenstreuung
ETHZ & PSI
CH-5232 Villigen PSI
Tel.: 056 / 99 25 18
- Postcheck-Konto: 50-70723-6
- Herstellung: Druckerei PSI
- Erscheint ca. 2 mal pro Jahr
- Abdruck nur nach Konsultation mit den Autoren.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
• Editorial <i>A. Furrer</i>	2
• Neue Mitglieder 1994 <i>P. Böni</i>	3
• Generalversammlung 1994	3
• Gratulation	4
• Hohe Neutronen-Peaks in Engadiner Bergwelt: Sommerschule Neutronenstreuung Zuoz <i>P. Fischer</i>	5
• Zu Gast bei Deutschland's Neutronenstreuern <i>G. Bauer</i>	10
• Sommerschule Zuoz 1994 <i>A. Furrer</i>	12
• Neutronenquellen	
- Saphir	13
- AUSTRON: A Pulsed Neutron Spallation Source in Central Europe <i>M. Schuster</i>	14
- Experience with Supermirror Production at PSI <i>P. Böni et al.</i>	17
• Wissenschaftlicher Beitrag	
- Mg(NO ₂) ₃ <i>J. Schefer</i>	22
• Anmeldeformular Schweizerische Gesellschaft für Neutronenstreuung	27

Editorial

In order to understand the materials naturally occurring in our world and artificially produced by modern technologies, a detailed understanding of their properties is required on an atomic scale. This information is the basis for any kind of research in physics, chemistry, biology, and materials science. Among the various experimental methods neutron and photon scattering have developed to be the key techniques of choice, each with its particular advantages but highly complementary altogether.

Concerning synchrotron sources the situation is rather fortunate on a world-wide scale. Numerous facilities covering the range from soft to hard x-rays are in operation, under construction, or in the planning stage. For neutron beams, on the other hand, the situation is completely different. The availability of appropriate neutron sources is far below an acceptable level as demonstrated by the tremendous overload of the existing facilities. Furthermore, for some facilities the prospect of being closed down must be envisaged. To maintain the key role of neutron scattering in condensed matter research it is not sufficient to upgrade some of the existing facilities as well as to optimize the user exploitation, but new and convincing initiatives are needed now. We should clearly oppose to the world-wide trends towards concentrating the neutron scattering activities to a few high-flux installations only, since national medium-flux sources are equally important as home bases, e.g., to train students. In this context the "neutron szenario" contrasts to the "photon szenario", since reasonably efficient x-ray sources can be made available as home bases at low costs in almost every laboratory.

A milestone in this "szenario" will be the commissioning of the spallation neutron source SINQ at the Paul Scherrer Institut (Villigen, Switzerland) in about two years from now. SINQ is expected to provide cold neutron beams competitive with similar installations at high-flux facilities. The Austrian project AUSTRON (see detailed report in this issue) fits well into this "szenario", as AUSTRON's performance will be even superior in peak flux to the world leading pulsed spallation neutron source ISIS, complementary in its applications to SINQ, and - last but not least - easily within reach from Switzerland. AUSTRON therefore deserves a strong support from our society.

Albert Furrer

Neue Mitglieder 1994

P. Böni, Laboratorium für Neutronenstreuung ETH & PSI

In diesem Jahr ist die Zahl der Mitglieder der Schweizerischen Gesellschaft für Neutronenstreuung auf über 100 angestiegen!

Seit dem 18. Januar 1993 konnten wir folgende neue Mitglieder aufnehmen:

H. Blank, J.M. Carpenter, C. Clerc, A. Dönni, R. Essmann, H. Gäggeler, T.M. Giebultowicz, R. Glas, B. Hälg, G. Heger, W. Henggeler, D. Hinz, A. Kolesnikov, R. Kremer, G. Lander, Z. Mursic, K.U. Neumann, A.M. Niraimathi, G. Pépy, H.G. Priesmeyer, R. Przenioslo, I. Sosnowska, H. Schmalle, Y. Stavissky, H. van Swygenhoven, U. Wildgruber, B. Winkler und A. Zajonc.

Wir hoffen natürlich, dass wir bald die 200er Grenze überschreiten werden. Bitte helfen Sie uns, neue Mitglieder zu werben, damit wir uns für die Anliegen der Neutronenstreuung stark einsetzen können.

GENERALVERSAMMLUNG 1994

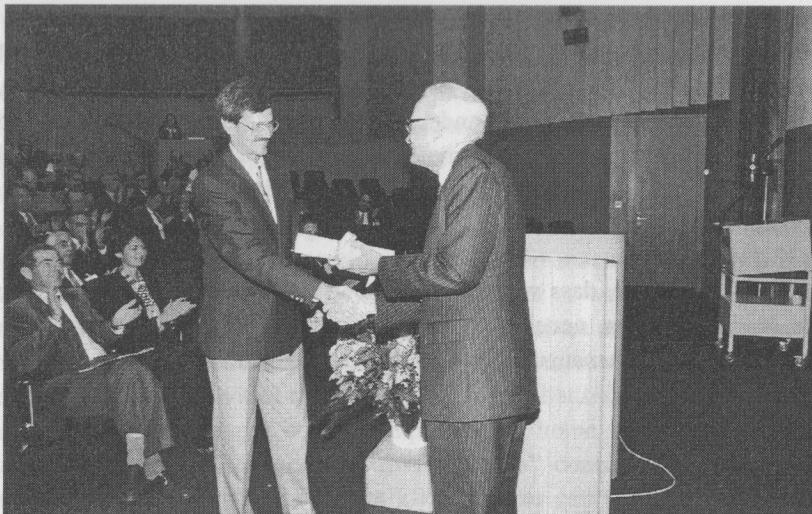
Ähnlich wie im Frühjahr 1993 planen wir, im Herbst 1994 die Benützerversammlung Neutronenstreuung und die Generalversammlung der Schweizerischen Gesellschaft für Neutronenstreuung zusammen durchzuführen. Die Traktandenliste ist noch nicht bekannt, doch dürften sicher die Themen SINQ, Forschungsreaktor Saphir, internationale Kollaborationen und die Beziehungen zu anderen nationalen Gesellschaften für Neutronenstreuung zur Sprache kommen. Als Schlussbouquet werden wir die "Baustelle" SINQ besichtigen.

Herzlichen Glückwunsch

an unser Mitglied

Peter Schurtenberger

für die Zuerkennung des Latsis-Preises 1993 der ETH Zürich



Mit diesem Preis wurden insbesondere die Arbeiten von Peter Schurtenberger auf dem Gebiet der "soft condensed matter" ausgezeichnet. In den letzten Jahren hat er sich intensiv mit der experimentellen und theoretischen Charakterisierung eines Mikroemulsionssystems mit völlig neuartigen polymerähnlichen Eigenschaften befasst, die am Institut für Polymere der ETH Zürich erstmals beobachtet worden waren. Dabei gelang es ihm, mit der kombinierten Anwendung verschiedener experimenteller Methoden wie der Neutronenstreuung und der Lichtstreuung die Struktur der in diesen erstaunlichen Modellsystemen vorliegenden Tensidaggregate aufzuklären. Damit hat er wichtige Voraussetzungen für ein quantitatives Verständnis der Eigenschaften dieser neuen Klasse von gelähnlichen Materialien geschaffen.

HOHE NEUTRONEN-PEAKS IN ENGADINER BERGWELT: SOMMERSCHULE BETR. NEUTRONENSTREUUNG IN ZUOZ

P. Fischer, LNS, ETHZ & PSI

Im Hinblick auf Neutronenstreuexperimente Schweizer Forschergruppen an der SINQ sowie am Reaktor Saphir und am Hochflussreaktor des ILL in Grenoble wurde erstmals vom PSI(LNS) eine Sommerschule über Neutronenstreuung in Zuoz im Engadin (1750 m ü. M.) in der Woche vom 15. bis 21. August 1993 organisiert. Die insgesamt über 70 Teilnehmer aus dem In- und Ausland waren hierzu im Lyceum Alpinum (Bild 1) gut untergebracht und freuten sich insbesondere auch über das herrliche Hochsommerwetter während der ganzen Woche in der schönen Oberengadiner Bergwelt.

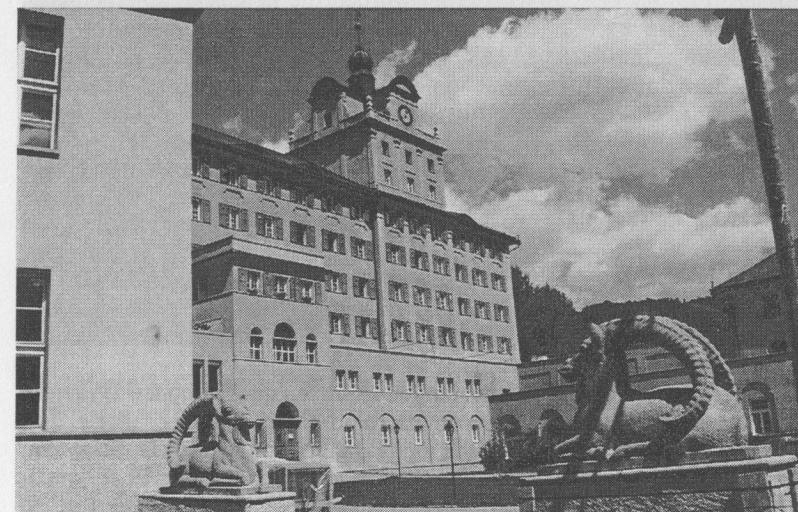


Abbildung 1: Hauptgebäude des Lyceum Alpinum in Zuoz (Foto G. Bauer).

Am Montag-Morgen, den 16. 8. eröffnete W. Fischer, PSI die Sommerschule (Er hatte auch die gute Idee diese in Zuoz zu organisieren.). Anschliessend diskutierte G. Bauer, PSI (in Vertretung von W. Bührer, LNS) die vielfältigen instrumentellen Möglichkeiten der Neutronenstreuung, wobei sowohl Instrumente an kontinuierlichen als auch an gepulsten Neutronenquellen ausführlich behandelt wurden.

"Theoriepapst" S. Lovesey, ISIS, RAL, England führte anschliessend in die aktuellen theoretischen Aspekte der Neutronenstreuung ein und liess insbesondere die einzigartigen Möglichkeiten der Neutronenstreuung zur Untersuchung statischer und dynamischer Eigenschaften kondensierter Materie inklusive Magnetismus im gesamten "Impuls-Energie-Raum" deutlich werden.

Der Nachmittag stand jeweils zur freien Verfügung, wovon bei dem schönen Wetter rege Gebrauch gemacht wurde. So starteten Verschiedene wie P. Böni unmittelbar zu Jogging-Höchstleistungen mit mindestens 1000 m Höhendifferenz. A. Furrer und W. Fischer demonstrierten Streuexperimente auf dem Tennisareal. Viele begnügten sich mit kleineren Bergwanderungen und Exkursionen in das schöne Engadiner Dorf Zuoz etc..

Die Übersichtsvorträge der Experten J. Rodriguez (ILL & LLB, Saclay) und G. Heger (LLB, jetzt TH Aachen) am Spätnachmittag galten den Anwendungsmöglichkeiten der elastisch kohärennten Neutronenstreuung bei Strukturuntersuchungen mittels polykristalliner Proben resp. Einkristallen. Hierbei wurden die neuen komplementären Möglichkeiten von modernen Synchrotron-Röntgen- und Neutronenquellen betont. Trotz der sehr hohen Intensität und hohen Auflösung von ESRF-Instrumenten etc. bestehen nach wie vor prinzipielle Grenzen, z. B. bei der Lokalisierung leichter Atome in Gegenwart schwerer. Die Genauigkeit resp. Reproduzierbarkeit von Intensitätsmessungen ist zur Zeit bei Einkristall-Neutronenmessungen besser, nicht zuletzt wegen der Konstanz der nuklearen Neutronenstreuamplituden - im Gegensatz zur Formfaktorabhängigkeit bei der Röntgendiffraktion.

In zeitlich leider recht eingeschränkten Kurvvorträgen hatten vor allem jüngere Teilnehmer am Abend Gelegenheit über interessante eigene Forschungsarbeiten betr. Strukturforschung und damit verwandter Untersuchungen zu berichten.

Der zweite Tag war den wichtigen Gebieten der Phononen-Dynamik (kohärent inelastische Neutronenstreuung, B. Dorner, ILL) und Kleinwinkelstreuung an technisch interessanten Polymeren (D. Schwahn, KFA Jülich) und an biologischen Systemen (inkl. Einkristallstrukturanalysen, P. Timmins, ILL) sowie Neutronendiffraktion an ionischen Lösungen (L. Helm, Univ. Lausanne) gewidmet. B. Dorner zeigte eindrücklich die einzigartigen Möglichkeiten von Dreiaxial-Spektrometern zur Untersuchung von Phononendispersionen mittels Einkristallmessungen und betonte die Wichtigkeit des Vergleiches gemessener und berechneter Intensitäten - evtl. auch für Nichtstandard-Symmetrierichtungen - und der Bedeutung der engen Zusammenarbeit mit kompetenten Theoriegruppen. Bei der Kleinwinkelstreuung überzeugten Schwahn und Timmins insbesondere durch Kontrastvariation mittels der Wasserstoff-Isotope H, D. Auch Helm betonte die Wichtigkeit der Verwendung geeigneter Isotope und "heisser"

Neutronen konstanter Wellenlänge, um genaue partielle Paarverteilungsfunktionen zu erhalten.

Am Abend referierte S. Lovesey detailliert über kritische magnetische Neutronenstreuung (inkl. μ SR).

Am Mittwoch wurden für Frühaufsteher Exkursionen unter kundiger Führung in den Schweizerischen Nationalpark organisiert, bei denen Alpenwild wie Hirsche, Steinböcke, Murmeltiere und sogar neu ausgesetzte Bartgeier beobachtet werden konnten (Bild 2). Weniger sportliche resp. naturbegeisterte Kursteilnehmer hatten Zeit etwas betr. Kultur zu unternehmen - z. B. die bekannte Klosterkirche in Müstair zu besichtigen.



Abbildung 2: Optische Fokussierung auf Alpenwild im Schweizerischen Nationalpark (Foto G. Bauer).

Den wissenschaftlichen Abschluss am Abend bildeten vorwiegend instrumentell orientierte Kurvvorträge wie über das "Austron"-Spallationsneutronen-Projekt, den erfreulichen Stand der Superspiegel- und Neutronenleiter-Entwicklung an der SINQ und über neue Effekte bei antiferromagnetischen "Multilayer-Superlattices".

Donnerstag war der Tag des Magnetismus: P. Böni, PSI führte in die erstaunlichen Möglichkeiten der Anwendung polarisierter Neutronen ein, die allerdings leider immer noch oft intensitätslimitiert sind. Anschliessend diskutierte P. Fischer, LNS elastische magnetische Neutronenstreuexperimente zur Untersuchung magnetischer Ordnungsphänomene ("magnetische Strukturen"). Am Nachmittag folgte von G. Lander (EITU, Karlsruhe) ein engagierter Vortrag über magnetische

Anregungen (aus denen im Prinzip die magnetischen Wechselwirkungsparameter bestimmt werden können) und Kristalfeldspektroskopie, die nachwievor nur durch inelastische Neutronenstreuexperimente im ganzen Impuls-Energie-Raum zugänglich sind. Gepulste Spallationsneutronenquellen eröffnen hier insbesondere auch den Bereich hoher Energien. Später folgten Kurzvorträge von Kursteilnehmern betr. Magnetismus und Hochtemperatur-Supraleitern.

Am Schluss wurde versucht die Komplementarität kontinuierlicher und gepulster Neutronenquellen und auch der Röntgen-Synchrotronstrahlung in einer "Panel Discussion" herauszuarbeiten. Betr. höchster Neutronenflüsse haben langfristig wahrscheinlich gepulste Spallationsneutronenquellen die grössten Chancen.

Der Freitag-Vormittag war schliesslich "imperfekter" Materie inklusive amorpher Systeme gewidmet. G. Kostorz, ETHZ erkärt die Methode der diffusen Neutronenstreuung "DENS" ("Vierkreis-Dreiachsenspektrometer" zur Elimination von inelastischer, thermisch diffuser Streuung bei Einkristallmessungen am Reaktor Saphir !) sowie die Anwendung von Neutronen-Kleinwinkelstreuung ("SANS") in der Physik realer Metallsysteme. P. Lamparter, MPI Stuttgart zeigte sehr anschaulich die modernen Möglichkeiten - insbesondere mit 0.5 Å-Neutronen am ILL - zur genauen Messung und Interpretation partieller Paarkorrelationsfunktionen etc. amorpher Metalle ("metallische Gläser"), die auch für technische Anwendungen von Interesse sind.

Quasi als "Dessert" faszinierte am Nachmittag H. Rauch, Atominstitut der Österreichischen Universitäten, Wien seine nachwievor sehr zahlreichen Zuhörer mit Quanten-Neutronen-Optik, die extrem hohe Energie- und Impulsauflösung gestattet (teilweise entkoppelt von der Intensität) und viele fundamentelle Fragen der Quantenmechanik überprüfen lässt. Andererseits wurden mit solchen Methoden auch technische Anwendungen wie Kleinwinkelstreuung bei sehr kleinen Impulsüberträgen realisiert.

In der zweiten Nachmittagsvorlesung präsentierte G. Bauer als Experte den Stand und die Zukunftsansichten von Neutronenquellen. In der Diskussion wurde die interessante Option eines Speicherringes für SINQ erwähnt, der die kontinuierliche Spallationsneutronenquelle SINQ in absehbarer Zukunft auch durch eine gepulste Spallationsneutronenquelle auf weltweit höchstem Niveau ergänzen würde.

Eine zusammenfassende Würdigung der zweifellos erfolgreichen Neutronen-Sommerschule über Neutronenstreuung in Zuoz folgte als Abschluss von A. Furrer, LNS. Schliesslich wurden an einige engagierte jüngere Teilnehmer dank der grosszügigen Spende von S. Lovesey "Neutronen-Theorie-Bibeln" verteilt - mit der Auflage, dass sie auch gelesen werden. Die begrenzte Anzahl von Teilnehmern (Bild 3) war insofern auch ideal, dass Diskussionen zwischen Lernenden und Lehrenden resp. Experten leicht möglich waren.



Abbildung 3: Gruppenbild der Teilnehmer der Sommerschule betr. Neutronenstreuung in Zuoz.

Als "Krönung" der Sommerschule fand am letzten Abend im ehrwürdigen, 400jährigen Engadiner Hotel Crusch Alva in Zuoz ein Bankett statt - mit vorgängigem Aperitiv, gespendet von der Schweizerischen Gesellschaft für Neutronenstreuung. Dabei glänzte W. Fischer als "after dinner"-Redner mit profunden historischen Kenntnissen über Graubündnens Nationalhelden Jörg Jenatsch.

Abschliessend möchte auch ich nicht versäumen allen Organisatoren und Helfern (z. B. F. Altorfer, LNS als stets hilfsbereitem Fahrer) dieser Sommerschule für ihren Einsatz zu danken - ganz besonders auch Frau R. Bercher für Ihre perfekte, grosse Arbeit zur Vorbereitung und Durchführung dieses Kurses. Dem Paul Scherrer-Institut gebührt Dank für finanzielle Unterstützung.

Zu Gast bei Deutschland's Neutronenstreuern

Was für die Schweiz die jährliche Benützerversammlung der Neutronenstreuer ist (vgl. SNN3/1993), das ist für die deutschen Kollegen das Arbeitstreffen des Verbundes "Forschung mit Neutronen", das in diesem Jahr vom 18. bis 20.10.1993 im Kloster Benediktbeuern nahe des idyllischen (aber diesmal leider wolkenverhangenen) Kochelsees in Oberbayern stattfand. Ein Statusbericht über den Fortschritt des SINQ-Projektes ist bei diesem Treffen bereits Tradition und wurde auch in diesem Jahr wieder mit Interesse aufgenommen. Insgesamt bot die Veranstaltung ein überzeugendes Bild der Leistungsfähigkeit der Neutronenstreuung und des hohen Standards der Arbeiten der deutschen Neutronenstreuer. Thematische Schwerpunktsetzungen auf die Gebiete Biologie, Materialforschung, Magnetismus und Methodik machten die beiden ersten Tage mit eingeladenen Vorträgen, mündlich vorgetragenen Originalbeiträgen und Posters zu einem übersichtlich gegliederten und umfassenden Leistungsbeweis der deutschen Neutronenstreuung. Obgleich von der fehlenden Verfügbarkeit des HFR am ILL und des FRJ-2 in Jülich deutlich gehandicapped konnte sie durch Ausweichen auf andere Neutronenquellen, unter anderem auch auf den wieder intensiver betriebenen SAPHIR, einen hohen Standard an interessanten Arbeiten halten.

Der Vormittag des dritten Tages war als "Öffentlichkeitstag" gestaltet, bei dem mit allgemeinverständlichen Vorträgen zu den Themen "Das Neutron und die elementaren Kräfte der Natur" (D. Dubbers), "Instrumentelle Entwicklungen zur Neutronenstreuung" (R. Scherm), "Neutronen in Materialforschung und -entwicklung" (R. Wagner) und "Neutronenbeugung, eine unverzichtbare Methode zur biologischen Materialforschung" (E. Sackmann) ein eindrucksvolles Bild von der Bedeutung der Neutronen für den wissenschaftlichen und technischen Fortschritt in unserer Zeit gegeben wurde.

Mit Spannung erwartet wurde die Präsentation von Staatssekretär Bernd Kränzle aus dem bayerischen Staatsministerium für Unterricht, Kultus, Wissenschaft und Kunst zu dem Thema "Die Zukunft der Neutronenforschung in Deutschland nach dem Jahr 2000 - Anmerkungen aus der Sicht der Bayerischen Staatsregierung". Dabei zeigte sich der Referent als Jurist nicht nur erstaunlich gut informiert und mit der Materie vertraut, sondern brachte auch die feste Entschlossenheit der bayerischen Staatsregierung zum Ausdruck, die Forschung mit Neutronen auch in Zukunft nachhaltig zu fördern und hierfür den Neubau eines Forschungsreaktors in Garching mit einem nutzbaren thermischen Fluss von $4\text{--}5 \cdot 10^{14} \text{ n/cm}^2 \text{ s}$ voranzutreiben. Die Planung dieses Reaktors ist bereits sehr weit fortgeschritten; der Sicherheitsbericht liegt der Genehmigungsbehörde vor und das Raumordnungsverfahren ist abgeschlossen. Auch die Finanzierung ist zum überwiegenden Teil gesichert.

Was Wunder, dass diese positive Nachricht von den versammelten Wissenschaftlern mit grossem Beifall quittiert wurde! Ausdrücklich betonte der Referent auch die Absicht, dass diese moderne Neutronenquelle nicht nur für bayerische Forscher zugänglich sein würde, sondern dass zu einem grossen Teil auch Wissenschaftler aus der gesamten Bundesrepublik und der internationalen Forschergemeinde erwartet würden.

Diese positiven Perspektiven für die mittelfristige Zukunft wurden etwas getrübt von der kurzfristigen Notwendigkeit, die für Neutronenstreuung in den kommenden Jahren verfügbaren Mittel der schwierigen Haushaltssituation anzupassen, die von einem Referenten aus den Bundesministerien für Forschung und Technologie, Herrn Dr. Blask dargelegt wurde.

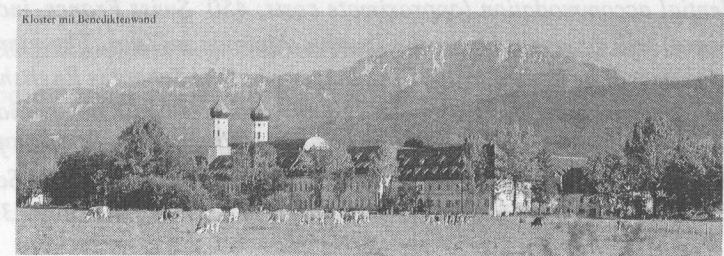
Die Interessen der Neutronenstreuer werden in Deutschland auf politischer Ebene durch ein gewähltes "Komitee für Forschung mit Neutronen" (KFN) vertreten, das ebenfalls anlässlich des Verbundstreffens tagte und zu dessen Sitzungen neuerdings ein Vertreter der SGN als ständiger Guest eingeladen ist. Zwei wichtige Themen beherrschten diese Sitzung, nämlich die einhellige Unterstützung für den neuen Forschungsreaktor in Garching und die dem Bedarf nicht entsprechenden Förderungsmittel, die in der nächsten Zukunft für die Verteilung über die Verbundforschung zur Verfügung stehen werden.

Ziel der "Verbundforschung" ist es, auch solchen Neutronenstreuern den Zugang zu in- und ausländischen Neutronenquellen zu ermöglichen, die dies mit eigenen Mitteln nicht finanzieren können. Von den fast 150 Mio DM, die in der Bundesrepublik Deutschland jährlich für Betrieb und Nutzung von Neutronenquellen ausgegeben werden, laufen ca. 30 Mio über diesen Verteiler, zu je ca. 50 % von Bund und Ländern bereitgestellt. Die Verbundforschung betreibt damit eine Reihe "eigener" Instrumente an verschiedenen Neutronenquellen und hat dafür in 1993 Gesamtmittel von ca 4 Mio DM aufgewendet. Für die nächste Förderungsperiode liegen Anträge auf Neuaufnahme von 2 Instrumenten in die Förderung vor, darunter ein Flugzeitspektrometer an der SINQ (vgl. J. Mesot in SNN 3/93). Um hier eine Entscheidungsgrundlage zu schaffen, wird gegenwärtig für die bestehenden Instrumente Auslastungsgrad, wissenschaftliche Produktivität und institutionelle Unterstützung evaluiert. Für den 21. und 22.1.1994 ist eine Sitzung anberaumt, die zu einer Priorisierung bezüglich des weiteren Vorgehens führen soll.

Gleichzeitig wird die Zusammenarbeit zwischen den Forschergruppen, die an thematisch verwandten Problemen arbeiten, "projektartig" organisiert werden, um einen möglichst effizienten Mitteleinsatz sicherzustellen.

Die engere Kooperation zwischen den deutschen und den schweizer Neutronenstreuern, die durch den Austausch von ständigen Gästen bei den Versammlungen des KFN und der SGN/SSDN gefördert werden soll, kann sicher mit dazu beitragen, bestehende Verbindungen zu intensivieren und eine angemessene Abstimmung in der Nutzung der Neutronenquellen zu erreichen.

Günter Bauer



Second Summer School on Neutron Scattering

“Neutron Scattering from Hydrogen in Materials”

14-20 August 1994, Lyceum Alpinum, Zuoz, Switzerland

The main purpose of the Summer School is to give participants an introduction to the basic principles of neutron scattering and its application to the study of hydrogen in materials. The lectures will cover both theoretical and experimental aspects with particular emphasis on the future utilisation of the instrumentation now under construction at the spallation neutron source SINQ at PSI. No previous knowledge of the subject is required, but an honours degree in natural sciences (equivalent to the diploma) is essential. Besides the lectures the programme will include seminars and eventually poster sessions in which the participants can present their own results in the field of neutron scattering from hydrogen in materials.

Organization of the School

Paul Scherrer Institut: W.E. Fischer (Chairman), R. Bercher (Secretary)

Program Committee

Chairman: A. Furrer, ETH Zürich. - Members: I. Anderson, Institute Laue-Langevin, Grenoble; G. Bauer, Paul Scherrer Institut; W. Bührer, ETH Zürich; P. Fischer, ETH Zürich; R. Hempelmann, Universität Saarbrücken; H. Rauch, Atominstitut der österreichischen Universitäten, Wien; J. Schefer, Paul Scherrer Institut; L. Schlapbach, Université de Fribourg; T. Schucan, Paul Scherrer Institut; G. Vogl, Universität Wien; K. Yvon, Université de Genève

Residential accommodation (approximate costs: 450 Swiss Francs, including full board) will be available at the Lyceum Alpinum in Zuoz. The number of participants will be limited to 100. The language of the School is English. More detailed information (including the list of lecturers) will be available in February 1994. Closing date for applying is 30 June 1994. For further information and application form, write to Mrs. Renate Bercher, Paul Scherrer Institut, CH-5232 Villigen PSI, Tel.: +41-56-99 34 02, Fax: +41-56-99 32 94.

SAPHIR

In der letzten Nummer von "Swiss Neutron News" wurde über das Projekt "kleine Nachrüstung" des Reaktors Saphir am Paul Scherrer Institut (PSI) orientiert. Ziel dieses Projektes ist es, den Forschungsreaktor Saphir mit minimalem Aufwand so weit nachzurüsten, dass er unter Berücksichtigung der erhöhten sicherheitstechnischen Auflagen durch die nukleare Kontrollbehörde (HSK) routinemässig bis Ende 1996 weiterbetrieben werden kann. Die Durchführung der Nachrüstungsarbeiten war für die Periode Januar-April 1994 eingeplant worden.

Auf Grund einer Verzögerung im Bewilligungsverfahren für die Nachrüstung kann der oben erwähnte Zeitplan nicht eingehalten werden. Der Vorstand unserer Gesellschaft hat deshalb dem Direktor des PSI mit Schreiben vom 10.12.93 beantragt, bei der HSK dahingehend zu wirken, dass der Reaktor Saphir ab Anfang 1994 so lange weiterbetrieben werden kann, bis die Umbauarbeiten tatsächlich beginnen können. Dieser Antrag basiert auf der Tatsache, dass Neutronen-Streuexperimente am Reaktor Saphir integrierender Bestandteil der Festkörper- und Materialforschung vieler in- und ausländischer Hochschulgruppen sind und ein längerer Stillstand des Reaktors Saphir über die geplanten vier Monate hinaus deshalb mit schwerwiegenden Nachteilen verbunden wäre.

Bei Redaktionsschluss liegt diesbezüglich noch kein Entscheid vor, so dass wir im Moment keine verbindlichen Angaben über das Betriebsprogramm des Reaktors Saphir im Jahre 1994 machen können.

AUSTRON

A Pulsed Neutron Spallation Source in Central Europe M. Schuster, AUSTRON Planning Office

The Austrian Federal Government is promoting the installation of an international research centre in Austria. The AUSTRON project, supported by renowned scientists throughout Europe, is likely to become this centre.

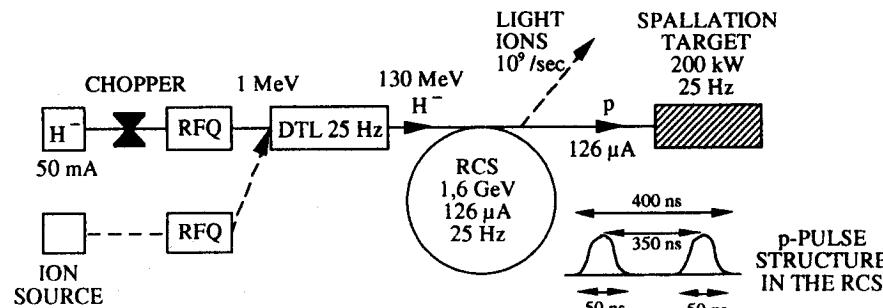
In December 1992 the Austrian Federal Government expressed its support for a proposal made by the Minister of Science and Research, E. Busek. This proposal stated that the Austrian Government would be prepared to finance the AUSTRON project by up to 1 billion Austrian Schillings (about one third of the estimated construction costs) provided that partner countries assume the remaining costs.

The Facility Proposed

To be attractive, the neutron spallation source must offer a performance equal to or better than the ISIS facility at the Rutherford Appleton Laboratory, which is considered the present world leader in this field. This implies a power of the proton beam at the target of at least 150 kW. Other important requirements that have been set forth are the following:

- Pulse repetition rate ≤ 25 Hz
- Proton pulse length $< 1 \mu\text{s}$
- Use of field-proven technology to allow for a short construction period

AUSTRON Accelerator Design:



The accelerator complex consists of a radio frequency quadrupole (RFQ) a drift tube linac (DTL) and a rapid cycling synchrotron (RCS, 1.6 GeV, cycling at 25 Hz and delivering $\sim 126 \mu\text{A}$). Thus, we are currently aiming at a

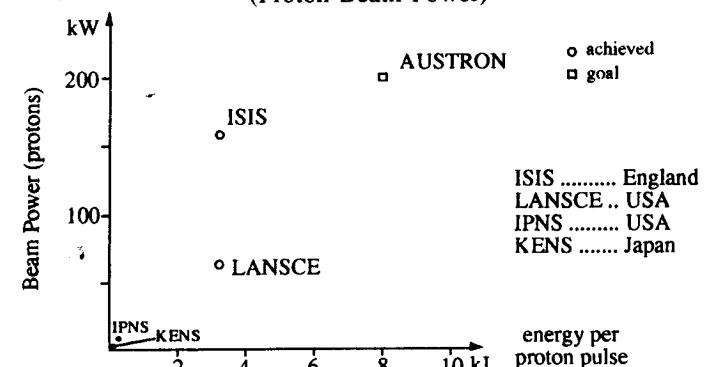
beam power of 200 kW, twice as much as in our original design (Green Book of 1992).

The proposed accelerator complex allows for the acceleration of light ions at a modest additional cost. Therefore, a light-ion option (up to about 400 MeV/nucleon and some 10^9 ions/s) is included in our proposed facility. This option will include computer-controlled variation of the ion beam intensity.

This light-ion option will allow to carry out cancer therapy and research. Light-ion treatment appears to be largely superior to X-ray therapy and seems to be the most promising treatment in cancer therapy.

The proposed machine is already competitive with regard to existing pulsed neutron sources. It offers a rather slow repetition rate (high peak power) and a high potential for further development.

Comparison of Pulsed Spallation Sources
(Proton Beam Power)



The Present Situation of the AUSTRON Project

The AUSTRON Planning Office in Vienna was established in May 1993. At the same time the Accelerator Study Group at CERN took up its operation. Also in May 1993, an international *Meeting on an Advanced Neutron Spallation Source* took place. This meeting marked the start of AUSTRON as an international project.

AUSTRON is projected as an international research facility to be visited by scientists from many countries. Moreover, Austria will only be able to pay for one third of the costs while a major part of the necessary funding will have to

be provided by other countries. Therefore it is particularly important to promote the idea of AUSTRON on an international scale and to inform Austria's potential partners all over the world about the possibilities offered by a new powerful spallation neutron source in Central Europe. With this in mind, the chairman of the AUSTRON study group and rector of Vienna's Technical University, Prof. P. Skalicky, and the AUSTRON project leader, Prof. M. Regler, have been visiting many European research centers. The result of these visits was the unrestricted support by many leading facilities all over Europe such as ISIS, CERN, and PSI.

On the other hand, an International Scientific Council chaired by Prof. Albert Furrer (vice chairman is Prof. Helmut Rauch) was set up in Vienna at the end of October 1993. The members of this Council are renowned scientists from 13 European countries and the United States. All of them agreed that in Europe there is a strong demand for a facility like AUSTRON, especially in such a central location as in Austria. The Council discussed and evaluated the project's prefeasibility study, which had just been finished. The feasibility study will be finalised by the end of May 1994. A detailed technical design study will follow the feasibility study. The construction period is planned to be only 5 to 6 years after project approval and the commissioning of AUSTRON could begin in the year 2001.

The project has been presented in several European capitals (Bern, Budapest, Paris, Bonn, Bratislava, London, and Brussels) where it met with great interest. A fund-raising team will start discussions in Germany and Italy this winter, and further meetings are scheduled for Switzerland, France and Eastern Europe. The idea of AUSTRON is based upon a European partnership inspired by Austria's favourable geographical situation as a bridge between East and West. In other words: AUSTRON is the right project at the right time.

Further information is available from:

AUSTRON Planning Office
c/o Atominstitut der Österreichischen Universitäten
Schüttelstraße 115, A-1020 Vienna,
Tel.: +43-1-72701-297; Fax: +43-1-7289220

Experience with Supermirror Production at PSI

P. Böni¹, O. Elsenhans¹, H. P. Friedli¹, H. Grimmer¹, and I. S. Anderson²

¹ Labor für Neutronenstreuung ETH & PSI, CH-5232 Villigen PSI, Switzerland.

² Institut Laue Langevin, F-38042 Grenoble, Cedex, France

Abstract

Supermirror coatings for the seven neutron guides of the continuous spallation source SINQ at PSI are being produced on a DC-magnetron sputtering plant at PSI since April 1993 at a rate of up to 2 meters of guide per day. All supermirrors are characterised after production on the test spectrometer TOPSI at reactor Saphir. The more than 300 production runs allow interesting comparisons between coatings made on various types of glasses.

Introduction

Neutron guides are a means to transport cold and thermal neutrons from the source to the instruments in areas of low background. Supermirror coatings allow to increase the divergence of the beam by reflection from a stack of layers with variable thickness, thus increasing the available flux at the spectrometers. Therefore it was decided to develop a reliable process suitable for the large scale production of supermirror coatings for the spallation source SINQ. After commissioning an inline DC-magnetron sputtering plant Z600 at our institute in fall 1991 we started the development of supermirror coatings in January 1992.

A supermirror with $m = 2$ times the critical angle of bulk Ni consists typically of 40 bilayers of two materials with a large positive scattering length density and a large negative scattering length density, respectively. The thickness of the single layers varies continuously between 70 Å and ≈ 1000 Å. Obviously Ni and Ti are an ideal couple of materials because their scattering contrast is high.

Pure Ni and Ti tend to interdiffuse quickly and to develop rough and wavy interfaces which reduce the performance of supermirror coatings seriously. In order to avoid this problem it is common practice to introduce carbon into Ni and/or hydrogen into Ti.

Development

At the beginning of our development we followed the above ideas and investigated in detail the structure and morphology of NiC_x and TiH_y multilayers. However, several factors have led us to give up the further exploration of supermirrors containing C and H₂:

- the quality of NiC layers depends on the way, how C is incorporated into the Ni target material, raising the question of maintaining a constant target quality
- NiC targets are expensive
- hydrogen has a large incoherent scattering cross section for neutrons
- H₂ is not pumped well with turbo pumps due to the low molecular weight
- supermirrors must be annealed after production
- the production is slow.

Therefore we decided to i) alloy Ti and ii) to sputter Ni in the presence of reacting gases in the deposition chamber. These supermirrors can be produced quickly and reliably. Moreover, the adhesion as well as the temperature stability of these structures is excellent. In Fig. 1 we show the transmission of a neutron beam ($\lambda = 4.08 \text{ \AA}$) through a microguide, assembled from two (float) glass plates coated with supermirror. The measured reflectivity $R = 94\%$ is rather close to the maximum theoretical value $R = 96\%$. Based on investigations of the surface morphology of the glass, as determined by atomic force microscopy, we believe that the minor losses in R are mostly caused by damage of the surface. Therefore, the reflectivity of our supermirror coatings cannot be improved significantly anymore.

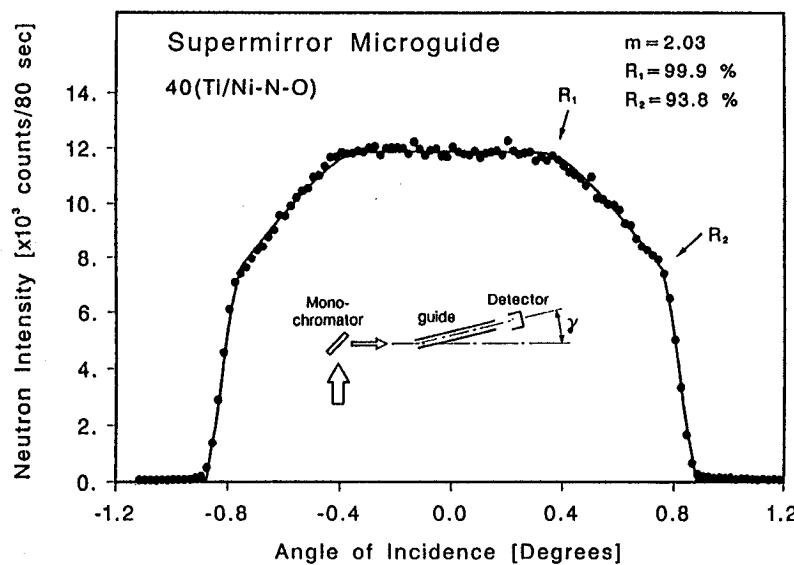


Fig. 1: Transmission profile of one of our best supermirror coatings on float glass $50 \times 500 \text{ mm}^2$ arranged as a "micro guide" having a gap of 0.8 mm. The solid line is a fit to the data, using as model a single reflection profile with reflectivities $R_1 = 99.9\%$ at $m = 1$ and $R_2 = 93.8\%$ at $m = 2.03$. The neutrons undergo ≈ 9 reflections near $m = 2$.

Production

Small scale production of supermirror coated guides was initiated during April 1993. After a few adjustments to the process, full scale production started in May 1993. Supermirrors were made on different types of glass at a rate of up to 2 m of guide per day (i.e. $1.0 \text{ m}^2/\text{d}$).

The choice of the substrate material is mainly influenced by the following criteria:

- flatness
- roughness

- price
- handling
- low background from neutrons which do not undergo total reflection

Boron containing (borcron) glass is excellent with respect to absorption of neutrons within the guide structure itself. However, because it is not available as float glass, it is necessary (and expensive) to polish the surface in order to achieve a low roughness. In fact, the requirements on the roughness for supermirror coated guides are more extreme than for simple Ni coated guides.

On the other hand, normal float glass is cheap and it provides a surface that is inherently smooth and chemically stable. Unfortunately it is not as flat as polished glass, although this factor is less important for supermirror guides because of the significantly larger angle of reflection.

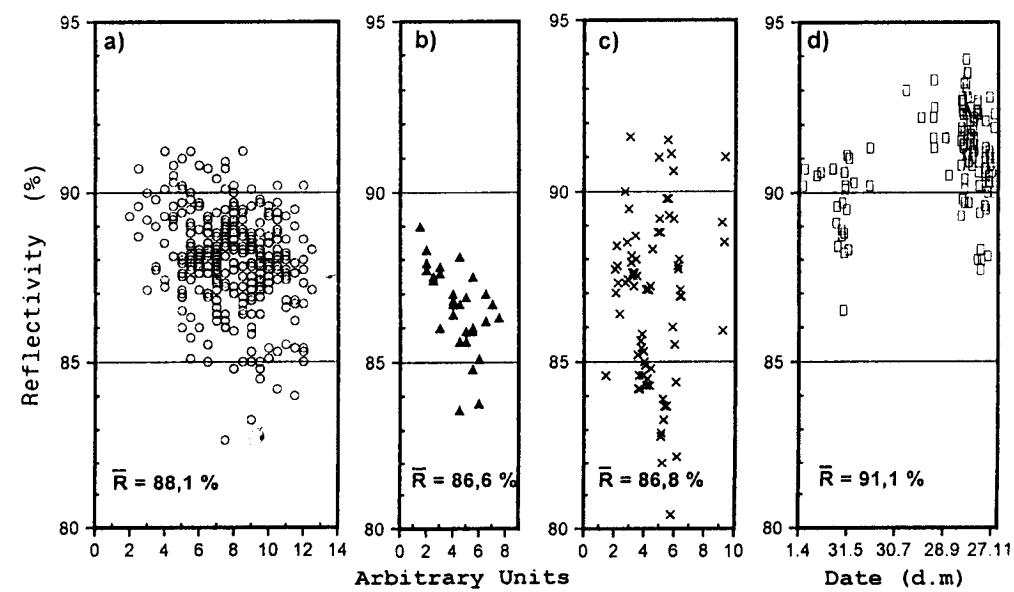


Fig. 2: Dependence of the reflectivity at $m = 2$ on the type of glass: a) polished borcron glass, b) polished calcite glass, c) float glass initially selected for Ni coated guides, d) float glass from local supplier. Also given is the average reflectivity \bar{R} .

SINQ guides are being manufactured from different types of glass. After coating them with supermirror $m = 2$ we characterise the performance of the guide pieces by measuring the transmission of neutrons through a so-called microguide (Fig. 1). Thanks to the more than 300 plates coated, we gained a lot of information on the quality of supermirror coatings.

In Fig. 2 we show the reflectivities obtained on the four different types of glass made since Mai 1993 (d is the thickness of the glass):

- super-polished borcron glass
- super-polished calcite glass
- float glass $1 \text{ mm} \leq d \leq 10 \text{ mm}$ initially selected for Ni-coated neutron guides
- selected float glass from local supplier $2 \text{ mm} \leq d \leq 10 \text{ mm}$

The data indicates that the highest reflectivities are obtained on regular float glass from our local supplier. The coatings on that glass have been usually put down during the same production runs as for the other glasses and the results for the different substrates can be directly compared with each other. Investigations using atomic force microscopy indicate that the different performances can be traced back to the surface morphology of the different types of glasses. The problems involved with borcron glass are the roughness and possibly the chemical activity of the polished surface, which requires extremely careful handling to avoid degradation in performance. In contrast, the quality of the supermirrors on float glass depends on the number of damages on the inherently smooth surface and also on the proper cleaning of the surface before coating.

Although we do worry about the poorer reflectivity of polished glass as substrate for supermirrors we should keep in mind that the resulting flux at the end of a typical (curved) SINQ guide having a cross section $35 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$ and a length of 50 m varies only by $\simeq 9\%$ for $88\% < R < 91\%$ (Fig. 3). However, we do gain a factor of at least three in flux when compared with a regular Ni-coated guide (Table 1). The choice between different glass substrates will therefore be based on the requirements with regard to shielding, price etc.

Table 1: Flux expected at the end of a 50 m long bent supermirror coated guide of SINQ for a neutron wavelength $\lambda = 4\text{\AA}$ and a proton current of 1 mA (see also Fig. 3).

m	$R(\%)$	flux ($\text{n/cm}^2\text{s\AA}$)	gain
1	0.995	$2.40 \cdot 10^7$	1.00
2	0.880	$7.22 \cdot 10^7$	3.01
2	0.910	$7.85 \cdot 10^7$	3.27
2	0.950	$9.03 \cdot 10^7$	3.76

We observed that the performance of supermirror coatings on thick float glass ($d \geq 8 \text{ mm}$) can vary between different deliveries of glass. The range of variation in R being as large as $\simeq 8\%$. However, the relatively low price of this glass allows us to select a suitable quality in the following way: We order from the supplier test samples of different glass deliveries and coat them with supermirror. Based on the performance of the test coatings we purchase the best glass.

Concluding Remarks

Thanks to the reliability of the sputtering plant at PSI and the stability of our process the production is presently ahead of schedule. By the end of November we have performed

more than 300 production runs on borcron and on float glass, corresponding to $\simeq 140 \text{ m}$ of neutron guide. About 30% of the coatings having a reflectivity $R < 88\%$ at $m = 2$ are either used i) for a SINQ guide, which only requires $m = 1.2$ or ii) are repolished or discarded. Most bad coatings have their origin in glass surfaces of low quality.

Flux Calculations Beam Tube vs. Guide (TASP, 50m)

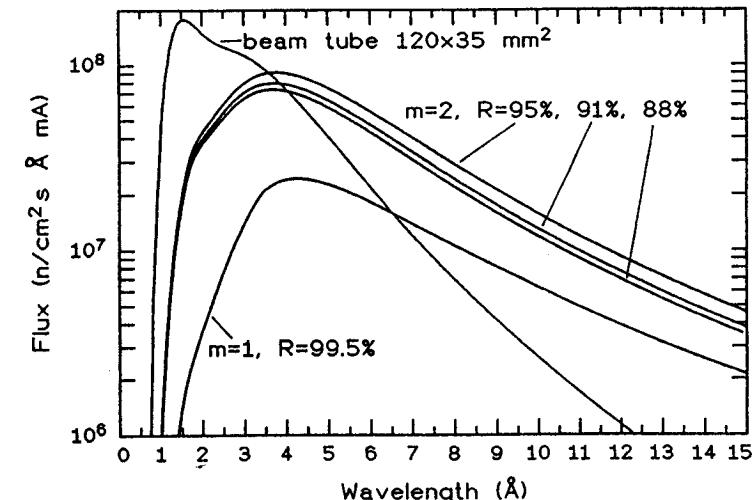


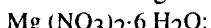
Fig. 3: Calculated neutron flux of a typical SINQ guide for i) $m = 1$, $R = 99.5\%$, and ii) $m = 2$, $88\% \leq R \leq 95\%$. The beam cross section is $35 \times 120 \text{ mm}^2$, the length of the guide is 50 m and the radius of curvature is 2063 m. The supermirror coating yields a flux gain of more than three and extends the neutron spectrum to shorter wavelengths. Also given is the calculated flux at the end of a 6 m long beam tube pointing to the D_2 cold source.

Being ahead of schedule we embarked also on the investigation of polarizing supermirrors and on the development of coatings with larger m . The best result we obtained so far at $m = 2.4$ is a reflectivity of 88.5%. In addition we managed to increase the production yield to $\simeq 0.24 \text{ m}^2$ of supermirror in less than 4 hours.

It is clear that with today's deposition methods it is possible to produce excellent supermirror coatings for neutron guides at rather high production rates. Thus, compared to normal Ni-coated guides, the neutron flux can be increased by more than a factor of three and the spectrum of the transmitted neutrons through curved guides can be extended to shorter wavelengths (Fig. 3). Supermirror coated guides are the most effective and cheapest means to improve the utilization of neutron sources.

We should like to thank G. Bauer for critical reading of the manuscript.

Structural Phase Transition of Magnesium nitrate Hydrate,



A Combined Neutron- and X-Ray Single Crystal Diffraction and Calorimetric Study.

M. Grube¹⁾, J. Schefer²⁾, M. Wiebcke¹⁾ and J. Felsche¹⁾

1) Faculty of Chemistry, University of Konstanz,
D-78434, Konstanz, Germany

2) Laboratory for Neutron Scattering ETHZ&PSI,
CH-5232 Villigen PSI, Switzerland

Magnesium hydrates, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ build a model substance group in order to study melting processes. Especially, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ shows a two stage melting process by having an additional phase transition just below the melting point.

We present here the calorimetric results for $2.33 < x < 90$ and structural results for $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ of the low temperature α -phase between 173K and 342K using X-ray and neutron single crystal diffraction as well as X-ray powder diffraction and on the high temperature β -phase at 353K. The X-ray measurements confirmed the monoclinic space group $P2_1/c$ with lattice constants $a=6.204(5)\text{\AA}$, $b=12.566(6)\text{\AA}$, $c=6.527(3)\text{\AA}$, and $\beta=93.44(6)^\circ$ at 218K. The protons were located by means of neutron single crystal diffraction measurements at 173K. The high temperature phase is orthorhombic $Pmna$ with lattice constants $a=12.930(5)\text{\AA}$, $b=6.076(4)\text{\AA}$ and $c=6.592(3)\text{\AA}$ at $T=353\text{K}$.

The major part of the solid hydrates of salts from oxoacids is melting incongruent, therefore building a solid hydrate and a melt when decomposed. As a member of the congruent melting group $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ shows an additional phase transition just below the melting point.

The system got recently new attention as a storage medium for heat. Cantor [1] studied the system with differential scanning calorimetry, DSC. This measurement showed an unusual melting behaviour. Our structural investigation on $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ shows that there is a phase transition at $T=347\text{K}$ just below the melting point of $T_m=363\text{K}$. As the range between the phase transition and the melting point is relatively wide and therefore accessible for different measurements, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ may be used as a model substance for the study of a two stage melting process. Beside the thermodynamically measurements diffraction measurements have been performed on the low temperature phase (α -form, $T < 347\text{K}$) and on the high temperature phase (β -form, $347\text{K} < T < 363\text{K}$). In this paper we report on the structural properties of the α -phase determined by X-ray single crystal diffraction, the localisation of the protons by means of neutron single crystal diffraction and X-ray powder diffraction measurements between 173K and 342K.

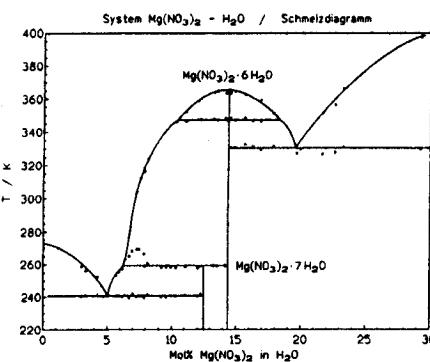
In order to establish the melting diagram (figure 1) we prepared polycrystalline samples of $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ containing between 0 to 30 mol% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$. Before the DTA measurements the solid samples were remelted and than quenched to 200 K and tempered at this temperature for 15 minutes to establish a thermodynamic equilibrium. The heating rate was 20 K per minute, the range of measurement 200K to 300K for samples with 0 to 8 mol% and 200 to 400K for samples with 8 to 30 mol%. We used samples of 3 to 12 mg weight.

Single crystals of $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ of the cubic size with an edge length of 0.3mm were enclosed in a quartz capillary for X-ray diffraction, such of 9mm by 3mm by 1.5mm size enclosed in a aluminium container under Helium atmosphere for the neutron diffraction measurements.

X-ray diffraction measurements have been performed on a Enraf-Nonius CAD4 diffractometer using $\text{MoK}\alpha$ -radiation (0.71073\AA) with a graphit monochromator and $\omega/2\theta$ -scans. The data analysis has been performed using the SDP program package from Enraf-Nonius, the positions have been calculated with direct methods from Fourier difference analysis.

The single crystal neutron diffraction measurements were performed on the new 4-circle diffractometer 4C at the reactor SAPHIR (6MW) at 173 K (c.f. picture). The spectrometer is using the $\text{Cu}220$ -reflection for monochromatisation of the white beam. The wavelength used is $\lambda=0.839(3)\text{\AA}$ and an Erbium filter of a thickness of 0.13 mm eliminates -second order scattering. The data have been corrected for extinction using the Becker-Coppens-formalism as described in [2]. The data refinement used the UPALS program package [3] from ILL, a closed program for refinement of neutron single crystal diffraction data. A total of 552 single reflections have been collected. The internal data quality from merging equivalent reflection with $I > 1.0\delta$ is $R_m=2.52\%$ compared to an expected value $R_{m,\text{exp}}=1.87\%$ yielding 195 unique reflections.

A melting diagram of $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{water}$ based on [4] has been published e.g. in [5]. As this study does not cover the full water range, we extended it and also substantially increased the quality by using DSC. The results are shown in figure 1.

Figure 1:

Melting diagram of $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ determined by DSC-measurements.

At 362.5(2) K the diagram shows the congruent melting hexahydrate (14.33 mol% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$). At a composition of 12.5 mol% it further shows an incongruent melting composition, the 7-hydrate. The decomposition temperature of this compound has been determined to 258.7(8) K. This compound with the highest water content was identified as hepta(7)hydrate as the eutectical is going up to a composition of maximal 12.5 mol% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$.

The compound studied in the further investigation, hexahydrate $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, shows a clear phase transition at 347.2(9) K. It is building an eutecticum with dihydrate up to a composition of 19.5 mol% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ and finally melts at 363.5 K. We presently can not explain the deviation of the peritectic of the heptahydrate in the region of 7 mol% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$. A further composition, a 12 hydrate, can be excluded as the eutectical at 240 K does exceed 7 mol% $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$.

The powder samples have been characterised using high resolution guinier measurements. Afterwards, the lattice constants and the monoclinic distortion angle have been studied by the same method between room temperature and the melting point, showing a first order phase transition at 347 K. The structure is changing from monoclinic $P21/c$ to orthorhombic $Pmna$. A full discussion will be published elsewhere [6], where also all tables containing the structural data are included. A second phase transition at approximately 330 K is not as obvious, but shows a clear change in the unit cell volume.

X-ray single crystal diffraction measurements have been performed at three temperatures: 218 K, 293 K and 342 K in the low temperature α -phase and at 353 K in the high temperature β -phase. The results will be summarised in [6].

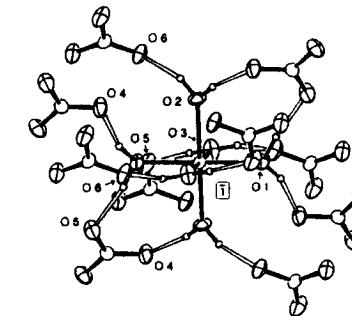
The single crystal neutron diffraction measurements located all the protons with no restrictions in the refinement starting with the heavy atoms derived from the X-ray diffraction data and using Fourier difference analysis to determine starting values for protons.

The calculated proton positions from the X-ray data are in excellent agreement with the positions refined from the neutron data. The structural results are summarised in table 1. Inter atomic distances and bonding angles of the water molecules are close to expected values.

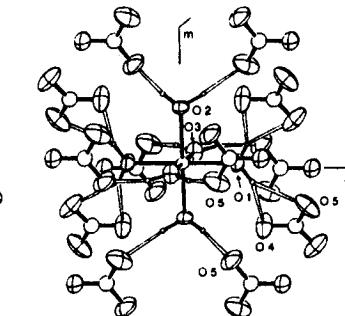
Figure 2:

Magnesium Hexaquacomplex of $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in the (α) monoclinic low temperature and in the (β) orthorhombic high temperature phase.

α)



β)



The Mg atoms are 6-fold co-ordinated to the water molecules yielding a distorted octahedra. While the bonding Mg-O1 and Mg-O2 do not change within standard deviations, one observes a small shrinking of the Mg-O3 bond of 0.004 Å. The main change is in the (H11-O1-H12)-molecule, as the angle of the O1-Mg bond compared to the plane of this molecule is reducing from 28.8° at 218 K down to zero in the high temperature (β -) phase. The opposite behaviour, an increase from 1.7° to 48.2° is observed from the (H21-O2-H22)-molecule. Only small changes are observed in the third H₂O, the (H31-O3-H32)-molecule. The discussed region of the molecule is shown in figure 2.

Although the monoclinic space group is a non-isomorphic subgroup of $Pmna$, this relation is violated in our case by the molecule itself. This is clearly pointed out in the figures 2a and 2b, which show the re-arrangement of the NO₃-groups and the symmetry elements.

An important point in the phase transition is the 6-ring built from Mg-O1-O2-O4-O5-N in the low temperature α -phase. The nitroxid-group is chelating the hexaquocomplex by introducing hydrogen bridges to the H11 and H22 protons. All lengths of this bridges are within expected values. This ring is broken in the high temperature β -phase. The proton close to O1 has two acceptors with practically no difference concerning angle and bond length.

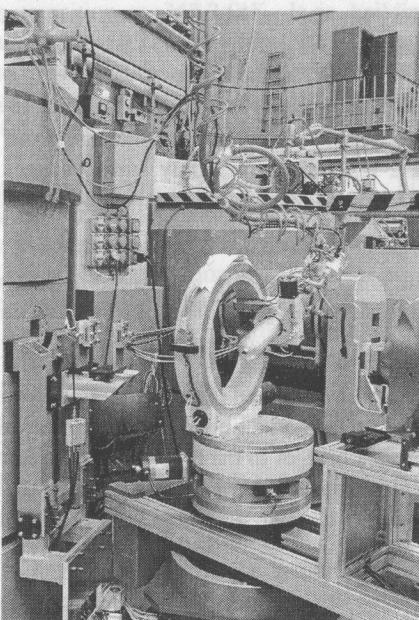
A second neutron diffraction measurement at approximately 355 K is planned in the β -phase, which will yield more information in this interesting bonding behaviour.

- [1] S.Cantor, Thermochimica Acta **33** (1979) 69
- [2] P.J. Becker and P. Coppens, Acta Cryst. **A30** (1974) 129
- [3] J.O. Lundgren, Report UIC-B13-04-50 (1978)
- [4] R.Naumann, H.Emmons, K.Köhne, J.Paulik, F.Paulik, J.Therm.Anal. **34** (1988) 1327
- [5] Gmelin's Handbuch der anorg.Chemie (1937) Volume **27B**
- [6] M.Gruber, Thesis, to be published
M.Gruber, J.Schefer, M.Wiebcke, J.Felsche,
submitted to Z.Anorg.Chemie

Picture 1:

The 4-circle diffractometer at the reactor SAPHIR at PSI.

Wavelengths $\lambda=0.84 \text{ \AA}$, 1.05 \AA and 2.337 \AA .
temperature range from 10 K to 450K.



We acknowledge the use of the reactor SAPHIR of PSI and the support from the BMFT, PSI and the laboratory for Neutron Scattering ETHZ&PSI necessary for the construction of the new 4 circle diffractometer 4C used for this work. We also appreciate the use of the Cu_{220} -monochromator crystal on loan from S.Mason/ILL Grenoble.

Schweizerische Gesellschaft für Neutronenstreuung (SGN)
Société Suisse pour la Diffusion des Neutrons (SSDN)

Anmeldeformular

Name:.....

Vorname:.....

Akad. Titel:.....

Geschäftsadresse:.....

.....

Telefon:.....

Telefax:.....

Telex:.....

E-Mail:.....

Privatadresse:.....

.....

Telefon:.....

Zustelladresse: Geschäft/Privat ? (Nichtzutreffendes streichen)

Datum:

.....

Unterschrift:

.....

Bitte senden an:

Sekretariat SGN, c/o Laboratorium für Neutronenstreuung, 5232 Villigen PSI

(Jahresbeitrag: Fr. 10--)