

D I P L O M A R B E I T

„Untersuchung von Ultrakleinwinkelstreuung  
an magnetischen Mikrostrukturen  
mit polarisierten Neutronen“

Ausgeführt am Atominstitut der Technischen Universität Wien

unter der Anleitung von

Prof. Gerald Badurek  
und Dipl. Ing. Dr. Erwin Jericha

durch

**Tobias Rechberger**

Bahnzeile 6a  
2721 Bad Fischau



*In Dankbarkeit allen gewidmet, die mich während  
meines Studiums so positiv unterstützt haben.*

## Abstract

This thesis gives an insight into the development of a novel, model-independent approach in data analysis of ultra-small-angle scattering with polarized neutrons (USANSPOL). Increasing popularity of this method (which in fact allows the investigation of novel magnetic materials, accessing domains in the micrometre range) over the last decade asks for a better understanding of the measurable quantities as well as for gaining independence from mathematical models. Bearing these objectives in mind, the thesis first provides theoretical models of USANSPOL in order to be able to analyse subsequent results properly. Furthermore, intrinsic characteristics of the method which lead to difficulties in the data analysis will be disclosed. Usage of two perfect crystals in Bonse-Hart configuration as monochromator and analyser, respectively, are for instance responsible for the high resolution of the method in the micrometre range on the one hand and yet the cause for a resolution in only one dimension on the other. Independence from mathematical model functions of any kind in the first place is gained by using smoothing splines for fitting the measured data. Deconvolution of measured overall intensities and instrument curves is essential but yet not trivial as experimental data intrinsically lead to ill-posed problems. Here, the method of choice was to solve sets of equations originating from singular value decompositions by utilizing a Tikhonov regularization method. First results of such an approach turn out to be quite satisfying and qualitative statements about the used samples were possible although the accuracy of the method is of course still to be improved. Simultaneously to the development of this thesis a work of Wilfried Mach was being written, achieving undoubtedly similar results like the ones presented here, although using completely different (but still model-independent) approaches. It therefore seems to be justifiable to state the proof of a model-independent principle for USANSPOL data analysis adduced and it was furthermore possible to already make statements about physical properties of the used sample-ribbons.

## Kurzfassung

Diese Arbeit dokumentiert die Entwicklung neuartiger Verfahren zu einer erstmalig vollkommen modellunabhängigen Methode der Datenauswertung von Ultrakleinwinkelstreuung an magnetischen Mikrostrukturen mit polarisierten Neutronen (USANSPOL). Das über die letzten 10 bis 15 Jahre steigende Interesse an dieser Methode, welche zur Untersuchung neuartiger, magnetischer Materialien eingesetzt werden kann, ist über die Steigerung der Genauigkeit und Effizienz der Messungen zu erklären und macht es notwendig, die Aussagen der messbaren Größen besser zu verstehen, sowie die Auswertung der Daten unabhängig von vorgegebenen mathematischen Modellen zu gestalten. Dazu wurden erst theoretische Modelle zur Ultrakleinwinkelstreuung aufgearbeitet und analysiert, um spätere Resultate besser verstehen, sowie interpretieren zu können. Es wird aufgezeigt, dass der experimentelle Aufbau einige Eigenheiten in sich birgt, die zu Schwierigkeiten in der Auswertung der Daten führen. So ist es zum Beispiel die Verwendung zweier Perfektkristalle in Bonse-Hart Konfiguration als Monochromator und Analysator der (gestreuten) Neutronen, die einerseits eine extrem hohe Auflösung der Methode im Mikrometerbereich erzielen, andererseits aber eine Integration der gestreuten Intensität der Neutronen in vertikaler Achse der Streuebene bewirken und somit zu einer Restriktion der Auflösung auf die Dimension in horizontaler Streuebene führen. Die Modellunabhängigkeit der vorliegenden Arbeit wurde durch ein Fitting der Messdaten mit Smoothing Splines statt Vorgabe mathematischer Funktionen erreicht. Die notwendige Entfaltung der gemessenen Streukurven mit der Gerätekurve ist aufgrund deren Fehlerbehaftung nicht trivial und wurde schlussendlich durch die Verwendung von Gleichungssystemen aus Singulärwertzerlegungen mit Tikhonov Regularisierung gelöst. Erste Ergebnisse der entwickelten Vorgangsweise zur Datenauswertung fallen durchaus positiv aus und lassen, obwohl die Präzision der Methode noch nicht optimiert wurde, qualitative Aussagen über die verwendete Probe zu. Zeitgleich zu dieser Arbeit entstand eine Diplomarbeit von Wilfried Mach, in welcher zwar grundverschiedene, ebenfalls modellunabhängige Methoden zur Datenauswertung erarbeitet, jedoch aber beachtlich ähnliche Ergebnisse zu den hier vorgestellten, erzielt wurden. Es scheint also gerechtfertigt, die modellunabhängige Datenauswertung von USANSPOL Experimenten als prinzipiell möglich zu bestätigen und es wurde in diesen ersten Ergebnissen darüber hinaus sogar möglich, Aussagen über physikalische Eigenschaften der Probe zu treffen.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1	Allgemeines . . . . .	1
1.2	Entwicklung von USANSPOL . . . . .	2
1.3	Aktuelle Forschung und Weiterentwicklung . . . . .	4
<b>2</b>	<b>Instrumente</b>	<b>6</b>
2.1	Standorte . . . . .	6
2.2	Experimenteller Aufbau . . . . .	6
<b>3</b>	<b>Theoretische Behandlung</b>	<b>10</b>
3.1	Herleitung der gestreuten Intensitätsverteilung . . . . .	10
3.1.1	Herleitung . . . . .	10
3.1.2	Graphische Darstellung der Intensitätsverteilung . . . . .	14
3.2	Berechnung einer physikalischen Streukurve . . . . .	18
3.2.1	Schlitzhöhenverschmierung . . . . .	18
3.2.2	Gauß-Verteilung der Streuer . . . . .	21
<b>4</b>	<b>Fitting der Messdaten</b>	<b>26</b>
4.1	Grundlagen und Problematik . . . . .	26
4.2	Die MATLAB <sup>®</sup> -interne Funktion spaps.m . . . . .	28
4.2.1	Erste Fitting-Versuche mit realen Messdaten . . . . .	29
4.3	Die Entwicklung der Funktion spapsmod.m . . . . .	30
4.4	Die Entwicklung zweier Hilfsprogramme für spapsmod.m . . . . .	33
4.4.1	Die Funktion FIT_MIT_YORIG.m . . . . .	33
4.4.2	Das Programm USANSTOOL.m . . . . .	34
4.5	Fitting-Ergebnisse . . . . .	34

<b>5</b>	<b>Entfaltung der Messdaten</b>	<b>37</b>
5.1	Theoretische Grundlagen und Problematik . . . . .	38
5.2	Regularisierungsmethoden . . . . .	40
5.3	Tests der Tikhonov Regularisierung . . . . .	42
5.4	Entfaltung der Messdaten . . . . .	44
5.4.1	Trennen der Spin-Komponenten der Rockingkurve . . . . .	44
5.4.2	Entfaltung . . . . .	46
<b>6</b>	<b>Berücksichtigung des ungestreuten Anteils</b>	<b>49</b>
6.1	Bestimmung der Streuwahrscheinlichkeit . . . . .	49
6.2	Tests mit Modellfunktionen . . . . .	51
6.3	Anwendung auf Messdaten bei gleichen Streuwahrscheinlich- keiten beider Spinkomponenten . . . . .	55
6.4	Anwendung auf Messdaten bei individuellen Streuwahrscheinlichkeiten der Spinkomponenten . . . . .	61
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung, Conclusio und Ausblick</b>	<b>68</b>
<b>A</b>	<b>Sourcecodes</b>	<b>71</b>

# 1 | Einleitung

## 1.1 Allgemeines

**S**eit einigen Jahren finden USANSPOL (Ultra Small Angle Neutron Scattering with POLarised neutrons) Experimente zur Untersuchung der Strukturen von (magnetischen) Materialien immer größere Beachtung. Obwohl USANS schon vor Jahrzehnten entwickelt wurde, machten Verbesserungen der Versuchsaufbauten, vor allem aber die Unterdrückung der Flanken in den Gerätekurven durch Cadmiumabsorber, in den die Neutronen reflektierenden Perfektkristallen, diese experimentelle Technik zu einer bedeutenden Methode der letzten Jahre zur Materialanalyse.

Ultrakleinwinkelstreuung beschreibt Streuexperimente bei *sehr kleinen Winkeln* und entspricht einer Auflösung von Materiestrukturen im Mikrometerbereich. Zur Veranschaulichung der Größenordnung von Ultrakleinwinkelstreuung kann man sich vorstellen, dass eine Abweichung von einer Geraden in diesem Winkelbereich in etwa einer Versetzung von einem Millimeter nach einem Kilometer entlang dieser Geraden entspricht. In weiterer Folge wird in dieser Arbeit aber meist der entsprechende Streuvektor  $q$  Verwendung finden, dessen Betrag durch  $q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(\frac{\theta}{2})$  und in sehr guter Näherung durch  $q = \frac{2\pi}{\lambda} \theta = k\theta$  gegeben ist, mit Wellenlänge  $\lambda$ , Einfallswinkel  $\theta$  und Wellenzahl  $k$ .

Techniken zur Untersuchung von Strukturen im Mikrometerbereich gibt es mit dem Elektronenmikroskop, dem Rasterkraftmikroskop oder Röntgenstrahlen auch noch andere, doch haben USANS Experimente aufgrund der physikalischen Eigenschaften von Neutronen oft gewisse Vorteile gegenüber konventionellen Methoden. Das  $1,67 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$  schwere Neutron ist neutral, besitzt also keine elektrische Ladung. Dadurch kann das Teilchen ohne elektrische Abstoßung (tiefer) in Materie eindringen und an Atomkernen streuen. Überdies besitzt das Neutron aber auch ein magnetisches Moment  $\mu_n = -1,91\mu_B$  (wobei  $\mu_B = 9,27 \cdot 10^{-24} \text{ J} \cdot \text{T}^{-1}$  das Bohrsche Magneton



ist) und kann daher, neben Kernstreuung, auch Streuung an magnetischen Strukturen erfahren. Diese Eigenschaft macht es möglich, mit USANSPOL Experimenten (neuartige) magnetische Materialien zu untersuchen [1]. Des weiteren streuen Neutronen natürlich über die Bragg-Bedingung an dreidimensionalen Gittern, die wie folgt lautet:

$$n\lambda = 2d \sin(\theta) \quad . \quad (1.1)$$

Hier steht  $n \in \mathbb{N}$  für die Beugungsordnung,  $\lambda$  für die Wellenlänge (bei USANS Experimenten typischerweise im Bereich von Å, sprich  $10^{-10}$  Meter),  $d$  für den Abstand zwischen den Gitterebenen und  $\theta$  für den Winkel zwischen einfallendem Strahl und Streuebene. USANS Experimente nutzen genau diese Bedingung aus, um eine extrem hohe Winkel-, respektive Streuvektorauflösung zu erreichen. Die Bragg-Bedingung ist zwar in der Realität nicht immer perfekt erfüllt, die Dynamische Beugungstheorie als eine umfangreichere Theorie zeigt uns aber, dass Neutronenbeugung in diesem engen Winkelbereich um die Bragg-Bedingung stattfinden kann. So kann über Reflexion an Perfektkristallen einerseits ein monochromatischer Neutronenstrahl mit sehr wenig Toleranz geformt und andererseits nach Streuung an einer Probe mit hoher Präzision analysiert werden.

Diese Arbeit gibt im weiteren einen Überblick über die Entwicklung von USANSPOL Experimenten, beschreibt den gegenwärtigen Stand der Forschung und erläutert die Methoden und Ansätze zur Weiterentwicklung der Datenauswertung von Ultrakleinwinkelstreuung an magnetischen Mikrostrukturen mit polarisierten Neutronen. Es werden die verwendeten Instrumente vorgestellt und der experimentelle Aufbau beschrieben, theoretische Konzepte von USANSPOL Experimenten angeführt und die Problematik des Fittings und der Entfaltung der Messdaten, sowie der Bestimmung der Streuwahrscheinlichkeit der Neutronen erläutert und Lösungskonzepte dazu vorgestellt.

## 1.2 Entwicklung von USANSPOL

Dieses Kapitel soll die wichtigsten Eckpfeiler der geschichtlichen Entwicklung von USANSPOL erläutern, um den experimentellen Aufbau (siehe Kapitel 2.2) und in weiterer Folge auch die angewandten, beziehungsweise entwickelten Methoden zur Datenauswertung in den Kapiteln 4 und 5 besser zu verstehen.

Um die Entwicklung von USANSPOL nachvollziehen zu können, bedarf es vorerst der Erwähnung zweier Arbeiten von Ulrich Bonse und Michael Hart

aus dem Jahre 1965 [2, 3]. Hier wird ein erstes Röntgen-Interferometer vorgestellt, bei welchem aus einem großen Block perfektem Einkristall zwei große Nuten geschnitten werden, um drei räumlich getrennte Elemente entstehen zu lassen: Ein Strahlteiler, zwei Transmissionsspiegel (da der Röntgenstrahl nun aus dem transmittierten und dem gebrochenen Anteil des einfallenden Strahls besteht - es handelt sich aber nur um ein Element) und ein Analysator. Auch andere Designs für Röntgeninterferometer werden vorgeschlagen, wie zum Beispiel solche die Bragg-Reflexion oder Bragg-Strahlteiler verwenden. In der zweiten der oben genannten Arbeiten wird eine Methode vorgestellt, die es erlaubt (fast) flankenlose Reflexion von Röntgenstrahlen an Einkristallen durch Mehrfachreflexion zu erreichen. Hier handelt es sich um Mehrfachreflexion der Röntgenstrahlen unter Erfüllung der Bragg-Bedingung an den Wänden eines Einkristalls, in den abermals eine Nut gefräst wurde. 1966 arbeiten Bonse und Hart erstmals mit einem experimentellen Set-Up, das als Bonse-Hart Kamera bekannt ist [4]. Bonse-Hart Kameras bestehen prinzipiell aus einem Monochromator und einem (drehbar gelagerten) Analysator. Beide sind - wie oben beschrieben - geschnittene Einkristalle, an denen (dreifache) Bragg-Reflexion stattfindet. Der Monochromator am Anfang des Experimentes reflektiert nur eine bestimmte Wellenlänge, der monochromatische (in diesem Fall Röntgen-) Strahl kann nun an einer Probe streuen und der Analysator rastert durch feines Drehen alle gestreuten Winkel ab, deren Intensitäten mit einem Detektor gemessen werden können. So können Kleinwinkelstreuung - im ersten Experiment von Bonse und Hart 1966 mit Röntgenstrahlung, SAXS - beziehungsweise Ultrakleinwinkelstreuung experimentell aufgelöst werden.

All diese Techniken und Experimente wurden vorerst für Röntgenstrahlen entwickelt. Die ersten USANS Experimente fanden in den 1970ern statt, es dauerte aber bis 1985, bis D. Schwahn et al. (darunter auch Helmut Rauch vom Atominstitut der TU Wien) erste Versuche mit der oben beschriebenen Dreifachreflexion an Perfektkristallen für Kleinwinkelstreuung von Neutronen, durchführten [5]. Ein Experimentaufbau mit dreifacher Bragg-Reflexion an Monochromator und Analysator bringt große Verbesserungen in Winkelsensitivität und absoluter Auflösung gegenüber den Experimenten mit Einfachreflexionen. Dennoch sind USANS Experimente den ursprünglichen USAXS Experimenten in ihrem Auflösungsvermögen unterlegen, bis Michael Agamalian 1996 den Aufbau der verwendeten Einkristalle durch Einbringen einer Schicht aus Cadmium (um die Propagation von Neutronenwellen im Kristall zu verhindern) verbesserte [6]. Die Flanken in den Geräte- beziehungsweise Reflektivitätskurven konnten um zwei Größenordnungen besser als bisher unterdrückt werden und es folgten einige Experimente verschiedenster Arbeits-

gruppen zu USANS und schließlich auch zu USANSPOL Grundlagen und Anwendungen. Der experimentelle Unterschied zwischen USANS und USANS Experimenten mit polarisierten Neutronen (USANSPOL) liegt darin, dass die Polarisation und eine räumliche Aufspaltung der Neutronen durch starke Magnet-Prismen, welche zwischen Monochromator und Analysator und vor der Probe eingesetzt werden, realisiert wird [7]. So können Streueffekte von Spin-Up und Spin-Down Neutronen an magnetischen Materialien getrennt analysiert werden.

### 1.3 Aktuelle Forschung und Weiterentwicklung

USANS hat sich, vor allem seit den Arbeiten zur Verbesserung des Winkelprofils des Neutronenstrahls von Agamalian, zu einer etablierten Methode entwickelt um Materiestrukturen zu analysieren. Am Atominstitut der TU Wien wurde eine Probenumgebung für USANS und USANSPOL Experimente gefertigt, mit der es möglich ist, magnetische Proben in Bandform beliebig ausgerichteten Magnetfeldern und außerdem mechanischem Zug auszusetzen [8, 9]. Obwohl feststeht dass USANSPOL eine leistungsfähige Technik mit viel Potential ist, gibt es doch noch Probleme in der Analyse der Messdaten beziehungsweise in der theoretischen Modellierung. Dies liegt an der Komplexität der zu Grunde liegenden Theorie von Ultrakleinwinkelstreuung und steht in Verbindung mit nichttrivialen und sich (unter anderem) aus dem Aufbau des Experimentes ergebenden Integralen und Faltungen.

Bisher gibt es umfangreiche Beschreibungen, die ausgehend von theoretischen Modellen der untersuchten Proben, Anpassungsmethoden zu den gemessenen Daten liefern und somit Auswertungen der verwendeten Parameter erlauben [10]. Wünschenswert wäre es jedoch, mit einem komplett modellunabhängigen Ansatz an die Auswertung der Daten heranzutreten, da die gemessenen Streukurven im Prinzip keiner im Vorhinein bekannten mathematischen Funktion gehorchen und jeglicher Versuch, die Messdaten in solche Modelle einzubinden, mit Fehlern einhergehen beziehungsweise die Auswertung verfälschen könnte.

Diese modellunabhängige Datenauswertung war eigentliches Ziel der vorliegenden Arbeit. Es wurde versucht eine Anpassung der Messdaten ohne vorgegebene Funktionen zu erreichen und aus den sich ergebenden Kurven eine physikalische Streukurve zu errechnen, die anschließend mit Modellen der Streutheorie verglichen werden kann. Diese Vorgehensweise bereitet je-

doch einige Probleme und Schwierigkeiten, auf welche in späteren Kapiteln eingegangen wird. Außerdem wurden einige der schon existierenden Grundlagen der Berechnung einer theoretischen, physikalischen Streukurve numerisch berechnet und zum besseren Verständnis graphisch aufbereitet.

## 2 | Instrumente

### 2.1 Standorte

Das Atominstytut der TU Wien führt USANS Experimente an zwei Standorten mit vorhandenen Neutronenquellen durch. Einerseits am TRIGA Mark II Forschungsreaktor direkt am Atominstytut (maximale Neutronenflussdichte im Dauerbetrieb von  $1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  und thermische Leistung von  $250 \text{ kW}$ ) und andererseits am Institut Laue-Langevin in Grenoble, Frankreich (eine der stärksten Neutronenquellen der Welt, maximale Neutronenflussdichte von  $1.5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  und thermische Leistung von  $58.3 \text{ MW}$ ).

Durch den weit höheren Neutronenfluss am ILL, wird der Standort Grenoble verständlicherweise gerne für (am Atominstytut) vorbereitete Experimente genutzt um Messergebnisse mit höheren Intensitäten zu erzielen. Alle Messdaten, die für diese Arbeit verwendet wurden, stammen von Messungen am ILL im September 2012.

### 2.2 Experimenteller Aufbau

Das Herzstück der USANSPOL Experimente ist das Set-Up von zwei Siliziumeinkristallen als oben beschriebene Bonse-Hart Kamera. Die Siliziumeinkristalle sind in einer Weise geschnitten, sodass zwei parallele Ebenen so angeordnet sind, dass es zu Dreifachreflexion unter Bragg-Bedingung kommt. Auf der Seite, an welcher der Neutronenstrahl zwei Mal reflektiert wird, sind die Bereiche, in der die erste und die dritte der Reflexionen stattfinden, räumlich voneinander getrennt, um das Ausbreiten von Wellen durch Mehrfachreflexion zu verhindern (siehe Abbildung 2.1). In Abbildung 2.2 ist nun der komplette Versuchsaufbau zu sehen: Monochromator, magnetische Prismen ( $B \approx 0.9 \text{ T}$ ), welche die Neutronen polarisieren und Spin-Up und Spin-Down Neutronen räumlich aufspalten [7], die Probe (in der oben erwähnten Probenumgebung, die zusätzlich noch innerhalb eines großen Helmholtzspulenpaa-

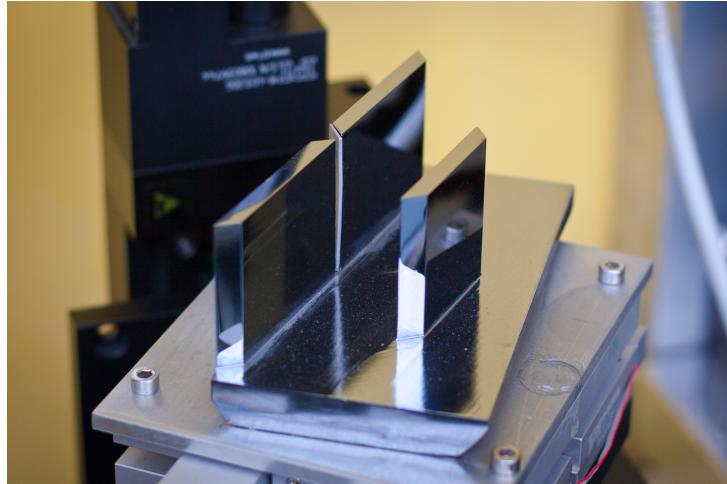


Abbildung 2.1: Analysator-Einkristall aus Silizium, aufgenommen an der USANSPOL-Anlage KWS am Atominstitut der TU-Wien.

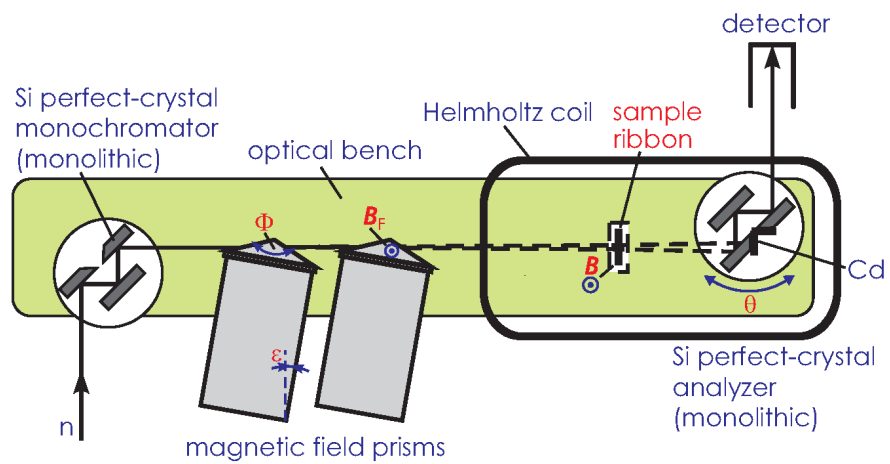


Abbildung 2.2: USANSPOL Versuchsanordnung. [23]

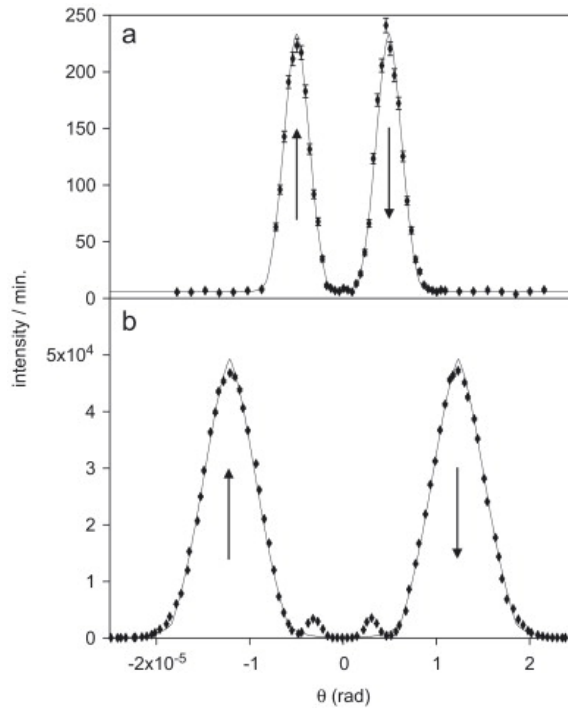


Abbildung 2.3: Die räumliche Trennung von Spin-Up und Spin-Down Neutronen wird in den Rockingkurven deutlich. Gemessen wurden diese Rockingkurven am Atominstitut der TU Wien (a) und am ILL in Grenoble (b) [13].

res sitzt, welches als Führungsfeld und Feldabschirmung dient), der drehbar gelagerte Analysator, sowie der Detektor. Die Probenumgebung ermöglicht ein Drehen der Probe in einen beliebigen Winkel zur z-Achse sowie ein Drehen der Neutronenpolarisation durch die Magnetfeldkonfiguration der 3D Helmholtz-Spulen-Anordnung [9]. Durch Drehen des Analysatorkristalles ohne eingesetzter Probe werden Instrumentenkurven, so genannte Rockingkurven, aufgenommen, welche die räumliche Trennung von Spin-Up und Spin-Down Neutronen sehr schön veranschaulichen (siehe Abbildung 2.3). Das Drehen des Analysatorkristalles entspricht einem Abrastern der Streuwinkel, da im Analysator natürlich wieder die Bragg-Bedingung erfüllt sein muss, um im Detektor Intensitäten aufzeichnen zu können. Ohne Aufspaltung der Spin-zustände der Neutronen durch ein magnetisches Prisma (USANS), wird statt einem Doppelpeak ein Einfachpeak erreicht. Wird in die Probenhalterung eine Probe, also ein (magnetisches) Metallband eingesetzt, kann man durch Drehen des Analysatorkristalles und Messen der Intensität eine Streukurve messen, die nun einer Faltung von Rockingkurve (transmittierte Neutronen) und physikalischer Streukurve (tatsächlich gestreute Neutronen) entspricht.

Aus dem experimentellen Aufbau wird klar, dass einerseits nur eine Auflösung in horizontaler Ebene erreicht wird (während über die vertikale Achse integriert werden muss, siehe Kapitel 3.2), andererseits wird es Aufgabe sein, die physikalische Streukurve aus der eigentlichen Messkurve durch Entfaltung mit der Rockingkurve zu berechnen. Auf die sich bei der Auswertung der gemessenen Daten ergebenden Probleme, wird im Folgenden eingegangen.



## 3 | Theoretische Behandlung

Um aus potentiellen, modellunabhängig berechneten Ergebnissen aus den Messdaten Aussagen über die Struktur der Probe tätigen zu können, wird es einer theoretisch berechneten, physikalischen Streukurve bedürfen. Eine solche wird in diesem Kapitel hergeleitet und die Ergebnisse analysiert. Bewusst wird auf die Herleitung allgemeiner Grundlagen zur Streutheorie bei USANSPOL Experimenten verzichtet (es sei auf zum Beispiel [10] verwiesen), um die hier relevanten Abschnitte kompakt und übersichtlich zu halten. Im Folgenden werden Vektoren durch fette Schriftart gekennzeichnet.

### 3.1 Herleitung der gestreuten Intensitätsverteilung

#### 3.1.1 Herleitung

Die Intensitätsverteilung nach Streuung an Strukturen ist proportional zum Betragsquadrat der mittleren Streulängendichte  $\rho(\mathbf{Q})$  [12]. Zu beachten ist hier die Abhängigkeit vom Streuvektor  $\mathbf{Q}$ . Die gestreute Intensität ist also proportional zum Betragsquadrat der Fourier-Transformation der mittleren Streulängendichte im realen Raum  $\rho(\mathbf{r})$ :

$$I(\mathbf{Q}) \propto |\rho(\mathbf{Q})|^2 = |\mathcal{F}(\rho(\mathbf{r}))|^2 \quad . \quad (3.1)$$

Die Streulängendichte ist nun abhängig von der lokalen Teilchendichte  $N$  (Einheiten pro Volumseinheit), der mittleren Neutronenstreulänge  $\langle b \rangle$ , dem Volumen  $V$  und der Streufunktion  $S(\mathbf{Q})$ :

$$|\rho(\mathbf{Q})|^2 = (N \langle b(\mathbf{Q}) \rangle V)^2 S(\mathbf{Q}) \quad . \quad (3.2)$$

Der Streuvektor ist so definiert, dass  $Q_x$  in Flugrichtung der Neutronen liegt,  $Q_y$  normal dazu in horizontaler Ebene und  $Q_z$  vervollständigt das orthogonale

Dreibein in vertikaler Richtung. Bei USANS Experimenten ist  $Q_x$  vernachlässigbar klein.

Will man nun eine Formel für die Intensitätsverteilung bei USANSPOL Experimenten herleiten, müssen Annahmen über betrachtete Geometrie, Magnetisierung der Probe und Polarisation der Neutronen getroffen werden. Hier ist ein quaderförmiges Volumen  $V$  angenommen, jedoch mit vernachlässigbarer Dicke. Daraus ergibt sich eine rechteckige Fläche mit Höhe  $a$  und Seitenlänge  $b$ . Die Magnetisierung der Probe soll vorerst in  $z$ -Achse liegen. Die Polarisation der Neutronen ist ebenfalls in  $z$ -Achse gewählt, also vertikal zu deren Flugrichtung. Mit dieser Annahme kann nun die Neutronenstrelänge durch

$$\langle b(\mathbf{Q}) \rangle = b_c \pm b_m \hat{M}_{\perp z}(\mathbf{Q}) f_m(\mathbf{Q}) \quad (3.3)$$

definiert werden, wobei  $b_c$  die kohärente nukleare Strelänge,  $b_m$  die magnetische Strelänge,  $\hat{M}_{\perp z}(\mathbf{Q})$  den Einheitsvektor der mittleren Magnetisierung der Probe normal zur Streuebene (hier in  $z$ -Richtung angenommen) und  $f_m$  den magnetischen Formfaktor repräsentiert. Die magnetische Strelänge ist gegeben durch  $b_m = -\gamma_n r_e S$ , mit dem gyromagnetischen Verhältnis des Neutrons  $\gamma_n = -1.913$ , klassischem Elektronenradius  $r_e = 2.818 \text{ fm}$  und effektivem Spin  $S$ . Der magnetische Formfaktor kann, da der Streuvektor sehr klein ist, durch eins angenähert werden. Die Polarisation der Neutronen in vertikaler Richtung, legt den Erwartungswert des Spinoperators  $\langle \sigma \rangle$  durch die Pauli-Matrix  $\sigma_z = \pm 1$  fest, woraus sich das  $\pm$  auf der rechten Seite von Gleichung (3.3) ergibt - es sind nur Spin-Up (+) und Spin-Down (-) Einstellungen des Neutrons möglich.

Die Magnetisierung  $M$  (der Probe) ist gegeben durch

$$\mathbf{J} = \text{rot} \mathbf{M} \quad , \quad (3.4)$$

wobei  $\mathbf{J}$  die Stromdichte ist. Natürlich gilt - mit Magnetfeld  $\mathbf{B}$  und Vektorpotential  $\mathbf{A}$  - auch  $\mathbf{B} = \text{rot} \mathbf{A}$ ,  $\Delta \mathbf{A} = -\mu_0 \mathbf{J}$  sowie  $\text{rot} \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{J}$ , sowie die Fourier-Transformierten

$$\mathbf{B}(\mathbf{Q}) = -i\mathbf{Q} \times \mathbf{A}(\mathbf{Q}) \quad , \quad \mathbf{A}(\mathbf{Q}) = \frac{\mu_0}{Q^2} \mathbf{J}(\mathbf{Q}) \quad , \quad \mathbf{J}(\mathbf{Q}) = -i\mathbf{Q} \times \mathbf{M}(\mathbf{Q}) \quad . \quad (3.5)$$

Drückt man aus den Gleichungen (3.5) nun das Magnetfeld aus, ergibt sich

$$\mathbf{B}(\mathbf{Q}) = -i\mathbf{Q} \times \left( -i \frac{\mu_0}{Q^2} \mathbf{Q} \times \mathbf{M}(\mathbf{Q}) \right) \quad . \quad (3.6)$$

Für die Komponente der Magnetisierung normal zur Streuebene, also in diesem Fall die vertikale  $z$ -Richtung, gilt

$$\mathbf{B}(\mathbf{Q}) = \mu_0 \mathbf{M}_{\perp z}(\mathbf{Q}) \quad . \quad (3.7)$$

Wie weiter oben bereits erwähnt, kann die Komponente  $Q_x$  von  $\mathbf{Q}$  vernachlässigt werden, was die Auswertung der Kreuzprodukte einfach macht (es bleibt lediglich die x-Komponente übrig, da in den anderen Komponenten  $Q_x$  vorhanden ist) und somit auf folgende Gleichung führt:

$$\hat{M}_{\perp z}(\mathbf{Q}) = \frac{Q_y}{Q^2} (Q_y \hat{M}_z - Q_z \hat{M}_y) \quad . \quad (3.8)$$

Damit lässt sich die Intensität  $I$  durch

$$I(\mathbf{Q}) = N^2 V^2 S(\mathbf{Q}) \left[ b_c \pm b_m \left( \frac{Q_y}{Q^2} (Q_y \hat{M}_z - Q_z \hat{M}_y) \right) \right]^2 \quad (3.9)$$

beschreiben.

Es gilt also noch die Streufunktion  $S(\mathbf{Q})$  zu definieren. Die Streufunktion ergibt sich in der Born'schen Näherung als Fourier-Transformierte des Potentials, wobei das Fermi-Pseudopotential [10], ein Kontaktpotential, verwendet wird. Dies ist insofern gerechtfertigt, als die Reichweite der Kernkräfte ( $\approx 10^{-15} m$ ) eine viel geringere ist, als die Größenordnung der Wellenlänge thermischer Neutronen ( $\approx 1 \text{Å} = 10^{-10} m$ ). Das Streupotential lässt sich dadurch als Summe der einzelnen Fermi-Pseudopotentiale der Kerne schreiben als

$$V(\mathbf{r}) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} \sum_j b_j \delta(\mathbf{r} - \mathbf{r}_j) \quad . \quad (3.10)$$

Siehe dazu auch [10, 11] für genauere Abhandlungen.

Die Streufunktion  $S(\mathbf{Q})$  ist nun abhängig von der Geometrie des Streuers, die zum Beispiel plättchen- oder kugelförmig angenommen werden kann. Hier wird als Beispiel die Streufunktion eines plättchenförmigen Streuers mit Seitenlängen  $a$  und  $b$  berechnet, für andere Geometrien sei zum Beispiel auf [10] oder [11] verwiesen. Die Streufunktion ist so definiert, dass  $S(\mathbf{Q} = 0) = 1$  gilt und ergibt sich zu

$$S(\mathbf{Q}) = \frac{1}{V^2} \left| \int_{-\frac{a}{2}}^{\frac{a}{2}} \int_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} e^{iQ_y r_y} e^{iQ_z r_z} dr_y dr_z \right|^2 \quad . \quad (3.11)$$

Auflösen des Integrals und Umformen bringt:

$$S(\mathbf{Q}) = \frac{1}{V^2} \left| \left( \frac{1}{iQ_y} e^{iQ_y r_y} \right) \Big|_{-\frac{b}{2}}^{\frac{b}{2}} \cdot \left( \frac{1}{iQ_z} e^{iQ_z r_z} \right) \Big|_{-\frac{a}{2}}^{\frac{a}{2}} \right|^2 \quad (3.12)$$

$$= \frac{1}{V^2} \left| \frac{b}{2} \frac{1}{iQ_y} \left( e^{i\frac{b}{2}Q_y} - e^{-i\frac{b}{2}Q_y} \right) \cdot \frac{a}{2} \frac{1}{iQ_z} \left( e^{i\frac{a}{2}Q_z} - e^{-i\frac{a}{2}Q_z} \right) \right|^2 \quad (3.13)$$

$$= \frac{1}{V^2} \left| 2 \frac{b}{2} \operatorname{sinc}\left(\frac{b}{2}Q_y\right) \cdot 2 \frac{a}{2} \operatorname{sinc}\left(\frac{a}{2}Q_z\right) \right|^2 \quad (3.14)$$

$$= \frac{a^2 b^2}{V^2} \operatorname{sinc}^2\left(\frac{b}{2}Q_y\right) \operatorname{sinc}^2\left(\frac{a}{2}Q_z\right) \quad (3.15)$$

$$= \operatorname{sinc}^2\left(\frac{b}{2}Q_y\right) \operatorname{sinc}^2\left(\frac{a}{2}Q_z\right) \quad , \quad (3.16)$$

wobei  $\operatorname{sinc}(x)$  durch den Sinus cardinalis mit

$$\operatorname{sinc}(x) = \frac{\sin(x)}{x} = \frac{1}{x} \frac{(e^{ix} - e^{-ix})}{2i} \quad (3.17)$$

gegeben ist.

Die Intensität ergibt sich somit zu

$$I(\mathbf{Q})_{P,M\uparrow\downarrow} = N^2 (ab)^2 \operatorname{sinc}^2\left(\frac{b}{2}Q_y\right) \operatorname{sinc}^2\left(\frac{a}{2}Q_z\right) \cdot \left[ b_c \pm b_m \left( \frac{Q_y}{Q^2} (Q_y \hat{M}_z - Q_z \hat{M}_y) \right) \right]^2 \quad (3.18)$$

für Streuung von in z-Richtung polarisierten Neutronen an einer in  $(0, M_y, M_z)$ -Richtung magnetisierten Probe.

Für einen in beliebige Richtung polarisierten Neutronenstrahl muss diese Gleichung erweitert werden. Ruft man sich Gleichung (3.8) für die Magnetisierung in z-Achse in Erinnerung, so lässt sich die Magnetisierung in y-Achse (also horizontal zur Flugrichtung der Neutronen) durch einen ähnlichen Ausdruck beschreiben:

$$\hat{M}_{\perp y}(\mathbf{Q}) = -\frac{Q_z}{Q^2} (Q_y \hat{M}_z - Q_z \hat{M}_y) \quad . \quad (3.19)$$

Eine Intensitätsverteilung für beliebige Polarisation der Neutronen und Magnetisierung der Probe, muss also eine Linearkombination von  $\hat{M}_y$  und  $\hat{M}_z$  mit den Polarisationsfaktoren  $P_y$  und  $P_z$  (wobei jeweils  $0 \leq P \leq 1$  und

$P_y + P_z = 1$  gelten muss) als entsprechende Vorfaktoren sein. Insgesamt ergibt sich dadurch eine für beliebige Anordnungen zwischen Neutronenpolarisation und Magnetisierung der Probe geltende Intensitätsverteilung von

$$I(\mathbf{Q})_{P,M\text{bel.}} = N^2 (ab)^2 \operatorname{sinc}^2\left(\frac{b}{2}Q_y\right) \operatorname{sinc}^2\left(\frac{a}{2}Q_z\right) \cdot \left[ b_c \pm (P_z Q_y - P_y Q_z) b_m \left( \frac{1}{Q^2} (Q_y \hat{M}_z - Q_z \hat{M}_y) \right) \right]^2 \quad (3.20)$$

### 3.1.2 Graphische Darstellung der Intensitätsverteilung

Diese nun gewonnene Intensitätsverteilung nach Streuung in Abhängigkeit von den Anteilen des Streuvektors  $Q_y$  und  $Q_z$  (Gleichung (3.20)), kann nun graphisch dargestellt werden. Dafür wurde die Mathematik Software Wolfram *Mathematica*<sup>®</sup> 8.0, so wie auch für alle weiteren Berechnungen - so lange nicht anders angegeben - verwendet. Wichtig zu bemerken ist auch, dass die hier angegebene relative Lage zwischen Polarisation der Neutronen und Magnetisierung der Probe (außer wenn diese in die gleiche Richtung zeigen), in der Realität nur bedingt erfüllt ist. Fliegen zum Beispiel Neutronen, die in Positiver z-Richtung polarisiert sind, auf eine Probe die in der Richtung  $45^\circ$  zur z-Achse magnetisiert ist, wird sich der Spin der Neutronen bei Eintritt in das Feld welches die Magnetisierung der Probe bewirkt, unweigerlich bis zu einem gewissen Grad ebenso in diese Richtung drehen. Für folgende Darstellungen und Berechnungen der Intensitäten wird dies aber vernachlässigt und es sei darauf hingewiesen, dass dieser Sachverhalt einer genaueren Betrachtung und Analyse bedarf.

Wie man in Gleichung (3.20) erkennen kann, spielen Polarisation der Neutronen und Magnetisierung der Probe natürlich nur dann eine Rolle in der Intensitätsverteilung, wenn die magnetische Streulänge  $b_m$  nicht Null ist. Arbeitet man mit (annähernd) amorphen Proben, kann jedoch durch Abwesenheit einer Körnigkeit der Probe die Kernstreuung vernachlässigt und somit  $b_c = 0$  gesetzt werden. USANSPOL dient meist zur Charakterisierung von magnetischen Materialien und die dabei relevante magnetische Streuung bei Vernachlässigung der Kernstreuung wird hier analysiert.

Für Streuer mit Abmessungen von angenommen  $a = 3 \mu\text{m}$  und  $b = 5 \mu\text{m}$ , ist Gleichung (3.20) für einen Bereich von  $Q_y = Q_z = \{-4, 4\}$  (in Mikrometern) in Abbildung 3.1 dargestellt. Vorerst sind sowohl Kernstreuung, als auch magnetische Streuung berücksichtigt und die Magnetisierung der Probe ( $M$ ) zeigt, so wie Polarisation ( $P$ ) der einfallenden Neutronen, in positive Richtung der z-Achse ( $P = M = \uparrow$ ). Abbildung 3.2 zeigt hingegen das glei-

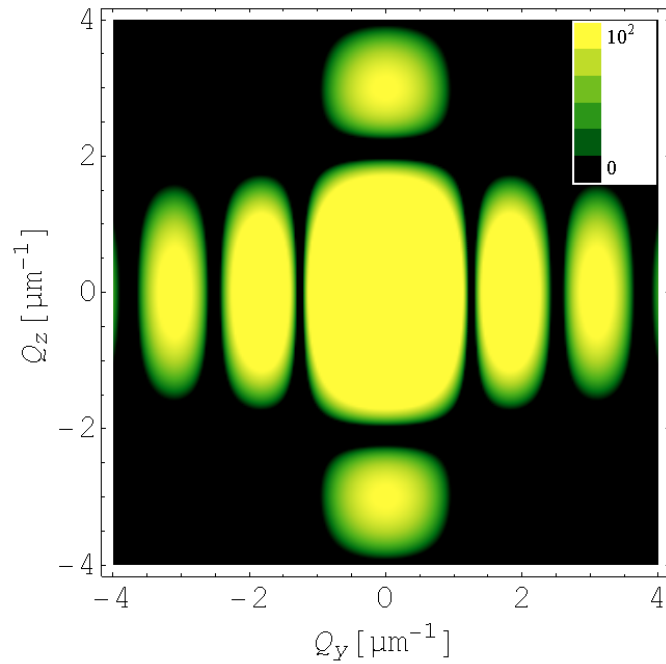


Abbildung 3.1: Intensitätsverteilung bei magnetischer- sowie Kernstreuung, für plättchenförmige Streuer mit einer Höhe von  $a = 3 \mu m$  und einer Breite von  $b = 5 \mu m$ , in Abhängigkeit von  $Q_y$  und  $Q_z$ .

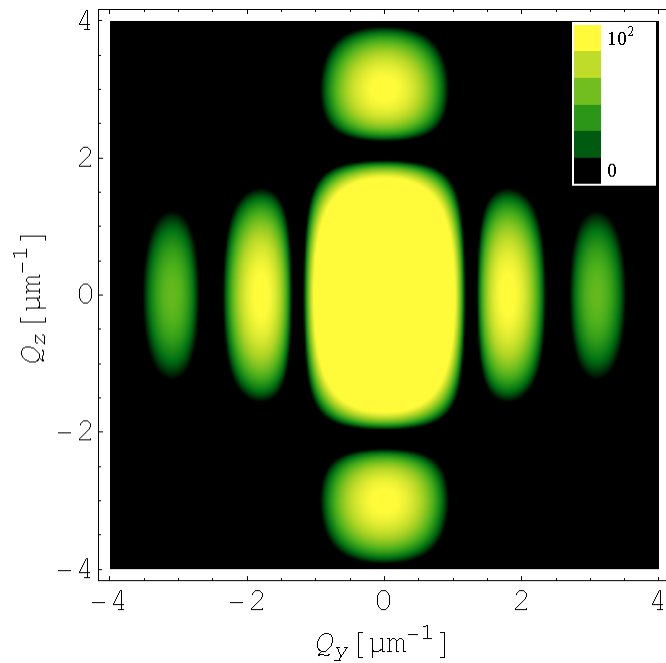


Abbildung 3.2: Intensitätsverteilung für reine Kernstreuung, mit gleichem Setup wie in Abbildung 3.1.

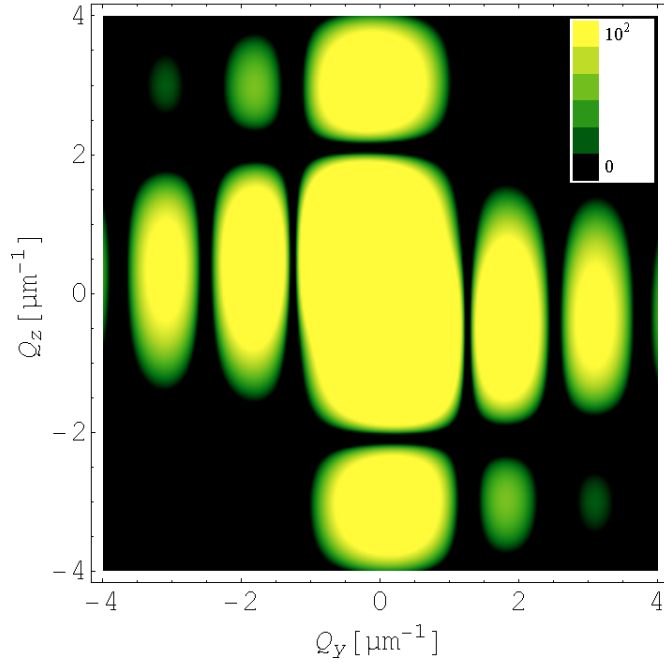


Abbildung 3.3: Magnetische- und Kernstreuung bei Polarisation der Neutronen und Magnetisierung der Probe in jeweils  $45^\circ$  zur  $z$ -Achse.

che Set-Up, aber nun ohne magnetische Streuung, also mit  $b_m = 0$ . Man kann erkennen, dass die zusätzliche magnetische Streuung der Neutronen in Abbildung 3.1 einen Beitrag um  $Q_z = 0$  herum liefert, die Neutronen streuen alle an den ebenso in  $z$ -Richtung ausgerichteten Spins der Probe. Dieses Verhalten fällt in Abbildung 3.2 natürlich weg, da  $b_m = 0$  und man erhält ein Streumuster, das sich ausschließlich durch die Dimensionen der Streuer und den Sinc-Funktionen in Gleichung (3.20) ergibt. Das Streubild bleibt um  $Q_y = 0$  hingegen weitgehend unverändert.

Legt man nun sowohl  $P$  als auch  $M$  in  $45^\circ$  zur  $z$ -Achse ( $P = M = \nearrow$ ), zeigt Abbildung 3.3 klar, dass die magnetische Streuung zusätzliche Intensität in der Diagonale zwischen Quadranten II und IV bringt (da  $P$  und  $M$  in der Diagonale der Quadranten I und III liegen), die Kernstreuung aber dennoch weiterhin dominiert und magnetische Effekte so schwierig messbar wären.

Anders gestaltet sich die Situation bei rein magnetisch vorliegender Streuung. Lässt man erneut, wie in Abbildung 3.1,  $P$  und  $M$  in positive Richtung der  $z$ -Achse zeigen, erhält man, wie erwartet, eine Intensitätsverteilung wie sie in Abbildung 3.4 dargestellt ist. Da die Neutronen  $P = \uparrow$  aufweisen und so allesamt an der Probe mit  $M = \uparrow$  streuen, ist die gesamte gestreute Intensität

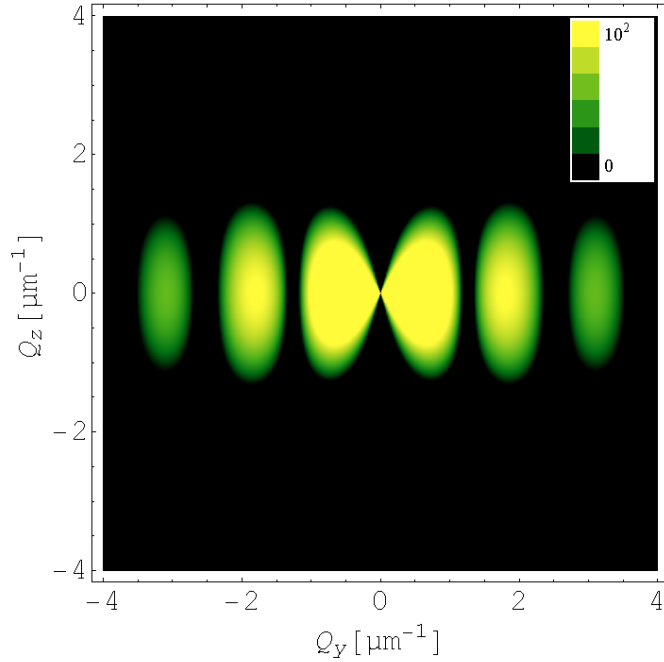


Abbildung 3.4: Rein magnetische Streuung von in positiver z-Richtung polarisierten Neutronen, an ebenso in positiver z-Richtung magnetisierter Probe.

periodisch um die Achse  $Q_z = 0$  verteilt. Drehen der Probe (mit der aktuellen Probenumgebung möglich, siehe Kapitel 1.3 und [9]) und Beibehaltung von  $P$  und  $M$  relativ dazu, ergibt das in Abbildung 3.4 gezeigte Streubild, jedoch um den entsprechenden Winkel verdreht.

Abbildung 3.5 zeigt nun rein magnetische Streuung mit  $P = M = \nearrow$ , wobei der Unterschied zu Abbildung 3.3, wo bei gleichem Setup auch Kernstreuung berücksichtigt wurde, deutlich ist. Die Diagonale in Richtung von  $P$  und  $M$  ist nun in der Intensitätsverteilung durch die magnetische Streuung komplett unterdrückt und der Effekt ist nicht mehr nur eine Verzerrung des Musters der Kernstreuung wie zuvor. Wie ein magnetisches Streubild für verschieden ausgerichtete  $P$  und  $M$  aussieht, ist zum Beispiel in Abbildung 3.6 illustriert, wobei  $P = \uparrow$  und  $M = \nearrow$  angenommen wurde. Im Zentrum der beiden Anteile des Streuvektors lässt sich gut erkennen, dass nun keine Intensität in der Achse von  $Q_y = 0$ , aber auch keine Intensität bei exakt  $45^\circ$  dazu vorhanden ist. Es streuen also einerseits alle Neutronen an der magnetisierten Probe, doch ist es unmöglich genau in die Richtung der Magnetisierung zu streuen. Die restliche Verteilung der Intensität ergibt sich dann wieder durch die Dimensionen der Streuer, welche in Gleichung (3.20) über den Sinus cardinalis in das Streumuster eingehen.



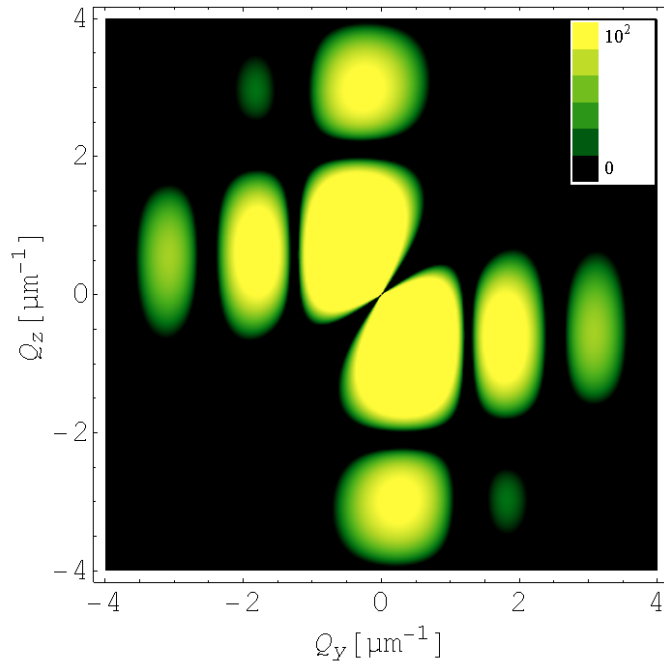


Abbildung 3.5: Magnetische Streuung für Polarisation der Neutronen, sowie Magnetisierung der Probe in  $45^\circ$  zur z-Achse.

## 3.2 Berechnung einer physikalischen Streukurve

Nach Herleitung der von  $Q_y$  und  $Q_z$  abhängigen Streuintensität (Gleichung (3.20)) und eingehender (graphischer) Untersuchung eben dieser, ist es nun wichtig auf die Probleme einzugehen, die sich aus dem experimentellen Aufbau ergeben. Dieser Abschnitt beschäftigt sich mit der so genannten „Schlitzhöhenverschmierung“, also der schon in Kapitel 2.2 erläuterten Einschränkung der Auflösung des Experiments auf eine Dimension, sowie mit der statistischen Verteilung der Ausdehnungen der betrachteten Streuer innerhalb der Probe, die zum Beispiel mit Gauß-Verteilungen modelliert werden kann.

### 3.2.1 Schlitzhöhenverschmierung

Die Schlitzhöhenverschmierung, sprich die Integration über die vertikale z-Komponente des Streuvektors  $Q_z$  in Gleichung (3.20), ergibt sich wie schon in Kapitel 2.2 beschrieben, durch den experimentellen Aufbau und die damit verbundene Beschränkung des Auflösungsvermögens von USANSPOL Expe-

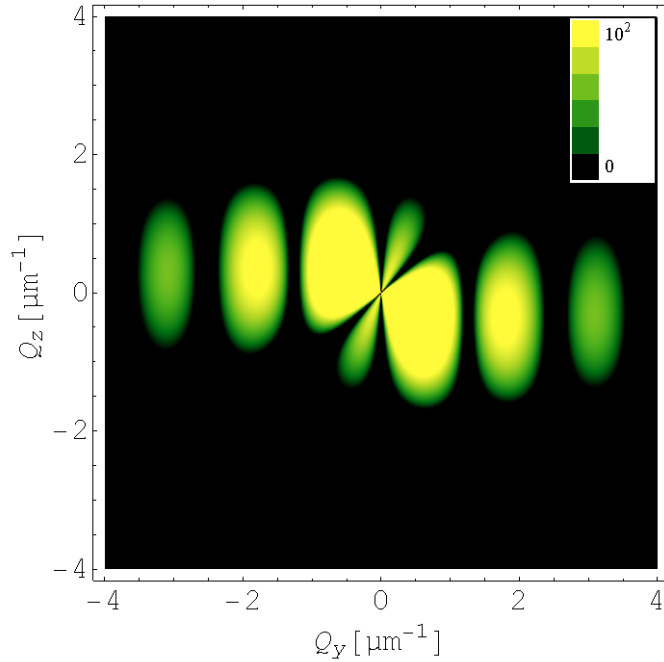


Abbildung 3.6: Magnetische Streuung von in positiver z-Richtung polarisierten Neutronen, an einer in  $45^\circ$  dazu magnetisierten Probe.

rimenten auf eine Dimension. Solche Streuintensitätsverteilungen in Abhängigkeit von  $Q_y$ , sind im Prinzip genau die Kurven die man aus den experimentellen Messdaten filtern möchte (beziehungsweise gegeneinander verschobene Summen der beiden Spin-Komponenten, da bei Polarisation der Neutronen in z-Achse sowohl Spin-Up als auch Spin-Down Zustände gleichermaßen vorhanden und räumlich voneinander getrennt sind). Die  $Q_z$ -Integration lässt sich, numerisch, in *Mathematica*<sup>®</sup> relativ einfach behandeln. Verwendet wurde hier die *Mathematica*<sup>®</sup>-interne „NIntegrate“ Integrationsmethode, bei der das Integral numerisch durch rekursives Unterteilen des Integrationsbereiches angenähert wird. Für plättchenförmige Streuer mit Seitenlängen  $3 \mu m$  normal zur Streuebene und  $5 \mu m$  in Streuebene, ist die sich ergebende Intensitätsverteilung in Abbildung 3.7 dargestellt. Die Polarisation der Neutronen wurde, so wie die Magnetisierung der Probe, in positiver z-Achse angenommen (also in Konsistenz mit der Notation aus dem vorigen Kapitel  $P = M = \uparrow$ ) und es wird sowohl Kernstreuung, als auch magnetische Streuung berücksichtigt. Bei Integration über  $Q_z$  wurde die Stelle  $Q_y = 0$  ausgenommen, da es sonst zu einer Division durch Null kommt. Dies ist bei sehr kleinen Schrittweiten insofern gerechtfertigt, da so Ergebnisse bis beliebig genau an Null heran erzielt werden können und für eine qualitative Aussage ausreichend sind.

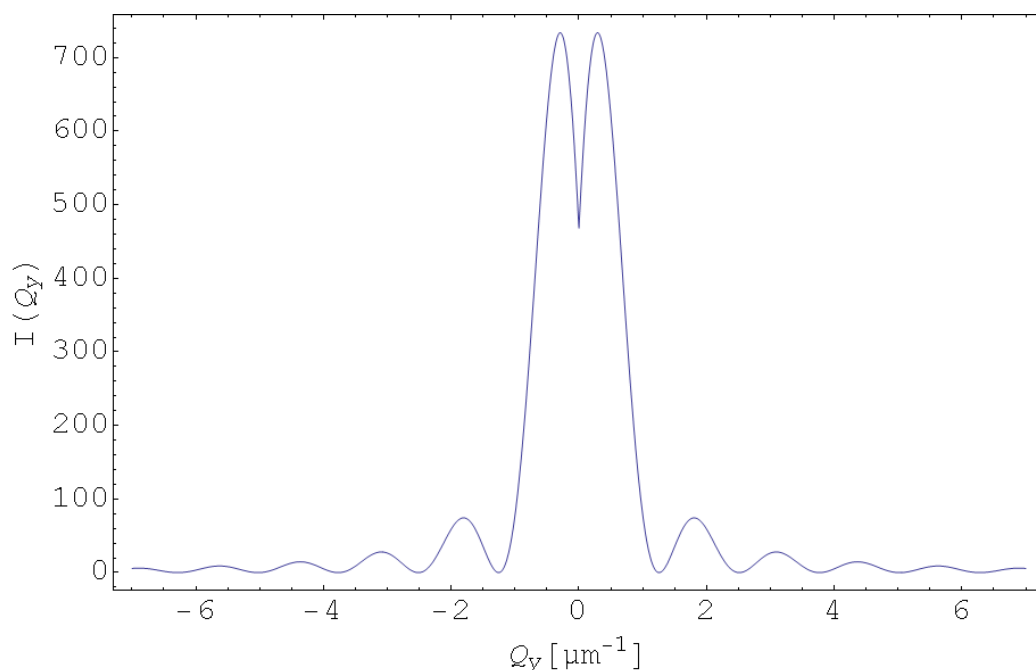


Abbildung 3.7: Streuintensität in Abhängigkeit von  $Q_y$  nach Integration über die Komponente  $Q_z$  aus Abbildung 3.1.

Anschaulich zeigt Abbildung 3.7 die Intensität der gestreuten Neutronen in Abhängigkeit von  $Q_y$  nach Integration über die Komponente  $Q_z$  aus Abbildung 3.1. Es lässt sich erneut die Periodizität in der Intensitätsverteilung, welche sich aus den Sinc-Funktionen in Gleichung (3.20) ergibt, schön erkennen. Alle Beschreibungen des Verhaltens dieser Gleichung für verschiedene Polarisierungen der Neutronen beziehungsweise Magnetisierungen der Probe, sowie unterschiedlich angenommene Streuarten (magnetische, Kern- oder kombinierte Streuung der beiden Möglichkeiten) aus Kapitel 3.1.2, behalten auch hier ihre Gültigkeit. Von Interesse ist es nun, ein sich aus magnetischer Streuung ergebendes Streubild darzustellen. Dies geschieht in Abbildung 3.8, wo  $P = M = \uparrow$  und  $b_c = 0$  ist, also rein magnetische Streuung dargestellt ist. Ein Vergleich mit Abbildung 3.7 zeigt deutlich die nun unterdrückte Intensität bei  $Q_y = 0$ , da hier magnetische Streuung nur in y-Richtung erfolgen kann und die dafür verantwortliche Komponente der Magnetisierung  $M_{\perp y}$  normal auf die Neutronenpolarisation steht und damit die beiden Produkte in Gleichung (3.20) verschwinden. Dies ist in Korrespondenz mit Abbildung 3.4 zu sehen.

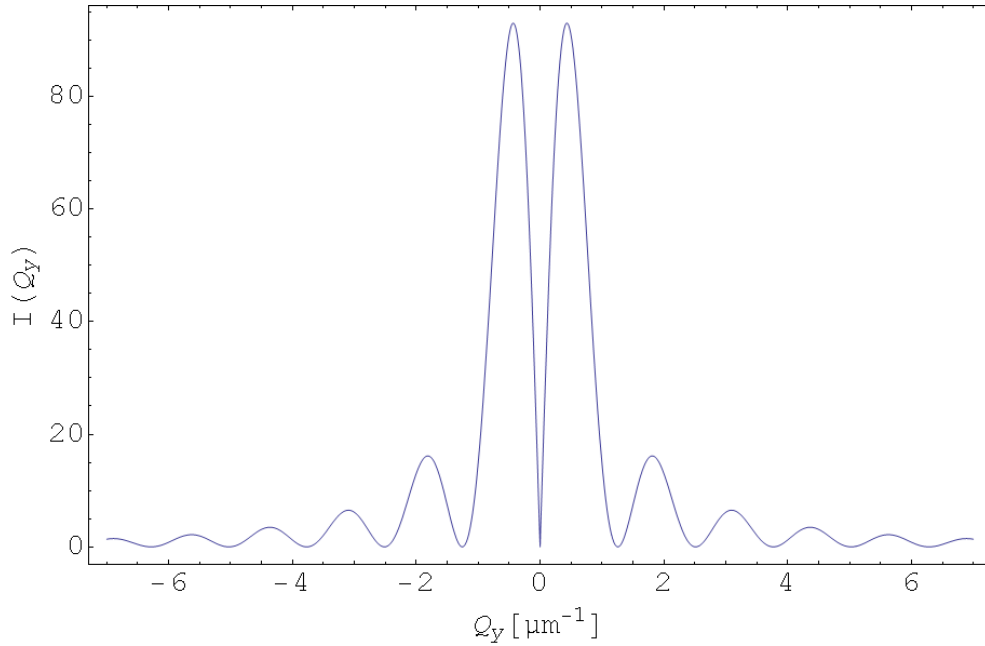


Abbildung 3.8: Streuintensität bei rein magnetischer Streuung und  $P = M = \uparrow$ , zu beachten ist die zu Null sinkende Intensität bei  $Q_y = 0$ .

### 3.2.2 Gauß-Verteilung der Streuer

Da die Streuer der Probe nie exakt bestimmten Abmessungen entsprechen, sondern viel mehr statistisch um einen Mittelwert verteilt sind, ist es sinnvoll, eine gewisse Verteilung der Abmessungen anzunehmen. Es scheint gerechtfertigt, mit einer Gauß-Verteilung zu arbeiten und es gilt nun, Gleichung (3.20) um diese Überlegungen zu erweitern.

Eine Gauß- oder Normalverteilung ist gegeben durch

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2}, \quad (3.21)$$

wobei  $\mu$  für den Erwartungswert und  $\sigma^2$  für die Varianz steht. Für den vorliegenden Fall müssen in Gleichung (3.20) also die Abmessungen der Streuer,  $a$  und  $b$ , mit

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{a}{\sigma_a} - \frac{a_0}{\sigma_a}\right)^2} \quad (3.22)$$

respektive

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{b}{\sigma_b} - \frac{b_0}{\sigma_b}\right)^2} \quad (3.23)$$

verschmiert werden, wobei  $a_0$  beziehungsweise  $b_0$  die Erwartungswerte der Abmessungen darstellen. Insgesamt ergibt sich nach Zusammenfassen der

Vorfaktoren der Gauß-Verschmierungen für beliebige Polarisierungen  $P$  und Magnetisierungen  $M$

$$\begin{aligned}
I(\mathbf{Q}, a, b) &= N^2(a b)^2 \frac{1}{2\pi\sigma^2} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{a}{\sigma_a} - \frac{a_0}{\sigma_a}\right)^2} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{b}{\sigma_b} - \frac{b_0}{\sigma_b}\right)^2} \\
&\cdot \operatorname{sinc}^2\left(\frac{b}{2}Q_y\right) \operatorname{sinc}^2\left(\frac{a}{2}Q_z\right) \\
&\cdot \left[ b_c \pm (P_z Q_y - P_y Q_z) b_m \left( \frac{1}{Q^2} (Q_y \hat{M}_z - Q_z \hat{M}_y) \right) \right]^2 .
\end{aligned} \tag{3.24}$$

Offensichtlich erhält man nun für die Auswertung der Intensität, die nur von  $Q_y$  abhängen soll, ein Dreifachintegral über  $a$ ,  $b$  und  $Q_z$ :

$$\begin{aligned}
I(Q_y) &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} N^2(a b)^2 \frac{1}{2\pi\sigma^2} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{a}{\sigma_a} - \frac{a_0}{\sigma_a}\right)^2} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{b}{\sigma_b} - \frac{b_0}{\sigma_b}\right)^2} \\
&\cdot \operatorname{sinc}^2\left(\frac{b}{2}Q_y\right) \operatorname{sinc}^2\left(\frac{a}{2}Q_z\right) \\
&\cdot \left[ b_c \pm (P_z Q_y - P_y Q_z) b_m \left( \frac{1}{Q^2} (Q_y \hat{M}_z - Q_z \hat{M}_y) \right) \right]^2 da db dQ_z .
\end{aligned} \tag{3.25}$$

Nach einigen Versuchen wurden hier zwei Lösungsvarianten entwickelt. Einerseits entstand eine „Hybridmethode“, welche die Integrationen über  $a$  und  $b$  analytisch durchführt *bevor*  $\sigma_{a/b}$  definiert werden und die  $Q_z$  Integration numerisch erfolgt. Andererseits war es aber Ziel die Streukurven komplett numerisch zu berechnen, um die bis dato analytisch erzielten Ergebnisse vergleichen zu können. So wurde eine quasi Monte-Carlo Integration implementiert, die bei einer Rechendauer von knapp einer Minute alle drei Integrale numerisch löst. Quasi bedeutet hier, dass nicht komplett zufällige, sondern viel mehr äquidistante, deterministisch generierte Punkte ausgewertet werden.

Bei Berechnung mit der Hybridmethode ergeben sich bei analytischer Integration von Gleichung (3.25) imaginäre Anteile. Problematisch sind hier die Integrationen der Gaußschen, sowie der Sinc-Funktionen. Es bedarf also einer genaueren Betrachtung dieser unbeschränkten Integrale. Es ist allgemein bekannt, dass das Gaußsche Integral durch

$$\int_{-\infty}^{\infty} e^{-x^2} dx = \sqrt{\pi} \tag{3.26}$$

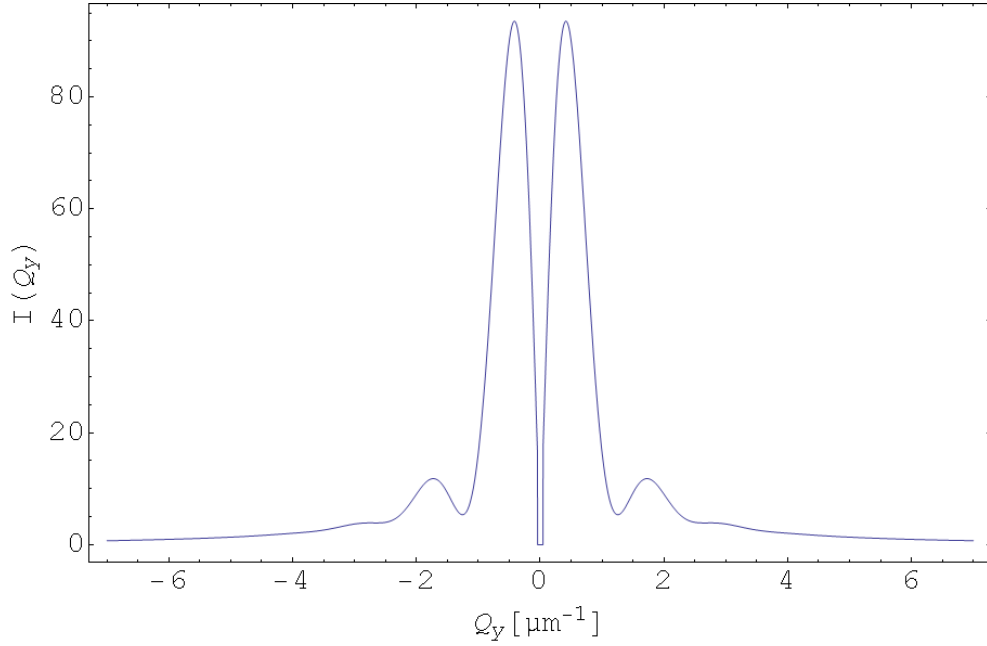


Abbildung 3.9: Magnetische Streuung an Streuern mit Gauß-Verteilten Abmessungen. Die Intensitätsmaxima verschmieren zusehends.

gegeben ist. Weiters kann man zeigen, dass

$$\int_{-\infty}^{\infty} \text{sinc}(x) dx = \pi \quad (3.27)$$

und insbesondere dass

$$\text{Im} \left( \int_{-\infty}^{\infty} \text{sinc}(x) dx \right) = 0 \quad (3.28)$$

gilt [22]. Die Imaginärteile die sich aus der analytischen Integration von Gleichung (3.25) ergeben, sind also auf Fehler in der Integrationsmethode zurückzuführen, was sich auch bei Betrachtung der Größenordnung dieser Imaginärteile, die im Bereich von weniger als  $10^{-15}$  liegt, bestätigt.

Abbildung 3.9 zeigt Gleichung (3.24) nach Ausführung des Dreifachintegrals, also die Intensität in Abhängigkeit von  $Q_y$ . Die verwendeten Werte sind hier  $b_c = 0$ ,  $b_m = 1$ ,  $P = M = \uparrow$  und  $\frac{\sigma_a}{a_0} = \frac{\sigma_b}{b_0} = 0.15$  (also  $\sigma_a = 0.54$  und  $\sigma_b = 0.75$ ), mit nach wie vor gleichen Abmessungen der Streuer wie in den bisherigen Abbildungen, sprich  $a = 3 \mu m$  und  $b = 5 \mu m$ . Verglichen mit der Streukurve ohne Gauß-Verteilung der Streuer aus Abbildung 3.8,

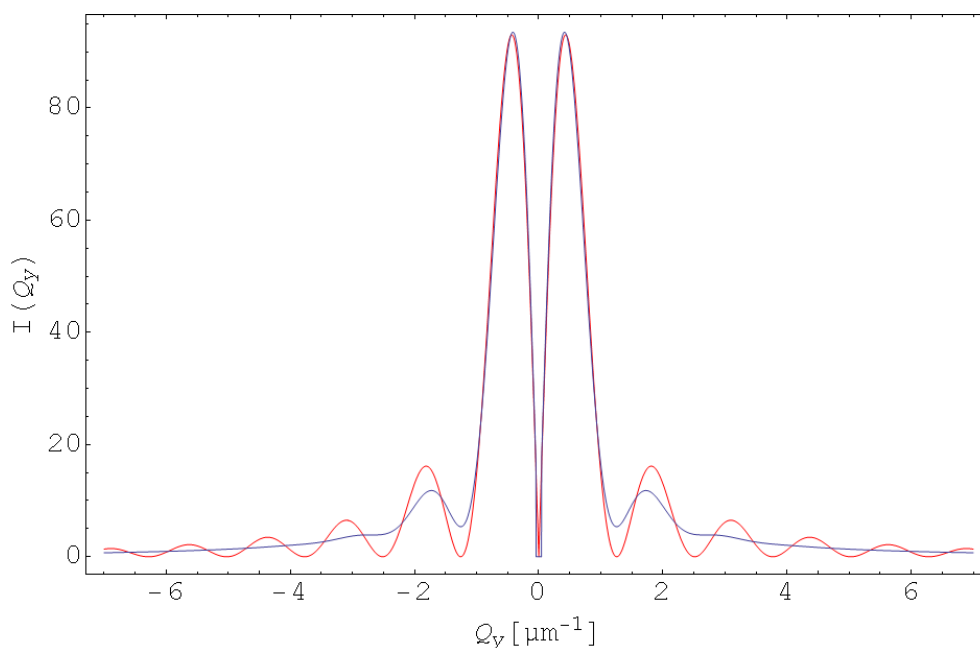


Abbildung 3.10: Vergleich zwischen magnetischer Streuung an Streuern mit diskreten Abmessungen und Streuung an Gauß-verteilten Streuern.

erkennt man als Auswirkung ein Verschmieren der (Neben-)Maxima (Abbildung 3.10). Vergrößert man die Werte der Varianzen, werden die Nebenmaxima in der Intensitätsverteilung weiter verschmieren, bis sie schließlich, wie in Abbildung 3.11 zu sehen, wo  $\frac{\sigma_a}{a_0} = \frac{\sigma_b}{b_0} = 0.5$  ist, gänzlich verschwinden. Die Auswirkungen der Gauß-Verschmierungen sind natürlich auch schon vor der Integration über  $Q_z$  sichtbar. In Abhängigkeit von  $Q_y$  und  $Q_z$ , wird die Intensitätsverteilung wie sie für magnetische Streuung bei  $P = M = \uparrow$  in Abbildung 3.4 dargestellt ist, zu einer Verteilung wie sie in Abbildung 3.12 zu sehen ist, verschmiert. Diese Verteilung ergibt sich bei Varianzen von  $\frac{\sigma_a}{a_0} = \frac{\sigma_b}{b_0} = 0.15$ , nach der Schlitzhöhenverschmierung wird sie zu Abbildung 3.11.

Findet man also modellunabhängig eine bestimmte Streukurve, gilt es die entsprechenden Daten mit oben gezeigten Kurven der jeweiligen Spin-Komponenten zu vergleichen und die Parameter entsprechend anzupassen. Es ist wichtig sich erneut in Erinnerung zu rufen, dass die Ableitung der gestreuten Intensität in Kapitel 3.1.1 nur *eine* mögliche Geometrie der Streuer annimmt, es also für Analysen essentiell ist, die passende Geometrie der Streuer der Probe zu eruieren, beziehungsweise bei Kenntnis davon, die entsprechende Intensitätsverteilung zu verwenden.

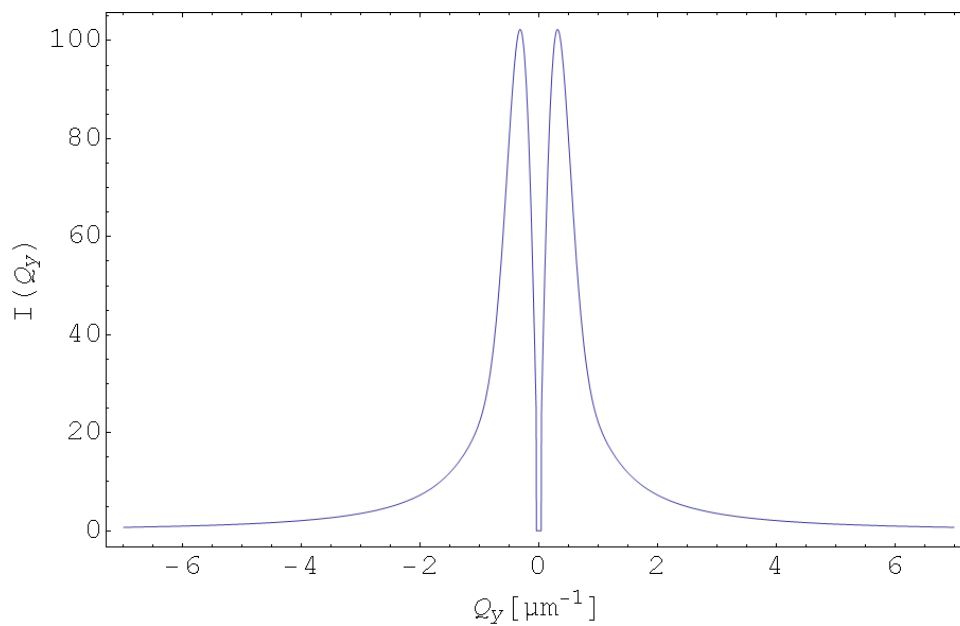


Abbildung 3.11: Vollkommen ausgeschmierte Nebenmaxima bei magnetischer Streuung der Neutronen durch hohe Varianzen in den Gauß-Verteilungen der Streuer.

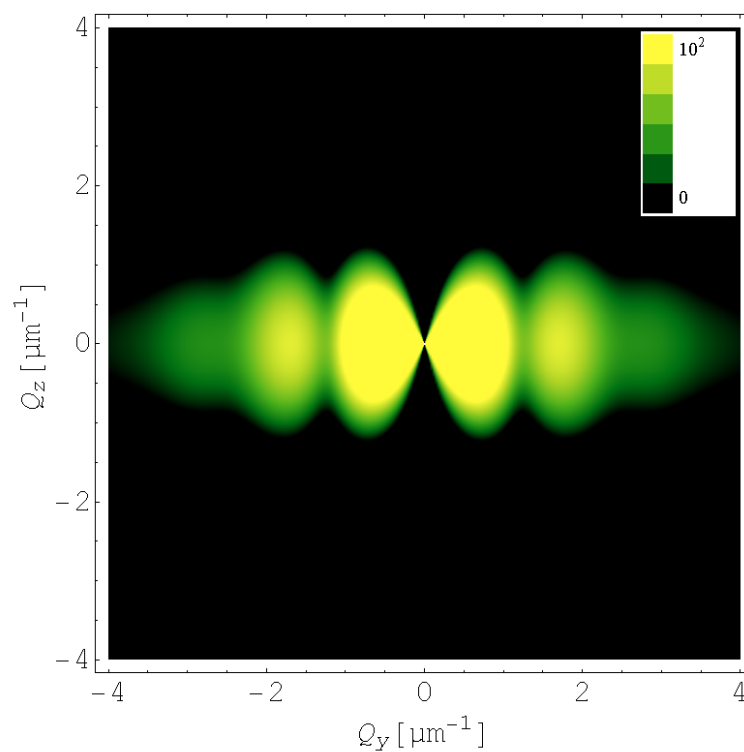


Abbildung 3.12: Auswirkung der Gauß-Verteilung der Streuer in der Streuintensität in Abhängigkeit von  $Q_y$  und  $Q_z$ .



## 4 | Fitting der Messdaten

### 4.1 Grundlagen und Problematik

*Never mistake Fitting for Physics.*<sup>[14]</sup>

**I**m Folgenden wird meist der Begriff des „Fittings“ Verwendung finden. Grund dafür ist, dass Begriffe wie „Interpolation“ (Berechnung eines Näherungswertes einer Stelle zwischen zwei (Mess)Punkten) oder „Anpassung der Messdaten“ (Verschiebung der Messpunkte um auf einer durchgehenden, angepassten Kurve zu liegen) weniger treffend sind wie der des Fittings (eine Kurve wird in die Messdaten, aber nicht zwingend *durch* die Messpunkte gelegt, um deren Verlauf nach bestimmten Kriterien möglichst gut darzustellen). Wird dennoch einer der anderen Begriffe verwendet, ist dies im Sinne des Fitting-Begriffs zu verstehen. Nach dem Herleiten einer physikalischen, theoretischen Streukurve basierend auf einem einfachen Modell, möchte man die gemessenen Daten verarbeiten, und aus der Entfaltung von am ILL gemessener Gesamtintensität und ebenso gemessener Rockingkurve eine physikalische Messkurve errechnen. Diese soll dann mit dem Modell verglichen werden können. Bei ersten Versuchen die Messdaten naiv zu entfalten, stellen sich hier bald folgende Probleme heraus:

1. Die Messdaten sind nicht äquidistant und die Winkelabstände zwischen den Messpunkten ändern sich bei jeder Messung. Dies liegt an der Schwierigkeit, die extrem feinen Drehungen des Analysatorkristalles mittels Piezo-Element reproduzierbar durchzuführen, was kaum möglich ist.
2. Aus 1. resultiert, dass die Messdaten geeignet interpoliert (gefittet) werden müssen, um äquidistante Funktionswerte auslesen zu können. Die Zielsetzung, die Messdaten modellunabhängig auszuwerten, macht jedoch eine allgemeine Anpassung schwierig.

3. Einfache, *Mathematica*<sup>®</sup> interne Interpolationsverfahren, ergeben mit diskreten Entfaltungsversuchen nur schwingende, unbrauchbare Ergebnisse.
4. Zusätzlich sollte ein physikalisch sinnvolles Fitting einigen Ansprüchen genügen. Vor allem sollte die entstehende Kurve in rund 68% der Fälle innerhalb der Fehlerbalken liegen, um ein Konfidenzintervall von  $1\sigma$  zu gewährleisten.
5. Ein weiteres Problem stellt die logarithmische Darstellung der Messdaten dar, es ist nicht selbstverständlich eine korrekte Darstellung inklusive richtig gesetzter Fehlerbalken zu erreichen.

Bevor man sich also mit dem Problem der Entfaltung beschäftigt, bedarf es einer modellunabhängigen Methode die Messdaten möglichst realistisch (wobei genau dieser Begriff hier problematisch ist, modellunabhängiges Fitting möchte man schließlich erreichen, da die reale Kurve unbekannt ist) zu fitten. Dies bedeutet, dass die Messkurven *nicht*, wie bisher modelliert [15], durch Zusammensetzung aus Dreieck- und Gauß-Funktionen generiert werden sollen. Nachdem die Fitting-Ergebnisse mit *Mathematica*<sup>®</sup> nicht zufriedenstellend waren und auch keine Möglichkeit gegeben ist, die Fit-Funktion mit einem vorgegebenen Prozentsatz durch gegebene Fehlerbalken laufen zu lassen, bedurfte es einer Alternative.

Intuitiv gibt es zwei Größen, die bei der Umsetzung eines solchen Fittings eine Rolle spielen. Einerseits möchte man die quadratische Abweichung der Fit-Kurve von den Messdaten in solch einem Rahmen minimieren, dass die Abstände in etwa 68% der Fälle kleiner, oder gleich der zugehörigen Fehlerangabe sind. Andererseits ist es naheliegend, die Krümmung der entstehenden Kurve zu minimieren, um starkes Rauschen/Oszillieren der Messdaten, vor allem im Untergrund, zu glätten. Worauf man somit abzielt, ist eine Fitting-Kurve  $f$ , welche

$$\min (\rho E(f) + F(D^2 f)) \quad (4.1)$$

erfüllt, wobei  $E(f)$  das Maß für die quadratische Abweichung von den Messdaten darstellt und  $F(D^2 f)$  die Krümmung repräsentiert. Die hier gewählte Notation und eine genauere Behandlung der Ausdrücke aus Gleichung (4.1), werden in Kapitel 4.2 angeführt.

Eine Möglichkeit, alle nun gestellten Ansprüche an eine Fitting-Methode zu erfüllen, stellt die Arbeit mit **Splines** dar. Splines bestehen im wesentlichen aus Polynomen vorgegebenen Grades, die an den Anschlusspunkten

stetig (differenzierbar) sind. Besonders hervorzuheben sind hier sogenannte **B-Splines** (Basisfunktionen-Splines), die sich dadurch auszeichnen, dass sie einen kompakten Träger besitzen. Das bedeutet, dass B-Splines im Gegensatz zu gewöhnlichen Splines, nur auf relativ kleinem Intervall von Null verschieden sind und dadurch lokale Veränderungen an der Fitting-Kurve zulassen, während sich der Rest der Kurve kaum bis gar nicht ändert. Näheres zu B-Splines findet man in der Literatur, wie zum Beispiel in [16] und [17].

Die Mathematik Software MATLAB<sup>®</sup> bietet einige Möglichkeiten mit Splines zu arbeiten, wenn auch nicht genau den hier gestellten Anforderungen genügend. Die intern vorhandenen Funktionen mussten adaptiert und in eigene MATLAB<sup>®</sup>-Programme eingebunden werden, um modellunabhängig USANSPOL-Daten auswerten zu können. Die später folgenden Programme wurden also in MATLAB<sup>®</sup> geschrieben und darum wird in diesem Abschnitt, von Gleichung (4.1) beginnend, die in der Software verwendete Notation übernommen. Außerdem lässt sich in MATLAB<sup>®</sup> unter „bspligui“ ein Graphical User Interface zur Darstellung und Manipulation von B-Splines finden, womit man sich mit dieser Art von Splines vertraut machen kann.

## 4.2 Die Matlab<sup>®</sup>-interne Funktion spaps.m

Die Funktion spaps.m ist eine Funktion, die, ausgehend von Arrays von (Mess)Datenpunkten, einen „Smoothing Spline“ erstellt, der einer Glättung der die Datenpunkte verbindenden Kurve entspricht und es erlaubt, einige Parameter zur Gestaltung dieses Splines vorzugeben.

Die Ausdrücke aus Gleichung (4.1) kann man als

$$E(f) = \sum_{j=1}^n w(j) |(y(j) - f(x(j)))|^2 \quad (4.2)$$

für ein Maß des Abstandsquadrates und als

$$F(D^2 f) = \int_{\min(x)}^{\max(x)} \lambda(t) |D^2 f(t)|^2 dt \quad (4.3)$$

für ein Maß der Krümmung schreiben. In (4.2) entspricht  $x(j)$  den Werten auf der x-Achse (hier also  $Q_y$ ),  $j$  gibt die Position im Datenarray an mit  $j = 1 : \text{length}(x)$  (der Doppelpunkt entspricht einem „bis“,  $\text{length}(x)$  gibt die Länge des Arrays  $x$  aus, es wird mit diskreten, nicht äquidistanten Daten in Arrays gearbeitet),  $y(j)$  sind die gemessenen y-Werte (hier also

Intensität( $Q_y$ ) und  $f(x(j))$  sind die Werte der glättenden Ausgleichsfunktion. Das Array  $w(j)$  ermöglicht eine Gewichtung des Abstandsquadrates vom Messwert für jeden Funktionswert und in (4.3) ist  $\lambda(t)$  das positionsabhängige, die Krümmung bestimmende Äquivalent dazu.

Die Funktion `spaps.m` sucht also den Spline  $f$ , welcher  $\rho E(f) + F(D^2 f)$  minimiert, wobei  $\rho$  der so genannte „Smoothing Parameter“ ist, der so gewählt wird, dass  $E(f)$  einer vorgegebenen Toleranz  $tol$  entspricht. In MATLAB<sup>®</sup> ruft man die Funktion mit Input-Variablen (in runden Klammern auf der rechten Seite der Gleichung) und Output-Variablen (links in eckigen Klammern) somit folgendermaßen auf:

$$[sp, values, rho] = spaps(x, y, tol) \quad . \quad (4.4)$$

Hier ist  $sp$  der Splinefit (in Form eines MATLAB<sup>®</sup>-structs) und  $values$  stellen die neuen Werte  $f(x)$  an den vorgegebenen Stellen der x-Achse dar.

Wie weiter oben bereits erwähnt, wurde hier die Schreibweise der MATLAB<sup>®</sup>-Dokumentation verwendet, welche entweder direkt in der Software, oder auch online aufgerufen werden kann [18].

### 4.2.1 Erste Fitting-Versuche mit realen Messdaten

Sieht man sich die bereitgestellten Messdaten einer Rockingkurve (Gerätekurve ohne vorhandener Probe) und einer Streuintensität (Messkurve mit eingespannter Probe) an (Abbildung 4.1), kann man erkennen, welche Schwierigkeiten diese für die Datenauswertung mit sich bringen. Einerseits erstrecken sich die Intensitäten über mehrere Größenordnungen, sodass eine logarithmische Darstellung unumgänglich wird, andererseits schwanken die Werte, vor allem in den intensitätsärmeren Bereichen, beträchtlich. Es ist keine triviale Aufgabe, hier zwischen real vorhandenen „Features“ in den Messkurven durch Streuung oder Blendeneffekte, und statistischen Ausreißern (vor allem im Untergrund an den beiden Seiten) zu unterscheiden. Die Intensitäten sind in Counts pro Minute zu verstehen und die Fehlerbalken ergeben sich durch der der Poisson-Statistik gehorchenden Abhängigkeit von der Zählrate zu  $\sqrt{N}$ , skaliert durch das Monitor-Signal am Instrument. Abbildung 4.2 zeigt erneut die originalen Messdaten, zur besseren Detailansicht jedoch ohne Fehlerbalken. Die verwendete Probe ist ein amorphes, magnetisches  $\text{Fe}_{78}\text{Mo}_2\text{B}_{20}$ -Band und es werden, so lange nicht anders angegeben, stets Daten einer Messung in Standardkonfiguration, sprich mit nicht gedrehter Probe und ohne äußerem Magnetfeld, verwendet.

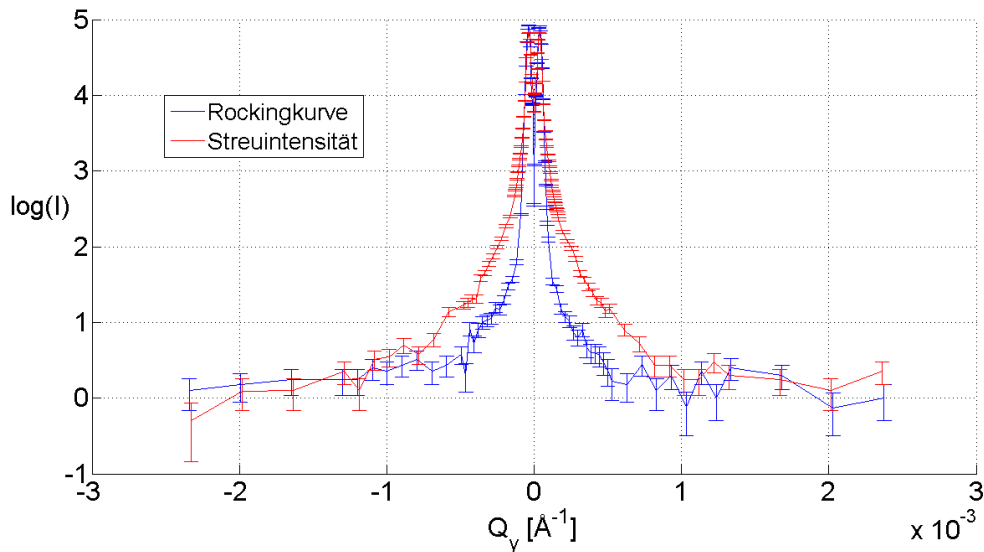


Abbildung 4.1: Logarithmische Darstellung der originalen Messdaten einer Rockingkurve sowie einer Streuintensität (mit eingespannter  $\text{Fe}_{78}\text{Mo}_2\text{B}_{20}$ -Probe) und zugehörigen Fehlerbalken. Die Daten stammen von Messungen am ILL in Grenoble.

Unabhängig davon, dass mit der Funktion `spaps.m` keine Beschränkung des Abstandsquadrates für jeden einzelnen Messwert vorgegeben werden kann, wurden erste Fitting-Tests damit vorgenommen. Da auch logarithmisches Plotten meist Probleme mit sich bringt und es Anfangs lediglich das Potential der Funktion `spaps.m` zu eruieren galt, ist in Abbildung 4.3 ein Smoothing Spline für die ersten, linear darstellbaren 22 Messwerte einer Rockingkurve dargestellt. Die Funktion agiert glättend und Oszillationen in aufeinanderfolgenden Messwerten werden ausgeglichen, was den Smoothing Spline zu einer vielversprechenden Methode machte und eine genauere Betrachtung des MATLAB<sup>®</sup>-Codes nach sich zog.

### 4.3 Die Entwicklung der Funktion `spapsmod.m`

Der Source Code der Funktion `spaps.m` ist acht DIN A4 Seiten lang und berücksichtigt natürlich alle Eventualitäten, die bei Verwendung eines solchen Smoothing Splines auftreten können. Vieles war jedoch für die Anwendung der Funktion auf das vorliegende Problem überflüssig und einige

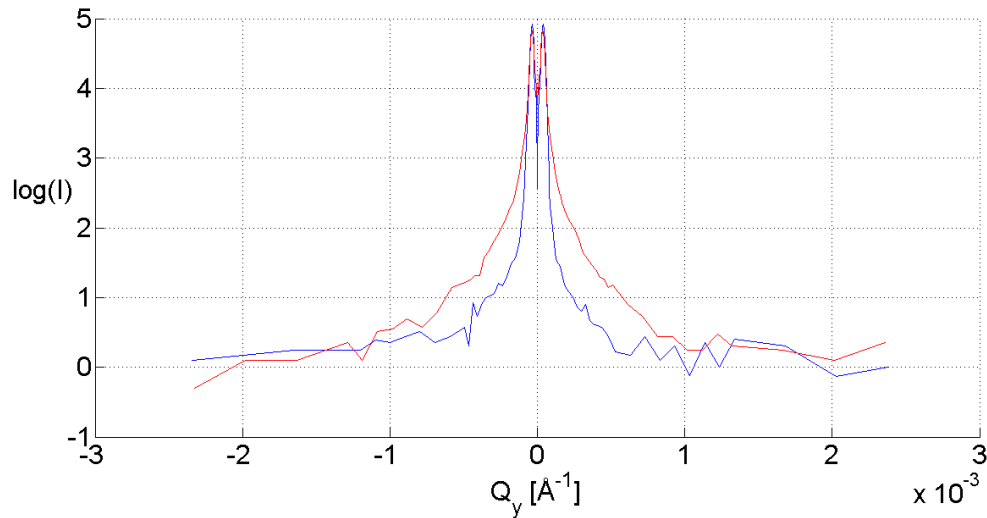


Abbildung 4.2: Erneute Darstellung der originalen Messdaten wie in Abbildung 4.1, diesmal jedoch ohne Fehlerbalken um den Verlauf der Daten besser erkennen zu können.

der wünschenswerten, oben beschriebenen Features, nicht implementiert. Es war also Ziel die Funktion `spaps.m` so zu modifizieren, dass eine Anwendung zur USANSPOL Datenauswertung möglich wird. So entstand schließlich die Funktion `spapsmod.m`. Dieses und weitere Programme, welche im Zuge dieser Arbeit entstanden sind, lassen sich im Anhang A nachschlagen.

Der erste Schritt der Adaption bestand darin, nicht benötigte Abschnitte im Code zur besseren Übersicht zu verwerfen. Möglichkeiten, wie zum Beispiel mehrdimensionale Datenmengen zu erfassen, wurden aus dem Sourcecode gelöscht und dieser verkürzte sich so erheblich. Die Grundüberlegung der weiteren Vorgehensweise war es, bestimmen zu können, in wie vielen Fällen der Fit an den Positionen der Messpunkte innerhalb der Fehlerbalken eben dieser liegen soll. Nachdem die ursprüngliche Funktionsweise von `spaps.m` schon sehr gut anwendbar ist, die Funktion aber zu komplex ist, um mit gerechtfertigtem zeitlichem Aufwand direkte Änderungen im Kern vornehmen zu können, wurde dies im Prinzip über eine Abfrage innerhalb einer Schleife implementiert, in deren Mittelpunkt sich der schon bestehende Code befindet. Nachdem die ursprüngliche Routine der Funktion `spaps.m` ausgeführt wird, folgt eine Abfrage ob der gefittete, neue Wert innerhalb des entsprechenden Fehlerbalkens liegt, oder nicht. Zählt man nun, wie viele Werte der Fitting-Kurve an den Stellen der Messwerte innerhalb derer Fehlerbalken liegen, lässt sich ein daraus entstehendes Verhältnis aufstellen, beziehungsweise ein Prozentsatz

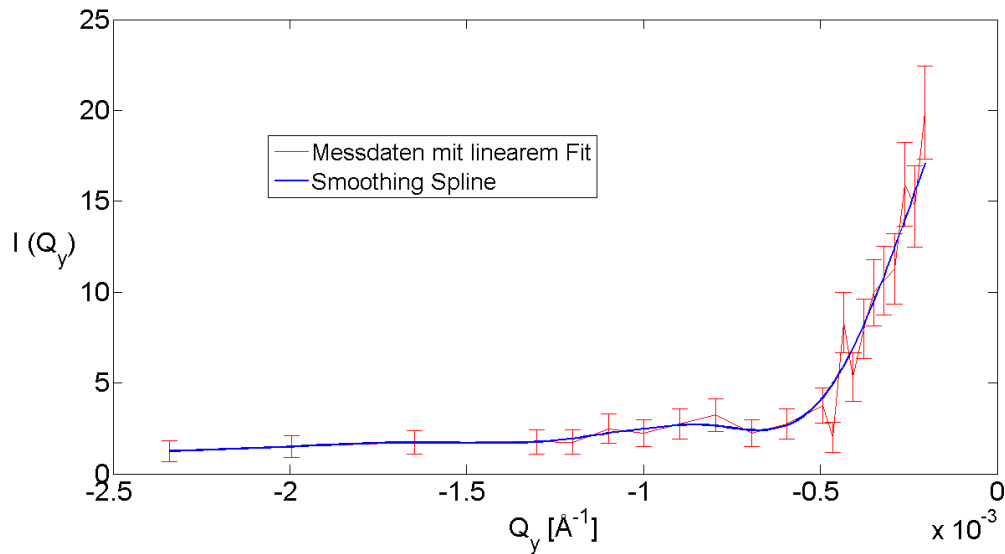


Abbildung 4.3: Test der Funktion `spaps.m` für die ersten 22 Messwerte einer Rockingkurve. Der sich ergebende Smoothing Spline stellte sich als vielversprechend heraus und war Anlass zur Programmierung der Funktion `spapsmod.m`.

berechnen. Liegt dieser Prozentsatz für Werte innerhalb der Fehlerbalken nun über- oder unterhalb von 68.3% (beziehungsweise einer vorgegebenen Umgebung um diesen Wert), muss etwas an den Fitting-Parametern geändert werden. Ruft man sich Kapitel 4.2 in Erinnerung, korrespondiert der Input-Parameter `tol` mit der Summe der quadratischen Abweichungen des Fits von den Messdaten. Daraus schließend, wird bei einer Diskrepanz zwischen vorgegebener und tatsächlich erreichter Anzahl von Werten innerhalb der Fehlerbalken, der Parameter `tol` prozentual in Bezug auf seinen *aktuellen* Wert vergrößert oder verringert. Vorsicht ist hier abermals geboten, wenn versucht wird zu ermitteln ob ein bestimmter Wert innerhalb der vorgegebenen Fehlerbalken liegt. Da es sich als sinnvoll erwiesen hat die Messdaten logarithmisch an die Funktion `spapsmod.m` zu übergeben, muss auch für diese Überprüfung logarithmisch addiert respektive subtrahiert werden. Ist nach einer bestimmten Anzahl an benötigten Iterationen ein Konfidenzintervall von (rund)  $1\sigma$  erreicht, wird der Wert einer Status-Flag geändert und die Schleife um den Kern der `spaps.m` Routine endet. Ausgegeben wird der gefundene Smoothing Spline `sp`, dessen Werte `values` an den vorgegebenen Stellen der Messdaten und der aus Kapitel 4.2 bekannte Smoothing Parameter `rho`. Die Anzahl der benötigten Iterationsschritte kann bei Bedarf über

die Konsole ausgegeben werden, wobei bei jenen Fehlern, welche in zu viel Schleifendurchgängen enden, ohnehin eine Fehlermeldung ausgegeben wird. Um nun nicht nur einen globalen Parameter *tol* als Maß der quadratischen Abweichung des Splines zu den Messpunkten zu haben, gibt es des Weiteren die Möglichkeit, jede der quadratischen Abweichungen in der Berechnung der Summe von *tol* (Gleichung (4.2)) zu gewichten. Die Gewichtung erfolgt bis dato vorerst durch manuelles Setzen bestimmter *weights w*, für bestimmte Bereiche der Messkurven. So kann erreicht werden, dass für die Randbereiche, welche großteils als Untergrund zu verstehen sind und durch geringere Zählraten stärker variieren, mehr geglättet werden als die Flanken in den höheren Intensitäten. Die Funktion mit Output-Parametern auf der linken Seite und Input-Parametern auf der rechten Seite, lässt sich also durch

$$[sp, values, rho] = spapsmod(x, y, tol, w, m) \quad (4.5)$$

angeben. Der zusätzliche Parameter *m* auf der rechten Seite, ist auf den Wert 2 festgesetzt und entspricht der zweifachen Ableitung in Gleichung (4.3), damit die Krümmung minimiert wird.

## 4.4 Die Entwicklung zweier Hilfsprogramme für spapsmod.m

### 4.4.1 Die Funktion FIT\_MIT\_YORIG.m

Vorwegzunehmen ist hier die historische Entstehung des Namens der Funktion. Da lange Zeit Probleme beim Umgang mit originalen und logarithmierten Messdaten herrschten, manifestierte sich diese eindeutige Art der Unterscheidung eben dieser, durch die Einführung der Variable *y-original*, kurz *yorig*. Betrachtet man Gleichung (4.5), müssen für die Verwendung des *spapsmod-Smoothing Spline* einige Input-Parameter bereitgestellt werden. Die Funktion FIT\_MIT\_YORIG.m übernimmt genau diese Aufgabe. Die eingelesenen Messdaten werden zum Beispiel so präpariert, dass sie für die Weiterverarbeitung günstig abrufbar sind. Die Messintensitäten werden, genauso wie die Fehlerangaben, logarithmiert, aber auch ihr ursprünglicher Wert abgespeichert und die oberen und unteren Grenzwerte für die Fehlerbalken werden berechnet. Auch übernimmt die Funktion die Definition der Gewichtungen der einzelnen Messwerte für die Übergabe an die Funktion spapsmod.m. Im Prinzip sind diese und weitere kleine Vorgänge nur der besseren Übersicht halber aus der Funktion spapsmod.m ausgelagert und erlauben somit schnellere Änderungen.



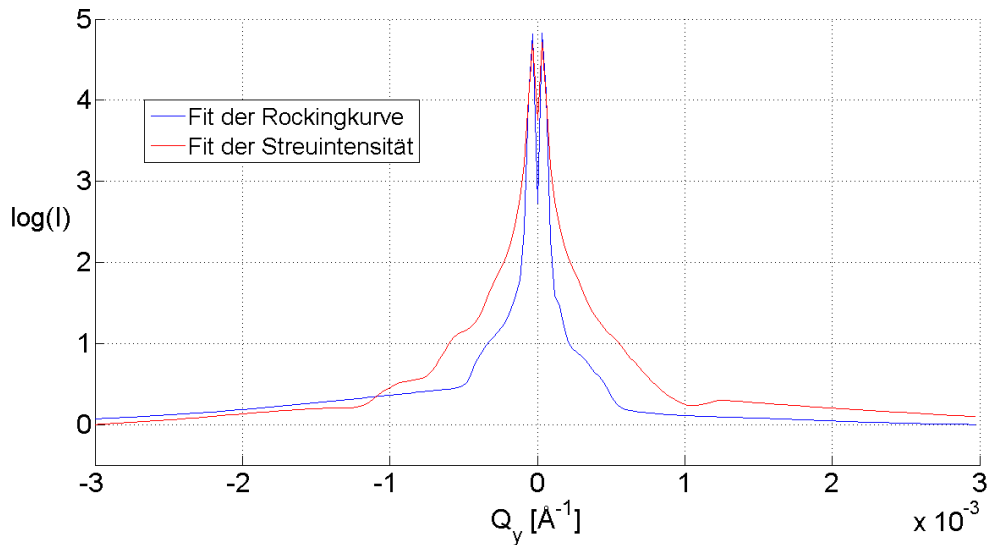


Abbildung 4.4: Smoothing Spline Fit einer Rockingkurve (blau), sowie einer Streukurve (rot), erstellt mit der Funktion `spasmod.m`.

Die Funktion gibt insgesamt, nach einfachem Aufruf mit einem Datensatz-File, ein MATLAB<sup>®</sup>-struct aus, in welchem der generierte Smoothing Spline der Funktion `spasmod.m` gespeichert ist:

$$[sp] = FIT\_MIT\_YORIG(daten) \quad . \quad (4.6)$$

#### 4.4.2 Das Programm USANSTOOL.m

Dieses Programm soll an dieser Stelle lediglich widerspiegeln, wie über oben beschriebene Funktionen ein Smoothing Spline Fit für USANSPOL Messdaten generiert werden kann und dient somit als Beispiel für die Weiterverarbeitung dieser Fits. Einfaches Laden eines entsprechenden Datenfiles und Aufrufen der Funktion `FIT_MIT_YORIG.m`, liefert als Output ein struct aus welchem die y-Werte des Fits (sprich die Intensitäten der gefitteten Datenkurve) an beliebiger Stelle ausgelesen werden können. Es ist also möglich, äquidistante Punkte auszulesen und beispielsweise den Untergrund abzuziehen, oder beliebige andere Operationen wie Entfaltungen, durchzuführen.

### 4.5 Fitting-Ergebnisse

Mit den oben vorgestellten Programmen, lassen sich Smoothing Spline Fits der Messdaten berechnen und graphisch darstellen. In Abbildung 4.4 sind

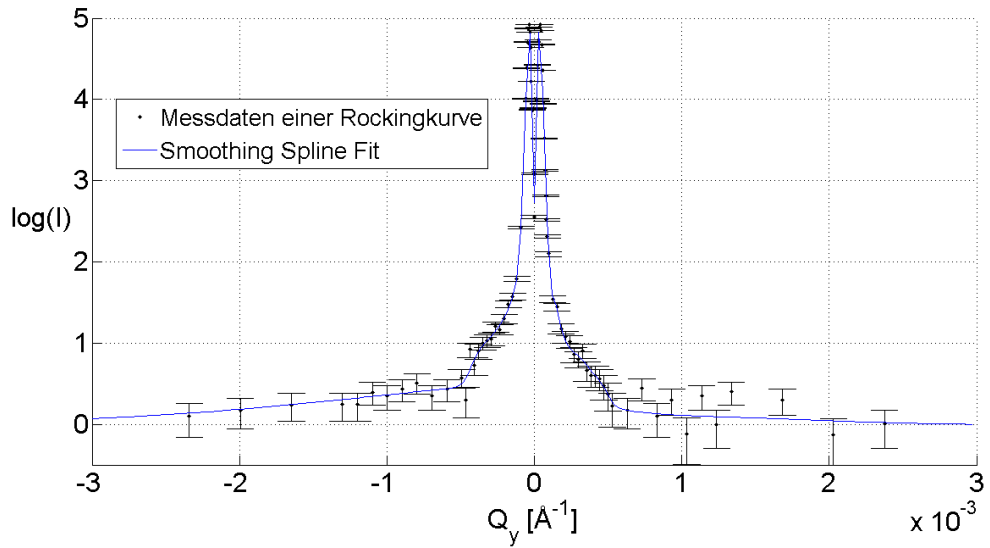


Abbildung 4.5: Darstellung des Smoothing Spline Fits einer Rockingkurve, mit zugehörigen Messpunkten und Fehlerbalken.

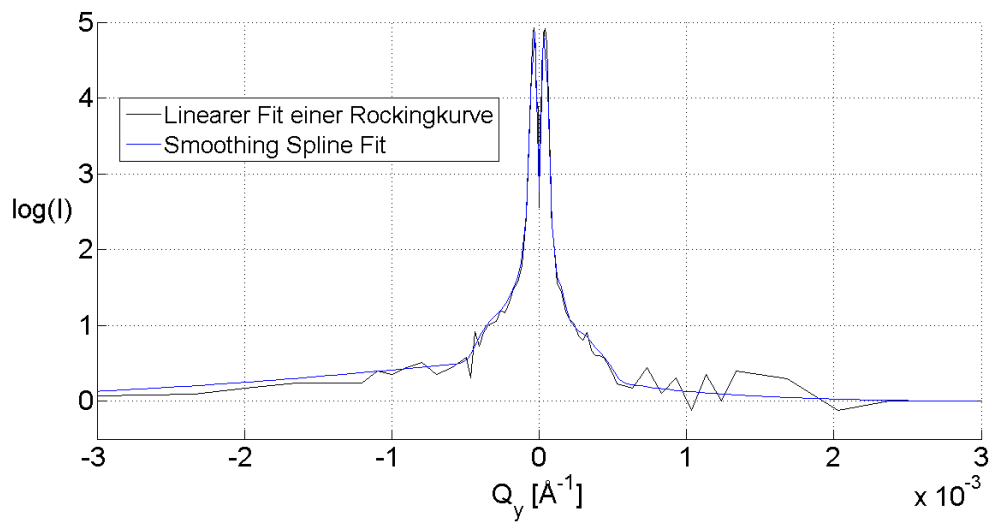


Abbildung 4.6: Vergleich zwischen linearem und Smoothing Spline Fit einer Rockingkurve. Statistische Ausreißer werden nahezu ignoriert, Anhäufungen mehrerer Messpunkte jedoch berücksichtigt und geglättet.

Fits von Daten einer Rockingkurve, sowie einer Streukurve dargestellt. Die Originaldaten sowie die zugehörigen Fehlerbalken der Rockingkurve sind in Abbildung 4.5 zu sehen und ein Vergleich zwischen linearem Fit der Messpunkte und berechnetem Smoothing Spline ist in Abbildung 4.6, ebenfalls anhand der Rockingkurve, veranschaulicht. Es ist ersichtlich, dass die entstandenen Fits auftretende statistische Ausreißer außer Acht lassen, während mögliche reale Charakteristika berücksichtigt und geglättet abgebildet werden.

## 5 | Entfaltung der Messdaten

Nach diesen, vorerst zufriedenstellenden Ergebnissen der Fitting-Algorithmen, kann nun näher auf die Problematik der Entfaltung eingegangen werden. Wie schon am Beginn von Kapitel 4 beschrieben, ist es Ziel eine physikalische Streukurve aus den Messdaten zu errechnen. Da sich die Gesamtmesskurve mit eingespannter Probe (von hier an mit  $I$  tituliert), aus physikalischer Streukurve ( $P$ , für die an der Probe streuenden Neutronen) und Rockingkurve ( $R$ , für die transmittierten, nicht streuenden Neutronen) zusammensetzt, ergibt sich eine mathematische Faltung dieser beiden Intensitäten. Es gilt also nun,  $I$  und  $R$  zu entfalten, um  $P$  zu erlangen. Zusätzlich ist auch Vorsicht geboten, wie man mit den einzelnen Spin-Komponenten der Messkurven, Rockingkurven und physikalischen Streukurven umgeht.

Es ist wichtig zu verstehen, dass die Rockingkurve in vorliegenden USANSPOL Experimenten durch zwei verschiedene Faktoren beeinflusst wird. Einerseits spiegelt diese Gerätekurve den Verlauf des Neutronenstrahls im Experiment wider, bildet also die Charakteristika von Monochromator und Analysator, sowie mögliche Blendeneffekte ab. Diese Effekte geben, gemeinsam mit der Verschmierung durch die Magnetprismen, die Form der Peaks in der Rockingkurve vor. Andererseits verursachen die starken Magnete innerhalb des Experiments zusätzlich eine räumliche Aufspaltung der Spin-Komponenten und so wird die Rockingkurve von einer Singlepeak-Gerätekurve zu einer Kurve mit Doppelpeak. Möchte man aus einer gemessenen Streukurve  $I$  die Rockingkurve entfalten um  $P$  zu erhalten, so muss man dies lediglich mit der einzelnen Gerätekurve, also einem Singlepeak tun. Der Grund dafür ist, dass die Aufspaltung durch die Magneten bereits in der Streukurve  $I$  berücksichtigt ist, die Intensität daher nur noch mit der Gerätekurve verschmiert ist. Die gemessene Rockingkurve wird also später noch getrennt werden müssen, um die entsprechenden Spin-Up und Spin-Down Anteile zu erhalten. Diese sollten ident sein. Zur Veranschaulichung kann die

Rockingkurve daher durch

$$R(Q_y) = r(Q_y + \frac{\Delta}{2}) + r(Q_y - \frac{\Delta}{2}) \quad (5.1)$$

angeschrieben werden, wobei  $r$  für die reine Gerätekurve steht und die verschiedenen Abhängigkeiten von  $(Q_y + \frac{\Delta}{2})$  (Spin-Up), respektive  $(Q_y - \frac{\Delta}{2})$  (Spin-Down), auf die um die Spinaufspaltung  $\Delta$  verschobene Addition, von zwei mal eben dieser Gerätekurve hinweisen soll. Die Spinaufspaltung  $\Delta$  liegt im Bereich von wenigen Bogensekunden [7].

Versucht man linear oder durch oben erklärten Algorithmus gefittete Messdaten mit herkömmlichen Methoden zu entfalten, entsteht starkes Rauschen und der Vorgang ist nicht stabil. Es wird sehr bald deutlich, dass es einer konkreteren Betrachtung der mathematischen Operation der Entfaltung bedarf, um genau zu analysieren was hier passiert und warum es mit den eingebauten Funktionen der Mathematik-Software nicht möglich ist, physikalisch sinnvolle Ergebnisse zu erzielen.

## 5.1 Theoretische Grundlagen und Problematik

Eine ausgezeichnete Darstellung von Entfaltungen diskreter Datensätze und dabei auftretenden Problemen wird in [19] gegeben und folgende Beschreibungen sind über weite Strecken in Anlehnung daran entstanden. Allgemein wird eine **Faltung** zweier Funktionen  $f$  und  $h$  durch

$$g(x) = f * h := \int_{-\infty}^{\infty} f(\tau)h(x - \tau)d\tau \quad (5.2)$$

beschrieben.

Sei eine Fourier-Transformation durch die Notation

$$\mathcal{F}(x) = \hat{x} \quad (5.3)$$

definiert. Durch Fourier-Transformation der Funktionen in Gleichung (5.2), wird diese Gleichung in

$$\hat{g}(\omega) := \hat{f}(\omega)\hat{h}(\omega) \quad (5.4)$$

übergeführt. Für Messdatenauswertungen liegen diskrete Daten vor, wofür die Faltung durch

$$g_i = \sum_{j=-\infty}^{\infty} f_j h_{i-j} \quad , \quad i \in \mathbb{Z} \quad (5.5)$$

gegeben ist und entsprechend der Relation

$$DFT(g) = DFT(f) \odot DFT(h) \quad (5.6)$$

folgt.  $DFT$  steht hier für eine **D**iskrete **F**ourier-**T**ransformation und „ $\odot$ “ beschreibt eine elementweise Multiplikation.

Eine **Entfaltung** ist im Wesentlichen eine Fredholm-Integralgleichung erster Art. Dies sind Integralgleichungen mit konstanten Integrationsgrenzen  $a$  und  $b$ :

$$\int_a^b K(x, \tau) f(\tau) d\tau = g(x) \quad . \quad (5.7)$$

$K(x, \tau)$  entspricht also  $h(x - \tau)$  aus Gleichung (5.2), wird *Kern* genannt und ist bekannt, so wie auch die rechte Seite,  $g(x)$ , bekannt, beziehungsweise gemessen ist. Analog zu Gleichung (5.4) kann man die gesuchte Funktion nun durch

$$\hat{f}(\omega) = \frac{\hat{g}(\omega)}{\hat{h}(\omega)} \quad (5.8)$$

ausdrücken und für diskrete Daten gilt

$$f = IDFT(DFT(g) \odot DFT(h)) \quad , \quad (5.9)$$

wobei  $IDFT$  für eine inverse diskrete Fourier-Transformation steht. Gleichung (5.9) wäre eine wünschenswerte Lösung des vorliegenden Problems der Entfaltung von Messdaten. Untrennbar mit Messungen verbunden ist jedoch immer ein gewisser Fehler, und dieser Fehler muss in die Betrachtung des Problems unbedingt miteinbezogen werden. Erstellt man ein Gleichungssystem für die Lösung des mit Fehler behafteten Systems, so führt die naive Lösung dieses Gleichungssystems durch Standardmethoden der numerischen Mathematik auf keine stabile Lösung.

Bezieht man einen gewissen Fehler/Error  $e$  in die Betrachtung mit ein und nimmt gemessene Daten  $\tilde{g}$  bei gegebener Funktion  $h$  an, also schreibt man

$$\tilde{g} = g + e \quad , \quad (5.10)$$

dann ist die Fourier-Transformierte von  $\tilde{g}$  gegeben durch

$$DFT(\tilde{g}) = DFT(g) + w \quad , \quad (5.11)$$

wobei  $w = DFT(e)$  ist. Für die Fourier-Transformierte von  $\tilde{f}$  (auch  $f$  ist jetzt über  $g$  natürlich fehlerbehaftet) ergibt sich somit

$$DFT(\tilde{f}) = DFT(\tilde{g}) \odot DFT(h) \quad (5.12)$$

$$= DFT(g) \odot DFT(h) + w \odot DFT(h) \quad (5.13)$$

$$= DFT(f) + w \odot DFT(h) \quad . \quad (5.14)$$

Je kleiner  $DFT(h)$  im Vergleich zur Fourier-Transformierten des Fehlers ist, desto mehr dominiert der Fehleranteil im Ergebnis von  $\tilde{f}$ . Offensichtlich führt also einfaches Invertieren hier auf keine zufriedenstellende Lösung.

Diskretisiert man Gleichung (5.7) durch Quadratur,

$$\sum_{j=1}^n w_j K(x_i, \tau_j) \tilde{f}(\tau_j) = g(x_i) \quad , \quad i, j = 1, \dots, n \quad , \quad (5.15)$$

kann das sich ergebende Gleichungssystem leicht gelöst werden. Wie jedoch bereits erwähnt, wird die Lösung meist nicht stabil sein. Nähere Erläuterungen dazu werden in [19] gegeben.

## 5.2 Regularisierungsmethoden

Wie ansatzweise in Kapitel 5.1 gezeigt und vor allem ausführlicher in [19] dargestellt, führt naives Invertieren der Faltung bei fehlerbehafteten Problemen nicht auf befriedigende Ergebnisse der Entfaltung. Es bedarf also Regularisierungstechniken. Per Christian Hansen hat mit seinen *Regularization Tools* für MATLAB<sup>®</sup> [20] ein Package an Funktionen und Tools für fehlerbehaftete Entfaltungsprobleme bereitgestellt. Die Hintergründe dazu werden ebenfalls in [19] beschrieben und hergeleitet. Hier sollen also lediglich die Grundlagen und Prinzipien zweier Methoden kurz erläutert werden, die für das Verständnis der verwendeten Funktionen der *Regularization Tools* notwendig sind. Eine andere Methode, die Entfaltung bei fehlerbehafteten Daten zufriedenstellend zu lösen, wird in [10] vorgeschlagen und in [21] weiterentwickelt. Dort wird (hier nun konsistent mit der Schreibweise aus Gleichung (5.7))  $g(x)$  durch iteratives Modellieren aus  $f(\tau)$  an vorgegebenen Stützstellen nachgebildet, wobei die skalierenden Vorfaktoren der  $f(\tau)$  Funktionen, den Wert der Entfaltung an der entsprechenden Stelle auf der x-Achse bilden.

Von großer Bedeutung in der numerischen Mathematik ist die **Singulärwertzerlegung** (SWZ beziehungsweise **SVD** für Singular Value Decomposition) einer Matrix. Im Wesentlichen wird hier eine Matrix als Produkt dreier Matrizen dargestellt, wobei die mittlere Matrix eine Diagonalmatrix mit den Singulärwerten  $\sigma_i$  der ursprünglichen Matrix ist. Für  $n \times n$  Matrizen gilt [19]:

$$A = U \Sigma V^T = \sum_{i=1}^n u_i \sigma_i v_i^T \quad (5.16)$$

und

$$\Sigma = \text{diag}(\sigma_1, \dots, \sigma_n) \quad , \quad (5.17)$$

wobei  $U$  und  $V$  orthogonale ( $X^T X = E$ ) Matrizen sind, und  $u_i$  (Links-Singulärvektor) und  $v_i$  (Rechts-Singulärvektor) die Spaltenvektoren von  $U$ , respektive  $V$  darstellen. Singulärwerte sind ähnlich zu Eigenwerten einer Matrix und besitzen, sowie die Links- und Rechts-Singulärvektoren, einige Eigenschaften. Die Diagonalelemente von  $\Sigma$  sind nichtnegativ und sind in streng nicht steigender Reihenfolge, also monoton fallend, geordnet [19]. Man kann nun das Gleichungssystem im Sinne von Gleichung (5.15) (einfacher geschrieben als  $Ax = b$ ) über  $\Sigma$  und Spaltenvektoren der Matrizen  $U$  und  $V$  ausdrücken. Dazu wird eine der bereits angesprochenen Eigenschaften der Singulärwerte und Singulärvektoren ausgenutzt:

$$Av_i = \sigma_i u_i \quad . \quad (5.18)$$

Es ist möglich,  $b$  und  $x$  eines Gleichungssystems  $Ax = b$ , über die Links- und Rechts-Singulärvektoren auszudrücken, was auf

$$b = \sum_{i=1}^n (u_i^T b) u_i \quad (5.19)$$

und

$$x = \sum_{i=1}^n (v_i^T x) v_i \quad (5.20)$$

führt. Mit Hilfe dieser Beziehungen und Gleichung (5.18), kann das Gleichungssystem folglich als

$$Ax = \sum_{i=1}^n \sigma_i (v_i^T x) u_i = \sum_{i=1}^n (u_i^T b) u_i = b \quad (5.21)$$

geschrieben werden, wobei Auflösen nach  $x$  das Ergebnis

$$x = \sum_{i=1}^n \frac{u_i^T b}{\sigma_i} v_i \quad (5.22)$$

bringt [19]. Diese Lösung des Gleichungssystems ergibt wieder schwingende und unbrauchbare Lösungen von fehlerbehafteten Problemen. Es ist es nun aufgrund der Monotonie der Singulärwerte in  $\Sigma$  jedoch möglich, nur die größten Singulärwerte zu verwenden und das Lösen des Gleichungssystems abubrechen, sobald das System beginnt instabil zu werden oder zu rauschen anfängt, sich also der Messfehler zu stark auswirkt. Man berücksichtigt somit



für die Lösung des Gleichungssystems (5.22) lediglich  $k$  Werte in der Summe, wobei die Lösung für  $n = k$  gerade noch stabil und möglichst nahe an der realen Lösung sein soll.

All dies ist ausführlicher in [19] nachzulesen, wo dieser erste Regularisierungsansatz ***truncated SVD*** genannt wird, also abgebrochene Singulärwertzerlegung.

Eine weitere Regularisierungsmethode, welche in [19] vorgestellt wird, ist die ***Tikhonov Regularization***. Diese Methode wurde schlussendlich zur Entfaltung der Messdaten verwendet und baut erneut auf der Singulärwertzerlegung auf. Es wird abermals das Gleichungssystem mit SVD gelöst, nun aber mit dem Unterschied, dass das Gleichungssystem

$$Ax = b \tag{5.23}$$

nicht exakt gelöst werden soll, sondern ein gewisser Fehler erlaubt und dabei

$$\min\{\|Ax - b\|^2 + \lambda^2\|x\|^2\} \tag{5.24}$$

erfüllt wird. Die Lösung des Gleichungssystems in Gleichung (5.22), wird somit in

$$x_\lambda = \sum_{i=1}^n \frac{\sigma_i^2}{\sigma_i^2 + \lambda^2} \frac{u_i^T b}{\sigma_i} v_i \tag{5.25}$$

übergeführt, mit dem Regularisierungsparameter  $\lambda$  [19]. So ist es möglich, das fehlerbehaftete Gleichungssystem zu lösen und über Vorgabe von  $\lambda$  gerade so viel Abweichung von  $Ax - b = 0$  zu erlauben, dass die Lösung stabil, aber nicht zu ungenau wird.

Es werden in [19] auch noch iterative Regularisierungsmethoden mittels Toeplitz-Matrizen beschrieben, die aber im Zuge dieser Arbeit nicht ausführlich getestet werden konnten.

### 5.3 Tests der Tikhonov Regularisierung

Es ist natürlich notwendig, die Methode, welche zur Entfaltung der Messdaten verwendet werden soll, einigen Tests zu unterziehen, um deren Verhalten zu analysieren, sowie die Zuverlässigkeit der Methode zu überprüfen. Naheliegender ist für solche Tests die Verwendung von Gauß-Funktionen, da diese bei Faltungen, als auch bei Entfaltungen, erneut Gauß-Funktionen ergeben. In Abbildung 5.1 sind zwei Testfunktionen zu sehen, die jeweils aus zwei, respektive einer Gauß-Funktion erstellt wurden. Die blaue Kurve entspricht, wenn man so will, einer Singlepeak-Rockingkurve  $r$ , die schwarze, für die Tests bewusst asymmetrisch gestaltete Kurve, einer physikalischen Streukurve  $P$ . Die

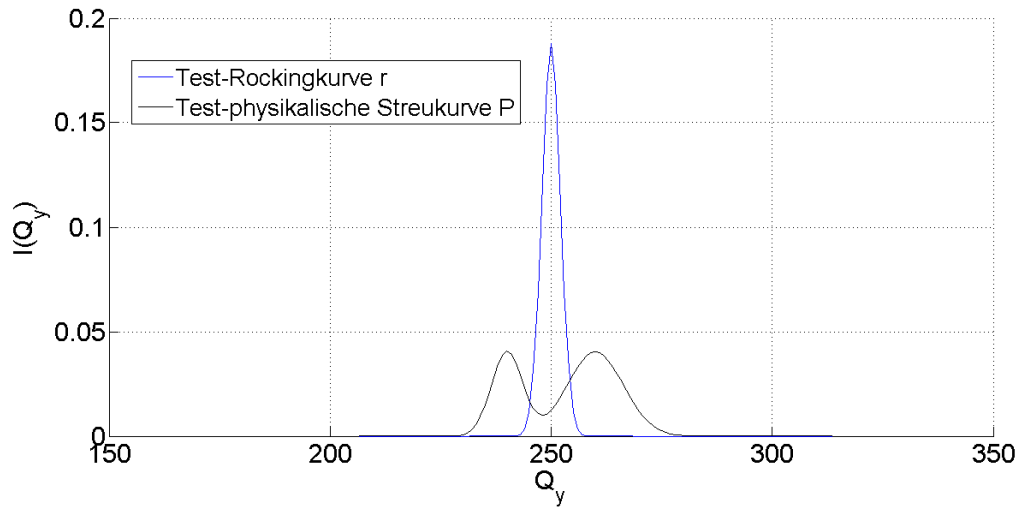


Abbildung 5.1: Für Tests der Tikhonov Regularisierung erstellte Modellfunktionen  $r$  und  $P$ . Die Fläche unter den Kurven wurde jeweils auf eins normiert und die Einheit der x-Achse ist willkürlich in äquidistanten Kanälen gewählt.

Kurven wurden der Anschaulichkeit wegen auf eins normiert. Faltung dieser beiden Funktionen ergibt eine Kurve die einer Streuintensität  $I$  entspricht, also die zweite Kurve, die in USANSPOL Experimenten neben der Rockingkurve gemessen wird. Diese Faltung wurde mit der MATLAB<sup>®</sup>-internen *conv*-Funktion berechnet und ist als rote Kurve in Abbildung 5.2 zu erkennen. Entfaltet man nun die sich ergebende, rote Kurve  $I$  mit der Rockingkurve  $r$  aus Abbildung 5.1, ergibt sich die schwarze Kurve  $P'$  in Abbildung 5.2. Bei einem gut funktionierenden Entfaltungsalgorithmus sollte also  $P = P'$  sein und genau dies ist hier gegeben:  $P$  und  $P'$  sind absolut deckungsgleich und deshalb nur als eine Kurve zu erkennen. Die unterschiedliche Gestalt der  $P$ -Kurven in Abbildung 5.1 und Abbildung 5.2 ergibt sich lediglich durch die unterschiedlich gewählten Ausschnitte aus den Graphen, es handelt sich aber um die exakt gleiche Funktion, wie man den Intensitätswerten auf der y-Achse entnehmen kann. Dieser erfolgreiche Test bestätigt die prinzipiell korrekte Funktionsweise der Entfaltung mit Tikhonov-Regularisierung, die nun auch auf die Messdaten angewandt werden kann.

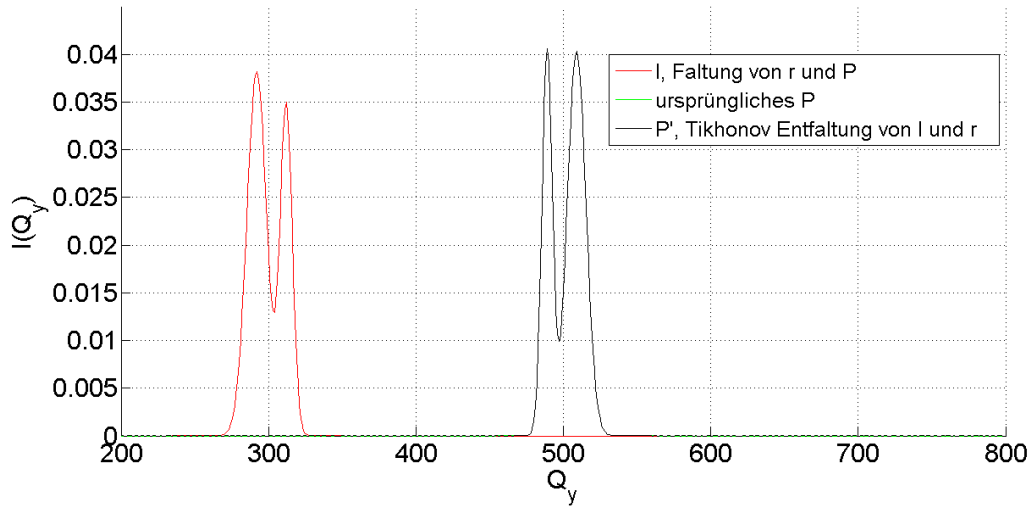


Abbildung 5.2: In rot ist die Faltung von  $r$  und  $P$  aus Abbildung 5.1 dargestellt. Weiter rechts ist das anschließend berechnete  $P'$  (schwarz) (die durch Tikhonov Regularisierung aus der Faltung (rot) und Rockingkurve  $r$  aus Abbildung 5.1 berechnete physikalische Streukurve), sowie  $P$  (grün), die ursprünglich vorgegebene Streukurve, zu sehen.  $P$  und  $P'$  sind deckungsgleich. Die Intensitäten in  $y$ -Richtung ergeben sich aus der Normierung in Abbildung 5.1, in  $x$ -Richtung sind erneut willkürliche äquidistante Messkanäle aufgetragen und  $I$  ist getrennt von  $P$  und  $P'$  zu betrachten.

## 5.4 Entfaltung der Messdaten

### 5.4.1 Trennen der Spin-Komponenten der Rockingkurve

Wie zu Beginn dieses Kapitels 5 beschrieben, bedarf es zur Berechnung der physikalischen Streukurve  $P$ , einer reinen Geräterockingkurve  $r$ , um die Entfaltung mit der gemessenen Streukurve  $I$  durchführen zu können. Die Faltung von physikalischer Streukurve und Singlepeak-Rockingkurve  $r$  aus Gleichung (5.1), führt auf die gemessene Streukurve

$$I = P * r \quad . \quad (5.26)$$

Folglich ist die physikalische Streukurve durch

$$P = I *^{-1} r \quad (5.27)$$

gegeben, wobei  $*^{-1}$  zur Vereinfachung und zum besseren Verständnis der Vorgänge, symbolisch, wenn auch mathematisch nicht korrekt, für eine Ent-

faltung steht. Die physikalische Streukurve  $P$ , welche letztendlich von Interesse ist um Aussagen über (magnetische) Eigenschaften der Probe treffen zu können, ist mit der Gerätekurve  $r$  zu  $I$  verschmiert. Dies ist noch nicht ganz richtig, denn es tritt hier noch eine Schwierigkeit auf, bevor man schlussendlich  $P$  berechnen kann. Es streuen nämlich nicht alle auf die Probe treffenden Neutronen, sondern lediglich ein gewisser Prozentsatz, was zwei Probleme mit sich bringt. Einerseits muss ein so genannter ungestreuter Anteil der Neutronen berücksichtigt werden (der zu  $I$  in Form eines Anteils der reinen Rockingkurve  $R$  aus Gleichung 5.1 beiträgt) und andererseits ist es extrem schwierig, die Streuwahrscheinlichkeit  $p$  exakt zu eruieren. Dies wird jedoch in Kapitel 6 näher erläutert.

Die Trennung der Spin-Komponenten der Rockingkurve gestaltet sich als durchaus schwierige Angelegenheit. Es wird, wie weiter oben bereits erwähnt, angenommen, dass die beiden Singlepeak-Rockingkurven für Spin-Up und Spin-Down die gleiche Gestalt aufweisen (die Strahldivergenz ist ein vielfaches größer als die Aufspaltung der Spinkomponenten), jedoch um die Spinaufspaltung  $\Delta$  gegeneinander verschoben sind. In einem ersten Algorithmus dazu wurden somit zwei Kurven angenommen, welche addiert die Rockingkurve ergeben sollen, deren Elemente aber jeweils im Abstand von  $\Delta$  gleich sein sollen. Das bedeutet, dass das  $i$ -te Element des Arrays (es handelt sich immer um diskrete Daten) für Spin-Up (um  $\frac{\Delta}{2}$  nach links verschobener Singlepeak), dem  $(i + \Delta)$ -ten Element des Arrays für Spin-Down (um  $\frac{\Delta}{2}$  nach rechts verschobener Singlepeak) entsprechen muss. Dieser Ansatz kann nun iterativ implementiert werden und sollte auf zwei idente, gegeneinander verschobene Singlepeak-Rockingkurven führen. Es ergeben sich jedoch Probleme bei dieser numerischen Berechnung, da durch die gegenseitige, periodische Abhängigkeit der Kurven voneinander, Schwingungen auftreten, die sich bei Überschreitung der hohen Peaks ergeben. Die Ergebnisse mussten so durch zwei iterative Prozesse, die jeweils vom anderen Ende der Arrays beginnend arbeiten, zusammengesetzt, durch die Funktion `spaps.m` (siehe Kapitel 4.2) etwas geglättet und schlussendlich noch einmal deren Addition iterativ an die originale Rockingkurve angepasst werden. Dies führte zu nicht exakt identen Kurven für Spin-Up und Spin-Down, deren Addition jedoch perfekt die insgesamt Rockingkurve ergibt. Im Zuge dieser Arbeit war es leider zeitlich nicht möglich, sich noch weiter mit diesem Problem auseinanderzusetzen, und Abbildung 5.3 zeigt eine so errechnete Single-Peak Rockingkurve. In weiterer Folge wird mit einem Mittelwert der beiden erarbeiteten Kurven gearbeitet werden. Hier bedarf es durchaus noch weiterer Überlegungen und ausgefeilterer Algorithmen. Dass die vorliegende Problematik jedoch auch mathematisch nicht trivial ist, wird in [21] näher erläutert.

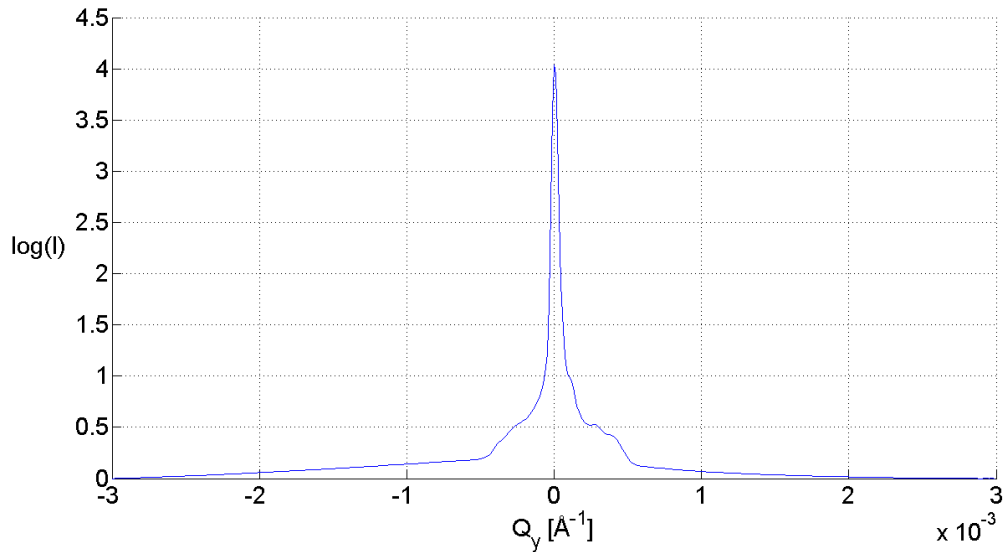


Abbildung 5.3: Eine aus gemessener Rockingkurve  $R$  berechnete Singlepeak-Rockingkurve  $r$ .

### 5.4.2 Entfaltung

Mit der im vorigen Abschnitt 5.4.1 beschriebenen Singlepeak-Rockingkurve, können die Messdaten nun entfaltet werden. Es ist möglich (die Entfaltung ist weiterhin symbolisch durch  $*^{-1}$  ausgedrückt)

$$P = I *^{-1} r \quad (5.28)$$

zu berechnen, wobei  $r$  die Singlepeak-Rockingkurve repräsentiert. Hier wird jedoch außer Acht gelassen, dass, wie bereits erwähnt, nicht alle Neutronen an der Probe streuen und a priori nicht angenommen werden kann, dass Gleichung (5.28) physikalisch korrekte Ergebnisse liefert. Dieser Sachverhalt wird in Kapitel 6 eingehend behandelt. Vorerst möchte aber die Entfaltung mit Hilfe der Tikhonov-Regularisierung getestet werden, ohne dabei Ansprüche auf physikalische Sinnhaftigkeit zu stellen. Entfaltet man die Messdaten laut Gleichung (5.28), erhält man eine Kurve  $P$ , welche in Abbildung 5.4 dargestellt ist. Der nicht berücksichtigte ungestreute Anteil, trägt offensichtlich zu hohen Peaks an den Stellen von  $Q_y = -\frac{\Delta}{2}$  und  $Q_y = +\frac{\Delta}{2}$  bei, also dort, wo in der Rockingkurve  $R$  die Maxima der jeweils um die Spinaufspaltung verschobenen Gerätekurven  $r$  liegen. Diese Peaks machen abermals deutlich, dass der Anteil der Rockingkurve, der sich als ungestreuter Anteil in der Streukurve befindet, abgezogen werden muss, bevor entfaltet wird. Offensichtlich ist auch, dass die hohen Peaks des ungestreuten Anteils in der Kurve  $P$  in

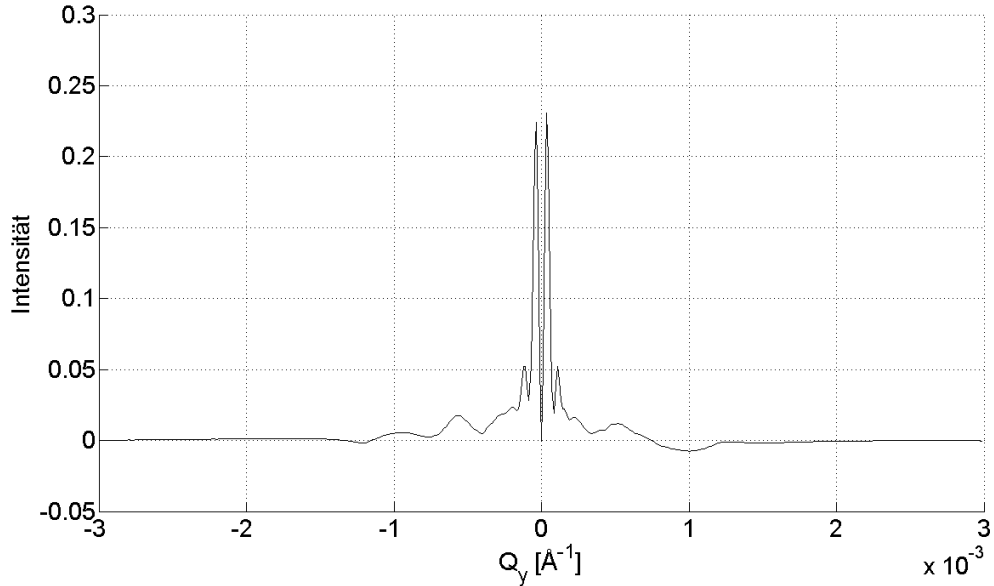


Abbildung 5.4: Entfaltung einer gemessenen Streuintensität  $I$  mit einer Singlepeak-Rockingkurve  $r$  mittels Tikhonov Regularisierung, ohne Berücksichtigung des ungestreuten Anteils.

Abbildung 5.4, asymmetrisch sind. Da die gemessene Rockingkurve aber zwei gleich hohe Peaks aufweist (vergleiche Abbildung 4.1), ist klar, dass dieser Fehler (unter der Annahme dass der verwendete Entfaltungsalgorithmus mit den Messdaten hinreichend gut arbeitet) entweder aus einer unzureichend gut bestimmten Singlepeak-Rockingkurve entsteht, oder aber die physikalische Streukurve an dieser Stelle zu einem höheren Peak beiträgt. Fraglich ist nun, wie aussagekräftig Abbildung 5.4 tatsächlich ist. Vor allem die Schwingungen unter 0 (signifikant bei  $Q_y = 0.001 \text{ \AA}^{-1}$ ) lassen die Ergebnisse noch nicht allzu vertrauenerweckend erscheinen. Beachtlich und sehr zuversichtlich stimmend ist jedoch, dass in [21], wo eine ebensolche Streukurve, jedoch mit grundlegend verschiedenen Ansätzen und Methoden, berechnet wurde, die Struktur der Kurve sehr ähnlich ist. Position, Ausprägung, sowie Anzahl der Maxima und Minima, sind in beachtlicher Übereinstimmung mit der hier gezeigten Entfaltung. Prinzipiell könnte man somit durchaus meinen, in Abbildung 5.4 Ähnlichkeiten zu theoretisch berechneten Streukurven, wie zum Beispiel die für rein magnetische Streuung in Abbildungen 3.8 und 3.9 gezeigten, zu erkennen. Die doch ausgeprägten periodischen Nebenmaxima, würden auf eine Gauß-Verteilung der Streuer mit recht kleiner Varianz hindeuten. Natürlich sind diese Interpretationen noch unter Vorbehalt zu betrachten und es ist

klar, dass es weiterer Verbesserungen der bisher angewandten Methoden und Konzepte bedarf. Scheinbar kann es aber potentiell in der Tat möglich sein, komplett modellunabhängig Aussagen über USANSPOL Messdaten zu treffen. Es gilt also nun, das Verhalten der Entfaltung bei Berücksichtigung des ungestreuten Anteils zu untersuchen.

## 6 | Berücksichtigung des ungestreuten Anteils

### 6.1 Bestimmung der Streuwahrscheinlichkeit

Wie in den vorherigen Kapiteln zu erkennen war, ist es für physikalisch aussagekräftige Lösungen der Entfaltung unabdingbar, den ungestreuten Anteil in der gemessenen Gesamtintensität  $I$  von USANSPOL Experimenten zu berücksichtigen. Neutronen, die beim Streuexperiment nicht am Target streuen, werden transmittiert und tragen zur Intensität  $I$ , mit einem gewissen prozentualen Anteil der reinen Rockingkurve  $R$  (siehe Gleichung (5.1)), bei. Naiv, aber vollkommen berechtigt, könnte man meinen, dass es ein leichtes sei, genau diesen ungestreuten Anteil von der Intensität  $I$  abzuziehen, um durch Entfaltung die physikalische Streukurve  $P$  zu erhalten. Dies lässt sich wie folgt anschreiben:

$$P = (pI - (1 - p)R) *^{-1} r \quad . \quad (6.1)$$

Hier wurde  $p$  als die Streuwahrscheinlichkeit der Neutronen eingeführt (mit  $0 \leq p \leq 1$ ) und es gilt weiterhin Gleichung (5.1), also dass  $R(Q_y) = r(Q_y - \frac{\Delta}{2}) + r(Q_y + \frac{\Delta}{2})$ . Gleichung (6.1) lässt sich damit, unter Ausnutzung der für Entfaltungen geltenden Rechtsdistributivität, weiter umformen zu

$$P = (pI *^{-1} r) - \left( (1 - p) \left( r(Q_y - \frac{\Delta}{2}) + r(Q_y + \frac{\Delta}{2}) \right) \right) *^{-1} r \quad , \quad (6.2)$$

wobei nun der erste Term der rechten Seite, mit der Entfaltung aus Kapitel 5.4.2 (hier mit einem Vorfaktor  $p$ ), korrespondiert. Der negative Term auf der rechten Seite entspricht Entfaltungen der Singlepeak-Rockingkurve mit sich selbst, jeweils an den Stellen der Peakmaxima von Spin-Up und Spin-Down Anteilen, mit einem Vorfaktor  $(1 - p)$ . Die Entfaltung einer Funktion mit sich selbst, ergibt (ohne jeglicher Fehlerbehaftung), eine Delta-Distribution



an der jeweiligen zentralen Position der Funktion - in diesem Fall  $r$ :

$$r(Q_y + \frac{\Delta}{2}) *^{-1} r(Q_y) = \delta(Q_y + \frac{\Delta}{2}) \quad , \quad (6.3)$$

$$r(Q_y - \frac{\Delta}{2}) *^{-1} r(Q_y) = \delta(Q_y - \frac{\Delta}{2}) \quad . \quad (6.4)$$

Da der verwendete Algorithmus zur Entfaltung aber keinesfalls als ideale, fehlerfreie Rechnung zu sehen ist (die Tikhonov-Regularisierung lebt davon, einen gewissen, kleinen Fehler in der Berechnung zu erlauben, siehe Kapitel 5.2), wird hier nicht mit einer idealen Delta-Distribution, sondern mit einer endlich breiten, sowie begrenzt hohen Delta ähnlichen Funktion zu rechnen sein. Ruft man sich Abbildung 5.4, die Entfaltung ohne Berücksichtigung des ungestreuten Anteils in Erinnerung, sollten folglich (nach Anwendung von Gleichung (6.2)), die beiden hohen, schmalen Peaks vermindert werden und die „wahre“ physikalische Streukurve (mit einem Vorfaktor  $p$  gewichtet) übrig bleiben. Damit wäre das Problem gelöst und eine vollkommen modellunabhängige Erarbeitung der physikalischen Streukurve bei USANSPOL Experimenten erreicht.

Was in dieser ersten Überlegung zum ungestreuten Anteil jedoch nicht berücksichtigt wurde, ist die Tatsache, dass Spin-Up und Spin-Down Neutronen (welche zu gleichen Anteilen im Neutronenstrahl enthalten sind) nicht zwingend gleiche Streuwahrscheinlichkeiten aufweisen müssen und somit eine Differenzierung dieser Wahrscheinlichkeiten notwendig macht. Es ist genau dieser Sachverhalt, der den Übergang von USANS zu USANSPOL Experimenten sinnvoll, und die individuelle Analyse der Verhalten der beiden Spinkomponenten möglich macht. Dies bedeutet nun, dass Gleichung (6.2) erweitert werden muss und die beiden Singlepeak-Rockingkurven der Spinkomponenten, vor Subtraktion von der Gesamtintensität  $I$  (entfaltet mit  $r$ ), mit unterschiedlichen Vorfaktoren  $(1 - p_{\uparrow})$  und  $(1 - p_{\downarrow})$  gewichtet werden:

$$P = (pI *^{-1} r) - \left( (1 - p_{\downarrow}) \cdot r(Q_y - \frac{\Delta}{2}) + (1 - p_{\uparrow}) \cdot r(Q_y + \frac{\Delta}{2}) \right) *^{-1} r \quad . \quad (6.5)$$

Für die Gesamtwahrscheinlichkeit  $p$  muss natürlich weiterhin  $0 \leq p \leq 1$  gelten, und somit ist  $p = (p_{\uparrow} + p_{\downarrow})/2$ . Auch für die individuellen Streuwahrscheinlichkeiten gilt  $0 \leq p_{\uparrow\downarrow} \leq 1$ . Es bringt also für unterschiedliche Streuwahrscheinlichkeiten  $p_{\uparrow}$  und  $p_{\downarrow}$  von Spin-Up, respektive Spin-Down Komponenten, erst die Ausführung der Entfaltung in Gleichung (6.5) physikalisch sinnvolle Ergebnisse. Streuen jedoch beide Spinkomponenten mit gleicher Wahrscheinlichkeit, ist die Näherung in Gleichung (6.2) gerechtfertigt und USANS Messungen wären ausreichend.

Nun gibt es bei der eben erklärten Vorgangsweise eine große Schwierigkeit, nämlich die Vorgabe der Streuwahrscheinlichkeiten  $p_{\uparrow}$  und  $p_{\downarrow}$  tätigen zu müssen. Genau dieses Vorgeben von  $p_{\uparrow\downarrow}$  stellt sich in ersten Rechnungen nach Gleichung (6.1), beziehungsweise (6.2), als diabolische Angelegenheit heraus. Es wird nun aber, gemeinsam mit [21], eine Methode vorgeschlagen, die bisherige Versuche die Streuwahrscheinlichkeit zu bestimmen, in deren Genauigkeit potentiell bei weitem übertreffen könnte. Ausgenutzt wird hier die Sensitivität der Entfaltung in Gleichung (6.1) auf Änderungen im Vorfaktor des ungestreuten Anteils. Das Verhalten der Methode wurde vorerst wieder mit Testfunktionen eruiert, womit sich das folgende Kapitel 6.2 beschäftigt. Auch die konkrete Vorgangsweise wird dort beschrieben.

## 6.2 Tests mit Modellfunktionen

Für die Tests der Methode zur Bestimmung der Streuwahrscheinlichkeit, werden gleiche Streuwahrscheinlichkeiten  $p = p_{\uparrow\downarrow}$  angenommen, da die prinzipielle Vorgangsweise unverändert bleibt und lediglich die Sensitivität der Methode demonstriert werden soll. Was bei USANS(POL) Experimenten gemessen wird, ist eine Gesamtstreuintensität  $I$ , die sich aus gestreutem, sowie ungestreutem Anteil der durch die Probe fliegenden Neutronen zusammensetzt:

$$I = pP * r + (1 - p)R \quad . \quad (6.6)$$

Diesen Sachverhalt kann man zu Testzwecken wieder durch Gauß-Funktionen nachbilden. Es wurde in Abbildung 6.1 erneut eine asymmetrische, hypothetische, physikalische Streufunktion (schwarz), sowie eine dünnere Doppelpeak-Rockingkurve (blau) erstellt. Die beiden Kurven stellen jene beiden Fälle dar, in denen 100% Streuung, respektive Transmission stattfindet, sie besitzen also die gleiche Fläche. Laut Gleichung (6.6), kann man diese Kurven  $P$  und  $R$ , über  $p$  und Faltung mit  $r$ , zu  $I$  zusammensetzen. Genau hier muss also eine hypothetische, „reale“ Streuwahrscheinlichkeit festgelegt werden, die im Falle einer experimentellen Messung intrinsisch und verborgen ist. Mit der hier vorgestellten Methode ist es aber möglich, die Streuwahrscheinlichkeit  $p$ , bei der Entfaltung von Gleichung (6.6) mit der Singlepeak-Rockingkurve  $r$  (also nur *einem* - normierten - Peak der blauen Rockingkurve  $R$  aus Abbildung 6.1), mittels Variation einer „gerateten“ Streuwahrscheinlichkeit  $k$ , zu eruiieren.

$$\begin{aligned} I &= pP * r + (1 - p)R \\ I - (1 - p)R &= pP * r \quad . \end{aligned} \quad (6.7)$$

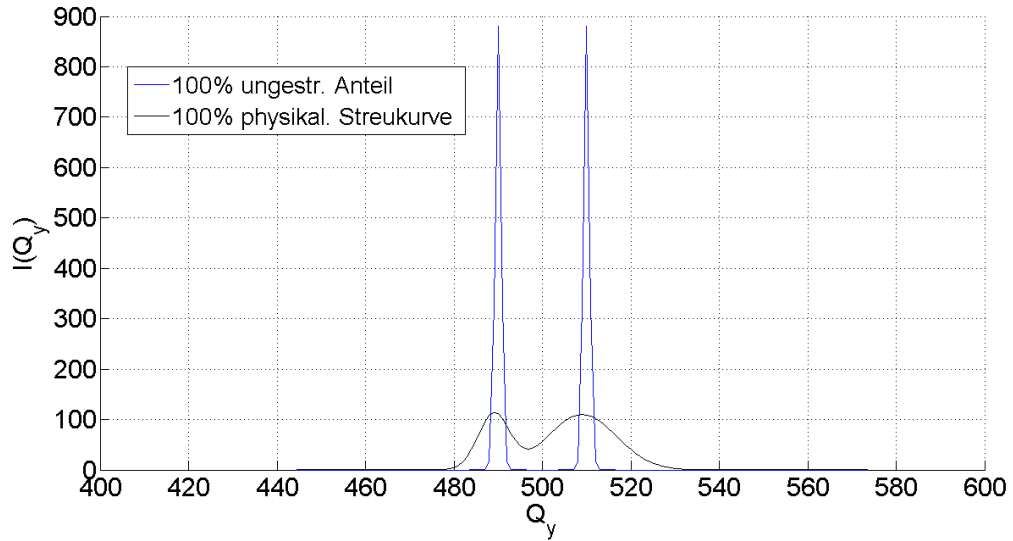


Abbildung 6.1: Modellfunktionen für  $R$  bei 100% Transmission und  $P$  bei 100% Streuung, mit jeweils der gleichen Fläche (Neutronenerhaltung). Erneut willkürliche, äquidistante Messkanäle auf der x-Achse.

Einfaches Entfalten mit  $r$  würde hier zum Ziel führen und  $P$  wäre bestimmt. Da  $p$  im Experiment aber nicht bekannt ist, nimmt man eine Streuwahrscheinlichkeit  $k$  an, bildet

$$kP' = (I - (1 - k)R) *^{-1} r \quad (6.8)$$

um einen  $k$ -ten Anteil  $R$  von  $I$  abzuziehen und variiert  $k$  so lange, bis man eine physikalisch sinnvolle, „smoothe“ Kurve  $P'$  erhält. In diesem Fall ist dann  $k \approx p$ , sowie  $P' \approx P$  und somit das Ziel erreicht. Solch eine Abschätzung, wann  $P'$  physikalisch sinnvoll, oder (bei Modellrechnungen) smooth genug ist, um potentiell die wahre, gesuchte physikalische Streukurve darzustellen, stellt sich in den Modellrechnungen als äußerst einfach und die Methode als sehr sensitiv heraus. In Abbildung 6.2 ist für die Modellrechnung eine Intensität  $I$  mit  $p = 0.3$  gewichteten Anteilen aus den vorhin vorgestellten Kurven für 100% Transmission und 100% Streuung erstellt worden (siehe Gleichung (6.7) oben).

Gesetzt den Fall, dass man, wie bei USANS(POL) Experimenten üblich, eine insgesamt Streuintensität  $I$  misst *ohne*  $p$  zu kennen, kann man, wie in Gleichung (6.8) vorgeschlagen, eine angenommene Streuwahrscheinlichkeit  $k$  variieren und  $(1 - k)$  Anteile der („gemessenen“) Rockingkurve von  $I$  subtrahieren. Die Ergebnisse von  $kP'$  für die vorliegende Modellrechnung sind in Abbildung 6.3 für angenommene Streuwahrscheinlichkeiten von  $k =$

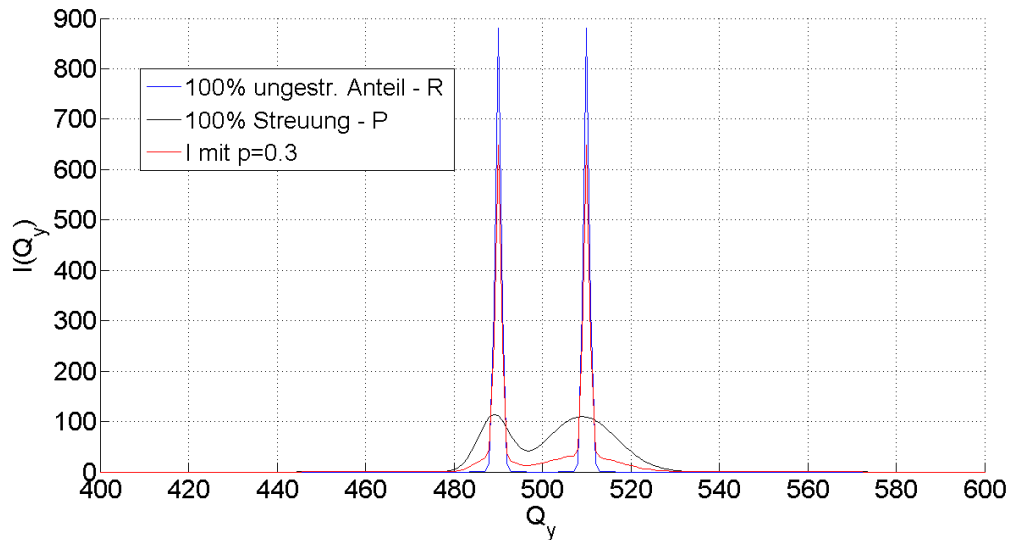


Abbildung 6.2: Rockingkurve und physikalische Streukurve wie in Abbildung 6.1, in rot eine sich für eine Streuwahrscheinlichkeit von  $p = 0.3$  (nach Gleichung (6.7) oben) ergebende Gesamtintensität  $I$ .

$\{0.25, 0.35, 0.45\}$  aufgetragen. Offensichtlich wird bei  $k = 0.25$  (grün) ein noch zu großer Anteil der Streukurve (75 %) von der Gesamtintensität abgezogen, was zu einem Einbruch von  $P'$ , an den Positionen der Peaks der Rockingkurve (blau) führt und sogar negative Intensitäten ergibt. Bei  $k = 0.35$  (ocker) und stärker noch bei  $k = 0.45$  (magenta), wird sichtbar zu wenig Rockingkurve von  $I$  abgezogen und in der Entfaltung  $P'$  bleiben Peaks der Rockingkurve sichtbar. Die Lösung für  $k = p$  muss also zwischen 0.25 und 0.35 liegen, was, wie in diesem Beispiel bekannt ist, der Wahrheit entspricht. Es stellt sich nun die Frage, mit was für einer Genauigkeit  $p$  bestimmt werden kann. Rastert man den Bereich zwischen  $k = 0.25$  und  $k = 0.35$  präziser ab, stellt man in Abbildung 6.4 fest, dass die Genauigkeit der Modellrechnung ungeheuerlich hoch ist - und zwar im Promillebereich. Während sich die schwarze Linie ( $k = p = 0.3$ ) von der türkisen ( $k = 0.304$ ) Linie in ihrer Streuwahrscheinlichkeit um 4 ‰ unterscheiden, ist der Unterschied in  $k$  zwischen schwarzer und grüner ( $k = 0.298$ ) bereits lediglich 2 ‰ und es kann dennoch mühelos die tatsächliche Streuwahrscheinlichkeit ausgelesen werden. Laut Gleichung (6.8), muss die gefundene Kurve  $P$  schließlich noch durch  $k = p$  dividiert werden, um deren richtige Intensität zu erhalten.

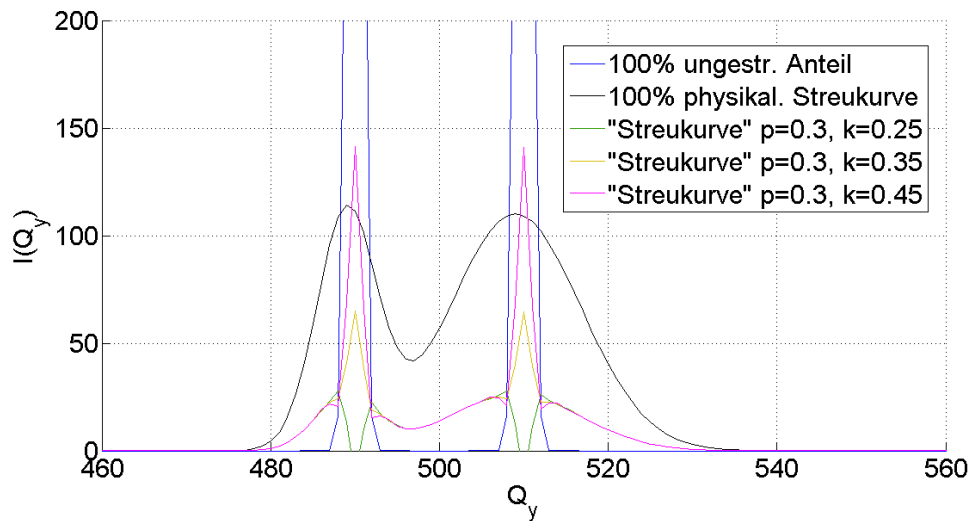


Abbildung 6.3: Versuche, die Streuwahrscheinlichkeit  $p$  zu eruiern. Es ist gut zu erkennen, dass die wahre Streukurve  $P$  zwischen der grünen (hier werden zu viele Anteile der Rockingkurve  $R$  von  $I$  in Gleichung (6.8) abgezogen) und der ockerfarbenen (zu wenige Anteile  $R$  werden von  $I$  abgezogen) Streukurve  $P'$  liegen muss.

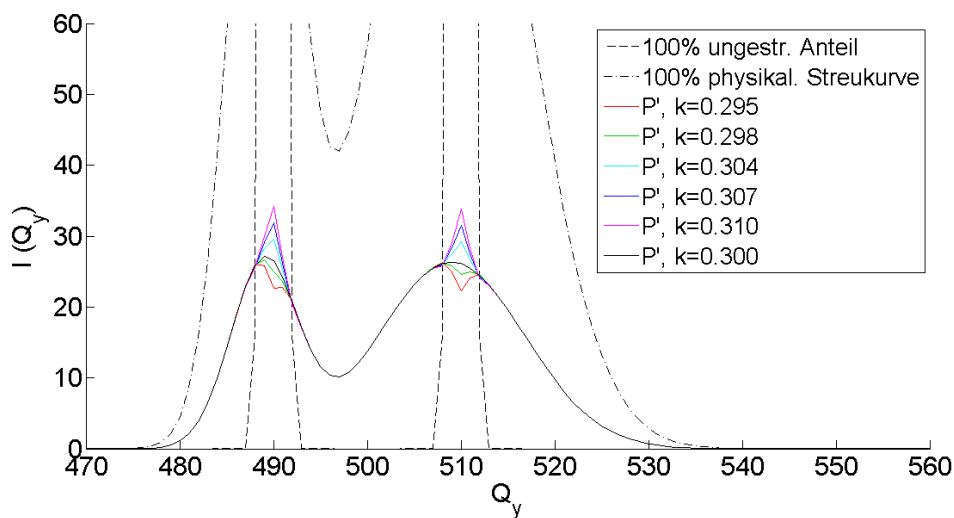


Abbildung 6.4: Feines Abrastern der Streuwahrscheinlichkeiten ermöglicht ein Bestimmen der Streuwahrscheinlichkeit auf wenige Promille genau. Für  $k = p = 0.3$  (schwarz) wird  $P' = P$  und eine smooth Kurve entsteht. Mit  $\frac{1}{p}$  multipliziert, ergibt sich die physikalische Streukurve für 100% Streuung (schwarz strichpunktiert).

Natürlich ist dieses Modell, wo eine smooth Kurve für die Entfaltung erwartet werden kann, nicht mit realen Daten zu vergleichen. Mit welchen neuerlichen Problemen bei Anwendung dieser Methode auf die Messdaten zu rechnen ist, versucht das nachfolgende Kapitel zu erläutern.

### 6.3 Anwendung auf Messdaten bei gleichen Streuwahrscheinlichkeiten beider Spinkomponenten

Bei Anwendung der eben gezeigten Methode zur Bestimmung einer globalen Streuwahrscheinlichkeit  $p$  der auf die Probe einfallenden Neutronen auf Messdaten, gestaltet sich ein Abschätzen, wann die wahre physikalische Streukurve  $P$  gefunden ist, wesentlich schwieriger als mit den Modellfunktionen im vorhergehenden Abschnitt. Die Messdaten sind fehlerbehaftet und bei Anwendung des Entfaltungsalgorithmus mittels Tikhonov-Regularisierung auf diese, ergeben sich, anders als bei Verwendung von Gauß-Funktionen, nicht zwangsläufig perfekte Ergebnisse. Außerdem kann zum Beispiel das Problem auftreten, dass die physikalische Streukurve an sich bereits genau an der Stelle der Peaks der Rockingkurve mehr oder weniger ausgeprägte Einbrüche in der Intensität aufweist (siehe Kapitel 3.2 und insbesondere Abbildungen 3.7-3.11). Ferner ist es fraglich, ob bei verwendeter Probe und gegebenem Setup eine Näherung für gleiche Streuwahrscheinlichkeiten von Spin-Up und Spin-Down Komponenten zulässig ist, oder diese doch voneinander abweichen. Demzufolge wird es schwierig werden zu erkennen, wann genau der tatsächlich richtige Anteil der Rockingkurve von der Gesamtintensität  $I$ , vor Anwendung der Entfaltung abgezogen wurde.

Die verwendete Probe ist weiterhin, wie bei allen in dieser Arbeit vorgestellten Messdaten, ein  $\text{Fe}_{78}\text{Mo}_2\text{B}_{20}$ -Band. Die ersten Messdaten stammen von einer Messung mit nicht gedrehter (das heißt vertikal orientierter) Probe, ohne äußerem magnetischen Feld. Wie in Kapitel 6.2 vorgestellt, wurde versucht, die wahre Streuwahrscheinlichkeit  $p$  vorerst zumindest auf einen bestimmten Bereich einzuschränken, in dem eine angenommene Streuwahrscheinlichkeit  $k$  variiert wurde. Abbildungen 6.5 und 6.6 zeigen aus Abbildung 6.3 bekannte physikalische Streukurven mit Variationen von  $k$ . Bei  $k = 1$  wird die Entfaltung zu der in Abbildung 5.4 gezeigten, ohne Berücksichtigung des ungestreuten Anteils. In Abbildung 6.5 mit  $k = 0.8$ , sind die mittleren, hier sehr hohen Peaks, welche aus dem Anteil der Rockingkurve (vergleiche 6.2) stammen, offensichtlich noch zu ausgeprägt.

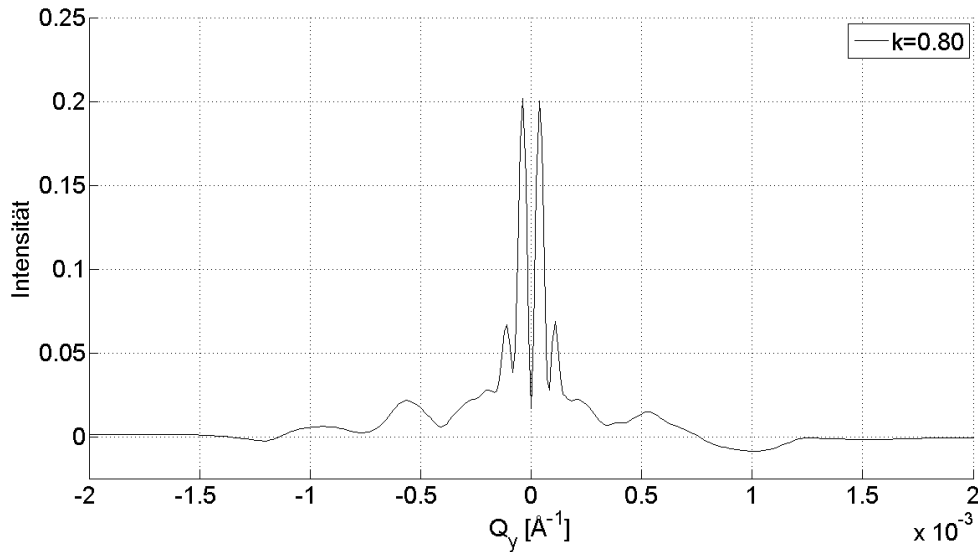


Abbildung 6.5: Physikalische Streukurve einer Messung ohne äußerem magnetischen Feld und nicht gedrehter Probe. Die angenommene Streuwahrscheinlichkeit von 80% ist offenbar zu hoch und es bleiben große ungestreute Anteile in Form von Peaks der Rockingkurve zurück.

In Abbildung 6.6 jedoch, ist der Einbruch an den Stellen der Peaks der Rockingkurve zu stark und Abrastern der Streuwahrscheinlichkeiten lässt schließlich ein  $k$  zwischen 0.4 und 0.5 vermuten. Darum sind in Abbildung 6.7 bis 6.9 physikalische Streukurven für  $k = \{0.43, 0.46, 0.49\}$  abgebildet. Die Erfahrungen aus den Modellrechnungen in Kapitel 3.2 zeigen, dass bei rein magnetischer Streuung offensichtlich mit einem *symmetrischen* Doppelpack pro Spinkomponente zu rechnen ist. Legt man sich darauf fest, würde man laut Abbildung 6.7 bis 6.9 eine Streuwahrscheinlichkeit von ungefähr 43-49% feststellen. Es gilt natürlich, wie weiter oben schon erwähnt, herauszufinden, ob die Asymmetrie der beiden mittleren Peaks aus der unzureichend bestimmten Singlepeak-Rockingkurve stammen und/oder ob reale Effekte dafür verantwortlich sind. Handelt es sich tatsächlich um unterschiedliche Streuwahrscheinlichkeiten für Spin-Up und Spin-Down Komponenten, so ist dies natürlich zu berücksichtigen und damit beschäftigt sich der nachfolgende Abschnitt 6.4. Mit Sicherheit ist aber die erzielte Genauigkeit durch besseres Trennen der Rockingkurve noch zu steigern. Die Intensitäten der y-Achse sind hier und im weiteren nicht normiert und nur die relativen Peakhöhen von Interesse.

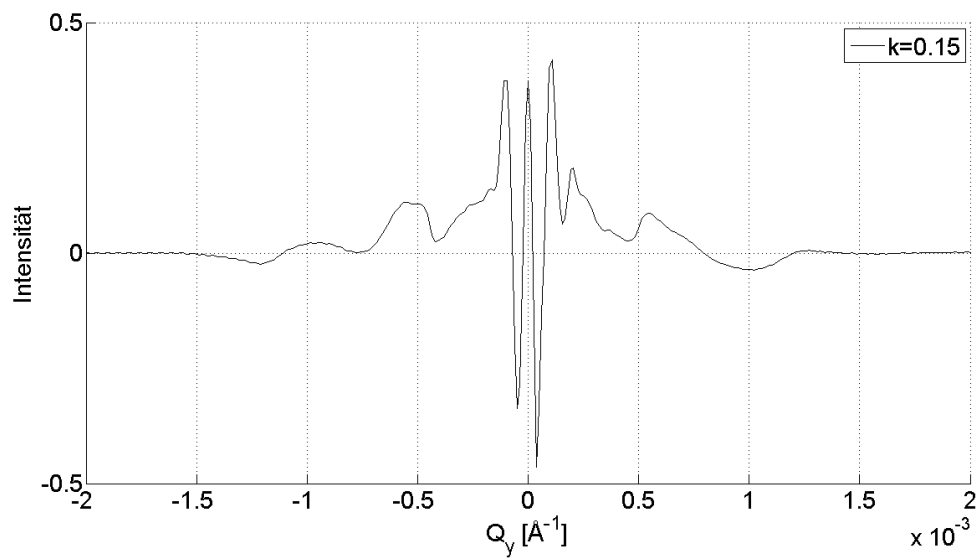


Abbildung 6.6: Selbes Setup wie in Abbildung 6.5, jedoch mit einer zu niedrig angenommenen Streuwahrscheinlichkeit von 15%. Offensichtlich werden zu große Anteile der Rockingkurve von der Gesamtstreuintensität abgezogen, was sich hier durch Einbrüche in der physikalischen Streukurve bemerkbar macht.

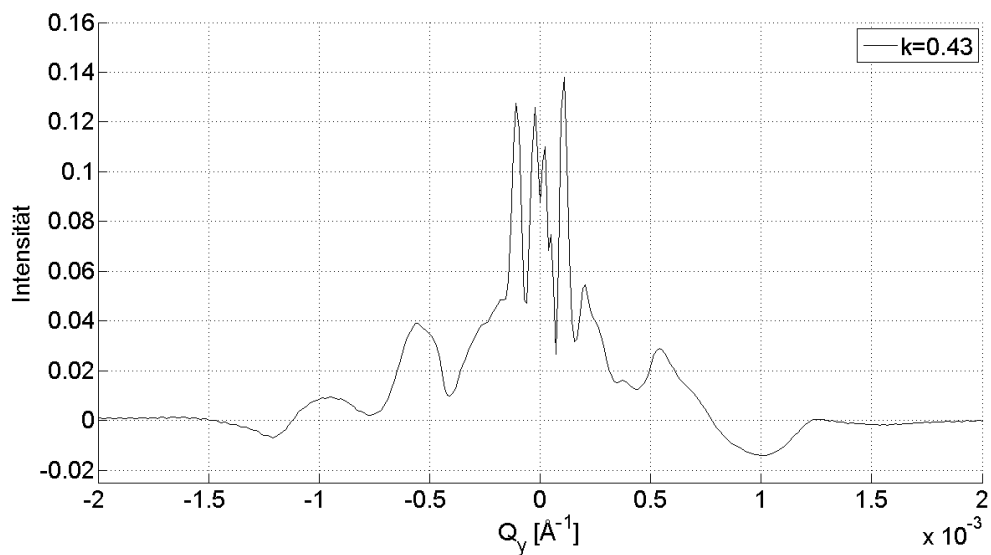


Abbildung 6.7: Physikalische Streukurve bei angenommener Streuwahrscheinlichkeit von 43% für nicht gedrehte (vertikal orientierte) Probe ohne äußeres Magnetfeld.



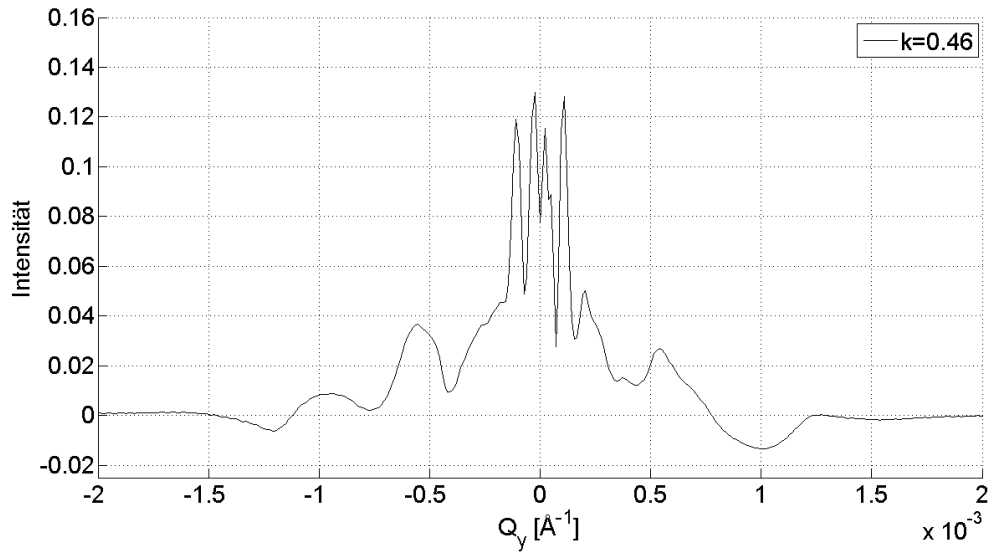


Abbildung 6.8: Physikalische Streukurve bei angenommener Streuwahrscheinlichkeit von 46% für nicht gedrehte Probe ohne äußeres Magnetfeld.

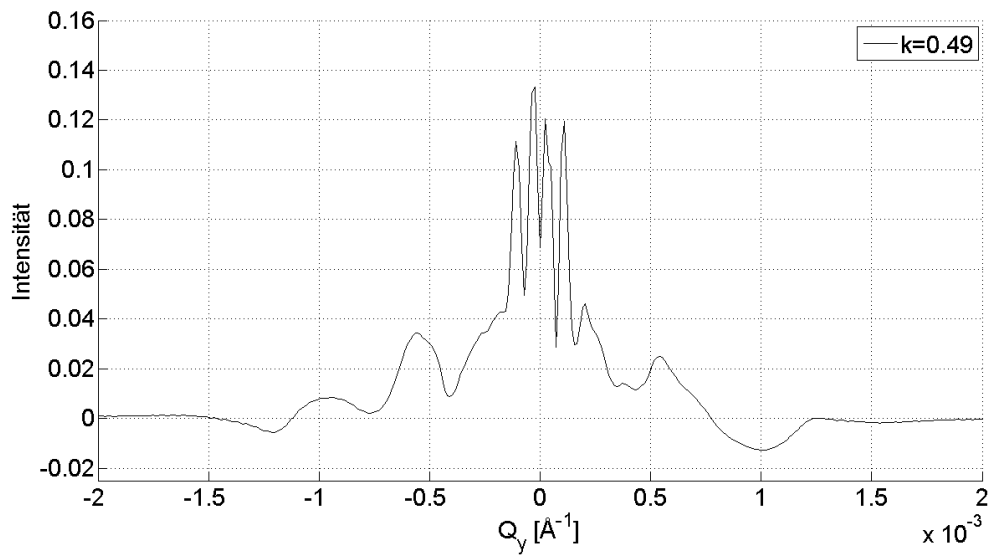


Abbildung 6.9: Physikalische Streukurve bei angenommener Streuwahrscheinlichkeit von 49% für nicht gedrehte Probe ohne äußeres Magnetfeld.

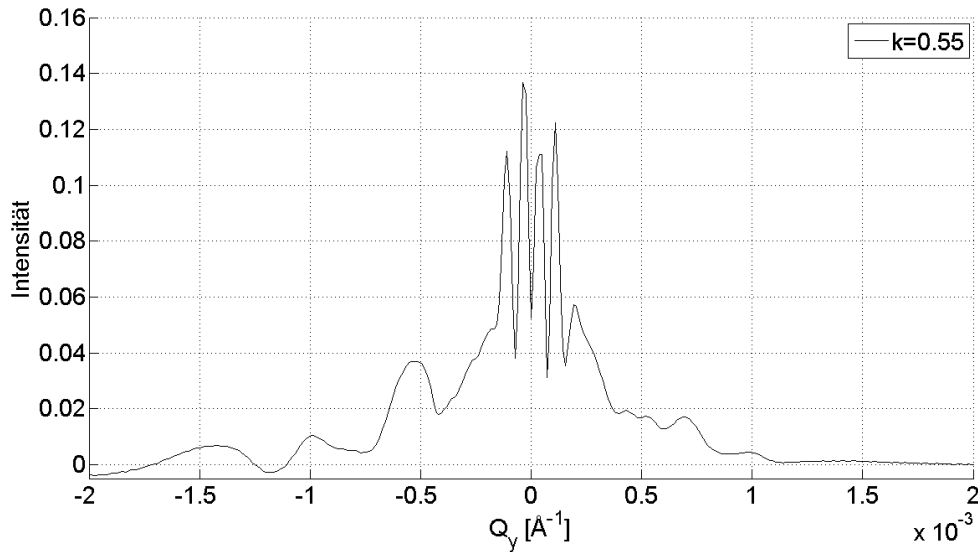


Abbildung 6.10: Physikalische Streukurve einer um  $45^\circ$  gedrehten Probe, ohne äußeres Magnetfeld. Symmetrische Streukurven für beide Spinausrichtungen ergeben sich bei rund 55% Streuwahrscheinlichkeit.

Betrachtet man nun Messergebnisse für eine gedrehte Probe, stellt man fest, dass sich mit selbiger, graphischer Analyse zur Bestimmung der Streuwahrscheinlichkeit Werte zwischen etwa 50 und 57% ergeben. Repräsentativ sind die Ergebnisse für eine um  $45^\circ$  (Abbildung 6.10) sowie für eine um  $90^\circ$  (Abbildung 6.11) gedrehte Probe dargestellt. Auffallend ist, dass der linke, innere Peak stets höher ausfällt als der rechte, was im nachfolgenden Kapitel für unterschiedliche Streuwahrscheinlichkeiten der beiden Spinkomponenten noch Gegenstand von Untersuchungen sein wird. Bei gedrehter Probe (untersucht wurden  $30^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $60^\circ$  und  $90^\circ$ ), fällt die Streuwahrscheinlichkeit tendenziell größer aus als bei vertikal orientierter Probe (in eben gelisteter Reihenfolge  $k = \{0.52, 0.55, 0.50, 0.57\}$ ), wobei die Streuwahrscheinlichkeit bei  $60^\circ$  wieder im Bereich jener der nicht gedrehten Probe liegt.

Insgesamt lassen sich bei allen physikalischen Streukurven relativ diskrete Nebenmaxima feststellen, was auf Streuer mit geringer Varianz schließen lassen würde (vergleiche Kapitel 3.2.2). Diese Nebenmaxima ändern sich beim Drehen der Probe geringfügig, was auf nicht ganz rotationssymmetrische Streuer hindeutet. Die Streuwahrscheinlichkeit ändert sich bei Variation des Drehwinkels nicht signifikant, was ohne angelegtem Magnetisierungsfeld nicht weiter überraschend ist und falls diese Abweichungen in den Streuwahrscheinlichkeiten

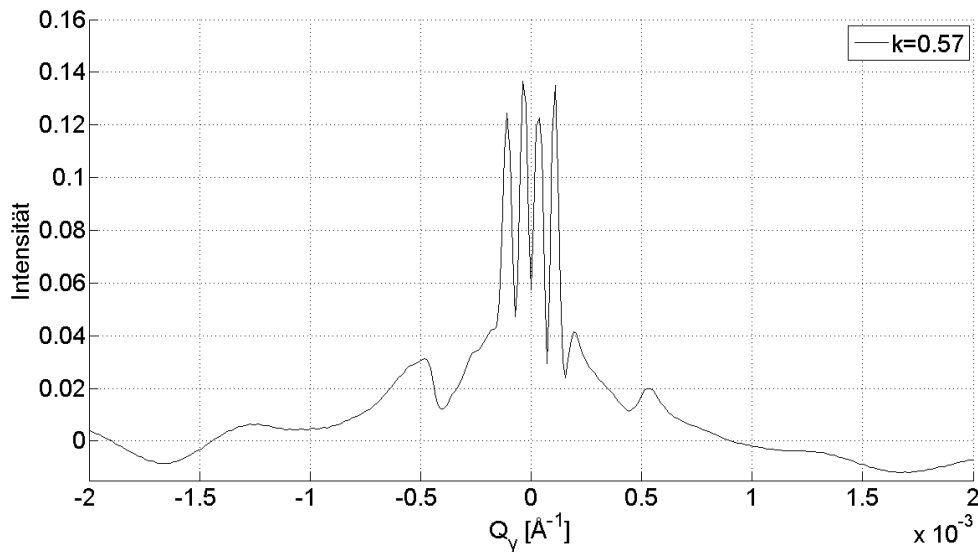


Abbildung 6.11: Physikalische Streukurve einer um  $90^\circ$  gedrehten Probe, ohne äußeres Magnetfeld. Symmetrische Streukurven für beide Spinausrichtungen ergeben sich bei rund 57% Streuwahrscheinlichkeit.

ten nicht auf einen bei der Auswertung produzierten Fehler zurückzuführen sind, ließe auch dies auf nicht ganz rotationssymmetrische Streuer und eine näherungsweise isotrope Probe schließen.

Betrachtet man nun Streukurven bei angelegtem äußeren Magnetfeld (Polarisation der Neutronen und äußeres Magnetfeld zeigen stets in die gleiche Richtung), sinkt die Streuwahrscheinlichkeit beträchtlich. Wie man in Abbildungen 6.12 (nicht gedrehte Probe bei angelegtem Magnetfeld von 60 G in Bandachse) und 6.13 (um  $90^\circ$  gedrehte Probe bei angelegtem Magnetfeld von 60 G normal zur Bandachse) erkennen kann, ist es erst für Streuwahrscheinlichkeiten von  $k = 0.17$ , respektive  $k = 0.3$  möglich, die Peaks der Spin-Up und Spin-Down Komponenten auf jeweils annähernd gleiche Höhe zu bringen. Die niedrigere Streuwahrscheinlichkeit bei ausgerichteten Spins der Probe, lässt sich dadurch erklären, dass es für die Spins der Neutronen unwahrscheinlicher ist an Streuern mit zu ihnen parallel ausgerichteten Spins zu streuen, wenn die Nachbardomäne in der Probe ebenfalls in die gleiche Richtung zeigt. Streuung kann somit lediglich bei einer gewissen „Potentialdifferenz“ erfolgen, was bei steigendem Magnetfeld immer unwahrscheinlicher wird, da immer mehr Domänen ausgerichtet sind. Erhöht man das Magnetfeld weiter, kann gezeigt werden, dass das Material ab einer gewissen Ma-

gnetfeldstärke für die Neutronen vollkommen transparent wird und keinerlei Streuung mehr stattfindet, da alle Spins der Probe ausgerichtet sind. Die unterschiedlichen Streuwahrscheinlichkeiten in Abbildungen 6.12 und 6.13 für die nicht gedrehte Probe und die um  $90^\circ$  gedrehte Probe bei einem Magnetfeld von jeweils 60 G in Bandachse, lässt mit der Begründung über eben erklärte „Potentialdifferenz“ vermuten, dass die Streuer weniger hoch als breit dimensioniert sind ( $a < b$ , bei dem aus Abschnitt 3 bekannten Bild der plättchenförmigen Streuer - dies muss natürlich nicht der Realität entsprechen, sondern soll lediglich eine Diskrepanz zwischen den Ausdehnungen in vertikaler und horizontaler Richtung aufzeigen). Somit gibt es bei nicht gedrehter, vertikaler Ausrichtung des Probenbandes mehr in die selbe Richtung ausgerichtete Spins nebeneinander (größeres  $b$ ), als bei in horizontaler Richtung gedrehter Probe, wo (das kleinere)  $a$  die Anzahl gleich ausgerichteter, nebeneinander liegende Spins bestimmt.

Wie bereits erwähnt, soll hier abermals betont werden dass es sich um vorläufige Ergebnisse handelt und die Ergebnisse keinesfalls als absolut aufzufassen sind, da es die Genauigkeit der verwendeten Methoden noch zu verbessern gilt. Des Weiteren gibt es zu vorliegenden Ergebnissen kaum Vergleichsmöglichkeiten und es wird daher als wichtig angesehen, die sich dementsprechend schwierig gestaltenden Interpretationen zu tätigen und iterativ zu verbessern. Nur so kann ein tieferes Verständnis für viele ungeklärte Fragen von USANSPOL Experimenten entwickelt werden.

## 6.4 Anwendung auf Messdaten bei individuellen Streuwahrscheinlichkeiten der Spinkomponenten

Nach den durchaus plausiblen Ergebnissen für Entfaltungen der Gesamtintensität  $I$  mit einer Singlepeak-Rockingkurve  $r$ , unter Berücksichtigung des ungestreuten Anteils der Rockingkurve  $(1 - p)R$ , mit einer *gemeinsamen* Streuwahrscheinlichkeit  $p$  für beide Spinkomponenten, gilt es nun verschiedene Streuwahrscheinlichkeiten  $p_\uparrow$  und  $p_\downarrow$  für Spin-Up, respektive Spin-Down Neutronen zu berücksichtigen. Genau diese Betrachtungen sind die Vorteile von USANSPOL Experimenten im Vergleich zu USANS Experimenten und die Analyse von potentiell verschiedenen Streuverhalten der beiden Spinkomponenten der Neutronen wird möglich. Die Vorgangsweise ist die aus Abschnitt 6.2 vorgestellte und im vorigen Kapitel 6.3 angewandte und die

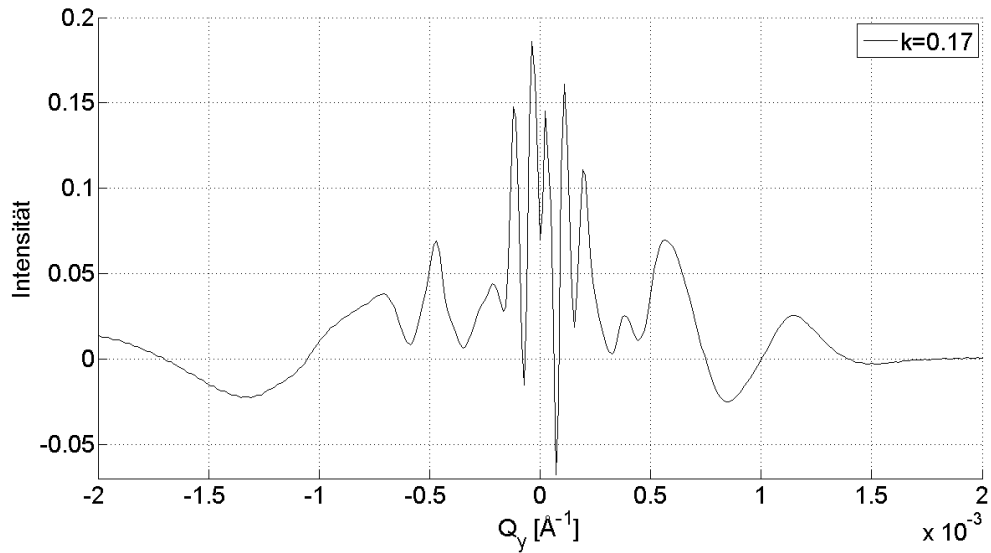


Abbildung 6.12: Physikalische Streukurve bei einem äußeren Magnetfeld von 60 G und vertikal orientierter Probe. Es ergibt sich eine Streuwahrscheinlichkeit von rund 17%.

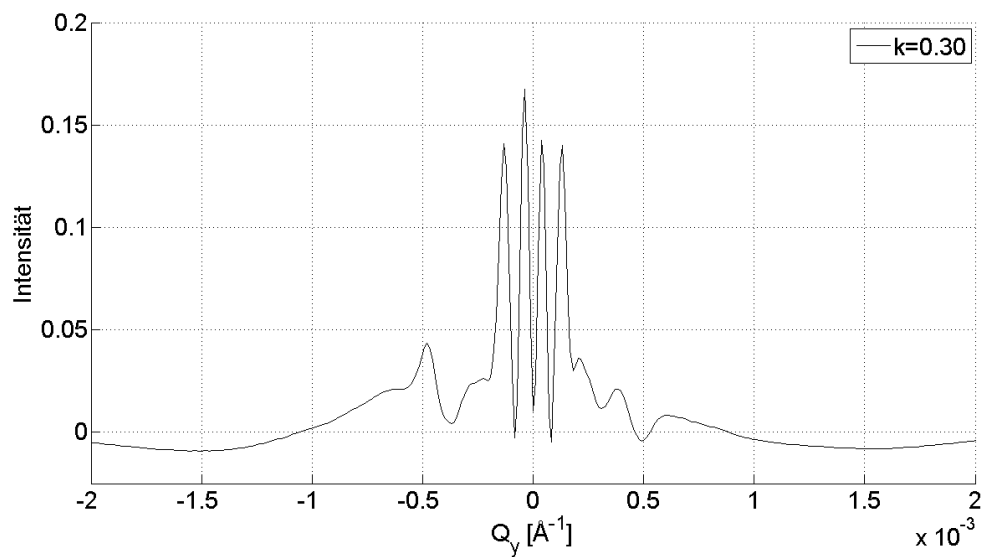


Abbildung 6.13: Physikalische Streukurve bei einem äußeren Magnetfeld von 60 G und horizontal orientierter Probe. Es ergibt sich eine Streuwahrscheinlichkeit von rund 30%.

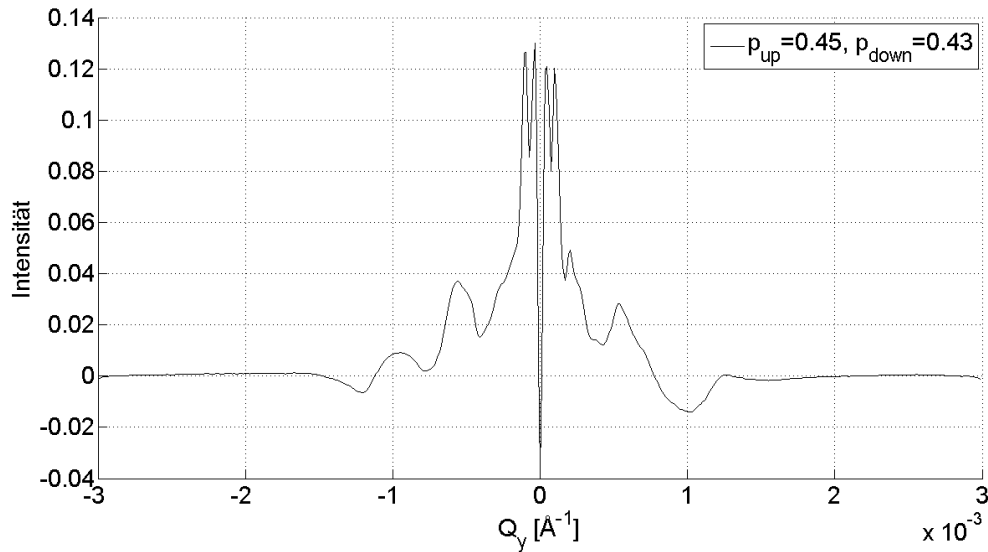


Abbildung 6.14: Streukurve einer vertikal orientierten Probe ohne äußerem Magnetfeld. Die hier symmetrischen Peaks der Spin-Up und Spin-Down Komponenten deuten auf Streuwahrscheinlichkeiten von  $p_{\uparrow} = 0.45$  und  $p_{\downarrow} = 0.43$  hin.

Entfaltung wurde im Sinne von Gleichung (6.5) durchgeführt, die hier noch einmal zu sehen ist:

$$P = (pI *^{-1} r) - \left( (1 - p_{\downarrow}) \cdot r(Q_y - \frac{\Delta}{2}) + (1 - p_{\uparrow}) \cdot r(Q_y + \frac{\Delta}{2}) \right) *^{-1} r \quad .$$

Vorerst wird wieder die Messung einer vertikal orientierten, nicht gedrehten Probe ohne äußerem magnetischen Feld analysiert. In bekannter Vorgangsweise kann erneut die Streuwahrscheinlichkeit variiert werden, bis, und das ist auch hier das verwendete Kriterium, die Peaks der physikalischen Streukurve *einer* Spinkomponente ungefähr gleiche Intensität aufweisen. Es wird angenommen, dass die beiden linken Peaks einer Streukurve mit Spin-Up Streuung, und die beiden rechten Peaks mit Spin-Down Streuung korrespondieren. Durch die Verwendung von nun zwei verschieden variierbaren Streuwahrscheinlichkeiten der beiden Komponenten, können die jeweiligen Peaks gut aneinander angepasst werden, was in Abbildung 6.14 zu sehen ist. Ein Problem, welches vorläufig bei Auswertungen mit zwei individuellen Streuwahrscheinlichkeiten auftritt, wird bei  $Q_y = 0$  deutlich, wo die Intensität steil abfällt und unter 0 sinkt. Es ist anzunehmen, dass dies von unzureichend gut bestimmten Flanken der Single Singlepeak-Rockingkurve  $r$  stammt - diese Problematik wurde bereits einige Male erwähnt. Für erste Betrachtungen

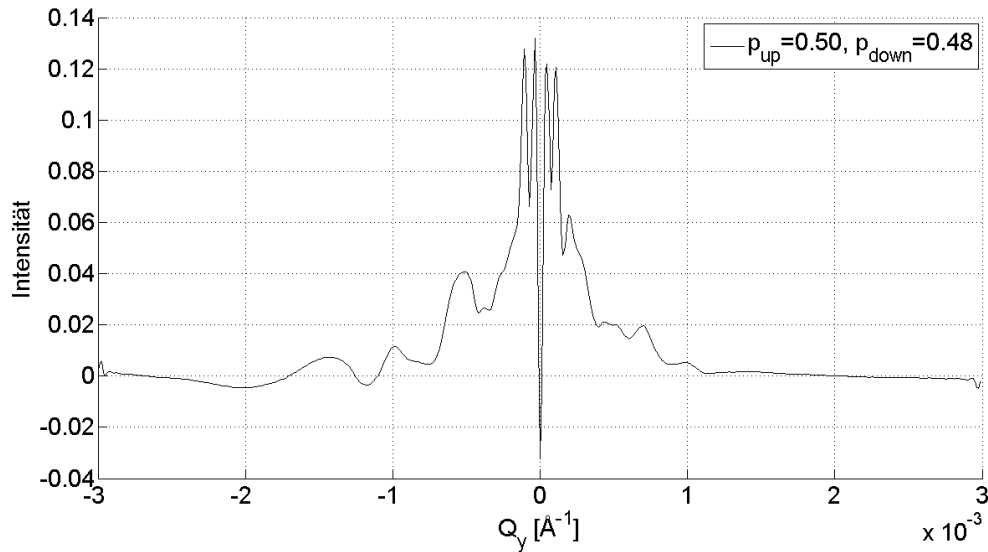


Abbildung 6.15: Bei einer um  $45^\circ$  gedrehten Probe ergeben sich Streuwahrscheinlichkeiten von 50 und 49% für Spin-Up und Spin-Down Komponenten der Neutronen.

vorläufiger Ergebnisse soll dies aber außer Acht gelassen werden, mit dem nachdrücklichen Hinweis, dass hier Bedarf an Verbesserung herrscht. Gleichwohl ist aus Abbildung 6.14 zu erkennen, dass für Streuwahrscheinlichkeiten von  $p_\uparrow = 0.45$  und  $p_\downarrow = 0.43$ , eine zufriedenstellende Anpassung der Peakhöhen für beide Spinkomponenten erreicht wird und der im vorigen Abschnitt 6.3 eingeschränkte Wert für  $p$  zwischen 43 und 49% liegt in guter Übereinstimmung damit.

Auch die Messdaten für die gedrehte Probe können mit individuellen Streuwahrscheinlichkeiten analysiert werden. Erneut werden repräsentativ die Ergebnisse bei Drehungen von  $45^\circ$  sowie  $90^\circ$  in Abbildung 6.15 und 6.16 dargestellt. Insgesamt ergeben sich für die Streuwahrscheinlichkeiten der gedrehten Probe

$$\{p_\uparrow, p_\downarrow\} = \{\{0.50, 0.49\}, \{0.50, 0.48\}, \{0.47, 0.44\}, \{0.54, 0.51\}\} \quad ,$$

bei Drehwinkeln von erneut  $30^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $60^\circ$  und  $90^\circ$ . Die Werte für  $p_\uparrow$  und  $p_\downarrow$  sind also recht ähnlich und bei rund 50% für beliebige Winkel des Probenbandes zur z-Achse, jedoch ist, in Übereinstimmung mit den Ergebnissen für ein globales  $p$  aus vorigem Abschnitt 6.3, bei  $60^\circ$  ein gewisser Einbruch zu erkennen, mit Werten ähnlich zu jenen bei vertikal orientierter Probe. Bei Drehung der Probe um  $90^\circ$  ergeben beide Methoden, also mit gemeinsamen

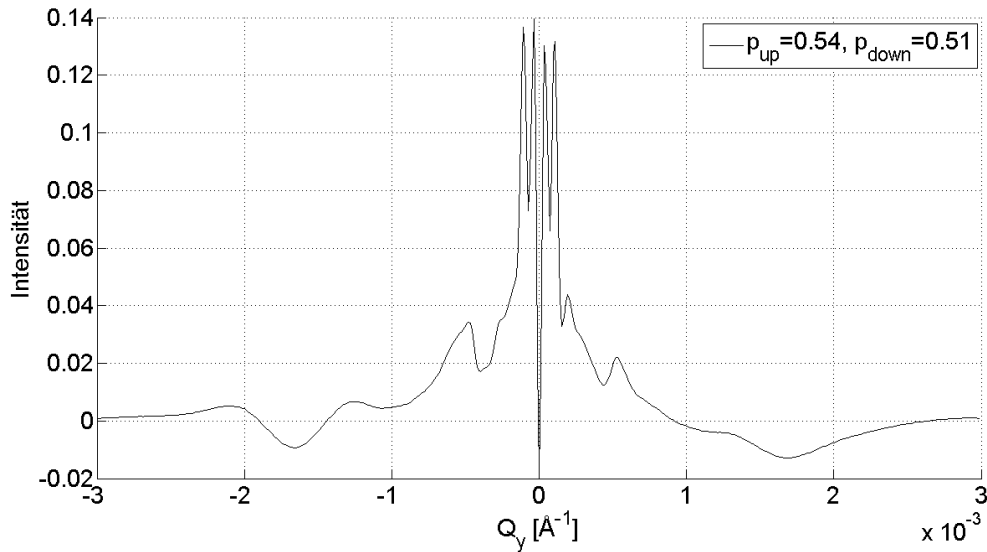


Abbildung 6.16: Bei einer um  $90^\circ$  gedrehten Probe ergeben sich Streuwahrscheinlichkeiten von 54 und 51% für Spin-Up und Spin-Down Komponenten der Neutronen.

sowie mit getrennten Streuwahrscheinlichkeiten der beiden Spinkomponenten, den größten Wert. In wie fern sich diese getätigten Aussagen innerhalb der Unsicherheit der noch nicht vollkommen ausgereiften Methode der Auswertung befinden, bleibt jedoch offen. Auch die offensichtlich durchgehend höhere Streuwahrscheinlichkeit für die Spin-Up, gegenüber der Spin-Down Komponenten der Neutronen, die sich in Übereinstimmung mit Gleichung (3.24) ergeben würde, könnte durchaus noch ein Effekt der zu ungenau bestimmten Singlepeak-Rockingkurve sein.

Es bleibt noch, die Ergebnisse der Messungen mit angelegtem äußeren Magnetfeld zu analysieren. Hier ergeben sich bei getrennten Streuwahrscheinlichkeiten Probleme mit der weiter oben erwähnten Tatsache, dass die Intensität bei  $Q_y = 0$  unter 0 sinkt, was sich für sinkende Streuwahrscheinlichkeiten immer massiver auswirkt. Dies ist offensichtlich nicht vertrauenswürdig und im Vergleich zu Abschnitt 6.3, sinken hier plötzlich die Werte für  $p_\uparrow$  und  $p_\downarrow$  auf 9 und 6% bei vertikal orientierter Probe, respektive 19 und 18% bei  $90^\circ$  gedrehter Probe, im Vergleich zu 17% ( $0^\circ$ ) und 30% ( $90^\circ$ ) bei einem gemeinsamen  $p$ . Das Problem bei  $Q_y = 0$  lässt offenbar die Streuwahrscheinlichkeiten mit absinken, bemerkenswerter Weise aber bleibt deren Verhältnis bei den beiden Winkeleinstellungen der Probe gleich - die Streuwahrscheinlichkeit bei horizontal orientierter Probe ist rund doppelt so hoch, wie jene bei vertikal



orientierter Probe. Die physikalischen Streukurven der eben besprochenen Fälle sind in Abbildungen 6.17 und 6.18 abgebildet, wo der starke Einbruch um  $Q_y = 0$  deutlich wird.

Insgesamt werden die Ergebnisse aus Abschnitt 6.3 qualitativ durchaus bestätigt und die Aussagen über die (Verteilung der) Streuer sowie die Probe im Allgemeinen bleiben gültig - lediglich die individuellen Streuwahrscheinlichkeiten konnten näher bestimmt werden. Die Ergebnisse der physikalischen Streukurve bei Betrachtung von Messdaten mit angelegtem äußerem Magnetfeld und getrennten Streuwahrscheinlichkeiten der Spinkomponenten in diesem Kapitel, sind im Vergleich zu den Ergebnissen bei Verwendung einer globalen Streuwahrscheinlichkeit unterschiedlich (obgleich die relativen Verhältnisse zwischen horizontal und vertikal orientierter Probe jeweils die gleichen sind) und es bedarf an dieser Stelle genaueren Untersuchungen. Dass es sich hier stets um vorläufige Ergebnisse handelt, wurde bereits mehrfach erwähnt.

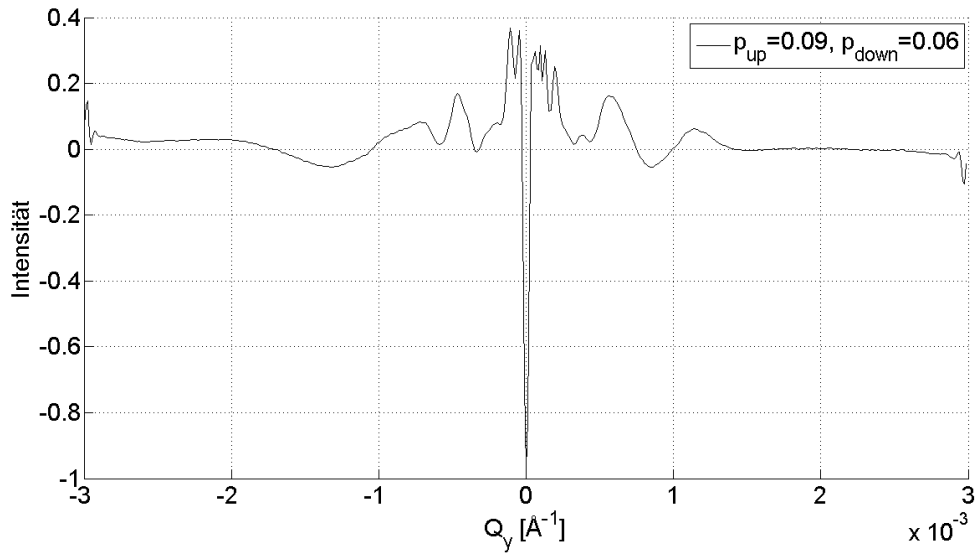


Abbildung 6.17: Bei geringen Streuwahrscheinlichkeiten ergeben sich offensichtlich noch Probleme um  $Q_y = 0$  bei Anwendung individueller Streuwahrscheinlichkeiten für Spin-Up und Spin-Down Komponenten.

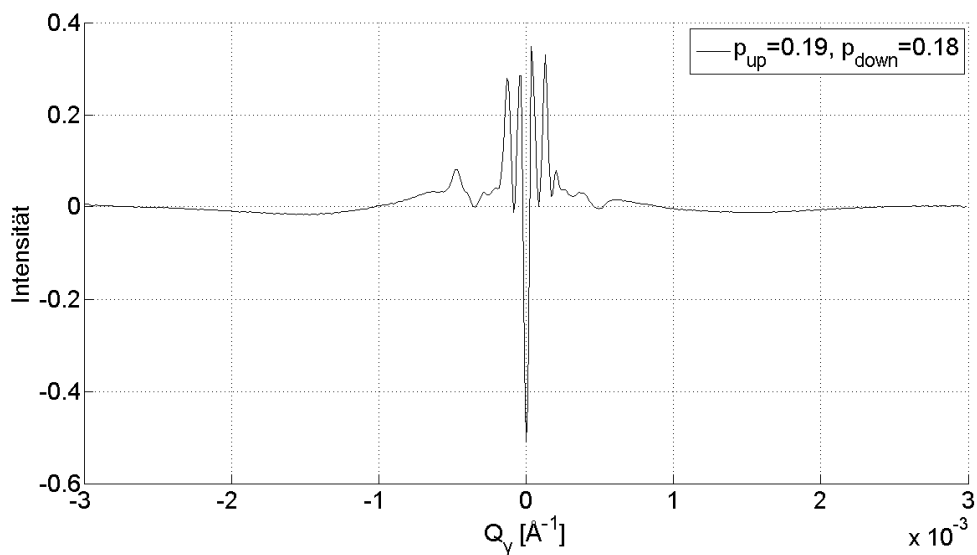


Abbildung 6.18: Trotz Problemen um den Nullpunkt der x-Achse, ist das Verhältnis der gezeigten Streuwahrscheinlichkeiten in Übereinstimmung zu jenen in Abbildung 6.17, wenn auch die absoluten Werte voneinander abweichen.

# 7 | Zusammenfassung, Conclusio und Ausblick

## Zusammenfassung

**I**n der vorliegenden Arbeit wurde erstmals gezeigt, dass es möglich ist, USANSPOL Messdaten vollkommen modellunabhängig auszuwerten. Zeitgleich wurde dies auch in [21] mit grundlegend anderen Methoden bestätigt.

USANSPOL Techniken wurden in den letzten 10 Jahren häufig zur Untersuchung von neuartigen magnetischen Bändern oder Gitterstrukturen eingesetzt [24, 25]. Bis dato wurden jedoch durchgehend Methoden zur Auswertung der Daten verwendet, welche zuvor vorgegebene mathematische Modelle an die Messungen anpassen [8, 15]. Der Übergang, weg von mathematischen Modellen und hin zu einer durchgehend modellunabhängigen Auswertung der Messdaten, wurde in dieser Arbeit dokumentiert. Erst wurde ein kurzer Einblick in die Grundlagen sowie in die Theorie der Ultrakleinwinkelstreuung gegeben und anhand eines Beispiels für plättchenförmige Streuer näher erläutert. Ein Fitting der Messdaten über Smoothing Splines stellt, gemeinsam mit der Trennung der Doppelpeaks der Rockingkurve in Einfachpeaks, den entscheidenden Schritt zur Modellunabhängigkeit dar. Hier ergeben sich jedoch, vor allem bei der Trennung der Rockingkurve, nichttriviale Probleme und es werden erste Lösungsvorschläge für diese präsentiert. Um eine physikalische Streukurve aus gemessener Streuintensität (mit eingespannter Probe) und Rockingkurve (Gerätekurve) zu berechnen, bedarf es einer Entfaltung der Streuintensität mit der getrennten Singlepeak-Rockingkurve, welche die Charakteristika des Gesamtsystems abbildet und womit die physikalische Streukurve zur gemessenen Streuintensität verschmiert. Entfaltung von fehlerbehafteten Systemen ist ein sehr empfindlicher und höchst nicht-trivialer Vorgang und die prinzipiellen Schwierigkeiten solcher Entfaltungen wurden zusammengefasst. Eine Lösung der hier auftretenden Probleme wur-

de im Zuge dieser Arbeit über Gleichungssysteme aus Singulärwertzerlegungen mit Tikhonov Regularisierung realisiert [19, 20]. Erste Ergebnisse dieser Vorgangsweisen deuten sehr stark auf eine potentiell gut funktionierende Methode zur modellunabhängigen Analyse von USANSPOL Messdaten hin. Diese Tests mit Messdaten einer  $\text{Fe}_{78}\text{Mo}_2\text{B}_{20}$ -Probe lassen Abschätzungen der Streuwahrscheinlichkeiten bei verschiedenen Orientierungen der Probenbänder zu, bestätigen die sinkende Streuwahrscheinlichkeit bei Anlegen eines äußeren Magnetfeldes und zeigen außerdem noch bestehende Probleme der Methoden auf. Auch lassen sich weitere Vorhersagen über geometrische Strukturen und statistische Verteilungen der Abmessungen der Streuer, sowie der Isotropie der Probe - wenn auch mit Vorbehalt - tätigen.

## Conclusio

Offensichtlich ist es möglich, physikalische Eigenschaften einer Probe in Form eines magnetischen Bandes durch USANSPOL Messungen modellunabhängig abzubilden. Um Auflösungsvermögen, Zuverlässigkeit und Vorteile gegenüber herkömmlichen Methoden der Auswertung abschätzen zu können, bedarf es jedoch stets weiterer Untersuchungen und Verbesserungen der einzelnen Arbeitsschritte.

## Ausblick

Um modellunabhängige USANSPOL Datenauswertung in Zukunft voranzutreiben und zu verbessern, gilt es, die in dieser Arbeit vorgestellten Arbeitsschritte und angewandten Methoden zu verbessern. In [21] wurden bereits zu einigen der erforderlichen Vorgangsweisen alternative Ansätze präsentiert. Die Vor- und Nachteile aller möglichen Prozeduren, gilt es in Hinblick auf Effizienz, Flexibilität, Genauigkeit und Zuverlässigkeit abzuwägen.

Beim hier vorgestellten Algorithmus zum Fitting der Messdaten über Smoothing Splines wird es Ziel sein, flexibler bei wechselnden Messdaten zu werden, da bis dato jeweils leichte Veränderungen der weights für die Funktion `spapsmod.m` gemacht, sprich individuelle Funktionen `FIT_MIT_YORIG.m` erstellt werden mussten. Obwohl die weights nur geringfügig angepasst werden müssen, ist hier ein vollautomatisiertes Verfahren anzustreben. Außerdem hat sich gezeigt, dass die Entfaltung der Messdaten, trotz des komplexen, fehlerbehafteten Sachverhalt, zwar nun stabil funktioniert, jedoch aber sehr sensibel auf Änderungen der vorgegebenen getrennten Singlepeak-Rockingkurve reagiert. Da die Rückführung der Rockingkurve auf die Addition zweier iden-

ter, gegeneinander verschobener Singlepeak-Kurven jedoch noch große Probleme bereitet (und worauf aus zeitlichen Gründen im Zuge dieser Arbeit nicht gründlich genug eingegangen werden konnte), wird die Verbesserung der Trennung der Rockingkurve ein wichtiger Beitrag zur Steigerung der Präzision der Methode sein. Zur potentiellen Verbesserung der Entfaltung, können noch weitere Möglichkeiten der Regularization Tools von Per Christian Hansen [20] ausgelotet werden.

Für weitere Messungen von USANSPOL Streudaten gäbe es Möglichkeiten zur Erweiterung der bisherigen Vorgehensweise. Natürlich ist es immer wünschenswert, mit längeren Messzeiten bessere Statistiken und mit mehr Messpunkten (vor allem in den äußeren Flanken der Hauptmaxima) einfachere Bedingungen für den Fitting-Vorgang zu erreichen. Um ohne längere Messzeiten bessere Auflösung in den Flanken zu erreichen, wäre es auch denkbar im Zentrum der Messkurven (wo Messdauer und Abstand der Messpunkte der letzten Messungen mehr als ausreichend sind), Datenpunkte, sowie Messzeit, zu Gunsten von mehr und länger gemessenen Punkten in den Flanken, abzugeben. Sehr erstrebenswert wäre es, aufgrund der Problematik der Trennung der Rockingkurve, die Spin-Up und Spin-Down Komponenten der einfallenden Neutronen auch einmal separiert zu messen. Die Probleme der Trennung der Rockingkurve würden sich lediglich auf ein Fitting einer gemessenen Singlepeak-Rockingkurve reduzieren und weiters könnte so die Annahme überprüft werden, ob die Rockingkurven der beiden Spinanteile tatsächlich ident sind. Realisierung eines solchen Experiments könnte unter Einbeziehung von Superspiegeln erfolgen, wobei sich ein solcher Experimentaufbau insgesamt sehr komplex gestalten würde. Außerdem würde eine größere räumliche Aufspaltung der Spinkomponenten mehr Klarheit in den Analysen bringen und die Auswertung erleichtern, was durch noch stärkere Magneten, oder Vergrößerung des Abstandes zwischen Magneten und Analysatorkristall erfolgen könnte, wobei in beiden Fällen derzeit nur mehr wenig Spielraum vorhanden ist.

## A | Sourcecodes

Im Anschluss sind nun einige der im Zuge dieser Arbeit entstandenen MATLAB<sup>®</sup>-Programme angeführt. Die Funktion *FIT\_MIT\_YORIG.m* (Listing A.2) liefert unter Verwendung von *spapsmod.m* (Listing A.1) einen Fit von USANSPOL Messdaten. Wie die Daten bereitgestellt und die Ergebnisse verarbeitet werden müssen, stellt exemplarisch das Programm *USANSTOOL.m* (Listing A.3) dar. Der Sourcecode des Programms *entfaltung-ohne-UA.m* (Listing A.4) zeigt, wie Messdaten entsprechend der in dieser Arbeit vorgestellten Methoden verarbeitet und entfaltet werden können - hier vorerst ohne Berücksichtigung des ungestreuten Anteils. Die beiden Programme *entfaltung-mit-UA-p.m* und *entfaltung-mit-UA-pu-pd.m* (Listing A.5 und A.6) demonstrieren Entfaltungen der Messdaten unter Berücksichtigung des ungestreuten Anteils, einerseits unter Annahme einer globalen Streuwahrscheinlichkeit  $p$ , andererseits bei individuellen Streuwahrscheinlichkeiten der Spin-Up und Spin-Down Anteile der Neutronen. Für die letzten beiden Programme zur Entfaltung unter Berücksichtigung des ungestreuten Anteils, muss vor Verwendung das Programm *entfaltung-ohne-UA.m*, mit Auswahl der gewünschten Messdaten, ausgeführt werden.

Listing A.1: spapsmod.m

```

2 function [sp,values,rho] = spapsmod(x,y,tol,varargin)
3 %SPAPSMOD Smoothing spline.
4 %
5 % [SP,VALUES] = SPAPSMOD(X,Y,TOL) returns the B-form and, if ...
6 % asked, the
7 % values at X, of a cubic smoothing spline f to the data X, Y.
8 % The smoothing spline approximates, at the data site X(j), the given
9 % data value Y(:,j), j=1:length(X). The data values may be scalars,
10 % vectors, matrices, or even ND-arrays.
11 % further info: matlab documentation - spaps.m
12 % Copyright 1987-2008 The MathWorks, Inc., on all code taken from ...
13 % spaps.m
14 % $Revision: 1.1.6.1 $
15 w = []; m = [];
16 for j=4:nargin
17     arg = varargin{j-3};
18     if ~isempty(arg)
19         if iscell(arg)
20             if length(arg{1})==1, m = cat(2,arg{:});
21             else w = arg;
22             end
23         else
24             if length(arg)==1, m = arg;
25             else w = arg;
26             end
27         end
28     end
29 end
30 if isempty(m), m = 2; end
31
32
33 % we have univariate data
34 if nargout>1
35     [sp,values,rho] = spaps1(x,y,tol,w,m);
36 else
37     sp = spaps1(x,y,tol,w,m);
38 end
39
40 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
41 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
42 function [sp,values,rho] = spaps1(x,y,tol,w,m)
43
44 global points myratio desiredratio myloop startingpoint yorig errororig

```

```

46 loopgrenze=10000;
47 while desiredratio==0

49 myloop=myloop+1;

51 if myloop>=loopgrenze % falls etwas schief geht und desiredratio ...
    nicht erreicht werden kann: stop it!
52     fprintf(2,'\nSeems like we've got a little problem here, over %d ...
        loops needed.\n tol=%f \n\n' ,loopgrenze ,tol);
53     return
54 end

57 %SPAPSI Univariate smoothing spline.

59 [xi,yi ,sizeval ,w,origint ,tol ,tolred] = ...
    chckxywp(x,y,max(2,m),w,tol , 'adjtol');

62 dx = diff(xi); n = size(xi,1); xi = reshape(xi,1,n);
63 yd = size(yi,2);

65 % um Struktur beizubehalten hier eine if Bed. für n~=m, war egtl. ...
    ein elseif:
66 if n==m
67     error('We're going to need more data points...')

69 elseif tol(1)==0||tol(1)==-inf
70     error('Please set a tolerance, we don't want to force the fit ...
        exactly through the measured data points.')

72 else
73     % Set up the linear system for solving for the B-spline ...
        coefficients of
74     % the m-th derivative of the smoothing spline (as outlined in the note
75     % [C. de Boor, Calculation of the smoothing spline with weighted ...
        roughness
76     % measure] obtainable as smooth.ps at ftp.cs.wisc.edu/Approx), ...
        making use
77     % of the sparsity of the system.
78     %
79     % A is the Gramian of B_{j,x,m}, j=1,...,n-m,
80     % and Ct is the matrix whose j-th row contains the weights for
81     % for the 'normalized' m-th dividif (m-1)! ...
        (x_{j+m}-x_j)[x_j,...,x_{j+m}]

83     % Deal with the possibility that a weighted roughness measure is ...
        to be used.

```



```

84 % This is quite easy since it amounts to multiplying the ...
      integrand on the
85 % interval (x(i-1) .. x(i)) by 1/tol(i), i=2:n.
86 if length(tol)==1, dxol = dx;
87 % elseif length(tol)==n: Actually, this is already checked in ...
      CHCKXYWP
88 else
89     lam = reshape(tol(2:end),n-1,1); tol = tol(1); dxol = dx./lam;
90 end

92 if m==1
93     A = spdiags(dxol,0,n-1,n-1);
94     disp(A)
95     Ct = spdiags([-ones(n-1,1) ones(n-1,1)], 0:1, n-1,n);
96     disp(Ct)

98 elseif m==2
99     A = spdiags([dxol(2:n-1), 2*(dxol(2:n-1)+dxol(1:n-2)), ...
100                dxol(1:n-2)], ...
101                -1:1, n-m,n-m)/6;
102     odx = 1./dx;
103     Ct = spdiags([odx(1:n-2), -(odx(2:n-1)+odx(1:n-2)), ...
104                odx(2:n-1)], ...
105                0:m, n-m,n);
106 elseif m==3
107     % have some fun putting together the Gramian by Gauss quadrature
108     % in preparation for the case of general m .
109     pdx = reshape((.774596669241483/2)*dx,1,n-1);
110     % get interval midpoints ...
111     temp = reshape((xi(1:n-1)+xi(2:n))/2,1,n-1);
112     % ... and the m Gauss points in each interval ...
113     temp = [temp-pdx;temp;temp+pdx];
114     % ... and, from this, the values of all the B-splines at all ...
115     % these points
116     [ig,ig,ig,ig,blocks] = bkbrk(spcol(augknt(xi,m),m,temp(:)'),'1);
117     % BLOCKS=[A_1; ...; A_{n-1}] consists of n-1 m-by-m ...
118     % matrices A_i
119     % with A_i(p,q) the value at the p-th point in interval ...
120     % (xi(i)..xi(i+1))
121     % of the q-th B-spline relevant there. Hence, ...
122     blocks = reshape(blocks,m,m*(n-1));
123     % ... reorganizes this into [B_1, ..., B_m], with B_q(p,i) ...
124     % the value
125     % at the p-th point in interval i of the q-th B-spline ...
126     % relevant there.
127     % For each interval i, we need to compute the properly ...
128     % weighted scalar
129     % product of all B-splines relevant there, the weights being the
130     % quadrature weights, for the interval of length dx, which are

```

```

123 % (5/18, 4/9, 5/18)*dx
124 % Hence, multiply the p-th row of BLOCKS by the p-th weight:
125 wblocks = ...
    [(5/18)*blocks(1,:);(4/9)*blocks(2,:);(5/18)*blocks(3,:)];
126 % then get the 1-row matrix [C_11, C_12, C_13, C_22, C_23, ...
    C_33] with
127 % C_qr(i) the integral over the interval i of the ...
    (pointwise) product
128 % of the relevant B-splines q and r there:
129 nm1 = 1:n-1; nm3 = 1:(n-3);
130 temp = reshape(...
131     sum(blocks(:,[nm1 nm1 nm1 n-1+nm1 n-1+nm1 2*(n-1)+nm1]).* ...
132     wblocks(:,[ 1:3*(n-1) n:3*(n-1) 2*(n-1)+nm1])).* ...
133     reshape(repmat(dxol,1,6),1,6*(n-1)),6*(n-1),1);
134 % Note that SPDIAGS aligns columns (rather than rows) in this case
135 % and that, e.g., the i-th main-diagonal entry is the sum of ...
    three terms,
136 % namely C_33(i) + C_22(i+1) + C_11(i+2); etc
137 A = spdiags([temp(2*(n-1)+2+nm3), ...
138     temp(4*(n-1)+1+nm3)+temp(n+1+nm3), ...
139     temp(5*(n-1)+nm3)+temp(3*(n-1)+1+nm3)+temp(2+nm3), ...
    ...
140     temp(4*(n-1)+nm3)+temp(n+nm3), ...
141     temp(2*(n-1)+nm3)],-2:2,n-m,n-m);

143 dxx = dx(1:(n-2))+dx(2:(n-1)); dxxx = dxx(1:(n-3))+dx(3:(n-1));
144 odx = 1./dx; odxodx = odx(1:(n-2)).*odx(2:(n-1));
145 odxx = 1./dxx;
146 % note that SPDIAGS aligns rows (rather than columns) in this case
147 Ct = 2*spdiags([-odx(1:(n-3)).*odxx(1:(n-3)), ...
148     dxxx.*odxodx(1:(n-3)).*odxx(2:(n-2)), ...
149     -dxxx.*odxx(1:(n-3)).*odxodx(2:(n-2)), ...
150     odxx(2:(n-2)).*odx(3:(n-1))], 0:m, n-m,n);
151 else
152     error('SPLINES:SPAPS:cantdomoothingorder', ...
153         ['Cannot handle the specified smoothing order, ...
154         ',num2str(m),' .'])
154 end

156 % Now determine f as the smoothing spline, i.e., the minimizer of
157 %
158 % rho*E(f) + F(D^m f)
159 %
160 % with the smoothing parameter RHO chosen so that E(f) <= TOL .
161 % Start with RHO=0, in which case f is polynomial of order M ...
    that
162 % minimizes E(f) .
163 % If the resulting E(f) is too large, follow C. Reinsch
164 % and determine the proper rho as the unique zero of the function

```

```

165 %
166 %   g(rho):= 1/sqrt(E(rho)) - 1/sqrt(TOL)
167 %
168 % (since g is monotone increasing and is close to linear for ...
    larger RHO)
169 % using Newton's method at RHO = 0 but deviating from Reinsch's ...
    advice by
170 % using the Secant method after that.
171 % This requires g'(rho) = -(1/2)E(rho)^{-3/2} DE(rho) , with DE(rho)
172 % derived from the determining equations for f . These are
173 %
174 %           Ct y = (Ct W^{-1} C + rho A) u,   u := c/rho,
175 %
176 % with c the B-coefficients of D^m f , in terms of which
177 %
178 %           y - f = W^{-1} C u,   E(rho) = (C u)' W^{-1} C u ,
179 % hence
180 %           DE(rho) = 2 (C u)' W^{-1} C Du ,
181 % with
182 %           - A u = (Ct W^{-1} C + rho A) Du
183 %
184 % In particular , DE(0) = -2 u' A u , with u = (Ct W^{-1} C) \ (Ct ...
    y) ,
185 % hence g'(0) = E(0)^{-3/2} u' A u.

187   cty = Ct*yi; wic = spdiags(1./w(:),0,n,n)*(Ct. '); ctwic = Ct*wic;

189   must_integrate = 1;
190   if tol<0 % we are to work with a specified rho
191       rho = -tol;
192       u = (ctwic + rho*A)\cty; ymf = wic*u; values = (yi - ymf).';
193   else % determine rho from the tolerance requirement

195       u = ctwic\cty; ymf = wic*u; E = trace(u'*Ct*ymf);
196       if E<tol
197           values = (yi - ymf).'; rho = 0;
198           sp = spmak(augknt(xi([1 n]),m), values(:,ones(1,m))));
199           must_integrate = 0;
200       else
201           oost = 1/sqrt(tol); g0 = 1/sqrt(E) - oost;
202           rho = -g0*E*sqrt(E)/trace(u'*A*u); delrho = rho;
203           while ~isnan(rho)&&delrho>0
204               u = (ctwic + rho*A)\cty; ymf = wic*u; E = trace(u'*Ct*ymf);
205               if 100*abs(E-tol)<tol, break, end
206               grho = 1/sqrt(E) - oost;
207               delrho = delrho/(g0/grho-1);
208               g0 = grho; rho = rho+delrho;
209           end
210       values = (yi - ymf).';

```

```

211     end
212 end
213 if must_integrate
214     sp = spmak(xi,(rho*u)');
215     if exist('lam','var') % we must divide D^m s by lambda before ...
        integration.
216         % This may require additional knots at every jump
217         % in lambda.
218     lam = reshape(lam,1,n-1);
219     if m==1
220         sp = spmak(xi,((rho*u)') ./ repmat(lam,yd,1));
221     else
222         jumps = 1+find(diff(lam)~=0); mults = [];
223         if ~isempty(jumps) % must insert knots at these points
224             sp = sprfn(sp, ...
225                 reshape(xi(ones(m-1,1),jumps),1,(m-1)*length(jumps)));
226             mults = [jumps(1)-1,diff(jumps)+m-1];
227         end

228     % Then must group the coefs accordingly, and divide by ...
229     % their LAM,
230     % in anticipation of which the vector MULTS has already been
231     % generated. Here are the details:
232     % There are length(jumps)+1 such groups. The first one goes
233     % from 1 to jumps(1)-1, to be divided by lam(1),
234     % i.e., jumps(1)-1 terms are involved. Next goes
235     % from jumps(1) to jumps(2)-1+m-1, divided by lam(jumps(1)+1)
236     % i.e., jumps(2)-jumps(1)+(m-1) terms are involved. Next goes
237     % from jumps(2)+m-1 to jumps(3)-1+2(m-1), by lam(jumps(2)+1)
238     % i.e., jumps(3)-jumps(2)+m-1 terms are involved. Next goes
239     % ...
240     % from jumps(end)+1-m+(m-1)*(end-1) to length(coefs,2), by ...
241     % lam(end)
242     % We'll use BRK2KNT to produce the needed multiplicities.

243     [knots, coefs] = spbrk(sp);
244     lams = brk2knt(lam([1 jumps]), ...
245         [mults, size(coefs,2)-sum(mults)]);
246     sp = spmak(knots, coefs ./ repmat(lams,yd,1));

247     end % of case distinction based on value of m
248 end % of division of D^m s by lam

249 for j=1:m-1, sp = fnint(sp); end
250 sp = fnint(sp, values(:,1));
251 end
252 end
253 end

```

```

255 % At this point, SP differs from the answer by a polynomial of ...
      order M , and
256 % this polynomial is computable from its values  VALUES-FNVAL(SP,XI)
257 if m>1
258     [knots , coefs , ignored , k] = spbrk(sp);
259     knotstar = aveknt(knots,k); knotstar([1 end]) = knots([1 end]);
260     % (special treatment of endpoints to avoid singularity of collocation
261     % matrix due to noise in calculating knot averages)
262     if yd==1
263         vals = ...
                polyval(polyfit(xi-xi(1),values-fnval(sp,xi),m-1),knotstar-xi(1));
264     else
265         % Unfortunately, MATLAB's POLYVAL and POLYFIT only work for ...
                scalar-valued
266         % functions, hence we must make our own homegrown fit here.
                vals = fnval(spap2(1,m,xi,values-fnval(sp,xi)),knotstar);
267     end
268     if m==2
269         sp = spmak(knots, coefs+vals); % vals give the value at the ...
                Greville
270
271                                     % points of a straight line, ...
                and these
272                                     % we know therefore to be the ...
                B-coeffs
273                                     % of that straight line wrto knots.
274     elseif m==3
275         sp = spmak(knots, ...
                coefs+spbrk(spapi(knots, knotstar, vals), 'coefs'));
276     end
277 end

280 if ~isempty(origint), sp = ...
        fn2fm(fnbrk(fn2fm(sp, 'pp'), origint), 'B-'); end
281 if length(sizeval)>1, sp = fnchg(sp, 'dz', sizeval); end

283 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
284 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

286 counts=0; % counts = values von sp innerhalb des fehlerbalkens
287 % for i=1:(points-(startingpoint-1))
288 %     deviation=abs(values(i)-yorig(i));
289 %     if deviation<=myerror(i)
290 %         counts=counts+1;
291 %     end
292 % end

294 % für log-plots: logarithmisch addieren/subtrahieren
295 i=1;

```

```

296 % laenge=length(values)
297 for i=1:((points+1)-(startingpoint))
298     % jetzt aufpassen mit addieren von log werten - daher ...
        nicht-log-daten verwenden, values sind aber log werte)
299     if log10(yorig(i)+errororig(i))>=values(i) && ...
        log10(yorig(i)-errororig(i))<=values(i);
300     counts=counts+1;
301     end
302 end

306 myratio=counts/length(x);

308 ratiomin=0.67; % 'gute' ratios - soll heißen z.b. 54 ...
        (myratio=0.675) bzw 55 (myratio=0.687) von 80 values innerhalb ...
        der errorbars
309 ratiomax=0.69;

311 tolfraction=tol/100;

313 if myratio<=ratiomax && myratio>=ratiomin
314     desiredratio=1; % desiredratio = erreicht; erforderlich für ...
        abbrechen der while-schleife
315 elseif myratio<ratiomin
316     tol=tol-(tolfraction); % z.b. 10tel oder 100tel von aktueller ...
        tol - weiter oben definiert
317     if tol<0
318         fprintf(2,'tol would have went below 0, check tolfraction ...
            or starting tol!\n')
319         return
320     end
321 elseif myratio>ratiomax
322     tol=tol+(tolfraction);
323 end

325 end

```

Listing A.2: FIT\_MIT\_YORIG.m

```

1 function [sp] = FIT_MIT_YORIG(daten)
3 global points myratio desiredratio errororig myloop startingpoint yorig
4 desiredratio=0;
5 myloop=0;
7 %% Festlegung von Start- u. Endpunkt um Teile d. Kurven plotten zu ...
   können
8 startingpoint=1; % legt den startwert der werte im datenfile fest ...
   (normalerweise 1 bis (points=)80 bzw. 99
9 points=length(daten); % legt fest bis zu welchem messpunkt in ...
   datenfile gerechnet werden soll
11 %% Einlesen der Daten
12 x=transpose(daten((startingpoint:points),1));
13 yorig=transpose(daten((startingpoint:points),2));
14 errororig=transpose(daten((startingpoint:points),3));
16 %% Implementierung der RB
17 x=[-0.0045,x,0.0045];
18 yorig=[1,yorig,1];
19 points=points+2;
20 errororig=[0,errororig,0];
22 %% Log von Yorig für SPAPSMOD-fkt
23 y=log10(yorig); % eigentlich nur für spapsmod. ist y original geLOGed
25 % ALSO: y und yorig sind die gleiche variable nur y ist log10
27 %% Aufgeteilte Gewichtungen für die weights ...
   (Abstandsquadratminimierung) und lambdas (roughness meas.)
28 % Abfrage nach Rocking oder Streukurve (80,respektive 99 Werte)
30 if points>90
31     fprintf( '\n+++++\n+++++\nMESSDATEN IN ACTION\n' );
32     color='r';
33     text='Measured Data';
34     a=repmat(.0003,1,4); % für außenbereich gestaltet
35     b=repmat(.60,1,6);
36     c=repmat(10,1,19);
37     d=repmat(100000,1,43);
38     myweight=[a,b,c,d,c,b,a];
39     w=myweight(startingpoint:points);
41     % Aufgeteilte Gewichtungen für roughness measurement
42     e=repmat(1,1,14);
43     f=repmat(1,1,17);

```

```

44     g= repmat(1,1,39);
45     mylambda=[e,f,g,f,e];
46     tol=[sum(errororig),mylambda((startingpoint+1):points)];

48     else
49         fprintf('\n\n++++\n++++\nROCKING IN ACTION');
50         color='b';
51         text='Rocking Curve';
52         a= repmat(.005,1,11);
53         b= repmat(300,1,13);
54         c= repmat(5000000,1,34);
55         myweight=[a,b,c,b,a];
56         w=myweight(startingpoint:points);

58         e= repmat(1,1,12);
59         f= repmat(1,1,14);
60         g= repmat(1,1,30);
61         mylambda=[e,f,g,f,e]; % roughness measurement;
62         tol=[sum(errororig),mylambda((startingpoint+1):points)];
63     end

65     %% Nun Aufruf von spapsmod:
66     [sp, values, rho]=spapsmod(x,y,tol,w,2);
67     %[spold, values, rho]=spaps(x,y,tol,w,3); %zum Vergleich mit ordinärem ...
        spaps

69     fprintf('\n*****\nRoh = %.5f \nErzielte ratio Punkte innerhalb zu ...
        Punkte außerhalb d. Fehlerbalken: %.2f Prozent.\n' ...
        ,rho,myratio*100);
70     fprintf('%d loops durchlaufen.\n\n',myloop);

72     %% asymm. errorbars:
73     uppererror= log10(yorig + errororig) - log10(yorig);
74     lowererror= log10(yorig) - log10(yorig - errororig);

76     %% plot-optionen:
77     % hold on
78     % grid on

80     % axis([-0.002 0.002 -1 5]);
81     % errorbar(x,y,lowererror,uppererror,'k.')
82     % plot(x,log10(yorig),'k')
83     % xlabel('Q_y [A^{-1}]')
84     % ylabel('log(I(Q_y))','rot',0)
85     % plot(x,y,color) %plottet lineare verbindungen der messpunkte
86     % fnplt(sp,color,1)
87     % fnplt(spold,'g-')
88     %
89     % hold off

```



Listing A.3: USANSTOOL.m

```

1  tic;
2  clf;
3  hold on

5  %% daten einlesen:
6  rocking=importdata('C:\Users\...\prock16Sep0404_Qcvt.dat','\t',0);
7  messdata=importdata('C:\Users\...\A0B0S0_22Sep1142_Qcvt.dat','\t',0);

9  rocking=FIT_MIT_YORIG(rocking);
10 messdata=FIT_MIT_YORIG(messdata);

12 %% vektoren aus structs machen
13 myx=zeros(1,200);
14 Vrocking=zeros(1,200);
15 Vmessdata=zeros(1,200);
16 j=1;
17 i=-0.003;
18 while j<=200
19     myx(j)=i;
20     Vrocking(j)=(fnval(rocking,i));
21     Vmessdata(j)=(fnval(messdata,i));
22     i=i+0.00003;
23     j=j+1;
24 end

26 %% untergrund abziehen:
27 Rbackground = min(Vrocking);
28 Sbackground = min(Vmessdata);
29 j=1;
30 while j<=length(Vrocking)
31     Vrocking(j)=Vrocking(j)-Rbackground*0.99;
32     Vmessdata(j)=Vmessdata(j)-Sbackground*0.99;
33     j=j+1;
34 end

36 %% plotten
37     axis auto
38     hold on
39     xlabel('Q_y [A^{-1}]')
40     ylabel('log(I)', 'rot',0)
41     plot(myx,Vrocking,'b-')
42     plot(myx,Vmessdata,'r-')
43 % plot legends:
44     legend('Rocking Curve','Scattered Curve')
45     hold off
46 toc;

```

Listing A.4: entfaltung-ohne-UA.m

```

1 tic;
2 clear rockingDOWN rockingUP
3 global Vmessdata Vrocking rockingUP rockingDOWNshift myxaxis ...
   rUPshift rDOWNshift
4 %% DATEN EINLESEN UND VON YORIG FITTEN LASSEN
5 % ROCKING:
6 rocking=importdata('C:\Users\...\prock16Sep0404_Qcvt.dat','\t',0);
7 rocking=FIT_MIT_YORIG(rocking);

9 % AUSWAHL DER MESSDATEN:
10 messdata=importdata('C:\Users\...\A0B0S0_22Sep1142_Qcvt.dat','\t',0);
11 messdata=FIT_MIT_YORIG(messdata);

13 % messdata=importdata('C:\Users\...\A30B0S0_23Sep0650_Qcvt.dat','\t',0);
14 % messdata=FIT_MIT_YORIG_A30_B0(messdata);

16 % messdata=importdata('C:\Users\...\A45B0S0_23Sep1209_Qcvt.dat','\t',0);
17 % messdata=FIT_MIT_YORIG_A45_B0(messdata);

19 % messdata=importdata('C:\Users\...\A60B0S0_23Sep1702_Qcvt.dat','\t',0);
20 % messdata=FIT_MIT_YORIG_A60_B0(messdata);

22 % messdata=importdata('C:\Users\...\A90B0S0_22Sep1634_Qcvt.dat','\t',0);
23 % messdata=FIT_MIT_YORIG_A90_B0(messdata);

25 % messdata=importdata('C:\Users\...\A0B60S0_22Sep0552_Qcvt.dat','\t',0);
26 % messdata=FIT_MIT_YORIG_A0_B60(messdata);

28 % ...
   messdata=importdata('C:\Users\...\A90B60S0_19Sep0459_Qcvt.dat','\t',0);
29 % messdata=FIT_MIT_YORIG_A90_B60(messdata);

32 %% BESTIMMEN DER STÜTZSTELLENANZAHL + VEKTOREN FÜR A HERRICHTEN ...
   (Fktwerte*weights(=Schrittweite))
33 acc=500; % Anzahl der Stützstellen für rocking (Integration) u. ...
   meas.data
34 wint = 0.006/acc; % weights for "integral" – hier nur const., sprich ...
   primitive Rechtecke...
35 Vrocking=zeros(1,acc);
36 Mrocking=zeros(1,acc);
37 Vmessdata=zeros(1,acc);
38 b=(zeros(1,acc))'; % eigentlich Vmessdata – Notation für RegTools
39 j=1;
40 i=-0.003;
41 for j=1:1:acc
42     Vrocking(j)=fnval(rocking,i);

```

```

43     Vmessdata(j)=fnval(messdata,i);
44     myxaxis(j)=i;
45     i=i+(0.006/acc);
46 end

48 %% UNTERGRUND LINKS U RECHTS ABZIEHEN
49 stepR=min(Vrocking);
50 stepM=min(Vmessdata);
51 for j=1:length(Vrocking)
52     Vrocking(j)=Vrocking(j)-stepR;%*0.99;
53     Vmessdata(j)=Vmessdata(j)-stepM;%*0.99;
54 end

56 %% PEAK-ABSTÄNDE DER MAXIMA FINDEN
57 %ROCKING:
58 Vrocking1=Vrocking(1:acc/2);
59 Vrocking2=Vrocking((acc/2)+1:end);

61 [Cr1,Ir1]=max(Vrocking1);
62 [Cr2,Ir2]=max(Vrocking2);

64 abstandR=(250+Ir2)-Ir1;

66 step=Vrocking1(1);

68 for j=1:length(Vrocking1)
69     Vrocking1(j)=Vrocking1(j)-step;
70 end

72 [Cr1,Ir1]=max(Vrocking1);
73 [Cr2,Ir2]=max(Vrocking2);

75 Vrocking1=Vrocking1*(Cr2/Cr1);

77 Vrocking=[Vrocking1,Vrocking2];

79 %MESSDATA:
80 Vmessdata1=Vmessdata(1:acc/2);
81 Vmessdata2=Vmessdata((acc/2)+1:end);

83 [Cr1,Ir1]=max(Vmessdata1);
84 [Cr2,Ir2]=max(Vmessdata2);

86 abstandM=(250+Ir2)-Ir1;

88 step=Vmessdata2(acc/2);

90 for j=1:length(Vmessdata2)
91     Vmessdata2(j)=Vmessdata2(j)-step;

```

```

92 end

94 [Cm1,Im1]=max(Vmessdata1);
95 [Cm2,Im2]=max(Vmessdata2);

96 Vmessdata2=Vmessdata2*(Cm1/Cm2);

97 Vmessdata=[Vmessdata1,Vmessdata2];

101 [Cr1,Ir1]=max(Vrocking1);
102 [Cr2,Ir2]=max(Vrocking2);

104 %% Rocking-Peaks für Up und Down durch Iteration, einmal von links, ...
    einmal von rechts:
105 % rockingUP=[Vrocking1(1:Ir1),Vrocking2(Ir2+1:end),zeros(1,abstandR)];
106 % rockingUP=rockingUP/1.41;
107 % rockingDOWN=circshift(rockingUP,[0,abstandR]);

109 % von links:
110 rockingUP2=zeros(1,acc);
111 rockingDOWN2=zeros(1,acc);
112 stepsize=1/1000;
113 rep=100000;

115 for j=1:rep
116 for i=1:acc/2+abstandR
117     if (rockingUP2(i)+rockingDOWN2(i))<Vrocking(i)
118         rockingUP2(i)=rockingUP2(i)+stepsize;
119         rockingDOWN2(i+abstandR)=rockingDOWN2(i+abstandR)+stepsize;
120     elseif (rockingUP2(i)+rockingDOWN2(i))>Vrocking(i)
121         rockingUP2(i)=rockingUP2(i)-stepsize;
122         rockingDOWN2(i+abstandR)=rockingDOWN2(i+abstandR)-stepsize;
123     end
124 end
125 end

127 % von rechts:
128 rockingUP1=zeros(1,acc);
129 rockingDOWN1=zeros(1,acc);

131 for j=1:rep
132 for i=acc:-1:acc/2-abstandR
133     if (rockingUP1(i)+rockingDOWN1(i))<Vrocking(i)
134         rockingUP1(i-abstandR)=rockingUP1(i-abstandR)+stepsize;
135         rockingDOWN1(i)=rockingDOWN1(i)+stepsize;
136     elseif (rockingUP1(i)+rockingDOWN1(i))>Vrocking(i)
137         rockingUP1(i-abstandR)=rockingUP1(i-abstandR)-stepsize;
138         rockingDOWN1(i)=rockingDOWN1(i)-stepsize;
139     end

```

```

140 end
141 end

143 rockingUP1=cirshift (rockingUP1,[0,-7]);
144 rockingDOWN2=cirshift (rockingDOWN2,[0,6]);
145 rockingDOWN1=cirshift (rockingDOWN1,[0,-1]);

147 rockingUP=[rockingUP2(1:acc/2+2),rockingUP1(acc/2+3:end)];
148 rockingDOWN=[rockingDOWN2(1:acc/2),rockingDOWN1(acc/2+1:end)];
149 rockingDOWN=cirshift (rockingDOWN,[0,1]);

151 rockingADD=rockingUP+rockingDOWN;

153 rep=500;
154 stepsize=1/1000;
155 for j=1:rep
156 for i=1:1:acc
157     if rockingADD(i)<Vrocking(i)
158         rockingUP(i)=rockingUP(i)+stepsize;
159         rockingDOWN(i)=rockingDOWN(i)+stepsize;
160     elseif rockingADD(i)>Vrocking(i)
161         rockingUP(i)=rockingUP(i)-stepsize;
162         rockingDOWN(i)=rockingDOWN(i)-stepsize;
163     end
164     rockingADD(i)=rockingUP(i)+rockingDOWN(i);
165 end
166 end

168 rockingUPsmooth=spaps(1:1:500,rockingUP,.2);
169 rockingDOWNsmooth=spaps(1:1:500,rockingDOWN,.2);

171 for j=1:1:acc
172     rockingUP(j)=fnval(rockingUPsmooth,j);
173     rockingDOWN(j)=fnval(rockingDOWNsmooth,j);
174 end

176 rockingADD=rockingUP+rockingDOWN;

178 %% Mrocking (matrix aus rockingkurve) nun für einen singlepeak:
179 [Cr,Ir]=max(rockingUP);
180 rockingUPshift=cirshift (rockingUP,[0,-(Ir)]);
181 [Cr,Ir]=max(rockingDOWN);
182 rockingDOWNshift=cirshift (rockingDOWN,[0,-(Ir)]);           % Max von ...
    single rocking auf Position 1 !

184 rockingDOWNshift=(rockingUPshift+rockingDOWNshift)/2; % MITTELWERT ...
    von single-rocking nehmen
185 VmessdataFLIP=flipplr (Vmessdata);

```

```

187 % FÜR r FÜR UNTERSCHIEDLICHES ABZIEHEN VON I IN ENTFALTUNG MIT UA
188 rUPshift=cirshift(rockingDOWNshift,[0,acc/2-abstandR/2+1]);
189 rDOWNshift=cirshift(rockingDOWNshift,[0,acc/2+abstandR/2+1]);

191 % Normierung von single rocking:
192 % mynorm=sum(rockingDOWNshift); % Normieren ...
    der Singlepeak-r !
193 % rockingDOWNshift=rockingDOWNshift/mynorm;

195 j=1;
196 while j<=length(rockingDOWNshift)
197     Mrocking(j)=(wint*rockingDOWNshift(j)); % matrix einträge ...
        für A - hier weights dazumultiplizieren
198     b(j)=(wint*VmessdataFLIP(j)); % eigentlich Vmessdata, b ...
        genannt für RegTools
199     j=j+1;
200 end

202 %% ERSTELLEN UND BEFÜLLEN VON A (quadratur-integrations an entspr. ...
    stellen)
203 A = zeros(acc,acc);
204 i=1;
205 while i<=acc
206     A(i,:)= cirshift(Mrocking,[0,-(i-1)]);
207     i=i+1;
208 end

210 %% SVD UND PLOTTEN DAVON + PICARD-COND. ÜBERPRÜFEN
211 [U,s,V] = csvd(A);
212 % clf
213 % subplot(2,1,1); picard(U,s,b_bar); %
214 % subplot(2,2,2);
215 % picard(U,s,b); %
216 hold on

218 %% TRUNCATED SVD
219 % X=tsvd(U,s,V,b,65); % truncated SVD mit log-werten
220 % X=tsvd(U,s,V,b,71); % nicht-log
221 % plot(Vrocking,'-r')
222 % l_curve(U,s,b,'tsvd')

224 %% TIKHONOV REGULARIZATION (tsvd with filter factors)
225 X_lambda=tikhonov(U,s,V,b,0.000025);
226 % l_curve(U,s,b,'Tikh')

228 %% MINRES ITERATIVE METHOD
229 % [X_mr,rho,eta]=mr2(A,b,25,1);
230 % plot_lc(rho,eta,'o')

```

```

232 %% PLOTTEN
233 clf
234 hold on
235 grid on
236 axis([-0.002 0.002 -Inf Inf])
237 set(gca, 'FontSize', 22, 'FontName', 'Arial')
238 xlabel('Q_y [A^{-1}]')
239 ylabel('Intensität')
240 plot(myxaxis, X_lambda, '-k') % Entfaltung mit Tikhonov
241 hold off
242 toc

```

Listing A.5: entfaltung-mit-UA-p.m

```

1 %% FÜR PROGRAMM ZUERST 'entfaltung-ohne-UA' MIT GEW. DATEN EIN MAL ...
   AUSFÜHREN!
2 tic;
3 global Vmessdata Vrocking rockingDOWN rockingDOWNshift myxaxis
4
5 for k=0:.01:1
6
7 %% SMOOTH ENTFALTUNG FINDEN UM P ZU BESTIMMEN:
8 % p ist Streuwahrscheinlichkeit, k die geratene, bei k=p ...
   "smooth"/"richtig"
9 % Bestimmten Anteil ungestr. Anteil/Rockingkurve subtrahieren
10 % k=.57;
11 VmessdataIMP=Vmessdata-(1-k)*Vrocking;      % "I minus P"
12
13 %% FÜR ENTFALTUNG HERRICHTEN
14 VmessdataFLIP=fliplr(VmessdataIMP);
15
16 j=1;
17 while j<=length(rockingDOWNshift)
18     Mrocking(j)=(wint*rockingDOWNshift(j));      % matrix einträge ...
   für A – hier weights dazumultiplizieren
19     b(j)=(wint*VmessdataFLIP(j));                % eigentlich ...
   Vmessdata, b genannt für RegTools
20     j=j+1;
21 end
22
23 A = zeros(acc,acc);
24 i=1;
25 while i<=acc
26     A(i,:)= circshift(Mrocking,[0,-(i-1)]);
27     i=i+1;
28 end
29
30 %% SVD UND PLOTTEN DAVON + PICARD-COND. ÜBERPRÜFEN
31 [U,s,V] = csvd(A);
32
33 %% TIKHONOV REGULARIZATION (tsvd with filter factors)
34 X_lambda=1/k*tikhonov(U,s,V,b,0.000025);
35
36 %% PLOTTEN
37 clf
38 hold on
39 grid on
40 % grid minor
41
42 % plot(Vrocking,'b')
43 % plot(Vmessdata,'k')

```



```

44 axis([-0.002 .002 -0.015 0.16])
45 set(gca,'FontSize',22,'FontName','Arial')
46 xlabel('Q_y [A^{-1}]')
47 ylabel('Intensität')
48 plot(myxaxis,X_lambda,'-k') % Entfaltung mit Tikhonov
49 % legend('Rockingkurve','Messdaten',sprintf('Streukurve" p=%0.2f',p))
50 legend(sprintf('k=%0.2f',k))
51 % saveas(gcf,sprintf('A0B0_k%0.2f.png',k))

53 end
54 toc

```

Listing A.6: entfaltung-mit-UA-pu-pd.m

```

1 %% FÜR PROGRAMM ZUERST 'entfaltung-ohne-UA' MIT GEW. DATEN EIN MAL ...
   AUSFÜHREN!
2 tic;
3 global Vmessdata Vrocking rockingDOWN rockingDOWNshift myxaxis ...
   rUPshift rDOWNshift
4 rockingSINGLEshift=rockingDOWNshift;

6 for pu=0.17:.01:0.21
7     for pd=0.17:.01:0.21

9 %% SMOOTH ENTFALTUNG FINDEN UM P ZU BESTIMMEN:
10 % p ist wahrscheinlichkeit für UP, q für DOWN
11 % von I muss Rockingkurve -> UP mit 1-p, DOWN mit 1-q subtrahiert werden
12 % pu=.45;
13 % pd=.43;

15 VmessdataIMR=Vmessdata-(1-pu)*rUPshift-(1-pd)*rDOWNshift;      % "I ...
   minus R"

17 %% FÜR ENTFALTUNG HERRICHTEN
18 VmessdataFLIP=fliplr(VmessdataIMR);

20 j=1;
21 while j<=length(rockingSINGLEshift)
22     Mrocking(j)=(wint*rockingSINGLEshift(j));          % matrix ...
   einträge für A - hier weights dazumultiplizieren
23     b(j)=(wint*VmessdataFLIP(j));                    % eigentlich ...
   Vmessdata, b genannt für RegTools
24     j=j+1;
25 end

27 A = zeros(acc,acc);
28 i=1;
29 while i<=acc
30     A(i,:)= circshift(Mrocking,[0,-(i-1)]);
31     i=i+1;
32 end

34 %% SVD UND PLOTTEN DAVON + PICARD-COND. ÜBERPRÜFEN
35 [U,s,V] = csvd(A);

37 %% TIKHONOV REGULARIZATION (tsvd with filter factors)
38 X_lambda=2/(pu+pd)*tikhonov(U,s,V,b,0.000025);

40 %% PLOTTEN
41 clf
42 hold on

```

```

43 grid on
44 % grid minor

46 % plot(Vrocking,'b')
47 % plot(Vmessdata,'k')
48 set(gca,'FontSize',22,'FontName','Arial')
49 xlabel('Q_y [A^{-1}]')
50 ylabel('Intensität')
51 plot(myxaxis,X_lambda,'-k') % Entfaltung mit Tikhonov
52 legend(sprintf('p_{up}=%.2f, p_{down}=%.2f',pu,pd))
53 saveas(gcf,sprintf('A0B0_pup%.2f_pdown%.2f.png',pu,pd))

55     end
56 end
57 toc

```

# Literaturverzeichnis

- [1] G. Badurek et al.: *Amorphous soft-magnetic ribbons studied by ultra-small-angle polarized neutron scattering*. J. Phys.: Conf. Ser. **211** (2010) 012027. (2004) 369.
- [2] U. Bonse and M. Hart: *An X-Ray Interferometer*. Appl. Phys. Lett. **6** (1965) 155.
- [3] U. Bonse, M. Hart: *Tailless X-ray single crystal reflection curves obtained by multiple reflection*. Appl. Phys. Lett. **7** (1965) 238.
- [4] U. Bonse and M. Hart: *Small angle X-ray scattering by spherical particles of Polystyrene and Polyvinyltoluene*. Z. Phys. **189** (1966) 151.
- [5] D. Schwahn, A. Miksovsky, H. Rauch, E. Seidl, G. Zugarek *Test of Channel-Cut Perfect Crystals for Neutron Small-Angle Scattering Experiments*. Nucl. Instr. Meth. A **239** (1985) 229.
- [6] M. Agamalian, G. D. Wignall, R. Triolo: *Optimization of a Bonse-Hart Ultra-Small-Angle Neutron Scattering Facility by Elimination of the Rocking-Curve Wings*. J. Appl. Cryst. **30** (1997) 345.
- [7] G. Badurek et al.: *Permanent magnetic field-prism polarizer for perfect crystal neutron interferometers*. Physica B **283** (2000) 389-392.
- [8] E. Jericha, G. Badurek, C. Gösselsberger: *Towards a modelling of USANSPOL intensities from magnetic ribbons*. Phys. Procedia **42** (2013) 58-65.
- [9] T. Rechberger: *Verbesserung einer USANS Probenumgebung und deren Ansteuerung*. Projektarbeit, TU Wien (2013).
- [10] M. Hainbuchner: *Ultra-Kleinwinkelstreuung von Neutronen an strukturierten Materialien*. Dissertation, TU Wien (2000).

- [11] A. Zdarzil: *Simulation von magnetischer Ultrakleinwinkelneutronenstreuung mittels Streudatensynthese*. Diplomarbeit, TU Wien (2013).
- [12] V. F. Sears: *Neutron optics: An introduction to the theory of neutron optical phenomena and their applications*. Oxford University Press (New York) (1989).
- [13] E. Jericha et al.: *Ultra-small-angle scattering with polarized neutrons*. Physica B **397** (2007) 88-90.
- [14] K. Betzler: *Fitting in Matlab*. Lecture Notes, Universität Osnabrück, <http://www.home.uni-osnabrueck.de/kbetzler/notes/fits.pdf> (2003).
- [15] E. Jericha et al.: *Experimental and methodic progress in ultra-small-angle polarised neutron scattering on novel magnetic materials*. J. of Phys.: Conf. Series **340** (2012) 012007.
- [16] P. H. C. Eilers, B. D. Marx: *Flexible Smoothing with B-splines and Penalties*. Statist. Science **11** (1996) 89-121.
- [17] C. de Boor: *Calculation of the Smoothing Spline with Weighted Roughness Measure*. Math. Models Methods Appl. Sci. **11** (2001) 33.
- [18] MATLAB<sup>®</sup> Documentation Center: *spaps Smoothing Spline*. <http://www.mathworks.de/de/help/curvefit/spaps.html> (Zugriff im April 2013).
- [19] P. C. Hansen: *Deconvolution and regularization with Toeplitz matrices*. Num. Algorithms **29** (2002) 323-378.
- [20] P. C. Hansen: *Regularization Tools Version 4.1*. A MATLAB package for Analysis and Solution of Discrete Ill-Posed Problems.
- [21] W. Mach: *Modellunabhängige Datenanalyse von Ultrakleinwinkelstreuung mit polarisierten Neutronen*. Diplomarbeit, TU Wien (2013).
- [22] Wolfram MathWorld: *Sinc Function*. <http://mathworld.wolfram.com/SincFunction.html> (Zugriff im April 2013).
- [23] G. Badurek et al.: *Amorphous soft-magnetic ribbons studied by ultra-small-angle polarized neutron scattering*. J. Phys. Conf. Series **211** (2010) 012027.

- [24] E. Jericha, G. Badurek, R. Grössinger: *Characterisation of novel magnetic materials using the USANSPOLE technique*. Physica B **406** (2011) 2401-2404.
- [25] E. Jericha et al.: *Ultra-small-angle neutron scattering studies of artificial lattices*. J. Appl. Cryst. **36** (2003) 778-782.