

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



Jan Fikáček

Studium magnetických struktur v TbPdIn pomocí neutronové difrakce

Katedra fyziky kondenzovaných látek

Vedoucí bakalářské práce: Doc. Mgr. Pavel Javorský, Dr.

Studijní program: Obecná fyzika

2008

Poděkování

Docentu Pavlu Javorskému, vedoucímu bakalářské práce.

Doktoru Janu Prokleškovi, konzultantovi bakalářské práce.

Doktoru Garry McIntyroví, vědeckému pracovníkovi ILL v Grenoble.

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci napsal samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce.

V Praze dne 5.5.2008

Jan Fikáček

Obsah

	Cíle práce	5
1.	Teoretický úvod	6
1.1	Neutronová difrakce	6
1.2	Popis experimentu	8
1.3	Další poznámky	11
2.	Předchozí poznatky o TbPdIn	12
3.	Výsledky měření	15
3.1	Průběh experimentu v ILL	15
3.2	Výsledky experimentu	16
3.3	Zpracování výsledků	23
4.	Diskuse	26
5.	Závěr	27
	Použitá literatura	28

Název práce: Studium magnetických struktur v TbPdIn pomocí neutronové difrakce

Autor: Jan Fikáček

Katedra: Katedra fyziky kondenzovaných látek

Vedoucí bakalářské práce: Doc. Mgr. Pavel Javorský, Dr.

e-mail vedoucího: javor@mag.mff.cuni.cz

Abstrakt: V předložené práci studujeme magnetickou strukturu sloučeniny TbPdIn. Tato sloučenina vykazuje spontánní vznik magnetického uspořádání při jejím ochlazení pod kritickou teplotu $T_c \cong 66$ K. V předchozích letech již byla provedena měření neutronové difrakce na práškových vzorcích, ale dosud nebyla provedena měření, která by dala odpověď na přesné uspořádání magnetických momentů a na počet dalších možných fázových přechodů při následném snižování teploty. V následujícím textu budou uvedeny předchozí výsledky týkající se sloučeniny TbPdIn a výsledky neutronové difrakce, kterou jsme provedli na měřicím přístroji VIVALDI v ILL (Institut Laue Langevin) v Grenoble. Prokázali jsme, že magnetická struktura v TbPdIn je zcela popsána propagačním vektorem (0,0,0) a pod T_c nedochází k žádnému dalšímu magnetickému fázovému přechodu.

Klíčová slova: neutronová, difrakce, TbPdIn.

Title: Neutron diffraction study of the magnetic structures in TbPdIn

Author: Jan Fikáček

Department: Department of Condensed Matter Physics

Supervisor: Doc. Mgr. Pavel Javorský, Dr.

Supervisor's e-mail address: javor@mag.mff.cuni.cz

Abstract: In the present work we study the magnetic structure in TbPdIn. The compound exhibits spontaneous ordering of magnetic moments when it is cooled below a critical temperature $T_c \cong 66$ K. In previous years some measurements of neutron diffraction were performed on powder samples, but so far no ones, which could give the exact orientation of magnetic moments and determine the number of another possible phase transitions during further cooling. In the following the previous results of measurement on TbPdIn and measurements by neutron diffraction, which we performed on VIVALDI in ILL (Institut Laue Langevin) in Grenoble will be shown. We proved, that the magnetic structure in TbPdIn is completely described by a propagation vector (0,0,0) and below the temperature T_c there are no other phase transitions of magnetic ordering.

Keywords: neutron, diffraction, TbPdIn.

Cíle práce

Tato bakalářská práce zapadá do širší problematiky studia magnetických struktur vzácnozeminných sloučenin RTX (R – vzácná zemina, T – tranzitivní kov, X – p - kov). Konkrétně se zabývá sloučeninou TbPdIn, v níž dochází k magnetickému uspořádání pod 66 K. Dosavadní měření pomocí různých experimentálních metod byla v případě TbPdIn mnohdy rozporná a detailní charakter magnetického uspořádání nebyl jasný. Tato práce si klade za cíl objasnění těchto nesrovnalostí, konkrétně:

1. Objasnění slabých reflexí, které se objevily při práškové difrakci při nejnižších teplotách.
2. Objasnit počet magnetických fázových přechodů pod teplotou uspořádání, o nichž panují rozpory v předchozím výzkumu.
3. Přesné určení orientace magnetických momentů v magneticky uspořádaném stavu.

Kapitola 1

Teoretický úvod

1.1 Neutronová difrakce

Při neutronové difrakci na krystalické látce, v našem případě na monokrystalu, dochází k rozptylu neutronů v důsledku splnění Laueho difrakčních podmínek:

$$\begin{aligned} \mathbf{a} \cdot (\mathbf{s} - \mathbf{s}_0) &= h \cdot \lambda \\ \mathbf{b} \cdot (\mathbf{s} - \mathbf{s}_0) &= k \cdot \lambda \\ \mathbf{c} \cdot (\mathbf{s} - \mathbf{s}_0) &= l \cdot \lambda \end{aligned} \quad (1)$$

kde $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$ jsou vektory primitivní buňky, \mathbf{s}_0 je směr incidentního svazku, \mathbf{s} je směr difraktovaného svazku, čísla h, k, l jsou Millerovy indexy rovin, na kterých dochází k difrakci a λ je vlnová délka záření. Předpokládáme, že vlnová délka se zde nemění, dochází tedy k elastickému rozptylu.

Pro polohy maxim intenzity difraktovaného záření na krystalové struktuře platí tzv. Braggův zákon:

$$\lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin 2\theta \quad (2)$$

d_{hkl} je vzdálenost rovin daných Millerovými indexy h, k, l a 2θ je úhel mezi incidentním a difraktovaným svazkem.

Intenzita difraktovaného záření je úměrná druhé mocnině strukturního faktoru \mathbf{F} :

$$I \sim F^2. \quad (3)$$

Nukleární strukturní faktor pro neutronovou difrakci na atomových jádrech je dán výrazem:

$$F_N = \sum b_c \cdot e^{-i\mathbf{q} \cdot \mathbf{r}_j} \cdot e^{-W_j} \quad (4)$$

v němž se sumuje přes polohové vektory atomů primitivní buňky. \mathbf{q} je zde difrakční vektor odpovídající rozdílu vektorů \mathbf{v} v (1). b_c je rozptylová délka koherentního rozptylu, která je charakteristická pro každý prvek a lze ji najít např. v [1]. Druhá exponenciála je tzv. Debye Wallerův faktor, který vyjadřuje odchylku atomů od jejich stabilních poloh vlivem tepelných kmitů.

Výhodou použití neutronové difrakce je existence magnetického spinu u neutronů. Tento spin interaguje s magnetickými momenty dané sloučeniny a dá vznik magnetickým reflexím, když dojde k magnetickému uspořádání ve zkoumaném vzorku. Výsledná intenzita difraktovaného záření je poté dána součtem druhých mocnin nukleárního a magnetického strukturního faktoru, přičemž magnetický strukturní faktor je dán vztahem:

$$\mathbf{F}_M = p \cdot \sum f_j(\mathbf{q}) \cdot \mathbf{m}_j \cdot e^{i\mathbf{q} \cdot \mathbf{r}_j} \cdot e^{-W_j} \quad (5)$$

zde se opět sumuje přes atomy primitivní buňky. p je Thomsonův poloměr atomu, který je roven $\gamma \cdot e^2 / 2m_e \cdot c^2$, γ je gyromagnetický poměr elektronu, e je náboj elektronu, m_e je hmotnost

elektronu a c je rychlost světla. f_j jsou magnetické formfaktory a \mathbf{m}_j magnetické momenty atomů primitivní buňky. Je třeba ještě poznamenat, že při měření magnetického momentu atomů krystalu měříme pouze složku magnetického momentu, která je kolmá k rozptylovému vektoru \mathbf{q} .

Výsledná intenzita je ovlivněna řadou korekcí:

$$I = F^2 \lambda^3 (V/V_c^2) \cdot L \cdot A \cdot T \cdot E \quad (6)$$

kde V je objem krystalu, V_c je objem primitivní buňky, L je Lorentzův faktor, který souvisí s polohou difraktovaného svazku vůči primárnímu. A je absorpční koeficient a E je korekce pro extinkci neutronu a několikanásobnou difrakci. Vzhledem k absenci silně absorbujících izotopů a vzhledem k malým rozměrům monokrystalu budeme tyto korekce zanedbávat. T je korekce pro neelastickou difrakci na fononu a pro teplotně difúzní rozptyl, vzhledem k nízkým teplotám vzorku při měření budeme tyto korekční členy rovněž zanedbávat.

Lorentzův korekční faktor pro neutronovou difrakci na monokrystalu při použití nemonochromatického záření lze vypočítat pomocí [2]:

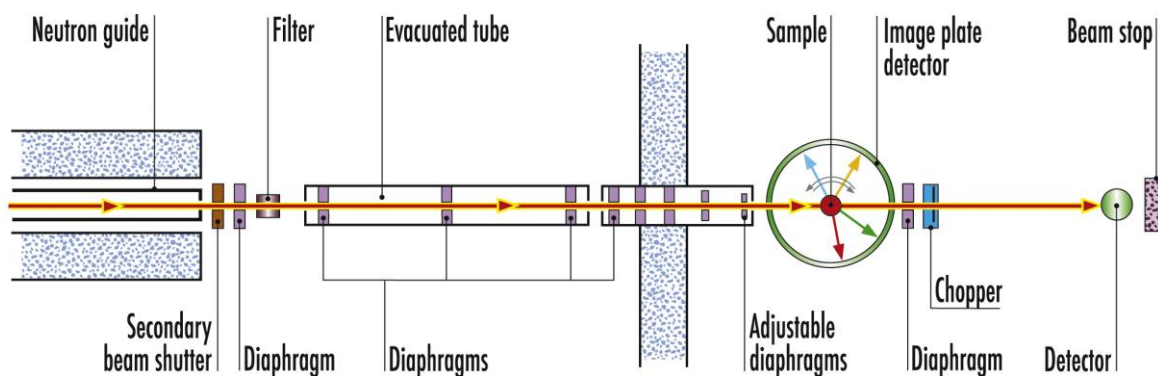
$$L = \lambda / 2 \sin 2\theta \quad (7)$$

Zdrojem neutronů pro experiment neutronové difrakce může být jednak klasický reaktor, kde dochází ke štěpení atomů, nebo tzv. spalační zdroj. V Laue Langevinově institutu v Grenoble je zdrojem neutronů klasický reaktor. Energie primárně produkovaných neutronů je řádově MeV, zatímco pro difrakci na krystalu jsou žádoucí energie v řádu meV. Aby tedy mohlo dojít k elastickému rozptylu neutronů, je potřeba primární neutrony zpomalit, tedy zchladit. To je zajištěno pomocí moderátoru, kterým jsou atomy lehkých prvků, na kterých dochází k neelastickému rozptylu.

1.2 Popis experimentu

Měření neutronové difrakce na monokrystalu TbPdIn bylo provedeno na instrumentu VIVALDI v Institutu Laue Langevin (ILL) v Grenoble. Zdrojem neutronů pro VIVALDI je klasický reaktor o výkonu 58 MW.

Schéma difraktometru VIVALDI je na obr. č. 1. Nejdůležitějším prvkem instrumentu VIVALDI je detekční plocha tvaru válce, jež obklopuje vzorek. Detekční plocha je tvořena filmem citlivým na dopad neutronu (BaFBr:Eu^{2+} s příměsí Gd_2O_3), chladicího systému a načitacího zařízení.

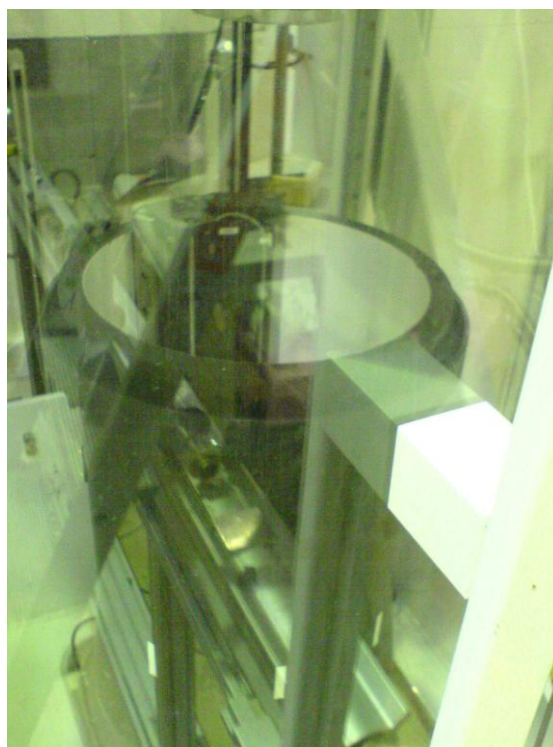


Obrázek č. 1 - schéma měřícího přístroje VIVALDI: Neutrony jsou přiváděny pomocí neutronovodu (neutron guide), přes soustavu kolimátorů je svazek přiváděn ke vzorku (sample), který je obklopen detekčním válcem (image plate detector).

Detekční válec je umístěn do ochranné buňky z plastu, viz. obr. č. 2, kde horní oranžový kryostat s vývody zajišťuje chlazení vzorku. Bližší pohled na samotný detekční válec je obr. č. 3, kde je možno vidět v jeho zadní části načitací zařízení.



Obrázek č. 2 – detekční válec s kryostatem.



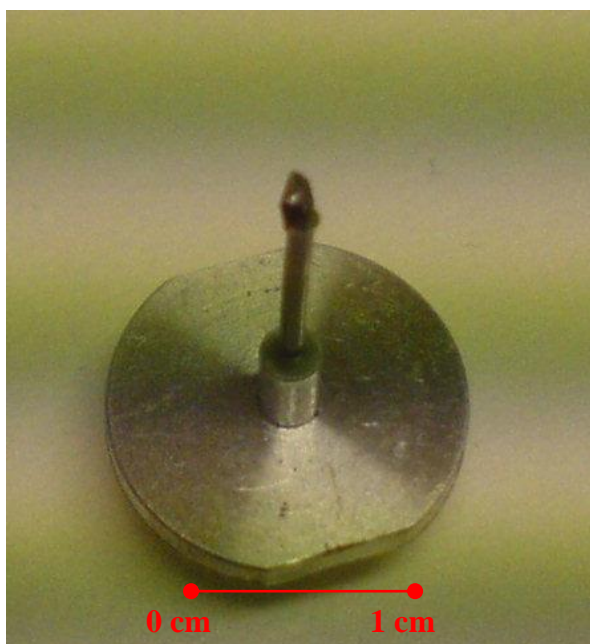
Obrázek č. 3 – detekční válec.

Základní technické parametry instrumentu VIVALDI uvádím v tabulce č. 1.

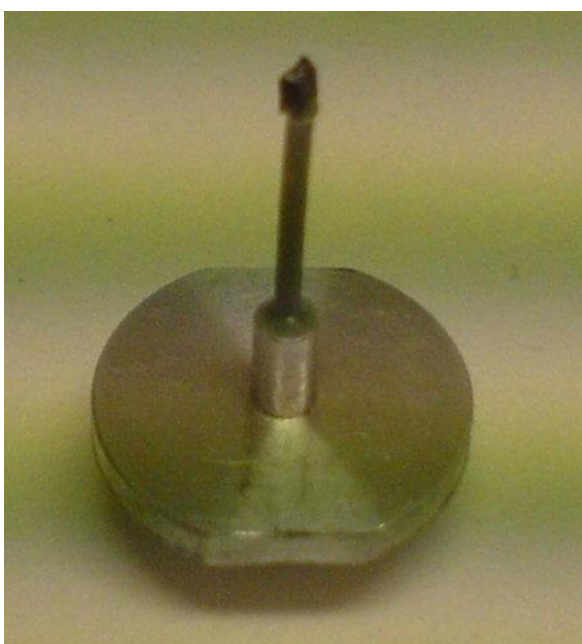
Tabulka č. 1 - parametry přístroje VIVALDI.

Rozsah vlnových délek neutronů	0.8 – 5.2 Å
Nefiltrovaný tok neutronů	$\sim 10^9 \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$
Průměr clony primárního svazku	3 mm
Rozmezí úhlů rozptylu 2θ (horizontální)	$\pm 144^\circ$
Rozmezí vertikálního úhlu rozptylu	$\pm 52^\circ$
Poloměr detekčního válce	159.7 mm
Výška detekčního válce	400 mm
Rozměry detekční oblasti (horiz.-vertikální)	800 mm×400 mm
Nastavitelná teplota vzorku	1.5 – 300 K

Samotný vzorek monokrystalu byl přilepen směsí lepidla a tmelu na držák zhotovený z hliníku, který přidává minimální příspěvky k měřeným difrakčním polohám, viz. obr. č. 4 a č. 5. Přiložené měřítko je pouze orientační.

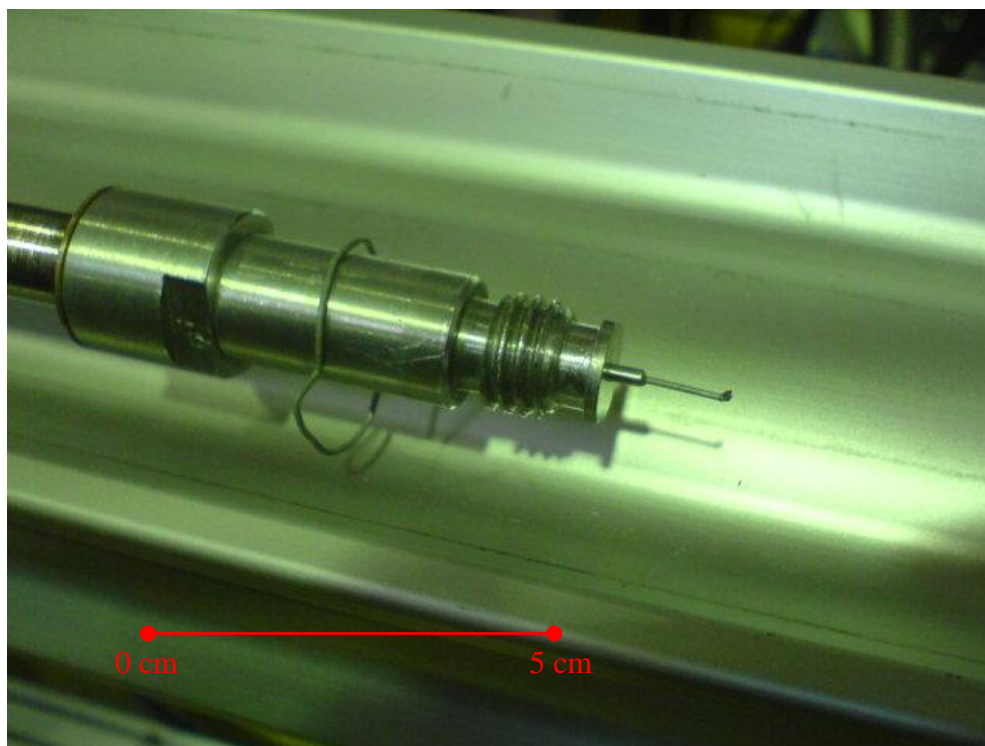


Obrázek č. 4. – vzorek monokrystalu na držáku.

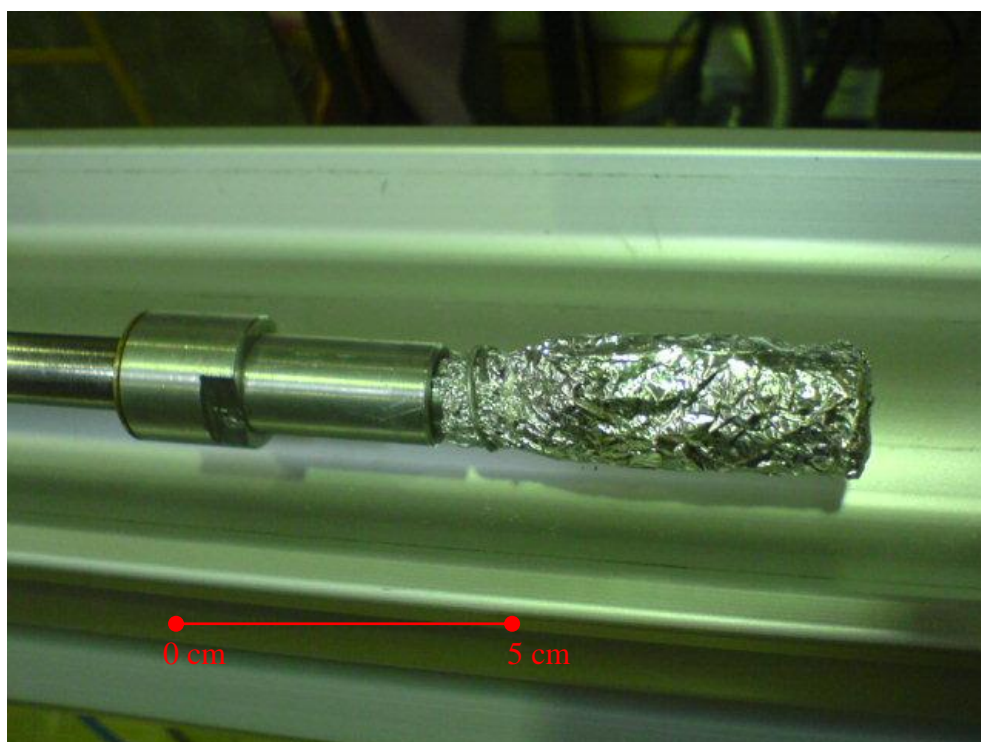


Obrázek č. 5 – vzorek z jiného pohledu.

Tento držák byl umístěn na tyč, která se napojila na chladicí systém a která umožnila zasunutí vzorku doprostřed detekčního válce, viz. obr. č. 6. Na obrázku č. 7 je vzorek navíc obalen hliníkovou fólií, kvůli zlepšení teplotní stability během měření.



Obrázek č.6 - držák se vzorkem.



Obrázek č.7 - Držák se vzorkem obalený hliníkovou fólií.

1.3 Další poznámky

Přidejme ještě stručné objasnění některých pojmů vyskytujících se v dalším textu.

„Zero field cooling“ je experimentální metoda, při které je vzorek nejprve zchlazen z paramagnetického stavu na nejnižší výchozí teplotu (pod teplotou magnetického fázového přechodu) při nulovém vnějším poli, poté je zapnuto vnější pole a jsou provedena potřebná měření.

„Field cooling“ je obdobná metoda jako výše zmíněné zero field cooling, pouze s rozdílem, že vnější pole je zapnuto již při chlazení.

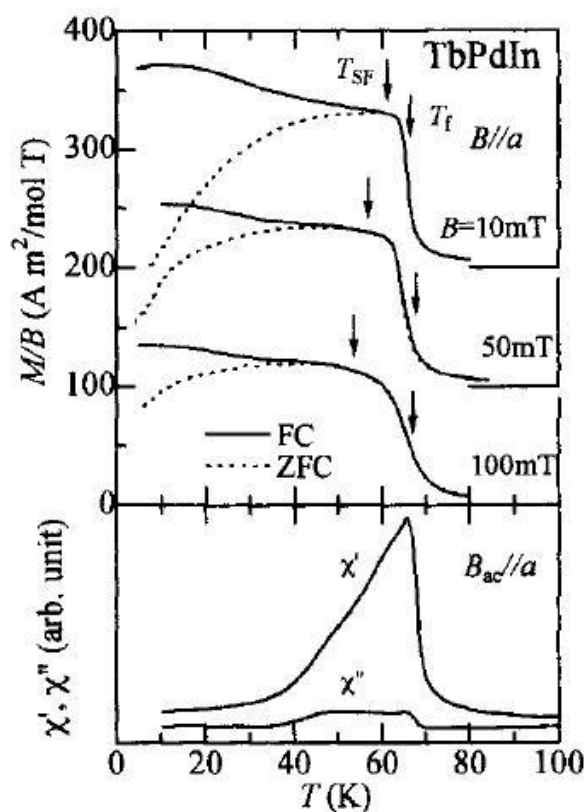
Propagační vektor je vektor z reciprokého prostoru, jehož každá složka udává poměr mezi odpovídající složkou vektoru periodicity chemické struktury a složkou vektoru periodicity magnetické struktury. Jinými slovy, periodicitu magnetické struktury je propagačním vektorem plně popsána.

Kapitola 2

Předchozí poznatky o TbPdIn

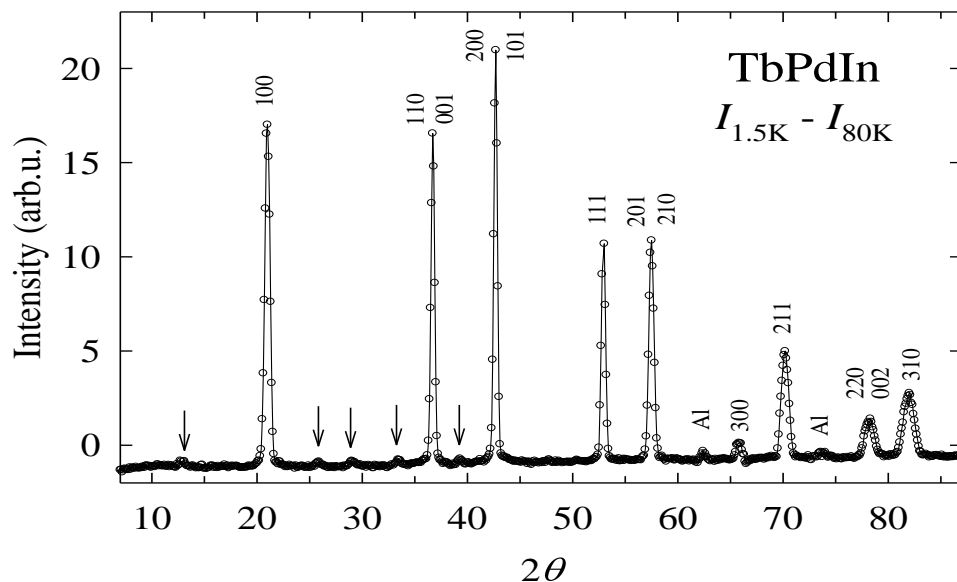
TbPdIn patří do početné skupiny sloučenin RTX (R – vzácná zemina, T – tranzitivní kov, X – p-kov). Krystalizuje v hexagonální krystalové struktuře typu ZrNiAl (prostorová grupa $\overline{P6}2m$) s mřížovými parametry $a=7.65 \text{ \AA}$, $c=3.81 \text{ \AA}$ [3]. Hlavním rysem této struktury je existence dvou typů bazálních rovin, které se periodicky opakují. V prvním typu rovin se vyskytuje pouze Pd a In ($3\text{In}+2\text{Pd}$), v druhém typu Tb a Pd ($3\text{Tb}+\text{Pd}$).

Sloučenina TbPdIn je při pokojové teplotě paramagnetem, k magnetickému uspořádání dochází při teplotě $T_c=66 \text{ K}$, jak bude ukázáno na obrázcích níže. Magnetický moment v této sloučenině vykazují pouze atomy Tb. Ve výsledcích článku [4], kde bylo měření prováděno stejně jako v našem případě na monokrystalickém vzorku, byl uveden následující graf (viz. obr. č. 8), ve kterém je vidět rozdíl mezi zero field cooling a field cooling. Toto bylo vysvětleno chováním TbPdIn jako spinového skla. Ovšem pozdější měření sledující jak makroskopické [5], tak mikroskopické chování [3], potvrzují, že v TbPdIn dochází pod T_c k dalekodosahovému magnetickému uspořádání.

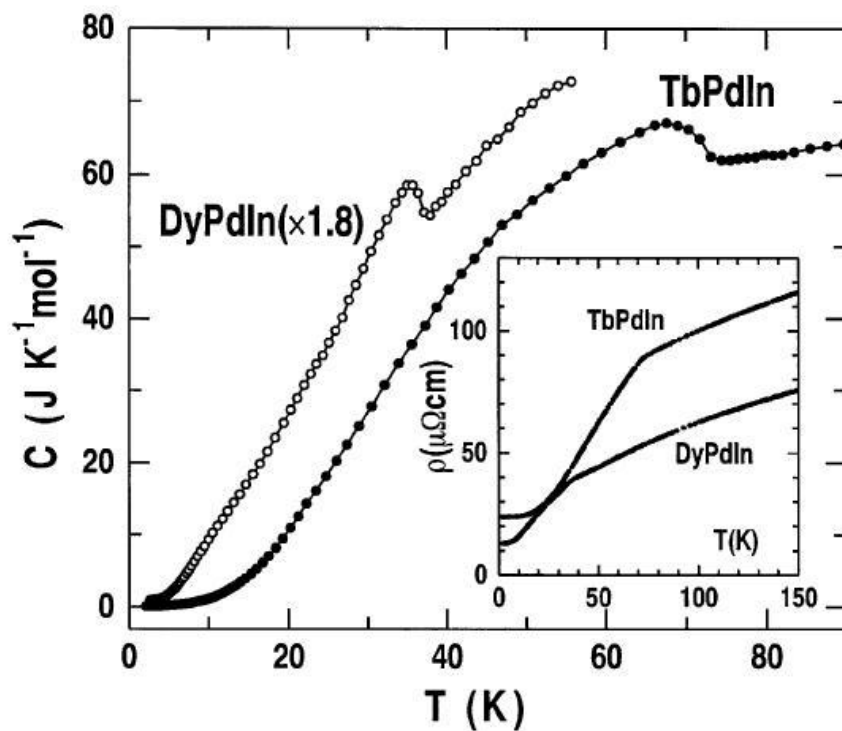


Obrázek č. 8 - závislost magnetizace, respektive reálné a komplexní části susceptibility, na teplotě, převzato z [4]. Závislost magnetizace jak při field cooling (FC), tak při zero field cooling (ZFC), vykazuje strmý vzrůst v místě T_c , což lze vysvětlit vznikem magnetického uspořádání sloučeniny. Skok susceptibility v dolní části obrázku ukazuje na fázový přechod rovněž při teplotě T_c .

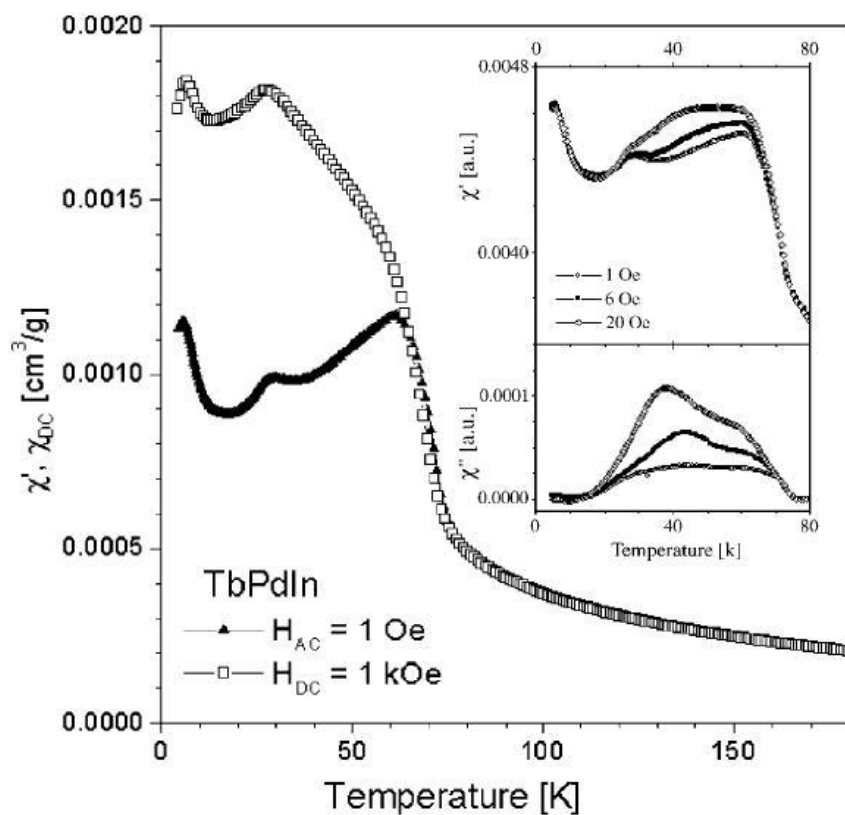
Výsledky práškové neutronové difrakce na vzorku TbPdIn [3] ukazují, že magnetické uspořádání lze popsat propagačním vektorem $(0,0,0)$. Jednoznačná interpretace naměřených dat není možná především kvůli nevhodnému poměru mřížových parametrů a/c , což vede k překryvu několika píků (viz. obr. č. 9). Dalším problémem jsou rozpory v počtu fázových přechodů TbPdIn. Zatímco práce [4] a [6] uvádí pouze jeden fázový přechod při teplotě $T_c=66$ K, (viz. obr. č. 8 a obr. č. 10), tak v článku [5] jsou zmíněny dokonce tři fázové přechody. Další dva při teplotách 27 K a 6 K (viz. obr. č. 11), jejichž původ není zcela jasný. Autoři zde předpokládají, že při prvním z nich vzniká další, ferimagnetická fáze. Rovněž prášková neutronová difrakce odhaluje kromě magnetických intenzit s $k = (0,0,0)$ slabé reflexe při teplotě nižší než 20 K (viz. obr. č. 9), které bylo možno popsat jen dalšími propagačními vektory $(1/4,1/4,1/4)$, $(1/2,0,1/4)$, $(1/4,0,1/4)$, $(1/4,0,1/4)$. Tyto intenzity by pak měly mít souvislost s pozorovanými přechody. Alternativním vysvětlením je přítomnost cizích fází ve vzorku. Tyto slabé reflexe by pak byly silnými magnetickými reflexemi fáze, jejíž nukleární reflexe jsou příliš slabé a neobjevují se tedy v naměřených záznamech.



Obr. č. 9 - záznam práškové neutronové difrakce, převzato z [3]. V grafu jsou popsány překrývající se píky, šipkami jsou označeny velmi slabé reflexe, jejichž původ nebyl určen.



Obrázek č.10 - převzato z [6]. Závislost měrného tepla na teplotě vykazuje anomálii při teplotě T_c , kdy dochází k magnetickému uspořádání.



Obrázek č. 11 - převzato z [5]. Závislost reálné části susceptivity při střídavém, respektive nestřídavém poli, na teplotě má zlom při teplotě prvního fázového přechodu $T_c = 66$ K i při předpokládaných dalších fázových přechodech za teploty 27 K a 6 K.

Kapitola 3

Výsledky měření

3.1 Průběh experimentu v ILL

Difrakce na krystalu byla měřena při teplotách 1.5 K, 10 K, 40 K a 90 K. Pro každou teplotu bylo změřeno několik poloh natočení vzorku (viz tabulka č. 2). První měření bylo prováděno při chlazení z 227 K na 162 K. Po každém měření čtecí zařízení načte informaci z filmu, posléze jej smaže a tím i připraví pro další měření. Doba expozice vzorku svazku neutronů byla volena optimálně k dané teplotě, aby nedošlo k zahlcení filmu, který byl schopen snímat maximálně 65536 (16 bitů) detekcí na jeden pixel. Pro nižší teploty, kde se objevují intenzivní magnetické reflexe, bylo tedy nutné zvolit kratší doby (cca 1 h), než pro teploty v paramagnetickém stavu (cca 3 h). Pro nejvyšší teplotu, která se měřila nakonec, byla změřena jen jedna poloha, protože došlo k neplánované odstávce reaktoru. Bohužel tedy nebylo možné změřit důkladněji nukleární reflexe v paramagnetickém stavu. Přehled názvů souborů, teplot a úhlů natočení vzorku podle vertikální osy je uveden v následující tabulce č. 2:

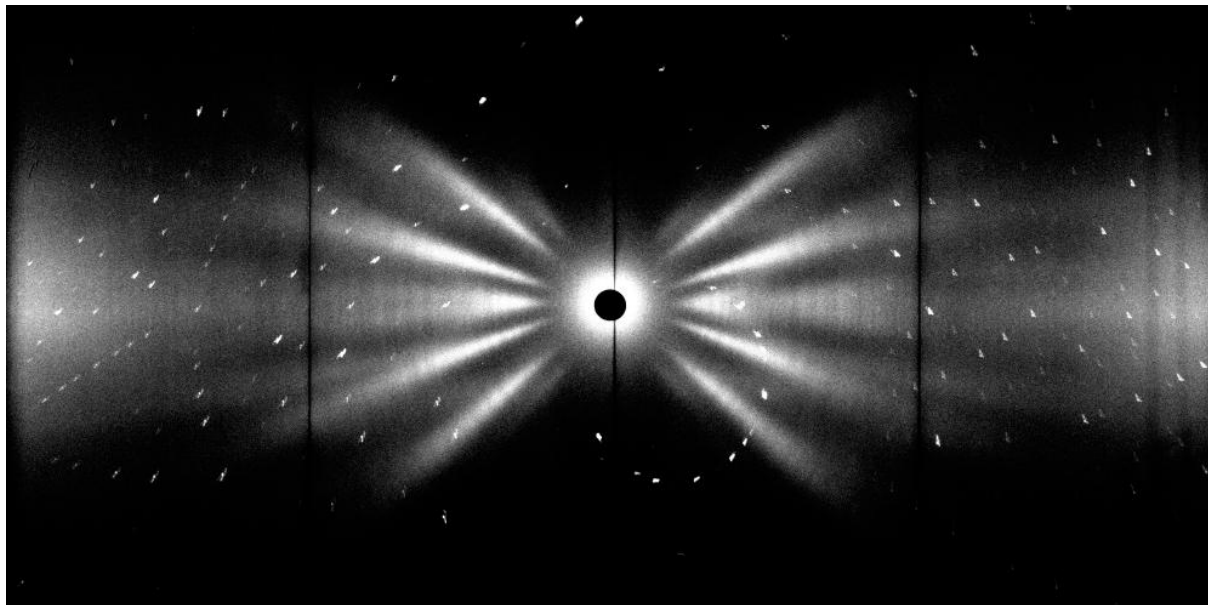
Tabulka č.2 - přehled naměřených dat:

Soubor	Teplota (K)	Poloha (stupně)
tbpdin_1.tif	227-162	15
tbpdin_9.tif	1.5	-105
tbpdin_10.tif	1.5	-90
tbpdin_11.tif	1.5	-60
tbpdin_12.tif	1.5	-45
tbpdin_13.tif	1.5	-30
tbpdin_14.tif	1.5	-15
tbpdin_15.tif	10	-105
tbpdin_16.tif	10	-90
tbpdin_17.tif	10	-75
tbpdin_18.tif	10	-60
tbpdin_19.tif	10	-45
tbpdin_20.tif	10	-30
tbpdin_21.tif	40	-105
tbpdin_22.tif	40	-90
tbpdin_23.tif	40	-75
tbpdin_24.tif	40	-60
tbpdin_25.tif	40	-45
tbpdin_26.tif	40	-30
tbpdin_27.tif	90	-15

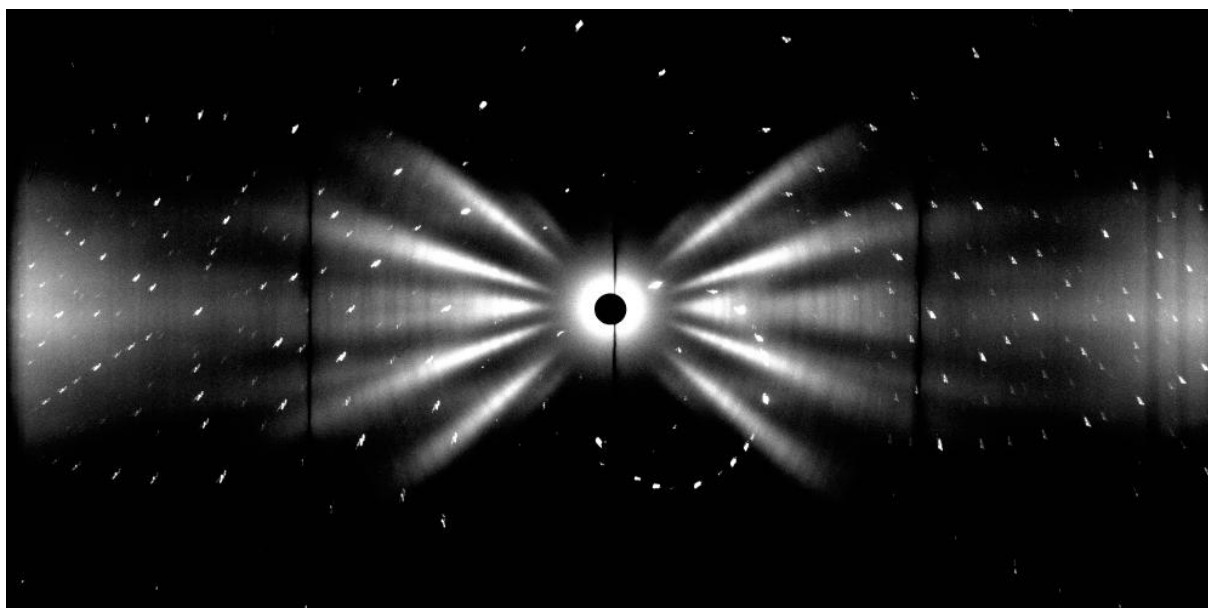
3.2 Výsledky experimentu

Na obrázcích č. 12 a č. 13 jsou zachyceny difrakční obrazce TbPdIn zachycené v průběhu testovacího měření ještě před začátkem našeho experimentu. Na těchto dvou snímcích je srovnání paramagnetického stavu a magneticky uspořádaného stavu při 2 K. Druhý snímek je úmyslně přexponován, kvůli očekávaným slabým reflexím. Je patrné, že nepozorujeme žádnou magnetickou reflexi, jež by se nepřekrývala s nukleární. Magnetická struktura je tedy výlučně popsána propagačním vektorem (0,0,0).

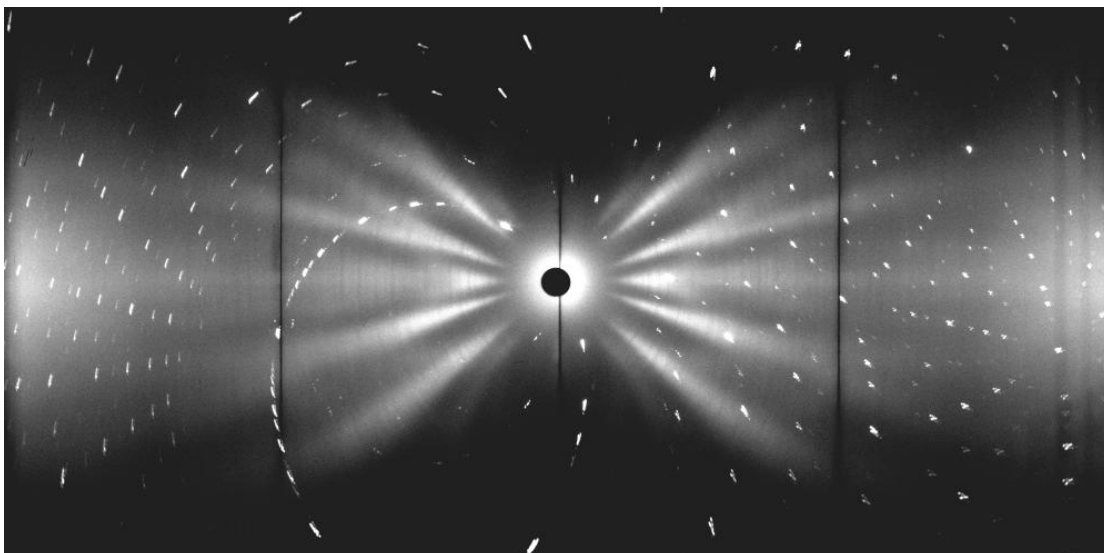
Na obrázcích č. 14 - 31 jsou zachyceny difrakční obrazce TbPdIn při různých teplotách a otočeních vzorku. Na obr. č. 32 – chlazení.



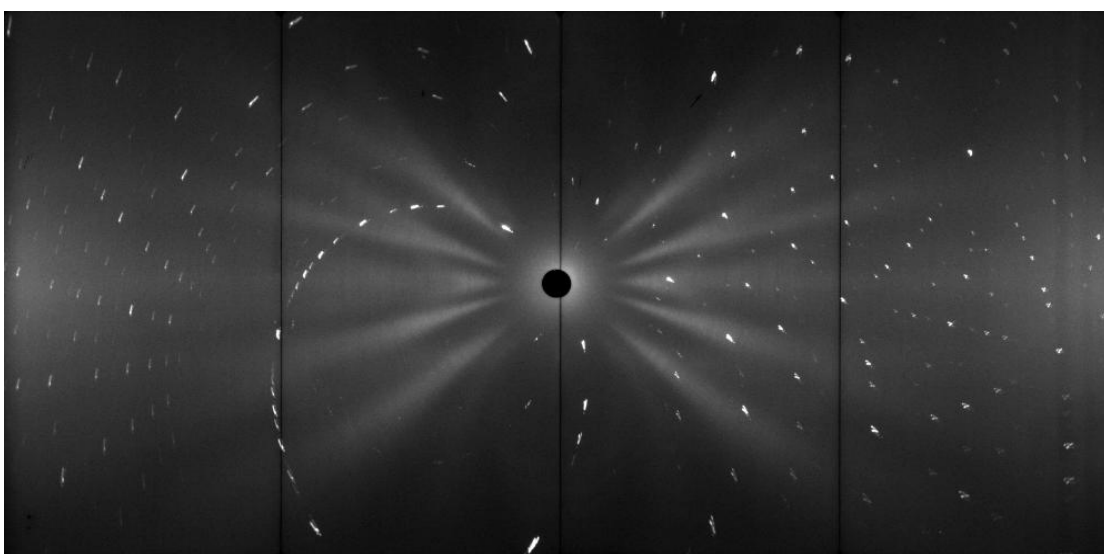
Obr.č. 12 – měření doktora Proklešky na stejném vzorku monokrystalu v paramagnetickém stavu.



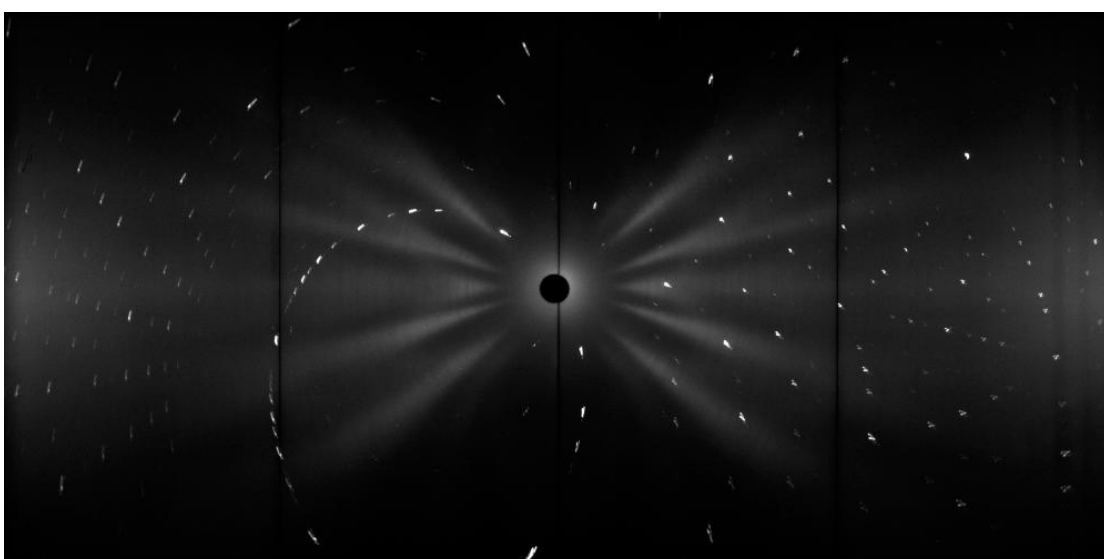
Obr.č. 13 – měření doktora Proklešky v magneticky uspořádaném stavu.



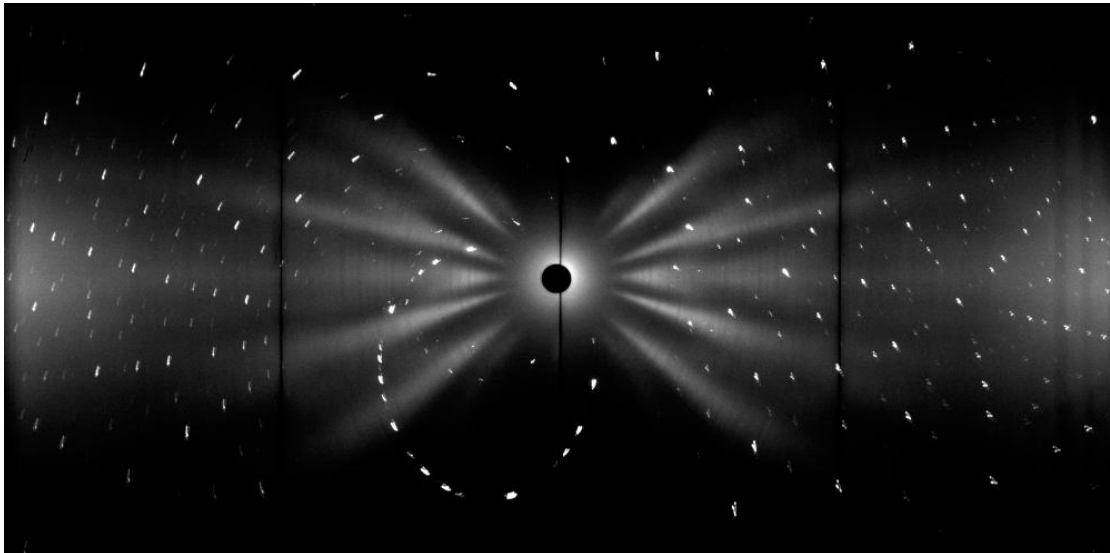
Obr. č. 14 - tbpdin_9.tif – T=1.5K, natočení podle vertikální osy -105° .



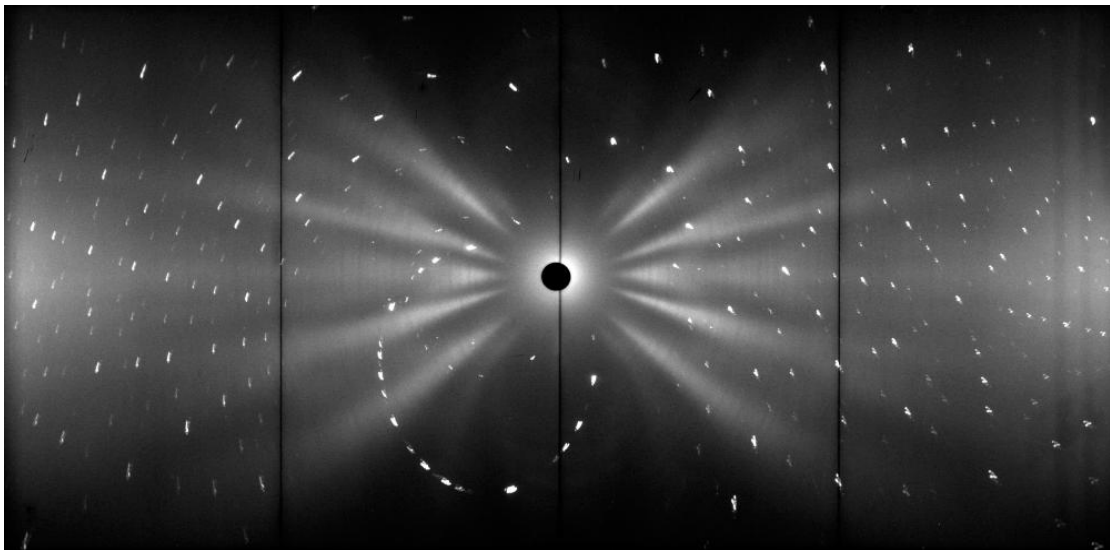
Obr. č. 15 - tbpdin_15.tif – T=10K, natočení podle vertikální osy -105° .



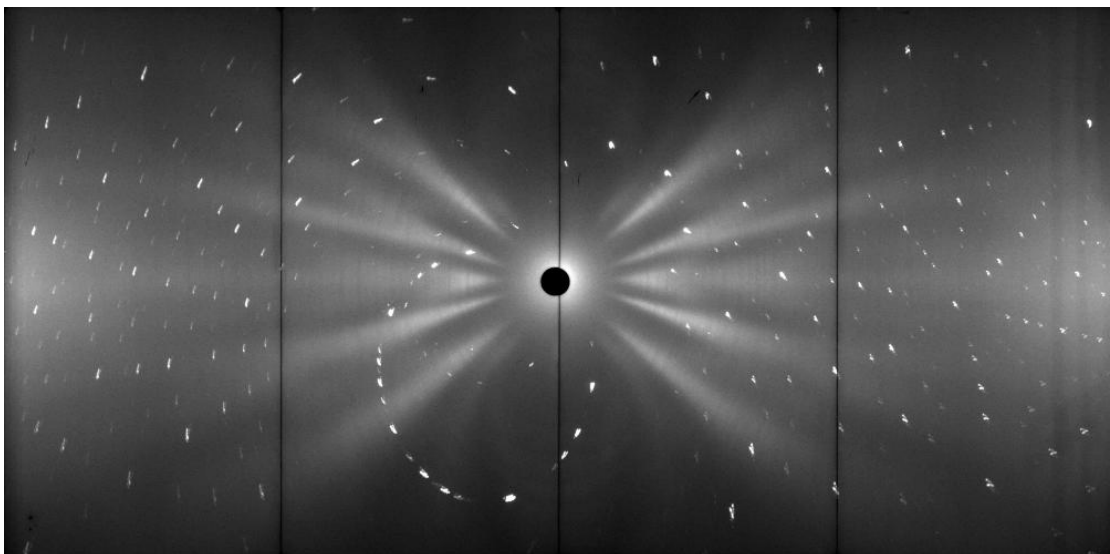
Obr. č. 16 - tbpdin_21.tif – T=40K, natočení podle vertikální osy -105° .



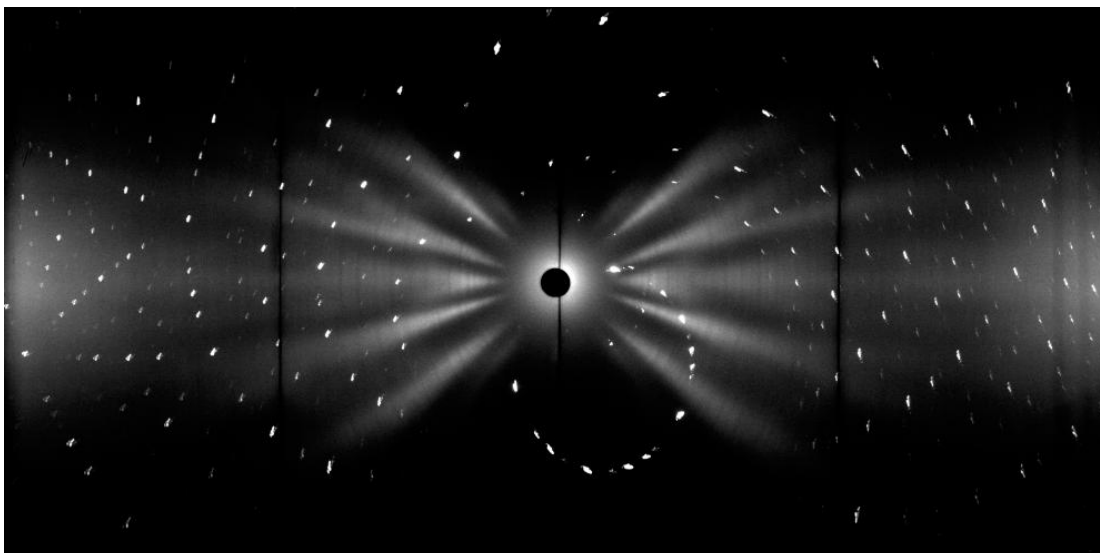
Obr. č. 17 - tbpdin_10.tif – $T=1.5\text{K}$, natočení podle vertikální osy -90° .



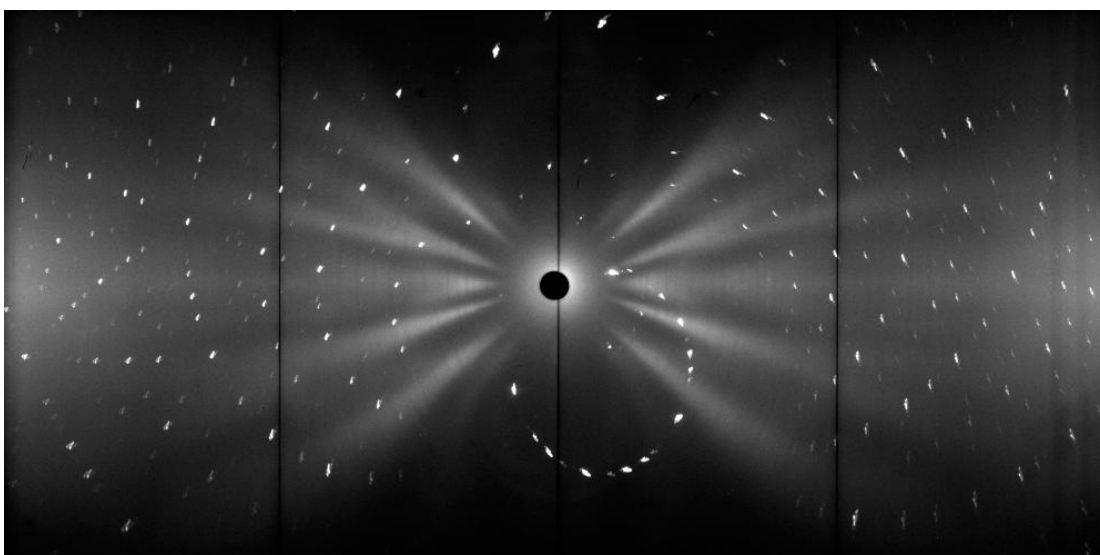
Obr. č. 18 - tbpdin_16.tif – $T=10\text{K}$, natočení podle vertikální osy -90° .



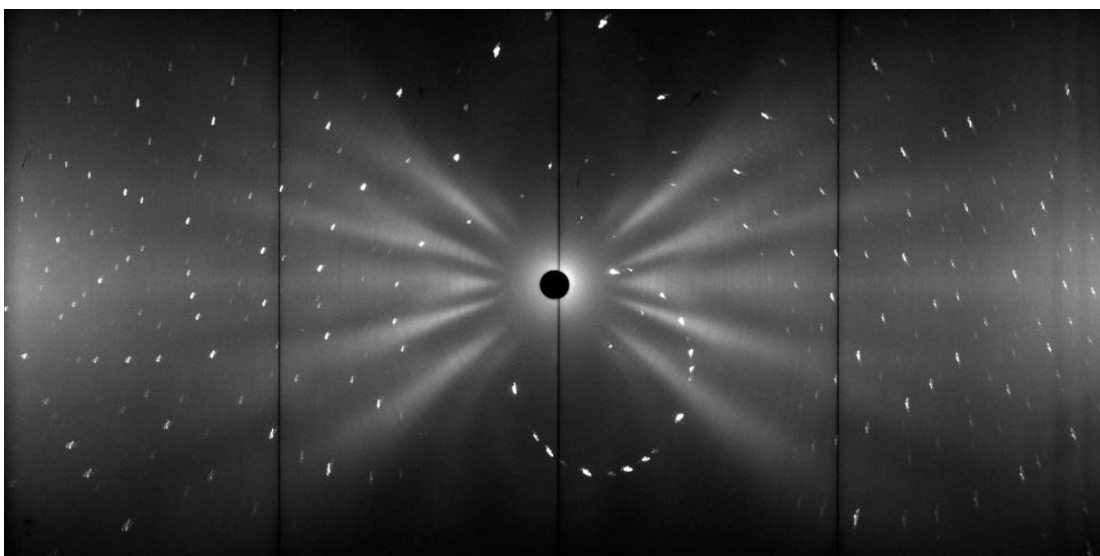
Obr. č. 19 - tbpdin_22.tif – $T=40\text{K}$, natočení podle vertikální osy -90° .



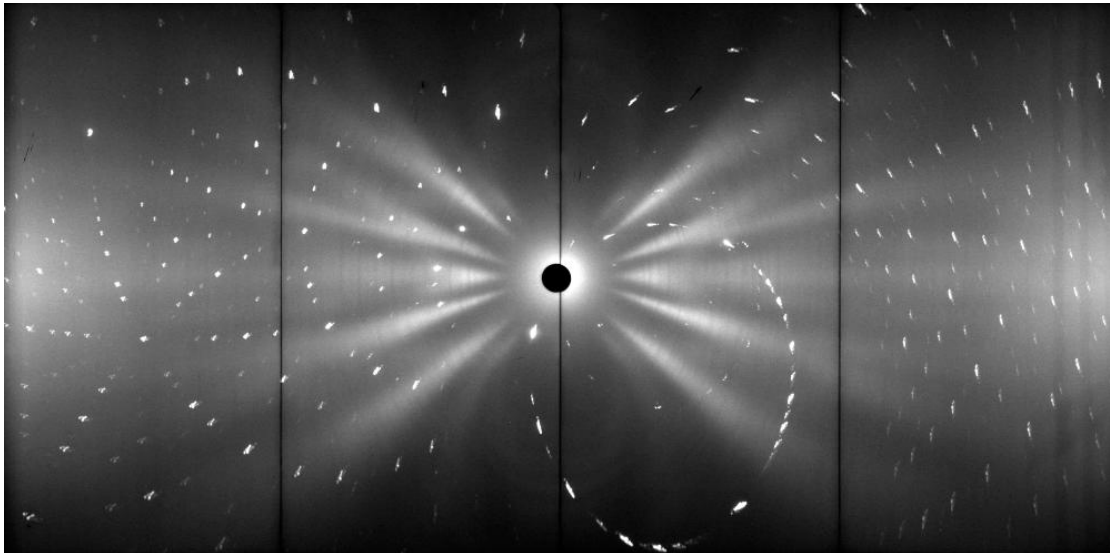
Obr. č. 20 - tbpdin_11.tif – T=1.5 K, natočení podle vertikální osy -60° .



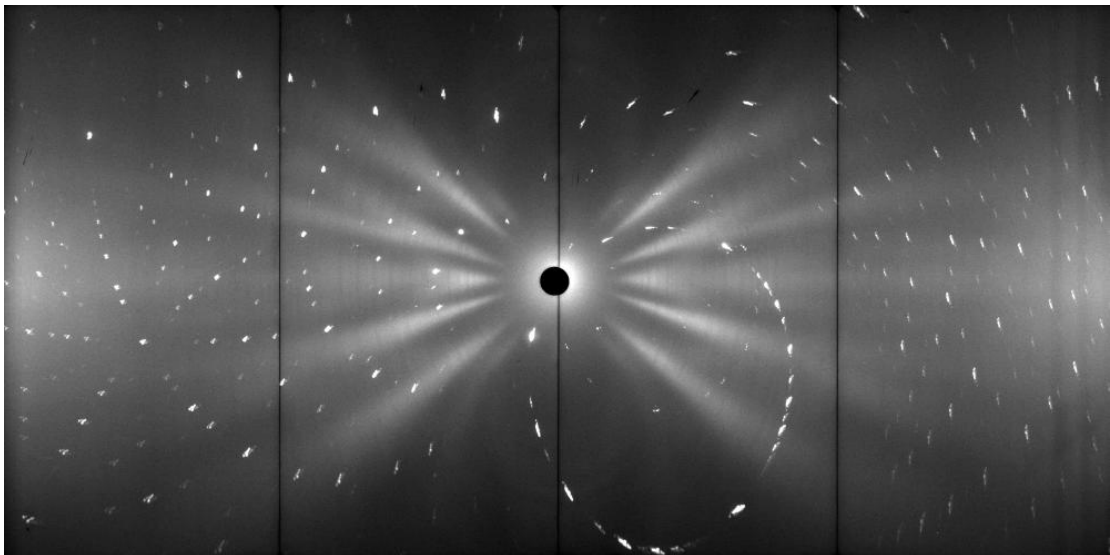
Obr. č. 21 - tbpdin_18.tif – T=10 K, natočení podle vertikální osy -60° .



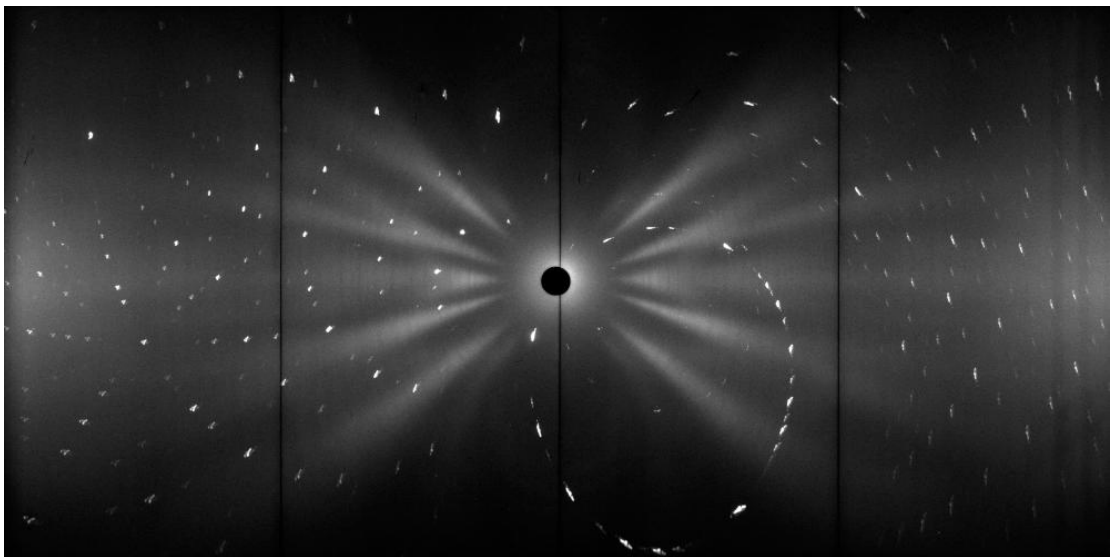
Obr. č. 22 - tbpdin_24.tif – T=40 K, natočení podle vertikální osy -60° .



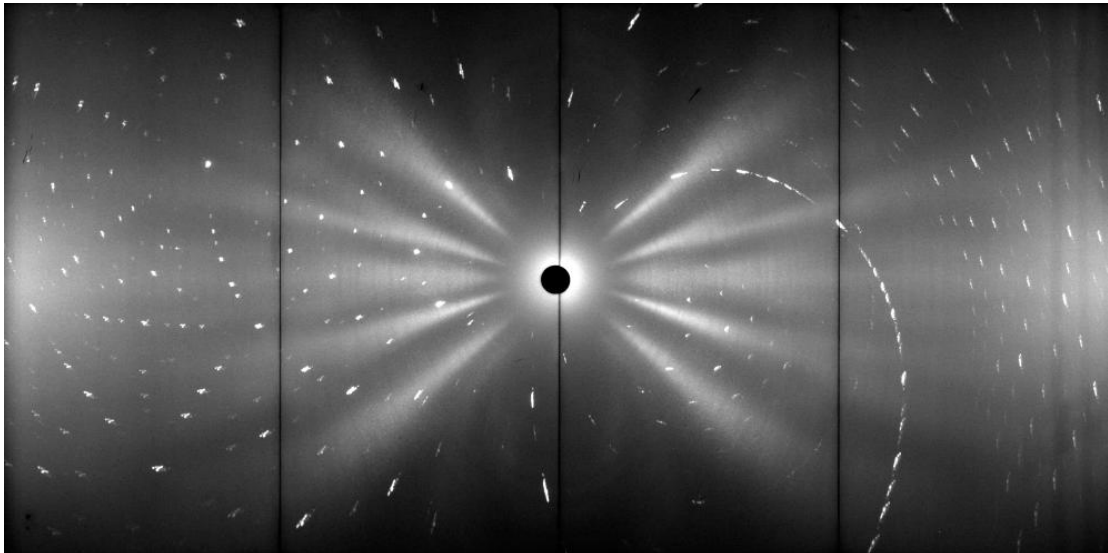
Obr. č. 23 - tbpdin_12.tif – $T=1.5\text{K}$, natočení podle vertikální osy -45° .



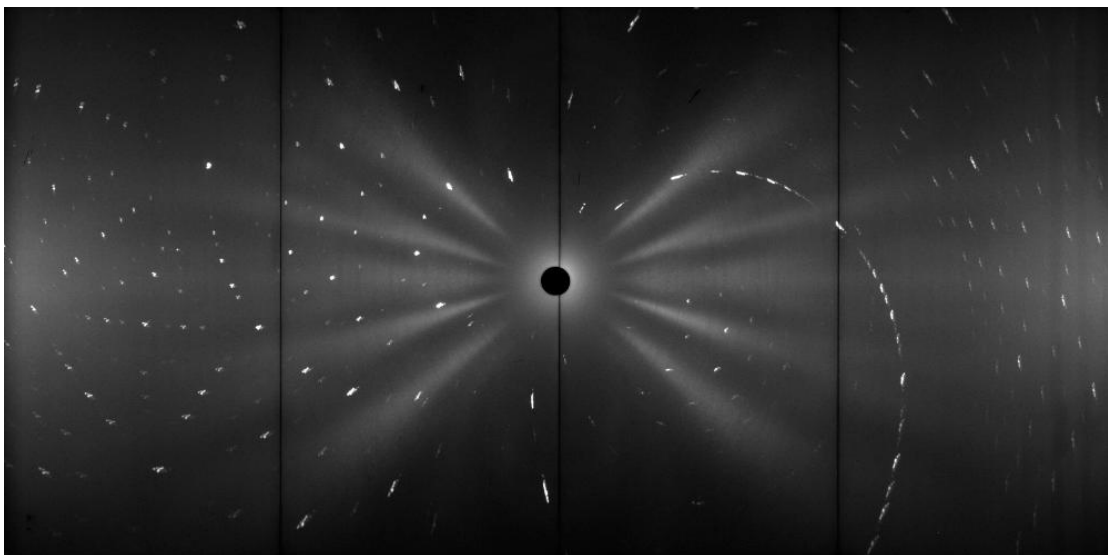
Obr. č. 24 - tbpdin_19.tif – $T=10\text{K}$, natočení podle vertikální osy -45° .



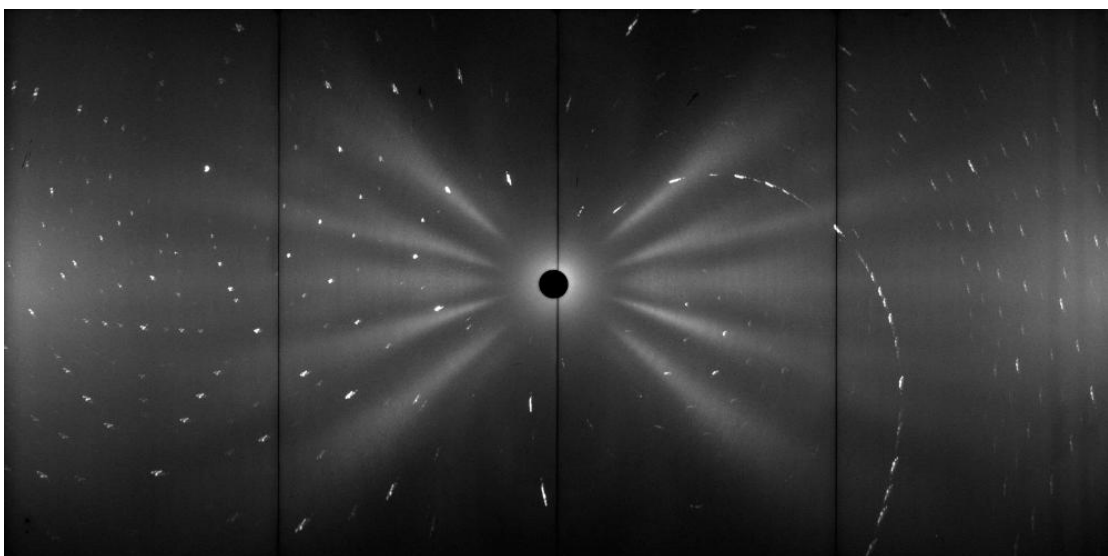
Obr. č. 25 - tbpdin_25.tif – $T=40\text{K}$, natočení podle vertikální osy -45° .



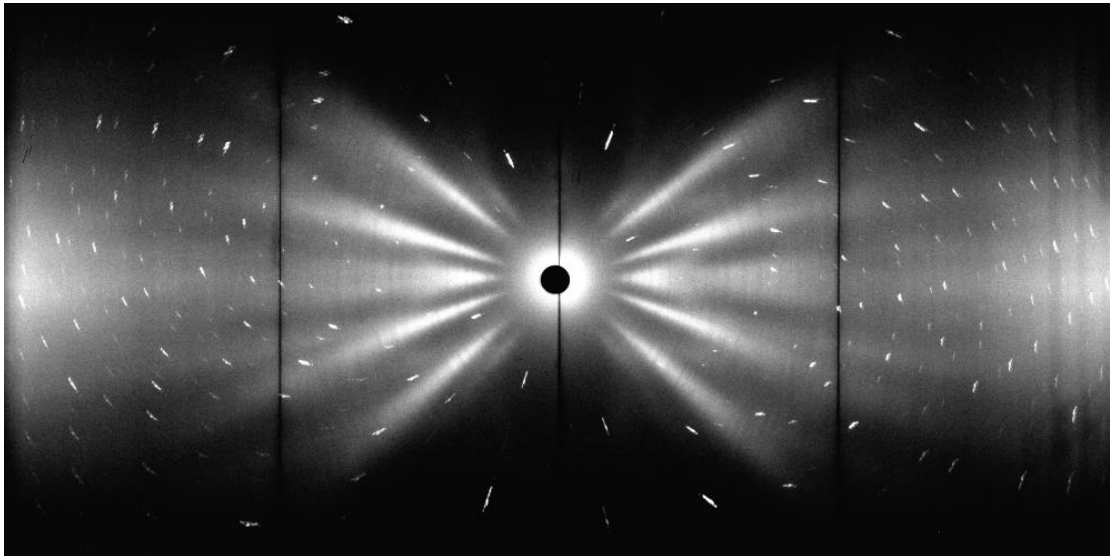
Obr. č. 26 - tbpdin_13.tif – $T=1.5\text{K}$, natočení podle vertikální osy -30° .



Obr. č. 27 - tbpdin_20.tif – $T=10\text{K}$, natočení podle vertikální osy -30° .



Obr. č. 28 - tbpdin_26.tif – $T=40\text{K}$, natočení podle vertikální osy -30° .



Obr. č. 29 - tbpdin_1.tif – $T=227 - 162\text{K}$, natočení podle vertikální osy 15° .

3.3 Zpracování výsledků

Na tomto místě popíšeme numerické zpracování naměřených výsledků. Jelikož se jedná o poměrně nestandardní experiment, budeme věnovat této části více prostoru. Detailní popis kroků je v současné době uveden na [7].

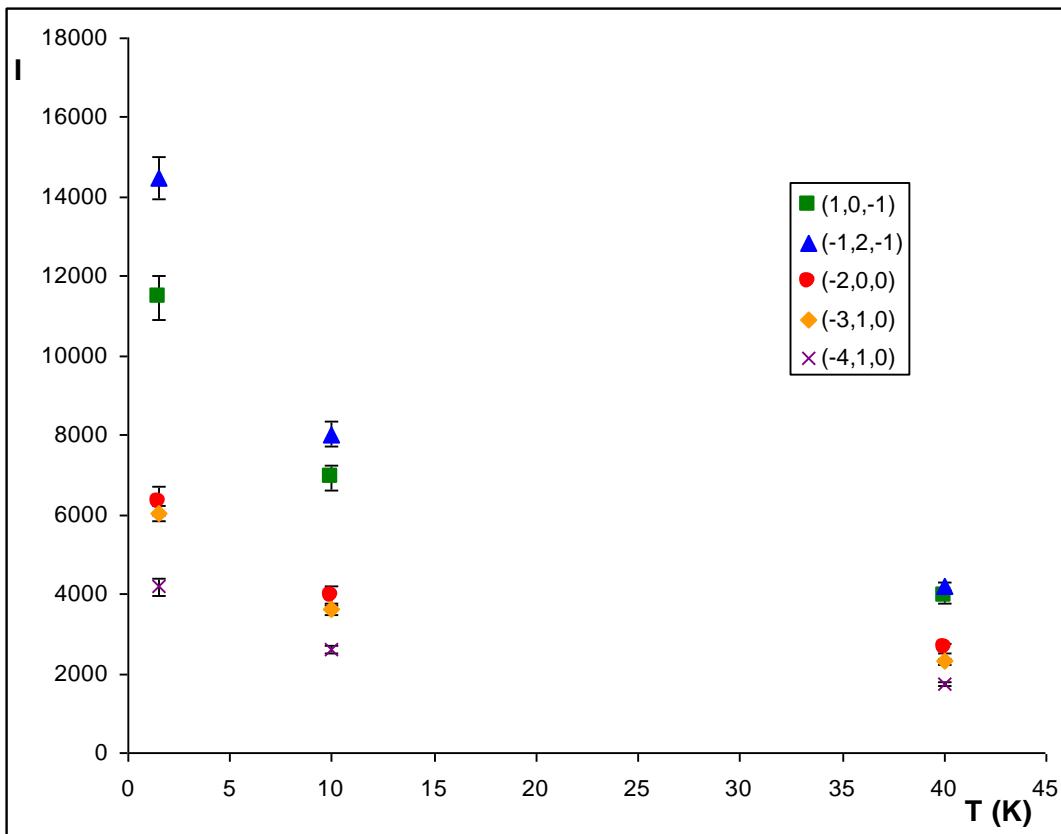
Výsledky měření máme k dispozici na čtyřech spojených snímcích pořízených z válcového detektoru. Tyto zpracujeme pomocí programu Lauegen [8], který zjistí indexy píků a jejich intenzity.

Program umožňuje označit několik píků na snímku, pomocí čehož určí orientaci krystalu vzhledem k souřadným osám, se kterými bude program dále pracovat. Stačí takto zpracovat jeden snímek a uvést orientaci. Za body volíme pokud možno takové, které budou mít nízké Laueho indexy, tedy body s vysokou symetrií. Po zadání několika bodů nám program nabídne různé orientace, jež v rámci zadané tolerance souhlasí s naměřeným snímkem. Zpravidla vybereme řešení s nejmenší chybou a zkontrolujeme přibližně jeho správnost pohledem na snímek s vyznačenými polohami spočtených reflexí. Upřesnění orientace provedeme v následujícím kroku, kdy můžeme upřesňovat některé parametry geometrie experimentu a také mřížové parametry. Rozdíl mezi skutečnými a spočtenými polohami reflexí by se měl výrazně zmenšit.

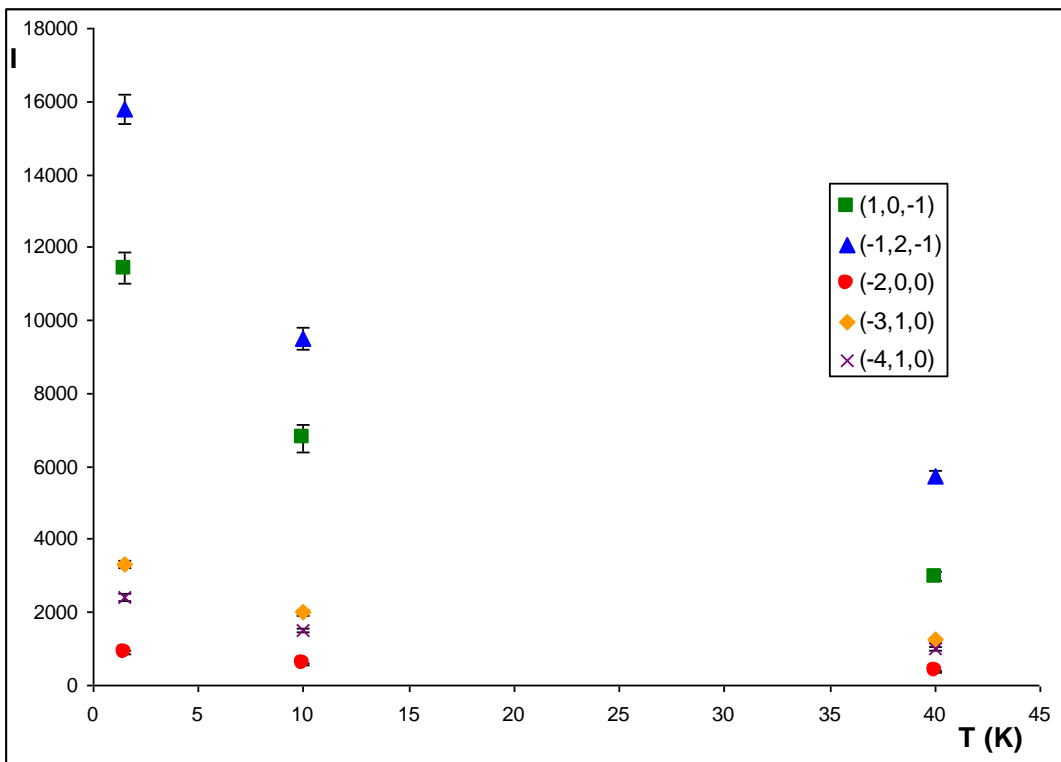
Další částí zpracování je změna limitů minimální započítané mezivěnové vzdálenosti a zároveň minimální vlnové délky. Po výsledných korekcích je nutné zkontrolovat výsledky přímo na snímcích. Měly by v něm být jak modré křížky, ukazující očekávané píky, ale nenalezené na obrázku, tak červená kolečka pro píky, jež byly nalezeny na obrázku, ale nebylo možné je oindexovat. Pokud by se v obrázku vyskytovaly pouze ony křížky, znamenalo by to, že minimální hodnota mezivěnové vzdálenosti je příliš malá.

Nyní můžeme přikročit k samotné integraci píků. Výstupem z programu jsou datové soubory udávající Laueho indexy píků, jejich intenzity, chyby intenzit a jim odpovídající vlnové délky.

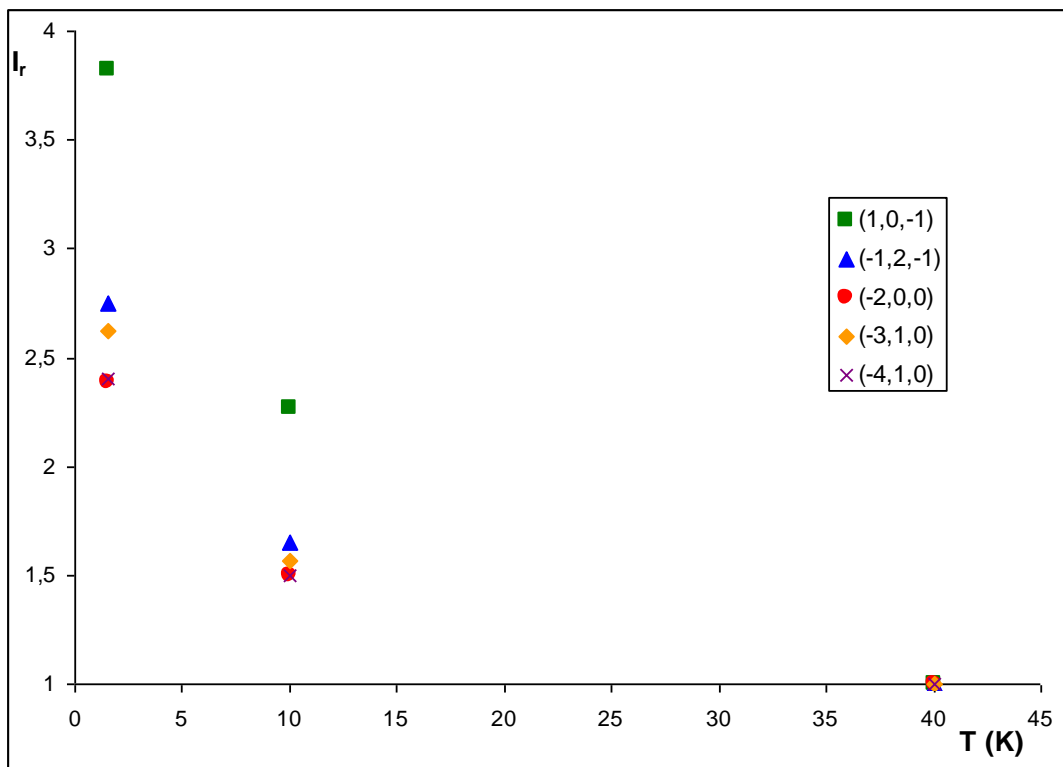
Po převedení datových souborů do tabulek s jednotlivými hodnotami reflexí jsem zhotovil grafy teplotních závislostí při stejné orientaci krystalu bez i za použití Lorentzovy korekce (viz. vzorec (7)), viz. graf č. 1 a č. 2. V grafu č. 3 jsem vynesl závislost relativní intenzity vzhledem k intenzitě při teplotě 40K pro stejnou sadu reflexí a orientaci jako u grafů č. 1 a č. 2.



Graf č.1 - teplotní závislost významných reflexí při úhlu natočení -30° bez provedení Lorentzovy korekce.



Graf č.2 - teplotní závislost významných reflexí při úhlu natočení -30° po provedení Lorentzovy korekce.



Graf č. 3 - relativní přírůstek intenzity při klesající teplotě vzhledem k intenzitě při teplotě 40 K pro úhel natočení krystalu -30° .

Kapitola 4

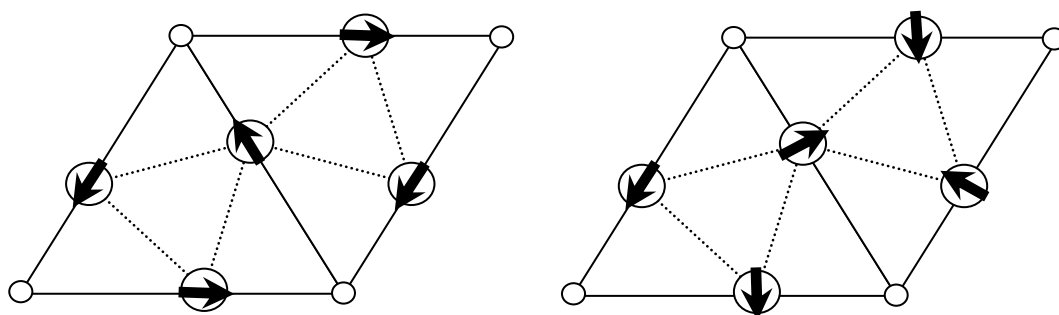
Diskuse výsledků

Porovnáním snímků (obr. č. 12 - 13), které byly změřeny doktorem Prokleškou před naším experimentem, a také snímků z obr. č. 14 – 31 lze vyloučit vznik slabých reflexí (viz. obr. č. 9). Tyto by se projevíly vznikem magnetických satelitů, které by byly popsány neceločíselnými propagačními vektory. Píky v práškové difrakci [3] se nejspíš objevily díky přítomnosti cizí fáze ve vzorku.

Z uvedených snímků (viz. obr. č. 12 - 29) lze při bližším pohledu vyloučit existenci dalšího fázového přechodu pod teplotou 66 K. Při snižování teploty pod 40 K se neobjevily žádné nové reflexe, které by svědčily o výskytu těchto přechodů. Dalším argumentem jsou teplotní závislosti zobrazené v grafech č. 1 - č. 3. Zejména z grafu č. 3 je patrné, že u významných reflexí docházelo ke stejnému průběhu růstu intenzity při snižování teploty, tedy opět nic co by nasvědčovalo existenci dalšího fázového přechodu, charakterizovaného změnou orientací magnetických momentů, pod zmiňovanou teplotou 66 K. Teploty byly přitom záměrně zvoleny tak, aby ležely mezi fázovými přechody pozorovanými v [5]. Rozpory, které se v literatuře objevovaly ohledně celkového počtu fázových přechodů, bych opět interpretoval výskytem cizích fází, či jiných nečistot ve vzorcích.

Určení směrů magnetických momentů se bohužel nepodařilo provést kvůli problému při normalizaci (viz. [5]), nebyly tedy k dispozici potřebné přesné intenzity reflexí. Tento problém chceme ještě řešit v budoucnu. Bylo by to první kvantitativní zpracování dat z VIVALDI.

Jediným zásadním poznatkem, týkajícím se detailů magnetické struktury, je vyloučení možnosti kolineární orientace momentů podél osy c , protože v tomto případě by byly nenulové reflexe typu $(0,0,l)$. Terbiové momenty jsou tedy uspořádány pouze v bazální rovině a popsány propagačním vektorem $k = (0,0,0)$. Možné orientace momentů z grupové teorie pro hexagonální krystalovou strukturu typu $ZrNiAl$ a momenty lokalizované v bazální rovině popsané pomocí propagačního vektoru $(0,0,0)$ jsou následující, viz. obr. č. 33. Jaká možnost se ve skutečnosti realizuje, bude možné určit až po odstranění problémů s normalizací. Další možností by bylo provedení standartního difrakčního experimentu na monokrystalu.



Obr. č. 33 – možné orientace magnetických momentů pro hexagonální strukturu typu $ZrNiAl$ v bazální rovině, převzato z [9].

Kapitola 5

Závěr

Uskutečnili jsme experiment neutronové difrakce na TbPdIn a objasnili většinu sporných bodů ohledně magnetického uspořádání v této sloučenině.

Slabé reflexe, které se objevily při nejnižších teplotách v práškové difrakci [3] a bylo je možné popsat neceločíselnými propagačními vektory, vznikly nejspíš v důsledku přítomnosti cizí fáze ve vzorku.

Pod kritickou teplotou $T_c = 66$ K nedochází k žádnému dalšímu fázovému přechodu uspořádání magnetických momentů.

Přesné určení orientace magnetických momentů se nezdařilo. Na základě vyhasínacích pravidel byla pouze vyloučena jiná orientace než v rámci bazální roviny. Problém bude ještě řešen v budoucnu.

Dosavadní výsledky budou publikovány v článku: P. Javorský, J. Fikáček, J. Prokleška, S. Nishigori and G. McIntyre: Magnetic Order in TbTX compounds a budou také prezentovány na konferenci „11th International Symposium on Physics of Materials“ v Praze 24.8. -28.8.2008.

Použitá literatura

- [1] V. F. Sears: Neutron scattering leghts, Neutron News 3 (1992) 26.
- [2] V. Valvoda, M. Polcarová, P. Lukáč: Základy strukturní analýzy, Praha, 1992.
- [3] P. Javorský, P. Svoboda, S. Nishigori, M. Hofmann, N. Stüsser: Magnetism in TbPdIn and DyPdIn studied by powder neutron diffraction, acta physica slovacica vol. 48 No. 6, 767 – 770, December 1998.
- [4] S. Nishigori, Y. Hirooka, T. Ito: Spin-glass behavior in TbPdIn and DyPdIn, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 177 - 181 (1998) 137 - 138.
- [5] M. Balanda, A. Szytuła, M. Guillot: Magnetic properities of RPdIn (R = Gd-Er) compounds, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 247 (2002) 345 – 354.
- [6] D. X. Li, Y. Shiokawa, T. Nozue, T. Kaminura, K. Sumiyama: Metastable characteristic in ferromagnetic TbPdIn and DyPdIn, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 241 (2002) 17 – 24.
- [7] <http://wwwold.ill.fr/YellowBook/LADI/ladimanual/Lmain.html>
- [8] Campbell J.W. (1995) J. Appl. Cryst. 28 228.
- [9] G. Ehlers, PhD Thesis: Frustrierte magnetische 4f – Momente in intermetallischen Verbindungen der Lanthaniden, die in der ZrNiAl – Struktur kristallisieren, Berlin, 1996.