KfK 3647 Dezember 1983

# Aufbau und Erprobung eines polarisierten Protonentargets

R. Aures Institut für Kern- und Teilchenphysik

Kernforschungszentrum Karlsruhe

## KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Kern- und Teilchenphysik

KfK 3647

Aufbau und Erprobung eines polarisierten

Protonentargets

R. Aures

von der Fakultät für Physik der Universität Karlsruhe(TH) genehmigte Dissertation

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

.

.

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH ISSN 0303-4003

#### Abstract

AURES, REINHARD:

## AUFBAU UND ERPROBUNG EINES POLARISIERTEN PROTONENTARGETS

In Titan eingelagerte Wasserstoffkerne ( Protonen ) werden mit Hilfe tiefer Temperaturen ( Bereich: 10 mK ) und eines starken Magnetfeldes ( bis 9 Tesla ) erstmalig mit der "brute-force" Methode polarisiert. Bisher polarisierte man Protonen mit Hilfe der "dynamischen" Polarisation.

Die Probe besteht aus gepreßtem Titanhydridpulver und hat ein Titan- zu Wasserstoffatomverhältnis von 1 : 1,96. Der Wasserstoffgehalt beträgt 1,3 mol. Die Verwendung von Titanhydrid hat den Vorteil, daß bei tiefen Temperaturen eine ausreichende Wärmeleitfähigkeit vorhanden ist, ebenso hat es die größtmögliche Wasserstoffdichte.

Als Polarisationsanlage dient ein <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungskryostat mit einem eingebauten, supraleitenden 9 T-Magneten.

Es werden die Wärmeleitfähigkeit der Probe mit und ohne Zur qualitativen Überprüfung Magnetfeld gemessen. der Polarisation wird sowohl ein thermodynamisches Aufheizexperiment, als auch ein adiabatisches Entmagnetisierungsexperiment durchgeführt. Zur quantitativen Bestimmung der Protonenpolarisation findet ein Transmissionsexperiment mit polarisierten 1,2 MeV Neutronen statt. Dabei ergibt sich eine Übereinstimmung von theoretischer und gute tatsächlicher Protonenpolarisation.

Somit ist gezeigt, daß das polarisierte Protonentarget alle geforderten Bedingungen erfüllt, so daß es als Target für Streuexperimente zur Messung von Spin-Korrelationen geeignet ist.

#### Abstract

AURES, REINHARD:

## CONSTRUCTION AND TEST OF A POLARIZED PROTON TARGET

This work describes experiments in which for the first time a proton target has been constructed which is polarized by the "brute-force" method. This method requires very low temperatures and high magnetic fields. The low temperatures (down to 10 mK) are obtained by a  ${}^{3}\text{He}/{}^{4}\text{He}$  dilution refrigerator, the magnetic field (up to 9 T) is produced by a superconducting split pair magnet.

The proton target has a volume of about 18 cm<sup>3</sup> and consists of pressed titaniumhydride powder, which has a titanium/hydrogen ratio of 1:1,96. The hydrogen content is 1,3 mol. Titaniumhydride has the advantage of sufficient heat conductivity at low temperatures and a very high proton density.

The heat conductivity of the sample is measured, with and without the presence of a magnetic field. Thermodynamical measurements and adiabatic demagnetisation experiments proved qualitatively the polarization of the protons. The polarization of the protons has been measured in a transmission experiment using polarized neutrons of 1.2 MeV. The result shows a good agreement of theoretical and actual polarization.

From the results it can be concluded, that this sample can be used successfully as a polarized proton target for neutron scattering experiments to measure spincorrelations.

## INHALTSVERZEICHNIS

A. ZUSAMMENFASSUNG 1	
B. EINLEITUNG 3	
C. DIE KARLSRUHER TIEFTEMPERATUR-KERN- POLARISATIONSANLAGE 5	
I. Aufbau der Polarisationsanlage 5	
I.l Der Kryostat 5	
I.2 Die Mischeinheit 7	
I.3 Der 9T-Magnet 8	
I.4 Peripherie und Sicherheit 9	
II. Funktionsweise von Mischein-	
heit und Magnet 11	
II.l Mischeinheit 11	
II.2 Magnet-Betrieb 13	
III. Temperaturbestimmung der Probe	
im Millikelvinbereich 15	
D. DAS PROTONENTARGET 20	
I. Polarisation von Protonen 20	
II. Wahl des Targetmatrials 22	
III. Herstellung von Titanhydrid 24	
IV. Aufbau der Titanhydridprobe 26	
E. BESTIMMUNG DER WÄRMELEITFÄHIGKEIT-	
VON TITANHYDRID IM MILLIKELVINBEREICH 29	

I.	Aufbau des Experiments	29
II.	Wärmeleitungsmessungen und Ergebnis	31
F. NACH	JEIS DER PROTONENPOLARISATION DURCH	
AUFHI	EIZEXPERIMENTE	36
I.	Problemstellung und Methode	36
II.	Versuchsaufbau	37
II.l	Titanhydridprobe und Magnet	37
II.2	Supraleitender Thermoschalter	40
III.	Versuchsdurchführung und Meßergebnis	41
IV.	Auswertung der Meßdaten	46
IV.l	Methode	46
IV.2	"Dummy"-Experiment	48
IV.3	Polarisation des Protonentargets	50
IV.4	Schlußfolgerung	52
G. ADIA	BATISCHE ENTMAGNETISIERUNG	53
I.	Allgemeines	53
II.1	Adiabatische Entmagnetisierung mit	
	Titanhydrid	55
II.2	Adiabatische Entmagnetisierung mit	
	der "Dummy"-Probe	57
III.1	Meßergebnisse	58
III.2	Auswertung der Meßergebnisse und	
	Analyse	58
III.3	Schlußfolgerung	67
H. EICHE	EXPERIMENT AM KARLSRUHER VAN-DE-GRAAFF-	
BESCH	ILEUNIGER	68
I.	Meßmethode	68
II.	Versuchsaufbau	70

•

III.	Versuchsdurchführung	73
III.1	Allgemeines	73
III.2	Elektronik und Datenaufnahme	75
IV.1	Meßergebnisse	77
IV.2	Analyse der Meßergebnisse	79
ν.	Schlußfolgerung	86

## J. ANHANG

I.1	Dynamische Polarisation	88		
I.2	Vergleich der "dynamischen" Po-			
	larisation mit der "brute-force"			
	Polarisation	93		
II.	Anwendungsbeispiel für das			
	Protonentarget	95		
LITERA	TURVERZEICHNIS	100		

## A. ZUSAMMENFASSUNG

In dieser Arbeit wird ein neuer Weg zur Erzeugung großer polarisierter Protonentargets vorgestellt, wobei die Polarisation mittels der Methode des thermischen Gleichgewichts ("brute force"-Polarisation) erzeugt wird. Beschrieben wird ein Gesamtkomplex angefangen von der technischen Möglichkeit zur Erzeugung tiefer Temperaturen bis 10 mK und starker Magnetfelder bis 9 Tesla, über die Herstellung eines Protonentargets, bis hin zu den verschiedenen Experimenten zum Nachweis der Protonenpolarisation. Ein Kapitel im Anhang dient der kurzen Darstellung bisheriger Polarisationsmethoden, "dynamischen der sogenannten Polarisation", um einen Vergleich mit unserer Methode zu ermöglichen. Im zweiten Kapitel des Anhangs wird ein das Experiment beschrieben, in dem polarisierte Protonentarget zur Anwendung kommen soll, um Untersuchungen der Spin-Korrelation mit polarisierten Neutronen durchzuführen.

- 1 ---

Bei der Wahl des geeigneten Targetmaterials fiel die Entscheidung zugunsten der Metallhydride, wegen ihrer guten Wärmeleitfähigkeit bei tiefen Temperaturen. Titanhydrid wurde dabei aufgrund größter Protonendichte und einfacher Handhabung bevorzugt. In Vorexperimenten wurde die Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid bei tiefen Temperaturen ermittelt und deren ausreichende Größe bestätigt. Mit Hilfe thermodynamischer Aufheizexperimente gelang erstmals ein qualitativer Polarisationsnachweis der Protonen in der Probe. Ebenfalls wurde eine obere Grenze für die Spin-Gitter-Relaxationszeit ermittelt. Schließlich wurde mit Hilfe Transmissionsexperimentes mit niederenergetischen, eines polarisierten Neutronen am Karlsruher Van-de-Graaff-Beschleuniger, die Protonenpolarisation quantitativ gemessen. Dabei zeigte sich ein kleiner Temperaturgradient vom

axialen Zentrum der zylindrischen Protonenprobe zum Probenrand. D. h. die Protonenpolarisation, abhängig von der Probentemperatur, nimmt zum Probenrand hin um 5 bis 6% ab. Aufgrund dieser Messung konnte die bei einem Magnetfeld von 8,2 Tesla drastisch verringerte Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid bei tiefen Temperaturen bestimmt werden.

Die Karlsruher Tieftemperatur Kernpolarisationsanlage hat mit der Erprobung einer Titanhydridprobe die Erwartungen erfüllt, die an sie gestellt waren. Es konnten in einem Zeitraum von 5 bis 6 Tagen eine Protonenpolarisation von P =  $60,4 \% \pm 2,5 \%$  erreicht werden. Damit sind Voraussetzungen erfüllt, die den Einsatz des Targets bei Neutronenstreuexperimenten erlauben.

Bei all den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten hat sich die Zuverlässigkeit der wartungsarmen Polarisationsanlage, auch bei Dauerbetrieb über drei bis vier Wochen, wiederholt unter Beweis gestellt.

## B. EINLEITUNG

Für Untersuchungen der Nukleon-Nukleon-Wechselwirkung im Energiebereich unter 100 MeV sind Spin-Korrelationsexperimente durch Streuung polarisierter Neutronen an polarisierten Protonen besonders aufschlußreich. Solche Experimente liefern wichtige Informationen über die Wechselwirkung zwischen den Nukleonen. Im Vergleich der seit vielen Jahren wachsenden Zahl von Experimenten mit polarisierten Teilchenstrahlen gibt es nur relativ wenige Experimente, bei denen auch die Protonen polarisiert sind. Der Grund dafür liegt einfach in den großen technischen Schwierigkeiten, einen ausreichenden Polarisationsgrad der Targetprotonen zu erzielen.

Die üblicherweise mit Hilfe der "dynamischen Polarisationsmethode" erzeugten polarisierten Protonentargets sind für solche Streuexperimente nur bedingt einsetzbar. Einige der Gründe sind je nach Art des Targets darin zu suchen, daß das Target beispielsweise zu dünn ist oder daß zusätzliche Streuung am Helium auftritt, weil die Kohlenwasserstofftargets sich in flüssigem Helium befinden.

Ziel dieser Arbeit war der Aufbau einer Anlage, mit der große Proben verschiedener Atomkerne mit Hilfe der Methode des "thermischen Gleichgewichts" polarisiert werden können, die speziell für Streuexperimente mit polarisierten Neutronen im Energiebereich zwischen 1 und 50 MeV geeignet sind. Für solche Experimente ist die Herstellung großer Streuproben mit einigen 10<sup>23</sup> Kernen/cm<sup>2</sup> besonders wichtig, da einerseits die Intensität polarisierter Neutronenstrahlen um Größenordnungen kleiner ist, als die geladener Teilchenstrahlen und andererseits die Nachweiswahrscheinlichkeit für schnelle Neutronen nur zwischen 10% und 30% liegt.

Als erste Anwendung der Karlsruher-Tieftemperatur-Kernpolarisationsanlage erfolgte die Herstellung eines polarisierten Protonentargets. Es wurde untersucht, welche Materialien und Verbindungen sich als für Probe polarisierte Protonen eignen. Anhand ausgewählter thermodynamischer und kernphysikalischer Experimente wird in dieser Arbeit qualitativ und quantitativ Auskunft über die Polarisation des Targets gegeben. Ebenso erfolgt eine Beschreibung technische der Polarisationsanlage. Als Anwendungsbeispiel wird Anhang ein Experiment im vorgestellt, bei dem das polarisierte Protonentarget für Untersuchungen der Spin-Korrelation systematische mit polarisierten Neutronen eingesetzt wird. Schließlich erfolgt eine Erläuterung der "dynamischen Polarisation" und eine kurze Gegenüberstellung beider Polarisationsverfahren.

.

·

## C. DIE KARLSRUHER TIEFTEMPERATUR-KERNPOLARISATIOSANLAGE

## I. Aufbau der Polarisationsanlage

Bei der Karlsruher Tieftemperatur-Kernpolarisationsanlage ist das Kühl- und Magnetsystem in einem Kryostaten integriert. Die Kühlung der Proben auf die niedrigen Temperaturen erfolgt mit Hilfe eines <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungskryostaten. Das Magnetfeld wird von einer supraleitenden Spule, die bei einer Temperatur von 4,2 K betrieben wird, erzeugt. Sowohl der supraleitende Magnet, als auch das <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungssystem wurden in enger Zusammenarbeit mit der Firma Oxford Instruments, in Oxford, England gebaut. Eine der gestellten Forderungen war neben zuverlässiger Funktion, eine lange Standzeit des Systems ( ≥ 24 Stunden ), ohne daß der Vorrat an flüssigem Helium oder flüssigem Stickstoff ergänzt werden muß. In Abb.C-l ist die Anlage dargestellt.

## I.l Der Kryostat

Der Kryostat hat eine Höhe von 181 cm ( einschließlich Befestigungsflansch ) und einen Durchmesser von 49,2 cm. Wie in Abb.C-l zu erkennen ist, besteht er im wesentlichen ( Innen ) von Außen nach aus dem Außenbehälter, dem 77K-Stickstoffbad und dem 4K-Heliumbad. Zur thermischen Isolierung der Bäder ist der Kryostat auf einen Druck ≤ 10<sup>-6</sup> mbar evakuiert. Unten am 4K-Bad kann der 9T-Magnet montiert werden. Innerhalb des 4K-Bades befindet sich die Mischeinheit, womit man Proben auf Temperaturen im Millikelvinbereich abkühlen kann.



ABB.C-1: <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungskryostat mit 9T-Magnet

Der Kryostat ist mit seinem Befestigungsflansch in einem vierbeinigen Gestell eingehängt. Am oberen Teil des Gestells befinden sich Preßluftstoßdämpfer, die den Kryostat vor Vibrationen ab einer Frequenz von 10 Hz schützen. Insein Gewicht von 900 kg gesamt ruht ca. auf den Stoßdämpfern, wobei 250 kg auf den Magnet, 150 kg auf den Kryostat und 500 kg auf ein Zusatzgewicht aus Blei entfallen. Aufgrund dieser Konstruktion befindet sich der Kryostat in einer sehr stablien Lage, so daß mechanische Erschütterungen aus der Umgebung keinerlei Einfluß gegenüber einer festen Positionierung der Probe bei einem Neutronentransmissionsexperiment zur Strahllage haben. Ebenso werden schädliche Wirbelströme vermieden, die an der Probe bei externen Vibrationen auftreten können. Um die Mischeinheit und die Probe zu erreichen, können der untere Tei1 des Außenbehälters und des Stickstoffschildes 9T-Magnet abgeschraubt ebenso der und der werden, Präparatraumbecher um die Mischeinheit. Die Pfeile in Abb.C-1 zeigen die Montagestellen.

## I.2 Die Mischeinheit

Die Mischeinheit ist ein Kühlsystem mit der Temperaturen bis 5,5 mK erzeugt werden können. Abb.C-2 stellt das Prinzip einer solchen Mischeinheit dar. Die wesentlichen Bestandteile sind Mischkammer, Wärmetauscher, Destiller und 1K-Bad. Diese befinden sich in einem evakuierten Behälter, dem sogenannten Präparatraumbecher. Der Druck im Präparatraum ist kleiner als 10<sup>-6</sup> mbar.Die Probe ist mit einem 24 cm langen Kupferstab ( Durchmesser 1 cm ) an der Mischkammer befestigt. Zur Vermeidung von Wärmestrahlung aus dem 4K-Bad auf Probe und Mischsystem kann zusätzlich ein Strahlungsschild ( 50 mK-Schild ) eingebaut werden. Der Präparatraum, der unterhalb der Mischkammer im Durchmesser



ABB.C-2: Prinzip einer <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischeinheit.

kleiner wird, ist so ausgelegt, daß man Proben in Größenordnung bis 4 cm Kantenlänge oder Durchmesser einbauen kann.

## I.3 Der 9T-Magnet

Der 9T-Magnet ist ein supraleitender Magnet und besteht aus mehreren Spulenkörpern aus NbTi- und NbSn-Supraleitern. Er erzeugt im zentralen Volumen von 6 cm Durchmesser und 2,5 cm Höhe ein vertikales Feld von maximal 9 T mit einer Homogenität von 0,75%. Um Neutronenstreuexperimente durchführen zu können, ist ein Spalt von 2,5 cm vorgesehen. In Spalt befinden sich 6 Keile, die die Kraft



Abb.C-3

zwischen den Spulenhälften ( etwa 100 Tonnen ) aufnehmen (Abb.C-3). Durch Drehung des Magneten ist die Streuung in der Magnetebene unter allen Winkeln zu beobachten. Oberhalb der Hauptspulen befinden sich zwei Kompensationsspulen, die ein Gegenfeld erzeugen, daß das Hauptfeld in der Nähe der Mischkammer auf B < 0.03 T reduziert.

## I.4 Peripherie und Sicherheit

Zum Betreiben der Polarisationsanlage ist eine Vielzahl von Peripheriegeräten notwendig, die zum größten Teil im Bedienungsgestell des Kryostaten untergebracht sind; so z.B. alle Pumpen des Systems. Zum Evakuieren des Isoliervakuums wird eine Turbopumpe TPU 110 und für den Präparatraum eine Turbopumpe TPU 270 ( beides Balzers ) verwendet. Beide Systeme können durch Ventile miteinander verbunden werden, so daß beim Ausfall einer der beiden

Pumpen die gesamte Anlage weiterlaufen kann. Zum Abpumpem des lK-Bades in der Mischeinheit benutzt man eine Rotationspumpe DUO 60 A ( Balzers ). Die Zirkulation im <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungssystem geschieht mit einer Diffussionspumpe 9B3 ( Edwards ) und einer dahinter angeschlossenen DUO 60 A ( Rotationspumpe Balzers ), die eine Zirkulationsrate bis zu  $10^{-3}$  mol/sek erlauben.

Die zum Kühlsystem gehörenden Vorratsbehälter für die <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischung sind ebenfalls im Bedienungsgestell untergebracht. Sie enthalten im Ruhezustand 20 1 <sup>3</sup>He- und 105 1 <sup>4</sup>He-Gas. Beim Betreiben des Kühlsystems haben diese Behälter die Funktion eines Auffangsystems, das bei Störfällen, z.B. Systemerwärmung die verdampfende <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischung aufnimmt und dadurch eine Zerstörung des Systems durch Überdruck praktisch ausschließt.

Weiterhin sind alle Instrumente zur Drucküberwachung der einzelnen Systeme am Bedienungsgestell angebracht. Sie ermöglichen eine Kontrolle über den Zustand des Kryostaten während des Betriebes. Ebenso befinden sich die meisten Steuerungsventile am Bedienungsgestell, sowie schließlich noch weitere Sicherheitseinrichtungen, die das System vor Schäden durch Strom- oder Kühlwasserausfall schützen.

Die wichtigsten Peripheriegeräte außerhalb des Bedienungsgestells sind z.B. ein Netzgerät zur Stromversorgung der Heizungen für Mischkammer, Destiller und Filmburners; sowie eine Meßbrücke zum Messen von temperaturempfindlichen Widerständen, welche an den einzelnen Komponenten der Mischeinheit angebracht sind. Diese Widerstände geben Auskunft darüber, ob die Mischeinheit störungsfrei arbeitet oder nicht.

- 10 ---

Innerhalb des 9T-Magneten gibt es eine Anzahl niederohmiger Widerstände mit großer Leistung, welche die Aufgabe haben im Falle eines plötzlichen Übergangs vom supraleitenden in den normalleitenden Zustand ( "Quench" ), die freiwerdende Energie in Wärme umzuwandeln und so eine Zerstörung des Magneten zu verhindern. In einem solchen Fall bricht das Magnetfeld schlagartig zusammen und der Magnet erwärmt sich dabei bis etwa 40 K. Diese Wärme wird auf das umgebende flüssige Helium übertragen, welches daraufhin in wenigen Sekunden gasförmig wird. Die Heliumabgasleitung ist nicht in der Lage, die dabei freiwerdenen Gasmengen abzuführen. Ein Bersten des Kryostaten wird nur durch das selbstständige öffnen der in Abb.C-l dargestellten Sicherheitsventile und Berstscheiben verhindert. Die Berstscheiben sind ausgelegt für einen Überdruck von 0,3 bar und die Sicherheitsventile für einen Überdruck von 0,2 bar. Andererseits dienen diese Sicherheitseinrichtungen auch zur Verhinderung eines Berstens des Kryostaten bei einem Vakuumeinbruch.

Das gesamte Kryosystem so ausgelegt ist, daß es mindestens 24 Stunden ohne Wartung auskommt und einen Dauerbetrieb von über vier Wochen promblemlos überstehen kann. Daher ist es für Langzeitversuche gut geeignet.

#### II. Funktionsweise von Mischeinheit und Magnet

## II.l Mischeinheit

Zur Erzeugung vom Temperaturen unter 300 mK wird eine spezielle Eigenschaft von <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Flüssigkeitslösungen ausgenutzt. Die Flüssigkeit spaltet sich unterhalb 1 K in

zwei Phasen auf: eine <sup>3</sup>He-reiche Phase aus nahezu reinem <sup>3</sup>He und einer <sup>3</sup>He-armen Phase, die auch am absoluten Nullpunkt aber noch 6% <sup>3</sup>He enthält /LOU74/,/BEN76/. Das <sup>4</sup>He in der <sup>3</sup>He-armen Phase ist superfluid und hat bei Temperaturen unter 300 mK eine verschwindend kleine Entropie. Die  ${}^{3}$ Hereiche Phase schwimmt nun aufgrund kleinerer Dichte auf der <sup>3</sup>He-armen Phase. Die <sup>3</sup>He-Atome sind die Träger der gesamten thermischen Energie und Entropie der <sup>3</sup>He-armen Phase. Das <sup>4</sup>He Rolle eines Quasivakuums übernimmt die für das verdünnte Quasigas <sup>3</sup>He. Wegen der großen Verdünnung ist die auf ein <sup>3</sup>He-Atom bezogene Entropie in dieser Phase größer als in der <sup>3</sup>He-reichen Phase. Der Übergang von <sup>3</sup>He aus der oberen in die untere Phase, der einer Quasiverdampfung entspricht, ist mit einer Lösungswärme L verbunden.

$$L = T(S_u - S_o)$$

 $S_u = Entropie ({}^{3}He)$  in der unteren Phase.  $S_o = Entropie ({}^{3}He)$  in der oberen Phase

Bei Temperaturen unter 50 mK fällt die Lösungswärme L quadratisch mit der Temperatur ab. Mit einer Diffussionspumpe wird nahezu reines <sup>3</sup>He aus der <sup>3</sup>He-armen Phase im Destiller abgesaugt, wobei eine eingebaute Heizung das Verdampfen erleichtert ( Abb.C-2). Danach gelangt das <sup>3</sup>He-Gas über die Vorpumpe, den Filtern zum Vorkühlen durchs 4K-Bad und zum Einkondensieren ins lK-Bad. Das lK-Bad enthält <sup>4</sup>He, welches durch permanentes Abpumpen auf 1,0 bis 1,5 K gekühlt wird. Das verbrauchte Helium wird durch automatische Zuführung aus dem 4K-Bad ergänzt. Nun strömt das kondensierte <sup>3</sup>He über eine sehr enge Kapillare, in der der stark abfällt, zur weiteren Abkühlung durch den Druck Destiller und die Wärmetauscher. Schließlich gelangt es in die Mischkammer und geht unter Aufnahme der Lösungswärme in die Phase über, aus der es aufgrund untere eines

Konzentrationsgradienten durch den Wärmetauscher zurück in den Destiller strömt. Die vorhandenen Druck- und Temperaturbedingungen lassen fast nur <sup>3</sup>He verdampfen, so das die Säule aus superfluiden <sup>4</sup>He zwischen Destiller und unterem Teil der Mischkammer nicht an der Zirkulation teilnimmt. Am Ausgang des Destillers befindet sich eine Heizspule (Filmburner ), die das Hochsteigen des superfluiden <sup>4</sup>He in die Pumpleitung verhindert. Die tiefste Temperatur entsteht in der Mischkammer. Die nachstehenden Werte gelten für die Kühlleistung W an der Mischkammer in Abhängigkeit von der Temperatur /OXF81/:

T (mK)	W (mW)
5,5	0
10,0	0,002
18,0	0,012
100,0	0,400

## II.2 Magnet-Betrieb

Die Stromzufuhrleitungen vom Netzgerät zum Magneten sind innerhalb des Magneten durch einen heizbaren Supraleiter kurzgeschlossen. Diese Kurzschlußverbindung kann bei 4,2 K, wenn der Magnet supraleitend ist, geheizt und dadurch normalleitend gemacht werden (Abb.C-4). Dies tut man immer während eines Lade- oder Entladevorganges. Ist nun bei einem Ladevorgang die gewünschte Feldstärke erreicht, so wird die Heizung abgeschaltet und der Kurzschluß wird supraleitend. Nun kann der Magnet unabhängig vom Netzgerät im sogenannten "persistent mode" betrieben werden. Das Netzgerät wird anschließend heruntergefahren und abgeschaltet, wobei der Strom ganz durch den Kurzschluß übernommen wird ( Die gesamte Lade- und Entladeprozedur ist in einem Bedienungshandbuch der Firma Oxford Instruments genauestens beschrieben und soll deshalb hier nicht abgehandelt werden ) /OXO81/. Die Strom- bzw. Magnetfeldverluste im "persistent mode" sind relativ klein und liegen

Supraleitender Magnet (Prinzip)



АЪЪ.С-4.

in der Größenordnung von 0,01% pro Stunde. Ein Vorteil des "persistent mode" ist, daß keine joule'sche Wärme über die Stromzuführungen in das 4K-Bad gelangen kann und somit die Heliumverdampfungsrate erhöhen würde, was eine kürzere Standzeit des Systems zur Folge hätte.

Technische Daten:

	Max.	zentrale	s F	e1	. d :	9 T	es]	la
-	Max.	Strom:				77,	25	А
<b>4</b> 183	Induk	tion:				131	Ηe	enry
	Felde	energie b	ei	9	т:	400	k.	J

# III. Temperaturbestimmung der Probe im Millikelvinbereich

Zur Bestimmung der Temperatur der Probe wird die Methode der sogenannten "Kernorientierungs-Thermometrie" (NOT = Nuclear Orientation Thermometry) verwendet, bei der die  $\gamma$ -Anisotropie ausgerichteter radioaktiver Kerne gemessen wird /LOU74/.

Wenn radioaktive Kerne unter Emission eines  $\gamma$ -Quants zerfallen, dann gibt es eine gewisse räumliche anisotrope Emissionswahrscheinlichkeit bezüglich des Kernspins. Bei Zimmertemperatur zeigen die Kernspins einer solchen radioaktiven Quelle in beliebige Richtungen, so daß die räumliche Strahlungsintensität isotrop ist. Kühlt man die Quelle auf sehr tiefe Temperaturen T ab und setzt sie einem starken Magnetfeld aus, so werden die Kernspins polarisiert. Je niedriger die Temperatur ist, desto größer wird die Polarisation und umso ausgeprägter wird die Anisotropie der  $\gamma$ -Strahlung. D.h. die Anisotropie der  $\gamma$ -Strahlung von ausgerichteten Kernen kann für die Temperaturbestimmung benutzt werden.

Ein gutes Präparat für diesen Zweck ist ein Kobalt-Einkristall, bei dem ein kleiner Teil der <sup>59</sup>Co-Kerne durch <sup>60</sup>Co-Kerne ersetzt ist. Der Einkristall ist ferromagnetisch. Dadurch gibt es ein internes Magnetfeld am Kernort, dessen Richtung entlang der c-Achse verläuft. Das interne Feld beträgt in unserem Fall 21,5 T. Aufgrund der Polarisation der <sup>60</sup>Co-Kerne in diesem Magnetfeld kann die Quadrupolverteilung der E2-Übergänge mit  $E_{v1} = 1,17$  Mev und  $E_{\gamma 2} = 1,33$  MeV beobachtet werden. Wegen der bekannten Feldstärke ist die γ-Anisotropie ein direktes Maß für die Temperaturen /LOU74//OXF81/. Mit zwei NaJ-Detektoren, wovon

einer bei  $\theta = 0^{\circ}$ , also in c-Achsenrichtung des Einkristalls und der andere bei  $\theta = 90^{\circ}$  aufgestellt wird, werden die  $\gamma$ -Zählraten gemessen. Es genügt aber auch ein Detektor. Man positioniert ihn am besten in die Richtung, in der sich die Zählrate am stärksten mit der Temperatur ändert. Dies ist die 0<sup>°</sup>-Richtung. Während bei abnehmender Temperatur in 90<sup>°</sup>-Richtung die  $\gamma$ -Zählrate mit maximal 25% zunimmt, vermindert sie sich bei 0<sup>°</sup> um maximal 100%. Zur Temperaturbestimmung werden diese Zählraten N mit der jeweiligen Zählrate N<sub>°</sub> bei 4,2 K, im gleichen Zeitraum gemessen, in den entsprechenden Richtungen. Es gilt:

$$\varepsilon = \frac{N - N_{o}}{N_{o}} \cdot 100\%$$

Anhand der Diagramme in Abb.C-5 und Abb.C-6 kann die Temperatur als Funktion von ε abgelesen werden. Der dabei meßbare Temperaturbereich erstreckt sich von 60 mK bis 2 mK.



Abb.C-5: Anisotropie  $^{60}$ Co in 90°.

Der <sup>60</sup>Co-Einkristall muß thermisch gut leitend an der Probe befestigt werden, von der die Temperatur bestimmt werden soll. Dies geschieht durch weiches Anlöten, wobei darauf geachtet werden muß, daß der Einkristall fest auf der Oberfläche aufliegt, auf die er befestigt werden soll. 5



Abb.C-6: Anisotropie  $^{60}$ Co in  $0^{0}$ .

Befindet sich nämlich zuviel Lötzinn zwischen dem Einkristall und der Oberfläche, so wird der thermische Kontakt verschlechtert, da Zinn bei diesen Temperaturen ein Supraleiter ist und daher ungenügende Wärmeleiteigenschaften besitzt. Wird der Einkristall in einem starken externen Magnetfeld B' verwendet, so ist dies bei der Temperaturbestimmung zu berücksichtigen und man erhält für die Temperatur:

$$T = 0,279 \cdot \frac{21,6 - B'}{\beta} [mK]$$

wobei  $\beta$  eine Funktion von  $\epsilon(\theta)$  ist (Vgl. Abb.C-7).Den Vorfaktor erhält man aus  $\mu/(I \cdot k)$ . I ist der Kernspin, k die Boltzmannkonstante und  $\mu$  das Kernmagneton.



Abb.C-7: Graphische Darstellung der Beziehung zwischen  $\beta {=} \mu B/IkT \text{ und } \epsilon \text{ für die } {}^{6\,0}\text{Co-Anisotropie.}$ 

Soll die Temperatur besser als  $\pm 1\%$  bekannt sein, so ist eine sehr genaue und untergrundfreie Bestimmung der  $\gamma$ -Zählrate notwendig. Dazu war ursprünglich ein GeLi-Detektor vorgesehen gewesen. Aber der Betrieb im starken Streufeld des Magneten ( ca. l Tesla ) führte zu einer Beschädigung des Kristalls, so daß letztlich ein NaJ-Detektor verwendet wurde. Der hat gegenüber dem GeLi-Detektor den Nachteil, daß seine Auflösung schlechter ist. Der Detektor mußte mit drei ineinanderliegenden Eisenrohren gegen das starke Streufeld des Magneten abgeschirmt werden. Die Aktivität unserer verwendeten <sup>60</sup>Co-Einkristalle betrug jeweils etwa lµCi. D. DAS PROTONENTARGET

## I. Polarisation von Protonen

Wasserstoffkerne sind Spin 1/2 Teilchen. In einem äußeren Magnetfeld B hat ein solcher Kern zwei mögliche z magnetische Unterzustände m = + 1/2, - 1/2. Diese Zustände sind bei fehlendem Magnetfeld energetisch entartet und jeweils zu 50% besetzt. Bei der von uns angewandten Methode, der sogenannten "brute-force" Polarisation, werden die Protonen bei sehr niedrigen Temperaturen einem starken Magnetfeld ausgesetzt. Dadurch wird die Entartung der magnetischen Unterzustände aufgehoben und es findet eine von Temperatur und Magnetfeld abhängige ungleiche Besetzung D.h. der Unterzustände statt. die Protonen werden polarisiert. Dies ist aber nur mit Kernen möglich, die einen Spin I  $\neq$  0 haben. Die Polarisation ergibt sich aus den dem thermischen Gleichgewicht entsprechenden Besetzungswahrscheinlichkeiten W(m) der m Unterzustände des Kerns mit Spin I (m = 2I + 1) und gehorchen einer Boltzmannverteilung /OHL72/

$$W(m) = \frac{\exp(-m\mu B/IkT)}{\sum_{m} \exp(-m\mu B/IkT)}$$

Polarisation  $P = 1/I \cdot \sum_{m} mW(m)$ 

 $\mu$  = magnetisches Kernmoment, B = magnetische Induktion, k = Boltzmannkonstante, T = Temperatur.

P kann Werte zwischen O (unpolarisiert) und ±l (vollständig polarisiert) annehmen. der Unterschied in den Besetzungswahrscheinlichkeiten und damit die Polarisation, wird umso größer, je größer der Exponent ( $\mu$ B/IkT) ist, d.h. bei vorgegebenem  $\mu$ /Ik muß der Quotient B/T mögĺichst groß werden. So ist neben einem starken äußeren Magnetfeld eine niedrige Temperatur notwendig. Die Polarisation P für Kerne mit Spin I ergibt sich aus /HEE77/

$$P = \frac{2I + 1}{2I} \frac{(2I + 1)x}{2I} - \frac{1}{2I} \frac{x}{2I}$$
(D.1)

mit x = μB/kT. Für I = 1/2 erhält man

## P = tanh x

In Abb.D-1 ist die Polarisation von Protonen in Abhängigkeit von der Temperatur bei zwei verschiedenen Magnetfeldstärken dargestellt. Bei B = 9 T und T = 10 mK beträgt die Polarisation P = 72,6 %.



Abb.D-1: Protonenpolarisation in Abhängigkeit von Temperatur und Magnetfeld.

#### II. Wahl des Targetmaterials

Die Kühlung einer Wasserstoffprobe auf 10mK stellt ein besonderes Problem für die Wahl des Targetmaterials dar. Die Möglichkeit reinen Wasserstoff, der bei tiefen Temperaturen in fester Form vorliegt, als Target für polarisierte Protonen zu verwenden, erweist sich bei näherer Betrachtung als problematisch. Zum einen besitzt Wasserstoff bei tiefen Temperaturen nur eine geringe Wärmeleitfähigkeit /SIL80/ und läßt sich daher nicht hinreichend schnell abkühlen. Zum anderen liegt Wasserstoff bei den erforderlichen niedrigen Temperaturen fast vollständig als Parawasserstoff vor und ist daher zur Polarisation ungeeignet. Lediglich durch schnelles Abkühlen auf 10 mK könnte der Gleichgewichtszustand bei Zimmertemperatur von 75% Orthowasserstoff eingefroren und dadurch die Ausrichtung der Spins ermöglicht werden. Endliche Relaxationszeiten aber eine veränderliche Polarisation der hätten dann Protonen zur Folge. Denn der Wasserstoff hat weiterhin die Tendenz, sich zum Parawasserstoff umzuwandeln. Beim Umklappen der Spins wird aber Wärme frei, welche nicht schnell genug abgeführt werden kann. Dies führt dann zu einer, sich immer schneller verkleinernden Polarisation.

Daher werden Verbindungen des Wasserstoffs gesucht, die als polarisiertes Protonentarget für Neutronenstreuexperimente geeignet sind. Dabei sind folgende Anforderungen zu stellen:

- a) Hohe Protonendichte,
- b) genügende Wärmeleitfähigkeit bei tiefen Temperaturen,
- c) kleine magnetische Momente der anderen beteiligten Kerne,
- d) kleine Spin-Gitter-Relaxationszeiten.

- 22 -

Substanz	Protonen/cm <sup>3</sup>
H <sub>2</sub> fest	5,3•10 <sup>22</sup>
H <sub>2</sub> O fest	6,1
CH <sub>4</sub> fest	6,2
CH <sub>3</sub> OH fest	6,01
LiH	6,25
LiBH <sub>4</sub>	7,5
NaAlH <sub>4</sub>	5,71
PdH <sub>08</sub>	4,0
ZrH <sub>2</sub>	7,3 <sup>+</sup> )
YH 3	7,7+)
TiH <sub>2</sub>	9,0+)
TiH <sub>1</sub> 96	8,9

Protonendichten einiger protonenreicher Materialien:

+) Dies sind maxiale Werte, die eventuell bei goßen Proben nicht erreicht werden können.

(Tabelle D-1).

Die Protonendichte des festen Wasserstoffs wird durch die Protonendichte von Wasser, Kohlenwasserstoffverbindungen, stöchiometrische Alkali- und Erdalkalihydride und nichtstöchiometrische Metallhydride zum Teil weit übertroffen /PEI78/. Eine ausreichende Wärmeleitfähigkeit bei tiefen Temperaturen besitzen aber nur die Metallhydride, so daß die anderen Verbindungen nicht in Frage kommen. Gesucht werden Metallisotope mit kleinen magnetischen Kernmomenten und mit zusätzlicher Forderung nach /LED78/ technisch einfacher Herstellung und Handhabung. Die Hydride von Titan, Zirkonium, Yttrium und Palladium stehen dafür zur Wahl. Davon hat Palladiumhydrid die kleinste Wasserstoffdichte und entfällt dadurch. Zirkonium wurde wegen der

leichten Entzündlichkeit von Zirkoniumpulver nicht berücksichtigt. Schließlich wurde Titan wegen der höheren Protonendichte und der kürzeren Hydrierzeit gegenüber Yttrium als geeignetes Targetmaterial gewählt. In Tabelle D-1 sind die Protonendichten diverser Substanzen aufgeführt.

## III. Herstellung von Titanhydrid

Titanschwamm wird zunächst im Hochvakuum bei  $800^{\,0}\text{C}$ bis  $1000^{\,0}\text{C}$  mehrere Stunden lang geglüht, um Verunreinigungen durch Gase, aus dem Metall zu entfernen. Eine abgewogene Menge des Metalls wird danach bei  $500^{\,0}\text{C}$  und Drücken von ca. 1000 mbar mit Wasserstoff gesättigt. Anschließend wird langsam auf  $350^{\,0}\text{C}$  abgekühlt, wobei sich die Konzentration dem stöchiometrischen Wert von TiH<sub>2</sub> nähert. Nach der Entnahme bleibt das Hydrid an der Luft stabil /TIT81/.

Da die Metallhydride keine stöchiometrischen Verbindungen sind, ist es notwendig, die Zusammensetzung bei der Herstellung genau zu bestimmen. Dazu werden zwei Methoden angewendet:

- a) gravimetrische Methode,
- b) manometrische Methode.

Bei der ersteren wird der Wasserstoffgehalt aus der Gewichtszunahme der Probe durch das Hydrieren bestimmt. Sie zeichnet sich durch große Genauigkeit aus, hat aber den Nachteil, daß die Konzentration des Wasserstoffs erst nach dem abgeschlossenen Hydriervorgang gemessen werden kann. Bei der manometrischen Methode wird die, in die Apparatur eingelassene Wasserstoffmenge durch die Messung des Drucks in einem bekannten Meßvolumen bestimmt. Die Kombination der manometrischen mit der gravimetrischen Methode erlaubt uns



die Wasserstoffkonzentration mit einer relativen Genauigkeit von ±1% anzugeben.

Abb.D-2: Schematischer Aufbau der Hydirieranlage.

Die zur Hydrierung verwendete Apparatur ist schematisch in Abb.D-2 dargestellt /TIT81/. Sie ist eine mit einer Turbomolekularpumpe betriebene UHV-Anlage. Hochreiner Wasserstoff aus einer Pd-Zelle wird über ein Dosierventil in das Meßvolumen eingegeben. Der Druck in diesem Volumen wird mit Absolutdruckmeßgeräten unabhängig vom Barometerstand gemessen. Danach wird der Wasserstoff in das Probevolumen eingelassen. Dort befindet sich in einem Quarzrohr das Titan, welches in einem Ofen bis zu  $1200^{\circ}$ C aufgeheizt werden kann. Die Probentemperatur wird mit einem Thermoelement unmittelbar Quarzrohr Der am gemessen. 450<sup>0</sup>C gestrichelt umrahmte Teil der Apparatur ist bis ausheizbar.

Wie bereits erwähnt, wird Titanschwamm zur Hydrierung verwendet. Als Ergebnis erhielten wir TiH<sub>1,96</sub>. Hydrierversuche mit einem Titanstab (Länge: 3cm, Durchmesser: 1,9cm) ergaben für TiH<sub>x</sub> ebenfalls fast x = 2. Wegen der Aufweitung des Titangitters bei Wasserstoffaufnahme und den dabei auftretenden Versetzungen, wurde das Metallgefüge aufgebrochen. Die Probe war danach mit Rissen durchsetzt und bröckelte an der Oberfläche ab. Nur bei Wasserstoffkonzentrationen unterhalb x = 1 trat diese Erscheinung nicht auf. Dort war lediglich eine Volumenvergrößerung festzustellen.

Außerdem wurde noch kommerziell erhältliches, feinkörniges (Korngröße:  $150\mu$ ) Titanhydrid untersucht. Die Bestimmung der Wasserstoffkonzentration ergab x = 1,55. Ein Wert also, der weit unterhalb der stöchiometrischen Grenze liegt, welche bei x = 2 zu finden ist. Dieses Hydrid wurde nun geglüht und neu beladen. Aber es ließ sich nur ein Wert von x = 1,85 erzielen. Deshalb wurde vermutet, daß im gekauften Titanhydrid neben Wasserstoff bereits andere Gase wie Sauerstoff oder Stickstoff oder auch Kohlenstoff gelöst waren, die bei den erreichbaren Glühtemperaturen noch nicht entweichen konnten.

## IV. Aufbau der Titanhydridprobe

Wie bereits bekannt, lag Titanhydrid als Schwamm bzw. Pulver vor. Dies mußte nun unter hohem Druck gepreßt werden, um eine feste Probe zu erhalten. Zu diesem Zweck wurde ein Preßwerkzeug aus gehärteten Stahl gebaut, mit dem Proben mit einem Durchmesser von 25 mm und einer Länge bis 80 mm gepreßt werden können. Die maximal mögliche Flächenpressung war 20 t/cm<sup>2</sup>. Das Pulver wurde in ein Kupferrohr von 1 mm Wandstärke und 25 mm Innendurchmesser gepreßt. Gleichzeitig wurde ein 1 cm dicker zylindrischer Kupferstab von 5 cm Länge senkrecht am Kupferrohr mittig befestigt, um die Probe später mit Hilfe eines weiteren Kupferstabes an der Mischkammer der Polarisationsanlage befestigen zu können. Nach dem Pressen wurde die Probe auf eine Länge von 3,50 cm abgedreht.



Abb.D-3: Titanhydridprobe für Transmissions- und Streuexperimente. Die Seitenansicht zeigt einen Querschnitt durch die Probe.

Mit dieser Probe wurde die Dichte des gepreßten Pulvers sowohl gravimetrisch, als auch durch Transmission von  $\gamma$ -Strahlung eines <sup>137</sup>Cs-Präparates bestimmt /NUC68/. Die Dichte beträgt  $\rho$  = 3,78 g/cm<sup>3</sup> ± 0,04 g/cm<sup>3</sup>. Dies stimmt gut überein mit den Literaturangaben für TiH2, die um  $\rho$ =3,76g/cm<sup>3</sup> streuen /MUE68/. Daraus kann man die Schlußfolgerung ziehen, daß der Druck von 20 t/cm<sup>2</sup> offensichtlich ausreicht, um das Titanhydridpulver bis zur maximal möglichen Dichte zusammenpressen zu können. Der Wasserstoffinhalt unserer Probe beträgt 1,3 mol. In Abb.D-3 ist die Probe abgebildet.

Während diese Probe zur Durchführung von Transmissions- und Streuexperimente vorgesehen ist, wurde eine zweite, im äußeren Aufbau aber etwas modifizierte
Titanhydridprobe hergestellt, welche für Aufheizexperimente Verwendung findet. Die Herstellung geschah in der gleichen Weise wie vorher beschrieben, nur mit dem Unterschied, daß axial in der Probe ein 6 mm dicker Kupferzylinder ins Titanhydrid mit eingepreßt wurde. Dies wird in Kapitel E I ausführlich erläutert. Die Probe hat die gleiche Titanhydriddichte und die gleiche Kupferhülse mit entsprechenden Innen- und Außendurchmessern wie die erste Probe. Die Länge beträgt 3,74 cm. Die Probe ist in Abb.D-4 dargestellt.



Abb.D-4: Titanhydridprobe für thermodynamische Experimente. Die Seitenansicht zeigt einen Querschnitt durch die Probe.

# E. BESTIMMUNG DER WÄRMELEITFÄHIGKEIT VON TITAN-, HYDRID IM MILLIKELVINBEREICH

#### I. Aufbau des Experiments

Eine ausreichende Wärmeleitfähigkeit des Probenmaterials bei tiefen Temperaturen ist eine wichtige Voraussetzung für dessen Eignung als Target in der Polarisationsanlage. Die freiwerdende Polarisationswärme der Protonen muß in experimentell vertretbarer Zeit über das Metallgitter abgeleitet werden können. In der zur Verfügung stehenden Literatur gibt es keinerlei Angaben über die Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid bei niedrigen Temperaturen. Titan ist ein Supraleiter, der seine supraleitenden Eigenschaften einer Sprungtemperatur von 0,39 K erhält /KIT73/. bei Dagegen wird von TiH, erwartet, daß es (im Millikelvinbereich) kein Supraleiter wird /ALE78/. Sowohl die Überprüfung dieser Voraussage, als auch die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid war das Ziel des nun folgenden Experiments.

Zur Durchführung des Experiments wurde die zweite Titanhydridprobe mit dem axialen Kupferstab verwendet. Dieser zentrale Kupferstab wurde auf die gleiche Länge wie die Probe abgesägt und an beiden Enden mit Innengewinde versehen, so daß auf der einen Seite, eine, auf einem klei-Kupferzylinder mit passenden Außengewinde gewickelte nen Heizspule ( R = 409  $\Omega$  ) angeschraubt werden konnte. Die Heizspule besteht aus 0,05 mm Konstantandraht ( 55% Cu und 45% Ni ). An der gegenüberliegenden Seite wurde ein kleiner Kupferwürfel mit ebenfalls passendem Außengewinde angeschraubt. Der zur Temperaturbestimmung benötigte <sup>60</sup>Co-Einkristall war daran weich angelötet. Nun konnte man die

Innentemperatur der Probe messen. Die Schraubverbindungen zwischen den Kupferteilen haben sich in allen Experimenten gut bewährt. Es hat sich gezeigt, daß derartige thermische Verbindungen allen unseren Anforderungen entsprechen.



Abb.E-1: Schematischer Aufbau des Wärmeleitungsexperiments.l=Mischkammer;2 u.3=Cu-Stäbe;4=Cuaußenhülse;5=gepreßtes Titanhydridpulver; 6=axialer Cu-Stab;7=Heizspule;8 u.9=<sup>60</sup>Co-Quelle;10=Kryostataußenwand;11=NaJ-Detektor; 12=Bleiabschirmung.

Außerdem sollte noch die Temperatur an der Kupferhülse gemessen werden. Dazu war ein zweiter <sup>60</sup>Co-Einkristall notwendig, der allerdings weit genug von der ersten Quelle entfernt sein mußte, damit man die Anisotropie der beiden Präparate voneinander unbeeinflußt messen konnte. Der thermische Kontakt zwischen diesem Einkristall und der Kupferhülse wurde durch einen weiteren Kupferstab bewerkstelligt, welcher wiederum mit einem 1 cm breiten Kupferband an der Hülse gut leitend verbunden war. Der experimentelle Aufbau ist in Abb.E-1 zu sehen. Die gesamte Probe ist mit einem Kupferstab thermisch mit der Mischkammer des <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungsystem verbunden. Gemessen wird die  $\gamma$ -Anisotropie mit zwei 3" · 3" NaJ-Detektoren, wobei eine dazwischen liegende Bleiabschirmung außerhalb des Kryostaten dafür sorgt, daß jeder Detektor nur die Strahlung einer  $\gamma$ -Quelle registriert.

### II. Wärmeleitungsmessungen und Ergebnis

Zuerst wurde die Titanhydridprobe mit Hilfe des <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischsystem auf eine Temperatur von 10 mK an der Außenhülse und 11 mK am axialen Kupferstab abgekühlt. Anschließend wurde ein Strom (Größenordnung I = 100  $\mu$ A) durch die Heizspule geschickt und bei verschiedenen Heizleistungen beide Temperaturen gleichzeitig gemessen. Die der Probe quantitativ zugeführten Wärmeleistungen betrugen 0 bis 1,5 μW. Da die zugeführte Wärme nur über das Titan-<sup>60</sup>Co-Einhydrid zur Außenhülse und damit zum zweiten kristall gelangen konnte, war der dabei gemessene Temperaturgradient in der Wärmeleitfähigkeit κ(T) des Titanhydrids begründet.

Die gemessenen Temperaturen sind in Abhängigkeit von der Heizleistung in Abb.E-2 dargestellt. Man erkennt, daß sowohl die Innen- als auch die Außentemperatur der Probe stark mit zunehmender Heizleistung ansteigt. Dieser Anstieg wird durch den Temperaturgradienten verursacht, der über den Kupferstab entsteht. Die Temperatur der Mischkammer erscheint relativ konstant. Die Meßpunkte der unteren Kurve in Abb.E-2 stellen den Verlauf der Temperatur des Kupferstabes auf einer Höhe von 5 cm unterhalb der Mischkammer dar. Diese Daten wurden in einem gesonderten Experiment aufgenommen, wobei der Vergleich der Heizleistungen und Innentemperaturen es erlaubt, daß beide Experimente miteinander verglichen werden können.



Abb.E-2: An der Titanhydridprobe gemessene Temperaturen in Abhängigkeit von der Heizleistung. T<sub>i</sub>=Temperatur am axialen Cu-Stab; T<sub>a</sub>=Temperatur an der Cu-Außenhülse.

Zur Bestimmung des Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten  $\kappa(T)$  muß der Wärmetransport vom axialen Kupferstab zur

Außenhülse betrachtet werden. In Tabelle E-l sind die Meßergebnisse zusammengestellt.

Q(µW)	T <sub>i</sub> (mK)	T <sub>a</sub> (mK)	к(W/cmK)
0	11,0±0,4	10,0±0,4	
0,1	13,9±0,5	12,5±0,5	4,4±2,2•10-6
0,2	16,5±0,8	14,8±0,7	7,2±4,5
0,3	18,6±0,9	16,3±0,8	8,0±4,0
0,5	24,7±1,6	19,5±1,0	5,9±2,3
0,8	29,0±2,5	21,2±1,4	6,3±2,3
1,6	38-,6±5,0-	28,6±2,7	9,8±5,6

(Tabelle E-1).

 $\rm T_i$  ist die am axialen Kupferstab und  $\rm T_a$  die an der Außenhülle gemessene Temperatur für die verschiedenen Heiz-leistungen Q.  $\kappa(\rm T)$  ist der daraus hergeleitete Wärmeleit-fähigkeitskoeffizient. Für den Wärmetransport in der Längsrichtung eines Stabes gilt /LOU74/

$$Q = \frac{A}{1} \cdot \int_{1}^{T} \kappa(T) dT$$

wobei A die Querschnittsfläche und 1 die Länge des Stabes sind. Für den radialen Wärmetransport in einem Zylinder, wie er in unserem Fall vorliegt, ändert sich dieser Ausdruck in

$$Q = \frac{2 \pi h}{\ln(R_a/R_i)} \cdot \int_{T_1}^{T_2} \kappa(T) dT.$$

h ist die Höhe des Zylinders und R<sub>a</sub> und R<sub>i</sub> sind die Radien der zylindrischen Flächen, zwischen denen die Wärme transportiert wird. Bei kleinen Temperaturschritten darf das Integral vereinfacht werden zu

$$\int_{T}^{T} \kappa(T) dT = \kappa(T') \Delta T$$

mit T' =  $(T_1 + T_2)/2$  und  $\Delta T = T_2 - T_1$ . Mit den Abmessungen h = 3,74 cm,  $R_a = 1,25$  cm und  $R_i = 0,30$  cm ergibt sich

$$\kappa(T') = 0,061 \cdot Q/\Delta T [W/cmK].$$

Die hiermit berechneten Werte für κ(T) sind in Tabelle E-l aufgeführt und in Abb.E-3 dargestellt. Das Diagramm enthält zum Vergleich zwei Titanwerte unterschiedlicher Reinheit. Die Ausgangswerte für diese beiden Kurven liegen



Abb.E-3: Gemessene Wärmeleitfähigkeit des gepreßten Titanhydridpulvers.

— 34 —

im Kelvinbereich und wurden für den Millikelvinbereich extrapoliert. Daher sind sie mit einer gewissen Unsicherheit behaftet. Allerdings sind diese Kurven auch nur gültig, wenn man voraussetzt, daß beide Titanmetalle ihre Supraleitfähigkeit durch ein schwaches externes Magnetfeld zerstört bekommen haben, denn Titan ist in diesen Temperaturbereich bereits supraleitend /KIT73/.

Für die meisten Stoffe ist  $\kappa(T)$  bei tiefen Temperaturen proportional zu T<sup> $\alpha$ </sup>, wobei  $\alpha$  zwischen 1 und 3 liegt /KIE73/. Für Metalle ist  $\alpha = 1$ , für Isolatoren gilt  $\alpha = 3$ . Da Metallhydride im allgemeinen metallische Eigenschaften zeigen, wird für den vorliegenden Fall der Wert  $\alpha = 1$ angenommen. Eine Anpassung an die Meßdaten liefert dann für die Proportionalitätskonstante den Wert

$$c = 0.29 \cdot 10^{-3} \pm 0.06 \cdot 10^{-3} W/cmK^2$$
.

Die entsprechende Gerade für den Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten

$$\kappa(T) = 0,29 \cdot 10^{-3} \cdot T [W/cmK]$$

ist in Abb.E-3 gegen die Temperatur T aufgetragen. Die Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid liegt im Temperaturbereich zwischen 10 mK und 50 mK um einen Faktor 10 unter der extrapolierten Wärmeleitfähigkeit von massiven Titanmetall. Dabei zeigt Titanhydrid noch keine supraleitenden Eigenschaften, sonst wäre, wie im Kapitel F.II.2 noch erklärt wird, keine Abkühlung der Probe in den Millikelvinbereich möglich gewesen.

## F. NACHWEIS DER PROTONENPOLARISATION DURCH AUFHEIZ-EXPERIMENTE

#### I. Problemstellung und Methode

Die Protonenpolarisation ist nach Kapitel D.I durch die Parameter Magnetfeld und Temperatur eindeutig bestimmt. In Kapitel E wurde gezeigt, in welcher Größenordnung die Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid liegt. So bleibt als letzte offene Frage das Problem der Spin-Gitter-Relaxationszeit. D.h. wie gut ist die thermische Kopplung zwischen den Protonen und dem Titangitter, welche durch die Leitungselektronen bewerkstelligt wird? Die Literatur gibt im Falle Titanhydrid keinerlei Auskunft darüber. Es ist das Nichtleiter eine sehr schlechte aber bekannt, Kopplung dem Gitter und thermische zwischen den zu polarisierenden Atomen besitzen und es Tage oder Wochen dauern kann, bis sich ein thermisches Gleichgewicht einstellt. Dagegen ist die thermische Kopplung in Metallen sehr gut, so daß die Spin-Gitter-Relaxationszeit oft nur Sekunden oder weniger dauert.

Ob nun Titanhydrid mehr metallische Eigenschaften oder Nichtleitereigenschaften besitzt, soll durch ein eigens dafür durchgeführtes Experiment geklärt werden. Es wurde die Protonenpolarisation bestimmt und mit dem theoretischen Erwartungswert verglichen.

Das Experiment beruht auf der Tatsache, daß bei tiefen Temperaturen die spezifische Wärme der Protonenspins in einem Magnetfeld sehr groß ist und zwar erheblich größer als die spezifische Wärme von Gitter und Leitungselektronen. D.h. die Protonen können sehr viel Wärmeenergie aufnehmen, wenn sie in einem starken Magnetfeld depolarisiert werden. Dabei ist der Energiebetrag, den die Protonen absorbieren, um von einem polarisierten Zustand bei tieferen Temperaturen zu einem unpolarisierten Zustand bei höheren Temperaturen zu kommen, direkt proportional dem Polarisationsgrad bei der niedrigeren Temperatur, wie im Kapitel IV.l noch ausführlich erläutert wird.

### II. Versuchsaufbau

#### II.l Titanhydridprobe und Magnet

In Abb.F-l ist der Versuchsaufbau innerhalb des Kryostaten schematisch zu sehen. Die Probe befindet sich im Zentrum eines supraleitenden 5T-Magneten und ist mit einem 30 cm langen und 1 cm dicken Kupferstab mit der Mischkammer des <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungssystem verbunden. Bei der Titanhydridprobe handelt es sich um die Probe mit dem axialen Kupferstab. An diesen ist am einen Ende der <sup>60</sup>Co-Einkristall und am anderen die Heizspule angeschraubt. Sie hat einen Widerstand von 497  $\Omega$  bei 300 K und von 450  $\Omega$  unter 4 K. Die Zuleitungsdrähte zur Heizspule waren ab Höhe der Mischkammer NbTi-Supraleiter in Bronzematrix, wie man sie gewöhnlich für supraleitende Magnetspulen verwendet. D.h. selbst starke Magnetfelder können diese Supraleitung nicht zerstören. Wie im nächsten Kapitel II.2 noch erklärt wird, erreicht man damit, daß bei Temperaturen unter 4 K keine parasitäre Wärme über die Zuleitungen zur Probe gelangen können /BUC72/, /LOU74/. Somit war gewährleistet, daß nur Heizspule Wärme an die Probe an definierter Stelle die abgeben konnte. Wie in Abb.F-l zu sehen ist, verhindert das sogenannte 50mK-Schild eine Wärmestrahlung vom 4K-Bad zur Probe.



Abb.F-1: Versuchsaufbau für Aufheizexperimente.

In diesem Experiment wurde anstelle des 9T-Magneten ein kleinerer supraleitender 5T-Magnet verwendet.Er erzeugt ein vertikales Feld und eine Kompensationsspule oberhalb der Hauptspule reduziert in einer Entfernung von 32,5 cm das Magnetfeld auf 15 mT. Dadurch ist in Bezug auf das Magnetfeld ein einwandfreies Arbeiten des supraleitenden Thermoschalters, der in nächsten Kapitel beschrieben wird, gewährleistet. In Abb.F-2 ist der magnetische Feldverlauf des 5T-Magneten skizziert.



Abb.F-2: Feldstärkeverlauf am Cu-Stab, vom Probenzentrum beginnend in Richtung Mischkammer.

#### II.2 Supraleitender Thermoschalter

Der Kupferstab, der Probe und Mischkammer thermisch miteinander verbindet, ist 3 cm unterhalb der Mischkammer auf 1 cm Länge unterbrochen (Abb.F-1). Diese Lücke wird durch ein quadratisches Zinnplättchen überbrückt (25mm Seitenlänge, 1 mm Dicke). Das Zinnplättchen ist an jedem der Kupferstabteile weich angelötet und hat eine Reinheit von 99,9999%. In gleicher Höhe mit der Lücke befindet sich außen am Präparatraumbecher, also innerhalb des 4K-Bades, eine kleine supraleitende Magnetspule, mit deren Hilfe man am Ort des Zinnplättchens ein Magnetfeld von über 300 Gauß erzeugen kann. Die Anordnung Zinnplättchen, Kupferstablücke und Magnetspule stellt einen sogenannten supraleitenden Thermoschalter ( heat switch ) dar, mit dessen Hilfe der Wärmefluß von der Probe zur Mischkammer unterbrochen werden kann /LOU74/, /BUC72/. Dies geschieht folgendermaßen: Zinn Supraleiter und bekommt diesen Zustand ist ein bei Temperaturen unter 3 K /KIT73/. Dabei treten folgende Eigenschaften auf: sehr gute elektrische Leitfähigkeit (der ohm'sche Widerstand geht gegen Null) und extrem schlechte Wärmeleitfähigkeit. D.h. bei Temperaturen unter 3 K ist die Titanhydridprobe thermisch von der Mischkammer abgekoppelt. Der Schalter ist also geöffnet. Erzeugt man nun mit Hilfe der kleinen Magnetspule ein Feld von  $\geq$  30 mT, so wird die Supraleitung des Zinnplättchens zerstört und auch unter 3 K wieder elektrisch normalleitend. Gleichzeitig wird e s verbessert sich die thermische Leitfähigkeit ganz erheblich die Titanhydridprobe ist wieder thermisch an der und Mischkammer angekoppelt. Der Schalter ist also jetzt geschlossen.

Die Funktionsweise des Schalters wurde vorher in einem separaten Experiment getestet, in dem anstelle der Probe nur ein <sup>60</sup>Co-Einkristall am unteren Ende des Kupferstabes angelötet war. Außerdem war auch eine Heizspule um den Stab gewickelt. Die Messung der Wärmeleitfähigkeit des supraleitenden Thermoschalters im geschlossenen Zustand ergab  $\kappa(T) \ge 5 \cdot 10^{-4} [W/cmK]$ . Im geöffneten Zustand wurde  $\kappa'(T) \le 2 \cdot 10^{-7} [W/cmK]$  gemessen. Das Leitfähigkeitsverhältnis  $\kappa/\kappa' \ge 2500$  zeigt ein gutes Funktionieren unseres Schalters.

#### III. Versuchsdurchführung und Meßergebnis

Die Titanhydridprobe wurde ohne externes Magnet feld bei geschlossenem Thermoschalter mit Hilfe des<sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungssystems abgekühlt. Nach Erreichen einer Temperatur



Abb.F-3: Abkühlkurven der Titanhaydrid- und der Titanprobe (Dummy) bei einem Magnetfeld von B = 4,2 T.

von 9 mK wurde das Magnetfeld in 15 Minuten von 0 auf 4,2 T hochgefahren, um die Protonen zu polarisieren. Dabei stieg die Probentemperatur kurzzeitig bis 60 mK. Nachdem das Magnetfeld an seinem Endwert angelangt war, verminderte sich die Probentemperatur kontinuierlich und hatte nach 60 Stunden Abkühldauer eine Temperatur von 8,7 mK erreicht (Abb.F-3).

Bei der Endtemperatur wurde der supraleitende Thermoschalter geöffnet, um den Wärmetransport von der Probe zur Mischkammer zu unterbrechen. D.h. die Protonenprobe wurde thermisch isoliert. Das Öffnen des Schalters geschah sehr langsam ( Dauer ca. 10 Minuten ), damit beim Abbau des Magnetfeldes keine Wirbelströme auftraten, welche das abgekoppelte System hätten erwärmen können. Eine permanente Überwachung der Temperatur während dieses Vorgangs bestätigte, daß sie konstant blieb.

Als nächster Schritt wurde nun der Probe quantitativ Wärme zugeführt, indem man jeweils für 15 Minuten einen Strom in die Heizspule schickte und anschließend 30 bis 60 Minuten wartete, bis sich die Wärme in der gesamten Probe verteilt hatte. Während dieses Vorgangs fand eine laufende Überwachung der Probentemperatur statt. So zeigt Abb.F-4, daß während des Heizens die Temperatur hohe Werte annimmt, auch verständlich ist, da sowohl Heizung, als auch was <sup>60</sup>Co-Einkristall am selben Kupferstab befestigt waren. Nach Heizen wartete man so lange, bis die abnehmende dem Temperatur auf einem konstanten Wert stehen blieb. Danach konnte die Heizprozedur erneut gestartet werden. In Abb.F-4 vollständiges Heizexperiment zu sehen. ist ein Von insgesamt vier Aufheizexperimenten wurde eben anhand von grundsätzliche Versuchsdurchführung Experiment 3 die beschrieben. Die Meßergebnisse aller Experimente sind in Tabelle F-l dargestellt. Die Spalte l enthält die

Experiment	1					
T <sub>i</sub> (mK)	T <sub>f</sub> (mK)	Q <sub>t</sub> (mJ)	Q <sub>g(mJ)</sub>	Q <sub>D</sub> (mJ)	Q <sub>g-D(mJ)</sub>	∆P(%)
11,8±0,3	15,1±0,6	6,65	2,28	2,3	0,0	0,0
15,1±0,6	16,1±0,7	1,52	1,80	0,9	0,9	1,0
16,1±0,7	19,3±0,9	3,86	6,12	1,8	4,3	4,6
19,3±0,9	23,0±1,8	3,18	9,00	1,7	6,3	6,8
23,0±1,8	33,3±3,0	5,24	9,90	1,8	8,1	8,7
Experiment	2					
T <sub>i</sub> (mK)	T <sub>f</sub> (mK)	Q <sub>t</sub> (mJ)	Q <sub>g</sub> (mJ)	Q <sub>D</sub> (mJ)	Q <sub>g-D</sub> (mJ)	∆P(%)
8,7±0,2	10,5±0,3	6,44	2,66	0,7	2,0	2,2
10,5±0,3	12,5±0,5	5,28	3,15	1,1	2,1	2,3
12,5±0,5	13,3±0,5	1,72	3,60	0,5	3,1	3,3
13,3±0,5	14,9±0,8	2,94	3,60	1,3	2,3	2,5
14,9±0,8	16,7±0,7	5,08	4,50	2,5	2,0	2,2
16,7±0,7	22,1±1,4	3,06	4,50	1,6	2,9	3,1
Experiment	3	an a	ganna ang siyaka kan da sanan sanan sanan sanan sa	and and a second se		
T <sub>i</sub> (mK)	T <sub>f</sub> (mK)	Q <sub>t</sub> (mJ)	Q <sub>g</sub> (mJ)	Q <sub>D</sub> (mJ)	Q <sub>g-D</sub> (mJ)	<b>∆</b> P(%)
$10, 2\pm 0, 2$	12,1±0,5	5,02	2,66	0,9	1,8	1,9
$12, 1\pm 0, 5$	13,1±0,6	2,24	3,15	0,6	2,6	2,8
$13, 1\pm 0, 6$	14,4±0,6	2,50	3,60	0,9	2,7	2,9
14,4±0,6	14,4±0,6	0,00	3,60	0,0.	3,6	3,9
14,4±0,6	17,3±0,9	4,30	4,50	2,2	2,3	2,5
14,3±0,9	31,3±1,4	9,93	16,20	4,7	11,5	12,4
	( Ta	belle F-	l Forts	etzung	nächste S	eite)

Experiment	4					
T <sub>i</sub> (mK)	T <sub>f</sub> (mK)	Q <sub>t</sub> (mJ)	Q <sub>g</sub> (mJ)	Q <sub>D</sub> (mJ)	$Q_{g-D}(mJ)$	∆P(%)
8,7±0,1	$10, 8 \pm 0, 2$	3,53	2,66	0,4	2,3	2,5
10,8±0,2	11 3±0,3	1,41	3,15	0,3	2,9	3,1
$11, 3 \pm 0, 3$	$12, 8\pm 0, 4$	3,64	3,60	0,9	2,7	2,9
12,8±0,4	13,9±0,5	2,23	3,60	0,7	2,9	3,1
13,9±0,5	14,7±0,5	1,43	4,50	0,7	3,8	4,1
14,7±0,5	17,3±0,8	2,79	4,50	1,9	2,6	2,8
17,3±0,8	18,0±0,8	0,84	4,50	0,4	4,1	4,4
18,0±0,8	21,1±1,2	3,10	4,50	1,6	2,9	3,1

(Tabelle F-1).



Abb.F-4: Beispiel für eine Durchführung eines Aufheizexperiments mit Titanhydrid bei einem Magnetfeld von B=4,2 T.

Temperatur T<sub>i</sub> vor dem Heizschritt und die Spalte 2 die Temperatur T<sub>f</sub> danach. Spalte 4 enthält die dem System jeweils mit der Heizspule zugeführte Wärmeenergie, während Spalte 3 die theoretisch benötigte Wärmeenergie zeigt. Die theoretischen Energien berechnet man aus der Beziehung dQ = TdS (Q = Wärmeenergie, T = Temperatur, S = Entropie). Es ist erkennbar, daß abgesehen vom ersten Heizschritt alle theoretischen Werte kleiner sind als die gemessenen.

Ex	рe	r	im	en	t	]

T <sub>i</sub> (mK)	T <sub>f</sub> (mK)	Q <sub>D</sub> (mJ)
7.6+0.1	10.2±0.3	0.52
10,2±0,3	12,8±0,4	0,52
12,8±0,4	13,5±0,4	0,35
13,5±0,4	14,5±0,5	0,78
14,5±0,5	15,2±0,6	0,61
15,2±0,6	15,4±0,6	0,92
15,4±0,6	18,0±0,9	0,92
18,0±0,9	18,3±0,9	1,04
18,3±0,9	20,3±1,0	1,21
20,3±1,0	30,3±3,0	2,30

#### Experiment 2

T <sub>i</sub> (mK)	T <sub>f</sub> (mK)	Q <sub>D</sub> (mJ)
6,7±0,1	8,7±0,2	0,52
8,7±0,2	13,5±0,4	2,77
13,5±0,4	14,7±0,5	3,46
14,7±0,5	25,6±1,1	3,46
25,6±1,1	31,3±3,5	1,38

(Tabelle F-2).

Dies ist aber nicht unerwartet, da die Titanhydridprobe aufgrund ihres Aufbaus eine nicht zu vernachlässigende Menge Kupfer enthält. Dieses Kupfer wird, wenn auch in geringerem Umfang, ebenfalls polarisiert und kann beim Aufheizen Wärmeenergie aufnehmen /LOU74/. Zur Untermauerung dieser Überlegung wurden zwei zusätzliche Experimente mit Hilfe einer sogenannten "Dummy"-Probe durchgeführt. Diese Probe ist äußerlich völlig mit der Titanhydridprobe identisch. Sie besteht aus der gleichen Titan- und Kupfermenge und hat die gleichen geometrischen Abmessungen, enthält aber keinen Wasserstoff. Denn bei der Herstellung wurde anstatt Titanhydrid reines Titanpulver verwendet.

Die Durchführung der beiden Aufheizexperimente mit der "Dummy"-Probe geschah analog den Experimenten mit Titanhydrid. Der erste Unterschied machte sich schon beim Hochfahren des Magneten bemerkbar. Die "Dummy"-Probe erreichte nur eine Spitzentemperatur von 35 mK und auch die Abkühlung erfolgte erheblich schneller wie in Abb.F-3 zu erkennen ist. Die Meßergebnisse dieser Aufheizexperimente enthält Tabelle F-2. Spalte 1 enthält die Anfangstemperatur vor und Spalte 2 die Endtemperatur nach dem Heizschritt. Die experimentell zugeführte Wärmeenergie ist in Spalte 3 zu sehen.

#### IV. Auswertung der Meßdaten

#### IV.1 Methode

Protonen sind Teilchen mit Spin I = 1/2 und orientieren sich in einem äußeren Magnetfeld B parallel oder antiparallel zu den Feldlinien. Diese beiden möglichen magnetischen Unterzustände haben die Energien  $E_+ = \mu \cdot B$  und E\_ = -  $\mu$  • B (  $\mu$  = magnetisches Kernmoment ). Für die Besetzung m dieser Unterzustände gilt entsprechend

 $m_+ + m_- = 1$ . Ist keine Polarisation vorhanden, so erhält man  $m_+ = m_- = 0,5$ . Bei totaler Polarisation ist einer der beiden Unterzustände vollständig besetzt und der andere unbesetzt. Da gilt  $m_+ = 0$  und  $m_- = 1$  oder umgekehrt. Für die Polarisation erhält man, wobei in unserem Fall das tiefere Energieniveau stärker besetzt ist ( parallele Ausrichtung )

$$P = m_{-} - m_{+}$$

Wird nun ein Protonensystem mit einer bestimmten Polarisation P erwärmt, damit es in einen unpolarisierten Zustand übergeht, so beträgt die Anzahl der Protonen m<sub>f</sub>, die von m\_ nach m<sub>+</sub> umklappen müssen

$$m_f = m_- - 0, 5$$
.

Der dazu benötigte Betrag an Wärmeenergie ist

$$Q = Nm \cdot 2\mu B$$
.

N ist die Anzahl der Protonen in der Probe und 2µB ist die Energiedifferenz zwischen den beiden magnetischen Unterzuständen. Wie man leicht sieht ist  $m_f = 1/2$  • P und somit

$$Q = N \mu B P \qquad (F.1).$$

Die Wärmeenergie ist also der Polarisation direkt proportional. Eine Änderung der Energie bedeutet eine Änderung der Polarisation

$$\Delta Q = N \mu B \Delta P \qquad (F.2).$$

#### IV.2 "Dummy"-Experiment

In den Tabellen F-1 und F-2 ist zu erkennen, daß innerhalb des selben Temperaturbereichs bei der Protonenprobe rund 30 mJ und bei der Dummyprobe rund 10 mJ Wärmeenergie zum Aufheizen notwendig waren. Aufgrund dieses Größenvergleich ist klar, daß die Beiträge von Kupfer und Titan nicht vernachlässigbar sind. Beim Kupfer kommt ein großer Beitrag vom Kupferstab, an dem die Probe befestigt ist. Wie in Abb.F-2 zu sehen ist, befindet sich über die Hälfte des Kupferstabes im externen Magnetfeld, obgleich die Feldstärke in Richtung Thermoschalter stark abnimmt. Am Kupferstab variiert die Polarisation des Kupfers von P(B=4,2T) bis P(B=0T) = 0%. Die gesamte, an der Polarisation beteiligte Kupfermenge beträgt 2,47 mol, wobei P = 19,2%, wenn B = 4,2T und T = 10 mK. Die Titanmenge ist 1,33 mol und hat eine über alle Isotopen gemittelte Polarisation von 0,81% bei B = 4,2T und T = 10mK. Mit Hilfe von Gleichung F.l soll das Verhältnis der Polarisationswärme beider Elemente bestimmt werden:

$$\frac{Q_{Ti}}{Q_{Cu}} = \frac{N_{Ti} \ \mu_{Ti} \ P_{Ti}}{N_{Cu} \ \mu_{Cu} \ P_{Cu}} = \frac{1,33 \ \cdot \ 0,118 \ \cdot \ 0,0081}{1,06 \ \cdot \ 2,72 \ \cdot \ 0,192} = 2,7 \cdot 10^{-3}$$

Für Kupfer wird für  $N_{Cu}$  nur der Anteil im vollen Feld verwendet.  $\mu$  und P sind Durchschnittswerte über die Isotope. Aus dem Ergebnis wird klar, daß Titan bei der Polarisation vernachlässigt werden kann. Wie anfangs erwähnt, ist die spezifische Wärme des Gitters und der Leitungselektronen bei diesen tiefen Temperaturen ebenfalls vernachlässigbar.

In Abb.F-5 ist die theoretische Polarisationswärme Q von Kupfer in Abhängigkeit von der Temperatur T aufgetragen. Berechnet wird Q mit Hilfe der Entropie S(B,T) aus der Beziehung dQ<sub>i</sub> = TdS<sub>i</sub>. Der Nullpunkt von Q ist bei  $T \rightarrow \infty$  zu suchen und daher schlecht berechenbar. Man gelangt aber zu einem Ausgangspunkt, wenn man zuerst die Polarisation P bei B = 4,2 T und T = 30 mK mit Hilfe der Gleichung D.l berechnet und das Ergebnis in Gleichung F.l einsetzt.



Abb.F-5: Polarisationswärme von Cu bei einem Magnetfeld von B=4,2 T. Die durchgezogene Kurve entspricht der Theorie.

Nun erhält man durch schrittweises Addieren von dQ, die theoretische Kurve der Polarisationswärme. Allerdings muß bei werden, daß der Berechnung berücksichtigt der Kupferstab einem Feldstärkegradienten unterliegt, der der Einfachheit halber, wie in Abb.F-2zu sehen ist, stufenweise angenommen wird. Die Länge jeder einzelnen Stufe ist 4 cm. Die Stufen verlaufen vom Probenzentrum beginnend in Richtung Mischkammer und haben die Werte 4,2T, 3,67 T, 1,83 T und 0,53 T. Ebenso sind in Abb.F-5 die

experimentellen Daten aus Tabelle F-2 aufgetragen. Sie wurden der theoretischen Kurve bei T = 30 mK angepaßt, da sich der experimentelle Nullpunkt nicht bestimmen läßt. Die horizontalen Fehlerbalken ergeben sich aus den statistischen Fehlern bei der Tempraturbestimmung mit Hilfe der  $\gamma$ -Zählraten des <sup>60</sup>Co-Einkristalls. Die vertikalen Fehlerbalken der Aufheizenergien sind kleiner als die Punktgröße im Diagramm.

Wie dem Bild zu entnehmen ist, folgen die Daten nicht der theoretischen Kurve, obwohl der gesamte Energieunterschied zwischen 6 mK und 30 mK für beide Kurven der selbe ist. Für dieses Verhalten haben wir keine Erklärung. Die gestrichelte Kurve ist den Daten angepaßt und wurde für die Bestimmung des Kupferanteils an der gesamten Polarsationswärme verwendet. Die Werte sind in der 5. Spalte der Tabelle F-1 zu finden.

### IV.3 Polarisation des Protonentarget

Die 6. Spalte in Tabelle F-l enthält die reinen Energieschritte bei den Protonen, d.h. der experimentell ermittelte Kupferanteil in Spalte 5 ist abgezogen. Mit Hilfe von Gleichung F.2 wurden die Energieänderungen in Polarisationsänderungen umgerechnet. Für den konstanten Faktor NµB erhält man NµB = 92,8 mJ. Die Polarisationsschritte  $\Delta P$  aus Formel F.2 sind in der letzten Spalte von Tabelle Faufgelistet. In Abb.F-6 sind diese ermittelten Pola-1 risationsdaten mit einer theoretischen Kurve, welche mit Gleichung D.1 berechnet wurde, dargestellt. Analog zu Abb.-F – 5 ist der höchste Temperaturwert des jeweiligen Experiments an die theoretische Kurve angepaßt. Auch hier sind die horizontalen Fehlerbalken statistische Schwankungen der γ-Zählraten des <sup>60</sup>Co-Einkristalls. Vertikale Fehler werden

ebenfalls nicht dargestellt, da sie kleiner sind als die Punktgrößen. Die einzelnen Daten der Experimente haben sowohl zueinander als auch zur Theorie eine unterschiedliche Lage. Aber insgesamt folgen sie relativ gut der theoretischen Kurve. Die Daten streuen bei einer Temperatur von 10 mK stark um den Wert 40 %, den die Theorie fordert.



Abb.F-6: Aus den Aufheizexperimenten berechnete Polarisation der Protonen in einem Magnetfeld von B=4,2 T. Die durchgezogene Kurve entspricht der theoretischen Polarisation

#### IV.4 Schlußfolgerung

Diese Experimente zeigten, daß es möglich ist eine Protonenpolarisation in Titanhydrid zu erzeugen. Allerdings ist die Genauigkeit, mit der die Polarisation in den Aufheizexperimenten gemessen wurde, nicht sehr groß. Eine wesentlich bessere Nachweismethode wird in Kapitel H beschrieben. Was die Spin-Gitter-Relaxationszeit betrifft, so kann man aufgrund des in Abb.F-3 dargestellten Temperaturverhalten der Probe beim Aufheizen schließen, daß sie offensichtlich nicht so groß ist, als daß sie die Polarisation der Protonen stark behindert. Denn die Aufheizenergie wurde in akzeptabler Zeit (ungefähr 30 Minuten) von den polarisierten Protonen absorbiert. G. ADIABATISCHE ENTMAGNETISIERUNG

#### I. Allgemeines

Die älteste Methode, um Temperaturen unter 1 K zu erreichen, ist die adiabatische Entmagnetisierung eines geeigneten paramagnetischen Salzes /LOU74/, /KIT73/, /KIE73/. Geeignete Materialien sind Ionen der Eisengruppe oder Elemente der seltenen Erden. Ihr Paramagnetismus wird durch ein magnetisches Moment erzeugt, das die Elektronen in den unvollständig gefüllten 3d- oder 4f-Schalen hervorrufen. Bei Temperaturen unter 1K orientieren sich die Ionen in Richtung eines externen Magnetfeldes und verkleinern somit die Entropie S des Systems gegenüber einem unpolarisierten Zustand. Die Entropiereduzierung bzw. der Polarisationsgrad abhängig externen ist von der Magnetfeldstärke und Temperatur. Dabei ist die Entropie des Gitters vernachlässigbar. Verringert man nun die Feldstärke B kontinuierlich, so bleibt in einem thermisch isolierten System die Entropie konstant.Aufgrund der Feldabnahme ist die Entropie im System ständig kleiner, als sie normalerweise entsprechend der gegenwärtigen Feldstärke sein dürfte. Daher haben die Spins die Tendenz in einen Zustand höherer Entropie zu kommen, der der jeweiligen Feldstärke entspricht. Dazu benötigen sie allerdings Energie, die sie dem Gitter in Form von Wärme entziehen. Für die Bedingung  $B_i/T_i = B_f/T_f$  darf man nicht annehmen, daß durch kontinuierliche Entmagnetisierung vom Anfangsfeld B, bei der Anfangstemperatur  $T_i$  bis zum Endfeld  $B_f = 0$  eine Endtemperatur T<sub>f</sub> = 0 K erreicht werden könnte. Dies ist nicht möglich, da es immer lokale Magnetfelder innerhalb der Probe gibt, die von den magnetischen Wechselwirkungen der Mo-

mente untereinander herrühren, so daß eine Abkühlung zum absoluten Nullpunkt nicht stattfinden kann. Die Kühlung findet aber ihr natürliches Ende, wenn alle Spins depolarisiert sind und dem System durch parasitäre Wärmelecks von außen weiter Wärme zugeführt wird. Da man beim Vermindern des Magnetfeldes nur bis  $B_f \neq 0$  geht, erfolgt die Erwärmung des Systems entlang dieser Magnetkurve, wie in Abb.G-l. dargestellt. Je nachdem, ob nur eine möglichst





X: Ausgangspunkt; die Entropie S ist maximal und die Temperatur ist höher als  $T_i; B=0T$ . XY: Abkühlung auf  $T_i$  bei konst.  $B_i$ . YZ: Adiabatische Entmagnetisierung durch Verkleinerung von  $B_i$  auf  $B_f$ . S ist dabei konstant und  $T_i$  sinkt auf  $T_f$ . Z: Ende der Entmagnetisierung. ZX: Erwärmung des Systems entlang  $B_f$ . tiefe Temperatur erreicht oder ob eine nicht so tiefe Temperatur möglichst lange gehalten werden soll, wird B<sub>f</sub> gewählt. Ein größeres B<sub>f</sub> bedeutet ein längeres Erhalten der höheren Endtemperatur, ein kleineres B<sub>f</sub> dagegen eine tiefere Endtemperatur mit kürzerer Verweilzeit.

Nun kann man aber auch adiabatisch entmagnetisieren, indem man magnetische Kernmomente anstelle der Magnetmomente der Elektronen verwendet. Diese Methode wurde 1934 von Gorter und 1935 von Kurti und Simon vorgeschlagen. 1956 erreichten Kurti, Robinson, Simon und Spohr damit in Kupfer Kernspintemperatur von l μK /LOU74/. Da eine die magnetischen Kernmomente, je nach Kernart, bis zu 2000 mal kleiner sind als die elektronischen, ist auch ein um den gleichen Faktor höherer Wert von B/T erforderlich. Aus diesem Grund wird eine Starttemperatur in der Gegend von 10 mK und ein Magnetfeld von einigen Tesla benötigt.

## II.1 Adiabatische Entmagnetisierung mit Titanhydrid

Der Versuchsaufbau war der gleiche wie im vorangegangenen Kapitel F. Es wurde dieselbe Titanhydridprobe mit axialen Kupferstab verwendet. Die Abkühlung der Probe auf eine Ausgangstemperatur von  $T_i = 9,8$  mK bei einem Magnetfeld von  $B_i = 4,2$  T erfolgte mit Hilfe des <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>Hedes supraleitenden Öffnen Mischungssystems. Das Thermoschalters analog wie im Kapitel F.III geschah beschrieben. Anschließend wurde das Hauptmagnetfeld mit einer Rate von 0,007 A/sek kontinuierlich verringert und hatte nach zwei Stunden und 54 Minuten das Endfeld B<sub>f</sub> = 0,217 T erreicht. Der Abkühlvorgang ist in Abb.G-2 zu sehen. Danach blieb das System 90 Minuten lang sich selbst überlassen, wobei durch permanente Temperaturmessung die



Aufwärmung durch parasitäre Wärmelecks beobachtet werden konnte. Schließlich wurde die Probe durch einmaliges Heizen mit der Heizspule erwärmt, wobei die Wärmeenergie

Q = 0,64 mJ betrug. Nach dem Heizvorgang erfolgten erneut Temperaturmessungen.

# II.2 Adiabatische Entmagnetisierung mit der "Dummy"-Probe

Wie aus dem vorangegangenem Kapitel F zu erfahren war, ist der Beitrag des Kupfers zur Polarisation nicht vernachlässigbar. Daher wurde auch hier ein Experiment mit der "Dummy"-Probe durchgeführt.

Auch hier war der Versuchsaufbau der gleiche wie in Kapitel F. Anstelle der Titanhydridprobe wurde die "Dummy"-Probe eingebaut und mit Hilfe des  ${}^{3}\text{He}/{}^{4}\text{He}-\text{Mischungssystem}$ auf eine Starttemperatur von T<sub>i</sub> = 7,5 mK abgekühlt. Das Magnetfeld betrug wiederum B<sub>i</sub> = 4,2 T. Danach fand in gewohnter Weise die thermische Abkopplung der Probe von der Mischkammer statt und die kontinuierliche Entmagnetisierung vollzog sich analog wie bei der Protonenprobe. Der gesamte Abkühlvorgang ist ebenfalls in Abb.G-2 zu sehen. Nach Beendigung der Entmagnetisierung blieb die "Dummy"-Probe ebenfalls 90 Minuten sich selbst überlassen und erwärmte sich während dieser Zeit durch parasitäre Wärmelecks. Durch anschließendes Heizen mit einer Wärmeenergiemenge von

Q = 0,64 mJ stieg die Probentemperatur in einen, für unsere Temperaturmeßmethode nicht mehr erfaßbaren Bereich.

## III.l Meßergebnisse

Für beide Entmagnetisierungsexperimente wäre aufgrund der Beziehung  $B_i/T_i = B_f/T_f$  eine Endtemperatur  $T_f = B_f/B_i \cdot T_i$  zu erwarten gewesen.

	<sup>B</sup> i	<sup>B</sup> f	Τ <sub>i</sub>	Τ <sub>f</sub>	T gemessen
Titanhydrid	4,2T	0,217T	9,8mK	0,51mK	2,2mK
Dummy-Probe	4 <b>,</b> 2T	0,217T	7 <b>,</b> 5mK	0 <b>,</b> 39mK	2,3mK

Stattdessen wurden, wie in obiger Tabelle zu sehen ist, für die Protonenprobe und die "Dummy"-Probe wesentlich höhere Endtemperaturen gemessen, als erwartet. In Abb.G-2 ist auch zu erkennen, daß in den 90 Minuten, in denen beide Systeme sich selbst überlassen waren, die "Dummy"-Probe sich erheblich schneller erwärmte als die Protonenprobe. Die Endtemperatur nach 90 Minuten lag bei der "Dummy"-Probe bei 3,5 mK und bei der Protonenprobe bei 2,6 mK. Anschliessend nach jeweiligen Heizen mit 0,64 mJ, stellte sich bei der Protonenprobe eine Temperatur von 3,2 mK ein, während die "Dummy"-Probe sich soweit erwärmte, daß es für unsere Temperaturmeßmethode nicht mehr meßbar war.

#### III.2 Auswertung der Meßergebnisse und Analyse

Als Störfaktoren, die die Entmagnetisierung maßgeblich beeinflussen können, kommen nur zwei Ursachen in Frage. Zum einen entstehen beim Entmagnetisieren Wirbelströme und zum anderen gibt es parasitäre Wärmequellen, sei es durch Wärmestrahlung aus der Präparatraumumgebung, Restgaskontakt im Präparatraum oder sei es über den geöffneten supraleitenden Thermoschalter ( Vgl. Kapitel F.II.2 ). Frühere Untersuchungen beim Testen des Thermoschalters ergaben allerdings parasitäre Wärmequellen in der Größenordnung von nur 20 nW.

Daher sollen als vermutliche Hauptursache die Wirbelströme näher untersucht werden. Für Wirbelströme in einem Zylinder parallel zu einem zeitlich veränderlichen Magnetfeld gilt /LOU74/

$$Q = \frac{r^2 \cdot V \cdot (\delta B / \delta t)}{8 \cdot R}$$
(G.1)

Q = Wärmeleistung, r = Radius des Körpers, V = Volumen des Körpers, R = elektrischer Widerstand des Körpers, (δB/δt) = Magnetfeldänderung pro Zeiteinheit.

Als Körper kommt die jeweilige Probe einschließlich dem Teil des Kupferstabes in Frage, der dem Hauptmagnetfeld ausgesetzt ist (Vgl. Abb.F-4). Gemäß dieser Abbildung wird der Kupferstab wieder in seine vier Bereiche eingeteilt mit entsprechender Feldstärke. Für den spezifischen Widerstand von Kupfer sind bei Temperaturen unter 10 mK keine Daten erhältlich. Dagegen gibt es Literaturwerte für die Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$  in diesem Bereich. Mit Hilfe des Wiedemann-Franz-Gesetzes /KIT73/, /LOU74/ erhält man

$$\frac{1}{\sigma} = R = \frac{25}{\kappa} \left[ n W \cdot \Omega / K^2 \right]$$
(G.2)

wobei  $\sigma$  die elektrische Leitfähigkeit ist. Aus Kapitel E ist die Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid bekannt, so daß auch R berechnet werden konnte. Zwischen der Kupferhülse und dem axialen Kupferstab einerseits und dem Kupferstab, der die Probe mit der Mischkammer verbindet andererseits, gibt es Reinheitsunterschiede, die bei der Berechnung berücksichtigt werden müssen. Die Werte für Kupfer wurden aus /LOU59/ entnommen.

	Cu-Hülse/Stab	Kupferstab	Titanhydrid
к[W/Kcm]	0,015	0,4	2,9•10-6
R[Ω•cm]	1,67•10 <sup>-8</sup>	6,25 • 10 - 10	8,621•10-5

(Tabelle G-1)

Tabelle G-l enthält die mit Gleichung G.2 gefundenen Werte für die spezifischen Widerstände der einzelnen Materialien bei 10 mK. Mit Hilfe von Gleichung G.l erhält man für die einzelnen Bereiche des Kupferstabes und für die Probe bei unterschiedlichen Feldstärken folgende Wirbelstromleistungen:

	Bi	<sup>B</sup> f	Q <sub>w</sub>
Cu-Stab/Bereich l	4,2 T	0,217 T	5,89 nW
Cu-Stab/Bereich 2	3,67 Т	0,19 T	182,90 nW
Cu-Stab/Bereich 3	1,83 T	0,095 T	45,40 nW
Cu-Stab/Bereich 4	0,525 T	0,027 T	3,75 nW
Probe	4,2 Т	0,217 T	<b>9,</b> 05 nW

(Tabelle G-2)

Die Spalte B<sub>i</sub> enthält die Größe des Magnetfeldes vor und die Spalte B<sub>f</sub> die jeweilige Feldstärke am Ende der Entmagnetisierung. Man erkennt, daß der Wirbelstrombeitrag des Kupferstabes absolut dominiert, so daß man ohne weiteres für die "Dummy"-Probe die gleiche Wirbelstromleistung annehmen kann. So beträgt die Gesamtleistung Q<sub>w</sub> = 247 nW und bei einer Entmagnetisierungsdauer von 10.440 Sekunden entspricht dies einer Wärmeenergie von 2,579 mJ.

В(Т)	T <sub>g</sub> (mK)	T <sub>i</sub> (mK)	Q <sub>Cu</sub> (mJ)	Q <sub>w</sub> (μJ)	Q <sub>p-w</sub> (mJ)	T <sub>w</sub> (mK)	P(%)
4,200	7,5	7,50	14,452	0	14,452	, 7,50	24,9
3,120	5,5	5,57	10,736	800,00	9,936	6,00	23,0
3,000	5,5	5,36	10,323	74,10	9,416	5,85	22,7
2,880	5,3	5,14	9,910	88,92	8,915	5,70	22,4
2,760	4,9	4,93	9,497	88,92	8,438	5,50	22,1
2,640	4,9	4,71	9,084	74,10	7,985	5,30	21,9
2,520	4,6	4,50	8,671	88,82	7,510	5,20	21,6
2,400	3,9	4,29	8,258	74,10	7,061	5,00	21,3
2,280	4,2	4,07	7,846	74,10	6,616	4,80	21,0
2,160	4,1	3,86	7,433	88,92	6,161	4,70	20,6
2,040	4,1	3,64	7,020	7.4,10	5,730		20,3
1,920	3,7	3,43	6,607	88,92	5,289	4,30	19,9
1,800	3,5	3,21	6,194	74,10	4,876	4,10	19,6
1,650	3,2	2,95	5,678	74,10	4,380	3,80	19,2
1,530	3,2	2,73	5,265	88,90	3,962	3,65	18,7
1,410	3,0	2,52	4,852	74,10	3,568	3,45	18,3
1,260	2,8	2,25	4,336	88,92	3,091	3,15	17,8
1,140	2,5	2,04	3,923	74,10	2,950	2,95	17,2
0,990	2,6	1,77	3,407	104,00	2,247	2,70	16,4
0,870	2,4	1,55	2,994	74,10	1,895	2,45	15,8
0,750	2,2	1,34	2,581	74,10	1,556	2,25	15,0
0,630	2,3	1,13	2,164	74,10	1,230	2,00	14,1
0,510	2,3	0,91	1,755	74,10	0,919	1,75	13,0
0,390	2,0	0,70	1,342	88,92	0,613	1,50	11,4
0,217	2,3	0,39	0,747	148,20	0,192	1,55	6,4

Entmagnetisierung der "Dummy"-Probe. Die theoretische Endtemperatur erhält man aus  $T_f = B_f/B_i \cdot T_i \cdot Q_{Cu}$  ist die Wärmekapazität von Kupfer bei einer konstanten Polarisation von P = 24,7 %.

Tabelle G-3.

Als erstes werden die Daten der "Dummy"-Probe analysiert. In Tabelle G-3 ist der Entmagnetisierungsvorgang dargestellt. Spalte l enthält das zeitlich abnehmende Magnetfeld und Spalte 2 die dazugehörigen gemessenen Temperaturdaten. In Spalte 3 wurde die theoretische Temperatur mit Hilfe der Beziehung  $T_f = (B_f/B_i) \cdot T_i$  zur jeweiligen Feldstärke berechnet. Das Kupfer in der "Dummy"-Probe ist bei einem Magnetfeld von B = 4, 2 T und einer Temperatur von T = 7,5 mK zu P = 24,9 % polarisiert. Aufgrund dieser Polarisation könnte die "Dummy"-Probe 14,452 mJ Wärmeenergie aufnehmen. Inwieweit sich diese Energiekapazität bei abnehmender Magnetfeldstärke verringert, zeigt Spalte 4. Spalte 5 enthält die Wärmeenergie  $Q_w$ , die beim kontinuierlichen Übergang von einer Feldstärke zur nächsten kleineren Feldstärke durch Wirbelströme entsteht und von den polarisierten Kupferatomen absorbiert wird. Dabei verkleinert sich ständig die Wärmekapazität des Kupfers, wobei die zusätzliche Verkleinerung aufgrund abnehmender Magnetfeldstärke noch berüchsichtigt werden muß. Diese Wärmekapazität Q<sub>p-w</sub> ist in Spalte 6 zu sehen. Als nächstes wird die Polarisation bestimmt, da sie sich durch die Anwesenheit der Wirbelströme ständig verkleinern muß. Laut Gleichung F.l ist die Polarisation der Wärmekapazität des Systems direkt proportional und man erhält die Beziehung

$$P(B) = Q_{p-w}/Q_{Cu} \cdot 24,9 \%$$

Die Berechnungsergebnisse sind in der letzten Spalte dargestellt. Schließlich wird noch die Temperatur  $T_w$  berechnet, die aufgrund der so berechneten Polarisation vorhanden ist. Man verwendet dabei wieder die Gleichung D.l. Das Magnetfeld ist jeweils vorgegeben und durch Probieren welcher Temperaturwert zur Polarisation aus der letzten Spalte paßt, erhält man die Temperatur  $T_w$ . Die Ergebnisse sind in Spalte 7 aufgeführt. Ein Vergleich mit den gemessenen Temperaturen zeigt, daß T<sub>w</sub> über weite Bereiche höher liegt. Erst wenn T<sub>w</sub> kleiner als 2,25 mK wird, sind die gemessenen Daten höher die theoretischen.

Als nächstes soll nun die Entmagnetisierung der Protonenprobe analysiert werden. Die Daten und Berechnungen sind in der folgenden Tabelle G-4 zusammengefaßt:

В	T gemessen	т <sub>f</sub>	Q <sub>p</sub> (41,2%)	Q p−w	T <sub>w</sub>	Р
4,2 T	9,8 mK	9,8 mK	39,073mJ	39,073mJ	9,8 mK	41,2%
0,217т	2,2 mK	0,51mK	2,027mJ	1,472mJ	0 <b>,</b> 73mK	29,9%

(Tabelle G-4)

Spalte 1 enthält das Anfangs- und das Endfeld. Die jeweils dazu gemessenen Temperaturen stehen in Spalte 2.  $T_f$ , die theoretische Endtemperatur ist aus der Beziehung  $T_f = (B_f/B_i) \cdot T_i$  berechnet.  $Q_p$  ist die Energiekapazität der zu 41,2 % polarisierten Protonen bei unterschiedlichen Feldstärken. Die 5. Spalte enthält die durch Wirbelströme reduzierte Energiekapazität der Protonen und die letzte Spalte die sich daraus ergebende Restpolarisation.  $T_w$  ist die theoretische Temperatur, die sich aufgrund der vorgegebenen Wirbelströme ergeben sollte.

Nimmt man die Ergebnisse der Tabellen G-3 und G-4 zusammen, so hat das Protonensystem mit Kupferuntergrund beim Endmagnetfeld  $B_f = 0,217$  T eine grob angenäherte Energiekapazität von 2,027 mJ + 0,747 mJ = 2,774 mJ. Unter Berücksichtigung der vorgegebenen Wirbelströme reduziert sich der Wert auf 2,027 mJ + 0,192 mJ = 2,219 mJ bzw. 1,472 mJ + 0,747 mJ = 2,219 mJ, je nachdem ob man den Kupferatomen oder den Protonen die Wirbelstromenergie hinzufügt. In Wirklichkeit verteilt diese sich natürlich

— 63 —
auf beide Systeme, aber das Endresultat bleibt davon unberührt. In Abb.G-3 sind die drei Temperaturen  $T_w(B)$ ,  $T_f(B)$  und  $T_{gemessen}(B)$  in Abhängigkeit vom Magnetfeld aufgetragen. Abb.G-4 enthält die gleiche Darstellung für die Protonenprobe, wobei hier der Kupferuntergrund berücksichtigt ist, so daß  $T_w(B_f=0,217T) = 0,68$  mK.





In Abb.G-3 hat man den Eindruck, daß die vorgegebenen Wirbelströme zu groß gewählt wurden; denn die gemessenen Temperaturen liegen ziemlich genau dazwischen. D.h. die gemessenen Temperaturen lassen sich mit den wirbelstromkorrigierten Temperaturen gut in Deckung bringen, wenn man die Wirbelströme nur halb so groß annimmt als geschehen ( wobei die Wahl von  $\kappa$  in Gleichung G.2 ausschlaggebend ist ). In Abb.G-4 dagegen, tritt keine allzu große Abweichung zwischen  $T_w(B)$  und  $T_f(B)$  auf. Aufgrund der erheblich größeren Wärmekapazität der Protonen, hat ein zu groß gewählter Wirbelstrom natürlich einen geringeren Einfluß auf die durchgeführten Berechnungen.



Abb.G-4: Adiabatische Entmagnetisierung der Protonenprobe. Die obere Kurve ist theoretisch berechnet und beinhaltet einen vorausgesetzten Wirbelstrombeitrag. Die untere Kurve entspricht der Theorie ohne Berücksichtigung von Wirbelströmen.

Weiter fällt bei beiden Diagrammen auf, daß die gemessenen Temperaturen unter T = 2,5 mK sowohl stark von  $T_w$ , als auch von  $T_f$  abweichen und sich asymptotisch einem Grenzwert > 2 mK nähern. Dies läßt vermuten, daß unsere Temperaturmeßmethode bei Temperaturen unter 2,5 mK versagt. Unterstützt wird diese Annahme durch die Berechnungen von  $T_w$ , nach der trotz offensichtlich zu groß gewählten Wirbelströmen, erheblich tiefere Temperaturen möglich wären. Ein weiteres Indiz ist das Heizen der Proben nach der 90 minütigen Pause. Beide Proben wurden jeweils mit  $Q_h = 0,64$  mJ geheizt, wobei die "Dummy"-Probe so warm wurde, daß keine Polarisation mehr vorhanden war, denn die Probentemperatur konnte nicht mehr gemessen werden. Ein

Messung:

$Q_{Cu}(B=0,217)$	Γ; P=24,9%)	=	0,747	mJ
$Q_{p-w}(B=0,21)$	7T;P=6,4%)	=	0,192	mJ
$Q_{p-w}$ (halber	Wirbelstrom)	=	0,470	mJ
Heizenergie	Q <sub>h</sub>		0,640	mJ

Man kann leicht erkennen, daß beide wirbelstromkorrigierten Wärmekapazitäten von der Heizenergie übertroffen werden und selbst die reine Polarisationskapazität Q<sub>Cu</sub> keinen großen Spielraum mehr zuläßt.

Anders ist die Situation im Protonentarget. Dort liegt aufgrund der polarisierten Protonen eine erheblich größere Wärmekapazität vor. Greift man die Aussage auf, daß Temperaturen < 2,5 mK nicht richtig gemessen werden können, so dürfte aber die darüberliegende T' = 3,2 mK ungefähr richtig sein. Diesen Wert erreichte die Protonenprobe nach dem Heizen (Abb.G-2). Wenn man mit Hilfe der Entropie S über die Beziehung dQ = TdS zurückrechnet, welche Anfangstemperatur die Protonen vor dem Heizen hätten haben müssen, so erhält man unter Berücksichtigung des Kupferuntergrundes T = 1,3 mK. Dieses Ergebnis unterstreicht besonders deutlich die vorausgegangene Vermutung.

#### III.3 Schlußfolgerung

Mit der Durchführung eines adiabatischen Entmagnetisierungsexperiment mit Titanhydrid konnte ebenfalls qualitativ nachgewiesen werden, daß eine Protonenpolarisation in dieser Art möglich ist und das Titanhydrid sich dabei als verwendbares Kühlmittel erweist. Es sollte nicht das Ziel der Auswertung sein, alle nur denkbaren Einflüsse, die auf das Experiment einwirkten, zu erfassen und genauestens zu analysieren. Dazu sind die Meßergebnisse nicht umfangreich genug. Es wurde nur gezeigt, wo die wichtigsten Fehlerquellen zu finden sind und wie stark ihr Einfluß auf die experimentelle Ergebnisse durchschlägt.

# H. EICHEXPERIMENT AM KARLSRUHER VAN-DE-GRAAFF-BESCHLEUNIGER

### I. Meßmethode

Während in den beiden vorangegangenen Kapiteln F und G Experimente beschrieben wurden, die einen mehr oder weniger qualitativen Polarisationnachweis lieferten, so war es Ziel dieses Versuchs eine quantitative Aussage zu bekommen. Es sollte überprüft werden, ob eine durch die Parameter Temperatur und Magnetfeld eindeutig gegebene theoretische Protonenpolarisation im Experiment bestätigt werden kann. Ein hierfür geeignetes Experiment ist die Asymmetriebestimmung in Transmissionsmessungen mit niederenergetischen polarisierten Neutronen.

Gemessen werden sollten die Unterschiede im totalen Wirkungsquerschnitt für parallele und antiparallele Spinorientierungen von Protonen und Neutronen. Die Forderungen an den Neutronenstrahl waren:

- Kleine Neutronenenergien, damit der Neutronenwirkungsquerschnitt für das Protonentarget groß wird.
- Kleine Neutronenpolarisationsschwankungen  $\Delta P_{p}$ .

- Große, gut bekannte Neutronenpolarisation P und große Neutronenproduktion.

Diese Forderungen sind bei der T(p,n)-Reaktion für 1,2 MeV Neutronen am besten erfüllt. Daher wurde diese Energie gewählt. Für die Asymmetrie gilt /HEE77/

$$\varepsilon = \frac{N^{\uparrow\uparrow} - N^{\downarrow\uparrow}}{N^{\uparrow\uparrow} + N^{\downarrow\uparrow}} = -\omega \cdot P_{n} \cdot P_{T} \cdot \sigma_{ss} \quad (H.1)$$

ω = Targetflächendichte
P = Neutronenpolarisation

 $\sigma_{ss}$  = Spin-Spin-Wirkungsquerschnitt P<sub>T</sub> = Protonenpolarisation

Für die gesuchte Protonenpolarisation ergibt sich

$$P_{T} = \frac{-\epsilon}{\omega \cdot P_{n} \cdot \sigma_{ss}}$$
(H.2)

Der Spin-Spin-Wirkungsquerschnitt ist definiert als /HEE77/

$$\sigma_{ss} = 1/2 \cdot (\sigma^{\uparrow\uparrow} - \sigma^{\downarrow\uparrow}), \quad (H.3)$$

wobei  $\sigma^{\uparrow\uparrow}$  und  $\sigma^{\downarrow\uparrow}$  die totalen Wirkungsquerschnitte für parallele und antiparallele Spinstellungen von Target und Projektilen sind. Bei kleinen Energien genügt es nur S – Wellenstreuung ( 1 = 0 ) zu betrachten. Mit Hilfe der Klebsch-Gordon-Koeffizienten kann man die Wirkungsquerschnitte  $\sigma^{\uparrow\uparrow}$  und  $\sigma^{\downarrow\uparrow}$  ausdrücken in Wirkungsquerschnitte für Triplett- und Singulettstreuung:

$$\sigma^{\uparrow\uparrow} = \sum_{s=0}^{l} \left( \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2} \right)^{2} \cdot \sigma \left( \frac{2s+1}{s} \right)^{2} = \sigma \left( \frac{s}{s} \right)$$

$$\sigma^{\downarrow\uparrow} = \sum_{s=0}^{1} \left( \begin{array}{c} \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & \frac{1}{2} \\ \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & \frac{1}{2} & \frac{1}{2} \end{array} \right)^{2} \cdot \sigma \left( \begin{array}{c} 2s+1\\ s \end{array} \right) = \frac{1}{2} \sigma \left( \begin{array}{c} 1\\ s \end{array} \right) + \frac{1}{2} \sigma \left( \begin{array}{c} 3\\ s \end{array} \right)$$

s = Spin; l = Bahndrehimpuls; j = l + s = Gesamtdrehimpuls. Daraus folgt eingesetzt in (H.3)

$$\sigma_{ss} = 1/4 \cdot \left[\sigma({}^{3}S_{1}) - \sigma({}^{1}S_{0})\right] \quad (H.4)$$

Für S-Wellenstreuung gilt /MAY74/

- 69 ---

$$\sigma = 4\pi/k^2 \cdot \sin^2\delta, \qquad (H.5)$$

wobei k der Wellenvektor ist. Mit Hilfe der effektiven Reichweitennäherung /MAY74/

$$k \cdot \cot \delta = -1/a + 1/2 \cdot r_0 k^2$$
 (H.6)

kann man die Streuphasen  $\delta$  berechnen, wobei für die Parameter eingesetzt wurden/NAG79/:

Streulänge a =  $-23,748 \pm 0,010$  Fm (Singulett) eff. Reichweite r<sub>0</sub> = 2,75 ± 0,050 Fm (Singulett) Streulänge a = 5,424 ± 0,004 Fm (Triplett) eff. Reichweite r<sub>0</sub> = 1,759 ± 0,005 Fm (Triplett).

 $k = 2\pi/h \cdot (mE_{1ab}/2)^{1/2}$  $E_{1ab} = 1,2$  Mev, h = Planck'sche Konstante

Eingesetzt in (H.6) erhält man  $\delta({}^{1}S_{0}) = 62,73^{\circ}$  und  $\delta({}^{3}S_{1}) = 144,98^{\circ}$ . Diese Werte werden in (H.5) eingesetzt und für den Spin-Spin-Wirkungsquerschnitt ergibt sich schließlich mit (H.4)  $\sigma_{ss} = 1,001 \cdot 10^{-24} \text{ cm}^{2} \pm 0,5 \%$ . Da alle Größen bis auf  $\varepsilon$  bekannt sind, läßt sich mit Hilfe der gemessenen Asymmetrie die Protonenpolarisation leicht berechnen.

#### II. Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau und die Durchführungen fanden in der Experimentierhalle am Karlsruher Van-de-Graaff-Beschleuniger statt. Er besteht im wesentlichen aus einem vom Beschleuniger kommenden Strahlrohr, einem Spinrotator, einer Paraffinmauer mit Kollimatoröffnung und der Polarisationsanlage mit gesamter Peripherie. Ein Detektor mißt den transmittierten Neutronenstrahl und ein anderer dient als Monitor. Der Aufbau ist schematisch in Abb.H-l zu sehen.

Man erkennt links auf dem Bild das Strahlrohr, an dessen Ende ein mit Wasser gekühltes 5 TA Tritiumtarget sitzt. Vom Beschleuniger kommend, treffen die Protonen von 2,26 MeV auf das Tritiumtarget. Mit Hilfe der T(p,n)-Reaktion werden polarisierte, niederenergetische Neutronen erzeugt /WLA59/. Neutronen, die unter einem Winkel von 35° zur verlängerten Strahlachse, das Target verlassen, haben eine Polarisation von 46,9% ± 1,7% /TOR81/. Diese Neutronen durchlaufen nun, vom Tritiumtarget kommend, den Spinrotator, mit dessen Hilfe die Polarisationsrichtung der Neutronen gedreht werden kann. Bei dem Spinrotator handelt еs sich einen supraleitenden Solenoiden /SCH74/. um Dahinter befindet sich Kollimator mit ein einer kreisförmigen Blendenöffnung von 1 cm Durchmesser. Der Kollimator besteht aus Borparaffin und Bor-Polyäthylen und hat eine Dicke von 100 cm. Höhe und Breite betragen jeweils 200 Nach cm. dieser Abschirmung folgt die Polarisationsanlage mit dem Protonentarget. Zur Messung des transmittierten Neutronenstrahls befindet sich auf der verlängerten Neutronenstrahlachse in 140 cm Entfernung vom Protonentarget ein Stilbendetektor. Der zweite Stilbendetektor steht 220 cm vom Tritumtarget entfernt. Beide Detektoren sind mit Hilfe von Eisenrohren gegen die Streufelder des 9T-Magneten abgeschirmt. Ιn einer Entfernung von 145 cm vom Magnetmittelpunkt entfernt, beträgt die Feldstärke noch 44 Gauß bei 9 T Zentralfeld.

Die Justierung von Spinrotator, Kollimator, Protonentarget und Transmissionsdetektor wurde mit Hilfe eines Lasers und eines Theodoliten durchgeführt. Die Entfernung vom Tritiumtarget zur Protonenprobe ist 257 cm. Die Probe selbst ist 57 cm von der Kollimatoröffnung entfernt, so



daß am Ort der Probe der Neutronenstrahl auf einen Durchmesser von 1,57 cm auffächert.

Zur Temperaturbestimmung der Protonenprobe wurde wieder ein  $^{60}$ Co-Einkristall verwendet. Er war weich an ein 1 cm breites und 1,5 mm starkes Kupferband angelötet, welches um den Probenzylinder befestigt wurde. Dabei lag die c-Achse des Kristalls parallel zur Feldrichtung des 9T-Magnten. Zur Messung der  $\gamma$ -Anisotropie diente ein, durch mehrere, ineinanderliegende Eisenrohre gegen das Magnetfeld abgeschirmter NaJ-Detektor. Dieser befand sich zusammen mit seiner Abschirmung in einem mit ca. 50 kg Blei beschwerten Metallgehäuse, um eine Bewegung des Eisens in Richtung Magnet zu verhindern. Eine optimale Abschirmung des Detektors gegenüber dem Magnetfeld erreichte man damit, daß der Detektor und damit die Photomultiplierröhre senkrecht zum Magnetfeld positioniert wurde. In Abb.H-2 ist das gesamte Experiment im Originalzustand zu sehen.

#### III. Versuchsdurchführung

## III.1 Allgemeines

Zuerst wurde das Magnetfeld auf 8,2 T hochgefahren und anschließend die <sup>3</sup>He-Zirkulation des Mischsystems gestartet, um die Titanhydridprobe weiter abzukühlen. Sobald die Probentemperatur in den für unsere Methode meßbaren 60 Temperaturbereich (unter mK) wurde mit kam, der Transmission polarsierter Neutronen begonnen. Gemessen wurde die Asymmetrie ε während die Probe abkühlte, bis sich nach ein paar Tagen eine konstante Polarisation und eine konstante Probentemperatur eingestellt hatten. Insgesamt dauerte das Experiment acht Tage. Die



Abb.H-2: Versuchsaufbau am Karlsruher Van-de-Graaff-Beschleuniger. 1=<sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungskryostat mit Protonentarget und Magnet; 2=Gestell für <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungskryostat; 3=<sup>3</sup>He-Pumprohr; 4=Bedienungsgestell(um 110<sup>0</sup> nach links gedreht); 5=Mit Blei beschwertes Metallgehäuse mit NaJ-Detektor und Eisenabschirmung; 6= Transmissionsdetektor; 7=Kollimator; 8=Spinrotator; 9=Tritiumtarget.

Polarisationsrichtung der Neutronen änderte der Spinrotator nach jeweils 5000 Zählereignissen ( Dauer etwa 15 bis 20 Minuten ) im Transmissionsdetektor.

Eine gleichzeitige Messung von Temperatur und Transmission war nicht möglich, da der y-Untergrund während der Neutronentransmission um ein vielfaches höher lag, als die  $^{60}$ Co- $\gamma$ -Zählrate. Da aber die Abnahme der Probentemperatur nur sehr langsam erfolgte, genügte es ein- bis zweimal pro die Neutronentransmissionsmessung Tag für jeweils vier Stunden zu unterbrechen, um in einem Zeitraum von zwei Stunden die Probentemperatur zu messen. Innerhalb dieser Zeit konnte genügend Statistik gesammelt werden, um einen statistischen Fehler kleiner als ± 1 % zu erhalten. Die ersten beiden Stunden waren nötig, um den v-Untergrund in der Experimentierhalle abklingen zu lassen. Während dieser Zeit fanden alle Wartungsarbeiten am Kryostaten und am Spinrotator statt, so daß weitere Unterbrechungen während der Transmissionsmessungen vermieden werden konnten. Nach Beendigung dieser Messungen wurde noch ein weiteres Transmissionsexperiment durchgeführt, allerdings ohne Magnetfeld und mit "warmer" Probe ( T = 4,2 K ). Dabei sollte überprüft werden, inwieweit die Asymmetrie ε einem systematischen Fehler unterliegt, der durch die Apparatur hätte hervorgerufen werden könne.

# III.2 Elektronik und Datenaufnahme

Die Datenaufnahme erfolgte mit einem ND 66 Vielkanalanalysator. Es wurden simultan sowohl das Trans-Monitorenergiespektrum der missions-, als auch das Neutronen aufgenommen. Beide wurden während einer Messung im Vielkanal akkumuliert und am Ende der Messung auf ein Magnetband abgespeichert. In Abb.H-3 ist das Blockschaltbild des elektronischen Aufbaus zu sehen.



- 76 -

Die von den Detektoren kommenden Zählimpulse werden einer sogenannten  $n-\gamma$ -Driskriminierung unterworfen, wobei Signale, welche von γ-Quanten stammen, von Neutronensignalen getrennt und verworfen werden. Am Ausgang des jeweiligen  $\gamma$ -n-TAC erhält man nur noch Neutronensignale. Die kleinste noch zugelassene Neutronenenergie wird durch eine Schwelle im Einkanaldiskriminator ( TSCA ) bestimmt. Die Ausgangssignale des  $\gamma$ -n-TAC sind durch den Spinflipper des Spinrotators gegated, so daß während des Wechsels der Neutronenspinrichtung keine Daten aufgenommen werden. Ιn das das Van-de-Graaff-Pulsungssignal gegen gemessene Flugzeitspektrum der Neutronen wird ein enges Fenster um den Peak der 1,2 MeV Neutronen gelegt. Dadurch ist eine Registrierung von auf Umwegen gestreuter Neutronen ausgeschlossen.

Die Aufnahme der Daten erfolgte am ADC 2 des ND 66 in vier Gruppen. Die erste Gruppe enthält das Energiespektrum des Transmissionsdetektors mit gleicher Spinrichtung wie Gruppe drei das Monitorenergiespektrum. Entsprechend wurden die zweite und vierte Gruppe für die andere Spinrichtung verwendet.

Die Aufnahme der  $\gamma$ -Spektren von dem <sup>60</sup>Co-Einkristall erfolgte über den ADC 1. Diese Messung lief parallel zu den anderen, war aber wegen des hohen  $\gamma$ -Untergrundes bei der Transmission nicht verwertbar, so daß die Temperaturbestimmung auf die Zeit beschränkt war, in der keine Neutronenmessungen durchgeführt wurden.

#### IV.1 Meßergebnisse

Die Meßergebnisse sind in Abb.H-4 aufgetragen. Die obere Kurve stellt die mit dem <sup>60</sup>Co-Einkristall gemessene



Abb.H-4: Meßergebnis des Neutroneneichexperiments. Die Polarisation auf der linken Seite entspricht der jeweiligen Temperatur auf der rechten Seite. Dies gilt für ein Magnetfeld von B=8,2 T.

Probentemperatur in Abhängigkeit von der Zeit dar. Die untere Kurve zeigt die, ebenfalls in Abhängigkeit von der Zeit bestimmte Protonenpolarisation. Man sieht, daß beide Kurven jeweils ab dem sechsten Tag eine Sättigung aufweisen. Der Maßstab der Polarisation und der Temperatur im Diagramm sind so gewählt, daß die Protonenpolarisation bei gegebenem Magnetfeld mit der Temperaturskala übereinstimmt. Daher ist es bemerkenswert, daß die gemessene Protonenpolarisation etwas unter den Werten liegt, wie sie aufgrund der gemessenen Temperaturen sein sollten. Diese Diskrepanz zieht sich über die gesamte Dauer des Experiments hin und ist am Ende kleiner als am Anfang. Die gemittelte, gemessene Probentemperatur beträgt ab dem sechsten Tag  $T = 10,6 \text{ mK} \pm 0,3 \text{ mK}$  und würde einer Polarisation P = 66 % entsprechen. Stattdessen ist die ab dem selben Zeitpunkt gemittelte Protonenpolarisation P' = 60,4% ± 2,5%, was einer Temperatur von 12 mK entspricht. Der Berechnung liegen folgende Größen zugrunde:

 $\omega = 3,131 \cdot 10^{23} \text{ Protonen/cm}^2 \pm 1,9 \% \text{ (Targetflächendichte )}$   $\sigma_{ss} = 1,001 \cdot 10^{-24} \text{ cm}^2 \pm 0,5 \% \text{ (Spin-Spin-Wirkungsquer-schnitt )}$  $P_n = 0,469 \pm 0,017 \text{ (Neutronenpolarisation )}$ 

Bei der Transmissionsmessung ohne Magnetfeld und mit "warmer" Probe ergab sich eine Asymmetrie  $\varepsilon = -0,15$  % ± 0,18 %. Ein Wert also der weit innerhalb der Statistik liegt und daher einen systematischen Fehler ausschließt.

# IV.2 Analyse der Meßergebnisse

Eine Möglichkeit die Diskrepanz zwischen Temperatur und Polarisation zu erklären, wäre gegeben, wenn ein Teil des Neutronenstrahls die Probe nicht getroffen hätte und direkt zum Detektor gelangt wäre. Der Neutronenstrahl hat an der Probe einen Durchmesser von 1,57 cm, während die Probe einen Durchmesser von 2,56 cm hat. Aufgrund sorgfältiger Justierung von Tritiumtarget, Kollimator und Protonenprobe, wobei bei der letzteren die Materialverkürzung innerhalb des Kryostaten bei tiefen Temperaturen genaustens berücksichtigt wurde, ist dies auszuschließen.

Eine bessere Erklärung liegt in der Geometrie der Anordnung. Während der Neutronenstrahl den axialen Bereich der Probe und dabei nur 38 % der Protonen aufgrund seines Durchmessers erfaßt, findet die Temperaturmessung аm Probenrand statt. D.h. die Ursache für die Diskrepanz von Temperatur und Polarisation liegt an einem Temperaturgradienten innerhalb der Probe. Im /LOU74/ findet man die Aussage, daß sich die Wärmeleitfähigkeit von Metallen bei tiefen Temperaturen bei Anwesenheit eines starken Magnetfeldes verschlechtert. Allerdings gibt es darüber keine Daten. Ziel der nun folgenden Auswertung ist, die Wärmeleitfähigkeit bei tiefen Temperaturen in Anwesenheit eines starken Magnetfeldes von B = 8,2 T aus dem gemessenen Temperaturgradienten zu bestimmen.



Abb.H-5: Einteilung der Titanhydridprobe in sieben Bereiche zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit. Die Bereiche V<sub>1</sub> bis V<sub>4</sub> werden vom Neutronenstrahl getroffen.

Die Titanhydridprobe wird nun, wie in Abb.H-5 zu sehen ist, in sieben Bereiche eingeteilt, die wie ineinander liegende Zylinder anzusehen sind. Jeder Bereich hat ein bestimmtes Volumen  $V_m$ , so daß die Summe aller Volumina dem Gesamtvolumen  $V = \sum V_m$  der reinen Titanhydridprobe ohne Kupfermantel entspricht. Der Einfachheithalber wurde der Probenradius auf R = 1,30 cm aufgerundet. Die Kreisflächen  $V_1$  bis  $V_4$  stellen den Querschnitt des auf die Probe treffenden Neutronenstrahls dar. Auch dieser Bereich wurde auf einen Radius von r = 0,8 cm aufgerundet und entspricht dem Protonenanteil, mit dem die Polarisation gemessen wurde.

Als nächstes wird die Polarisationswärme ermittelt, die während des Abkühlvorgangs frei wurde. Dazu werden die die Temperaturdaten verwendet, die sich aus der Polarisationsmessung ergaben. Analog mit der in den vorangegangen Kapiteln verwendete Entropiebeziehung dQ = TdS kann man die freiwerdenden Polarisationsenergien  $Q_n$  von einen Temperaturmeßpunkt zum anderen berechnen. Allerdings werden die Daten, die bereits in der Sättigung liegen, ausgenommen vom ersten Meßpunkt, nicht verwendet. Die so ermittelten Energien Q<sub>n</sub> werden durch die Zeiten t<sub>n</sub> dividiert, die jeweils zwischen zwei Meßpunkten liegen. Somit erhält man jeweils eine Wärmeleistung Q<sub>n</sub>. Diese Leistung wird der Temperatur zugeordnet, die zwischen zwei Temperaturdaten liegt und sich somit aus

$$T_n = (T_m + T_{m+1})/2$$

berechnet. Die dazu gehörigen Außentemperaturen T<sub>a</sub> erhält man, wenn man eine Kurve durch die γ-Anisotropiedaten legt. Das Ergebnis ist in der folgenden Tabelle H-1 zu sehen:

n	∆T <sub>m</sub> (mK)	T <sub>n</sub> (mK)	Q <sub>n</sub> (μW)	T <sub>a</sub> (mK)
1	27,0 bis 21,0	24,0	0,704	17,6
2	21,0 bis 17,8	19,4	0,341	16,3
3	17,8 bis 16,4	17,1	0,067	14,0
4	16,4 bis 15,6	16,0	0,084	12,8
5	15,6 bis 14,1	14,9	0,178	12,1
6	14,1 bis 13,2	13,7	0,037	11,1
7	13,2 bis 12,4	12,8	0,125	10,7
8	12,4 bis 11,7	12,1	0,101	10,6

(Tabelle H-1).

Nun wird als nächstes die jeweilige Wärmeleistung Q<sub>n</sub> dem Probenvolumen V entsprechend auf die einzelnen Bereiche V<sub>m</sub> verteilt, so daß gilt:

 $\nabla \cdot \mathbf{Q}_{n} = \sum_{m=1}^{7} \nabla_{m} \cdot \mathbf{Q}_{nm}.$ 

Im Bereich  $V_1$  wird die Wärmeleistung  $Q_{n1}$  und im Bereich  $V_m$  die Wärmeleistung  $Q_{nm}$  frei. Diese freiwerdenden Polarisationswärmen fließen vom inneren Volumen angefangen über alle Bereiche nach außen, wobei gleichzeitig von  $V_2$  ebenfalls Wärme frei wird und nach außen fließt usw. Mit der Beziehung

$$\Delta T = \frac{Q_{nm}}{2 \pi L K} \cdot \ln \frac{R_a}{R_i}$$
(H.1)

aus Kapitel E wird nun die Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$  in Abhängigkeit von der Temperatur gefunden. Es wird durch Probieren ein bestimmtes  $\kappa$  angenommen und in Gleichung (H.l) eingesetzt. Dabei muß sich ein Temperaturgradient von Bereich zu Bereich ergeben, der zwei Bedingungen gehorcht:

- er muß die gemessene Probenrandtemperatur ergeben;
- die gemittelte Bereichstemperatur  $\rm T_l$  bis  $\rm T_4$  in den entsprechenden Bereichsvolumina muß der Temperatur  $\rm T_{pol}$  entsprechen, die sich aus der gemessenen Polarisation ergibt.

Für die zweite Bedingung gilt

$$T_{pol} = \frac{V_{1}T_{1} + V_{2}T_{2} + V_{3}T_{3} + V_{4}T_{4}}{V_{1} + V_{2} + V_{3} + V_{4} + V_{4}}$$



Abb.H-6: Beispiel eines Temperaturgradienten innerhalb der Titanhydridprobe während des Eichexperiments. V<sub>1</sub> ist der innerste und V<sub>7</sub> der äußerste Bereich in der Probe. Q<sub>1</sub> bis Q<sub>7</sub> sind die im jeweiligen Bereich freiwerdenden Polarisationsenergien. In Abb.H-6 ist für den ersten Meßwert der gefundene Temperaturgradient innerhalb der Probe dargestellt. Die horizontale Achse ist der Probenradius mit Bereichseinteilung und die vertikale Achse ist die Temperaturskala. Die gemittelte Polarisationstemperatur von 24 mK verläuft von Radius 0 bis 0,8 cm. Die höchste Temperatur ist in V<sub>1</sub> und beträgt 25,5 mK, während der Probenrand nur 17,6 mK aufweist. Die dabei berechnete Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$  wurde in allen Bereichen als konstant angenommen und entspricht einer Temperatur

$$T' = \frac{{}^{T} {}_{1} {}^{V} {}_{1}^{+} \cdots {}^{+} {}^{T} {}_{7} {}^{V} {}_{7}}{}_{1}$$
(H.2)

Für diesen Fall wird T' = 21,3 mK und die Wärmeleitfähigkeit  $\kappa(T'=21,3mK;B=8,2T) = 1,4321 \cdot 10^{-6}$  W/cmK. Zum Vergleich ist  $\kappa(T=21,3mK;B=0T) = 6,177 \cdot 10^{-6}$  W/cmK. In der folgenden Tabelle H-2 sind alle berechneten  $\kappa(T')$  mit und ohne Magnetfeld aufgeführt:

	<b>T'(</b> mK)	к(Т';B=8,2Т)	к(Т';B=0)
		•10-6	•10 <sup>-6</sup>
	21,30	1,4321±0,430	6,177
	18,00	1,4169±0,840	5,220
	15,95	0,2851±0,014	4,623
	14,63	0,3490±0,017	4,243
	13,65	0,8736±0,040	3,959
	12,60	0,1881±0,087	3,654
	11,90	0,7815±0,042	3,451
e H-2)	11,40	0,8022±0,066	3,306

Wenn man wie in Kapitel E annimmt, daß die Wärmeleit-fähigkeit  $\kappa$  proportional T ist, da findet man aus einer  $\chi^{2-}$  Anpassung für die Proportionalitätskonstante den Wert

(Tabell

a = 2,304  $\cdot$  10<sup>-8</sup> W/cmK ± 0,461  $\cdot$  10<sup>-8</sup> [W/cmK]. Die Wärmeleitfähigkeit  $\kappa$ (T,B=8,2T) = a  $\cdot$  T [W/cmK], wobei T in [mK] einzusetzen ist.



Abb.H-7: Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid.

In Abb.H-7 sind die beiden Wärmeleitfähigkeiten, mit und ohne Magnetfeld aufgetragen. Dabei ist die drastische Verschlechterung von  $\kappa$  bei starkem Magnetfeld deutlich zu sehen.

## V. Schlußfolgerung

Mit diesem Experiment wurde erstmals eine quantative Methode angewandt, um die Protonenpolarisation zu messen. Die Erfahrungen aus den beiden vorangegangenen qualitativen Experimenten, widerlegten die Möglichkeit eines starken Spin-Gitter-Relaxationszeit Einflusses der auf den Unterschied zwischen gemessener Temperatur und gemessener Polarisation. Hauptgrund scheint der Der in verschlechterten Wärmeleitfähigkeit von Titanhydrid im starken Feld zu liegen. Aber trotzdem ist die Wärmeleitfähigkeit noch ausreichend, um nach sechs Tagen eine konstante Polarisation von P = 60,4 % ± 2,5 % zu erzeugen. Zum Schluß Temperaturgradient wäre noch der permanente in der Sättigung zu erwähnen. Vermutlich ist die Ursache bei parasitären Wärmelecks zu finden. Um bei der Transmission von Neutronen eine zusätzliche Streuung am 50 mK-Schild zu vermeiden, wurde auf dieses während des Experimentes verzichtet. Daher konnte vom 4K-Bad ungehindert Wärmestrahlung zur Probe gelangen. Eine weitere, wenn auch sehr kleine Wärmequelle ist der <sup>60</sup>Co-Einkristall. Nach /LOU74/ liegt die radioaktive Selbsterwärmung einer 1 µCi <sup>60</sup>Co-Quelle bei 650 Diese eben genannten Gründe dürften zυ dem p₩. Temperaturgradienten beigetragen haben.

Die Polarisationsanlage hat mit der Erprobung einer Titanhydridprobe als polarisiertes Protonentarget die Erwartungen erfüllt, die an sie gestellt wurden. Es konnte, wie oben bereits erwähnt, in experimentell vertretbarer Zeit eine beachtliche Polarisation erzeugt werden. Damit sind Voraussetzungen erfüllt, die den Einsatz des Targets bei Neutronenstreuexperimenten erlauben. Bei diesem Eichexperiment und den vorangegangenen Experimenten hat sich die Zuverlässigkeit der wartungsarmen Polarisationsanlage wiederholt unter Beweis gestellt.

#### J. ANHANG

#### I.1 DYNAMISCHE POLARISATION

Die zur Zeit am weitesten verbreitete Methode polarisierte Protonen- und polarisierte Deuteronentargets zu erzeugen, ist die sogenannte "dynamische Polarisation". Daher sollen in diesem Kapitel die Grundzüge dieser Polarisationsmethode, welche auf dem thermischen Ungleichgewicht basiert, kurz beschrieben werden.

Die experimentellen Anfänge gehen bis auf die frühen sechziger Jahre zurück. Dort sollte bei Experimenten mit polarisierten Protonentargets der sogenannte "Abragam-Jeffries-Effekt" angewandt werden, um in LMN ( Lanthanium-Magnesium-Nitrat ) eine Polarisation zu erzeugen. D.h. eine ungleiche Besetzung der nuklearen magnetischen Unterzustände wird durch induzierte Übergänge zwischen Elektron-Kern-Spin-Zuständen ausgelöst /HEE80/. Zuerst wird das Material mit einer relativ kleinen Anzahl von freien Elektronen dotiert. Bringt man nun diese Probe in ein externes Magnetfeld ( B  $\sim$  2,5 T ) und kühlt sie genügend ab T ≤ 1,5 K ), so sind die freien Elektronen fast ( vollständig in Richtung Magnetfeld polarisiert, während die Protonen noch keine Polarisation zeigen. Nun unterzieht man das System einer Mikrowellenbestrahlung mit der Frequenz  $v = v_{e} - v_{p}$ . Die Energiedifferenz zwischen den magnetischen Unterzuständen E<sub>e</sub> der Elektronen entspricht dabei der Energie der Strahlung  $v_{\rho}$  und entsprechendes gilt für die Protonen mit  $v_p$ . Aufgrund dieser gewählten Frequenz werden gleichzeitige Übergänge zwischen den Unterzuständen von Elektronen und Protonen induziert und die dazu benötigte Energie stammt von den Mikrowellen. D.h. ein zur externen Feldrichtung antiparallel umklappender Elektronenspin läßt

simultan einen Protonenspin parallel zur Feldrichtung umklappen. Die dazu benötigte Energie beträgt  $W=h \cdot (v_e - v_p)$ . Da das Elektron sehr stark an das Gitter gekoppelt ist, fällt es sehr schnell wieder in seinen alten Zustand zurück, so daß es für den gleichen Vorgang mit einem anderen benachbarten Proton wieder zur Verfügung steht. Dabei wird die Energie  $hv_e$  an das Gitter abgegeben. Das Proton hingegen bleibt wegen seiner sehr großen Spin-Gitter-Relaxationszeit lange in seiner neuen Richtung. Allerdings sind die Protonen untereinander relativ gut gekoppelt, so daß sie ihre Polarisation einander weitergeben können. Es ist leicht einzusehen, daß eine kleine Anzahl freier Elektronen genügt, da bereits ein Elektron mehrere Protonenspins umklappen kann.

Die Nachteile von LMN sind zum einen sein geringer Wasserstoffgehalt und zum anderen seine schwache Beständigkeit gegenüber Strahlungsschäden. Das Verhältnis von freien zu gebundenen Protonen beträgt r = 0,06.

Die Verwendung von organischen Materialien als Target war ein großer Schritt nach vorne. Denn sowohl das Verhältnis r wurde viel größer ( z.B. Butanol: r = 0,24 ), als auch die Bestrahlungsresistenz verbesserte sich um einen Faktor 100. Auch ist die Physik der dynamischen Polarisation hier etwas anders, als die vorher beschriebene. Zwar ist die kleine Konzentration der freien Elektronen, die Größe des externen Magnetfeldes, die Temperatur und die Mikrowellenbestrahlung die gleiche, aber es besteht der Unterschied, daß in solchen Materialien Elektronenspinpaare Energien miteinander austauschen können. D.h. durch Absorbtion von Mikrowellen klappt ein Elektronenspin um und beim erneuten Umklappen in die ursprüngliche Lage, wird die zuaufgenommene Energie wieder emittiert. Ein anderes vor freies Elektron absorbiert diese Energie, benötigt aber zum Umklappen nicht den gesmten Betrag, da es aufgrund seiner vielleicht abgeschirmteren Lage in der Probe ein etwas schwächeres Magnetfeld spürt und daher die Energielücke zwischen seinen beiden magnetischen Unterzuständen kleiner ist. Entspricht die Restenergie der Kernzeemann-Energie, so kann ein benachbarter Protonenspin gleichzeitig mit umgeklappt werden. Das Elektronenspinsystem bildet ein sogenanntes Spin-Spin-Wechselwirkungsreservoir und ist stark mit den Kernen gekoppelt. Mit Hilfe von Mikrowellen, deren Frequenz etwas unter der mittleren Resonanzfrequenz der Elektronen liegt, kann bei dem eben beschriebenen Polarisationsaustausch zwischen zwei Elektronen zusätzlich Energie benötigt werden, die dem Protonenreservoir entzogen wird und somit Protonenpolarisation stattfindet. Allerdings haben organische Targets gewisse Nachteile:

- sie sind bei Raumtemperatur flüssig,
- es sind Dotierungsmittel nötig, welche für die freien paramagnetischen Zentren sorgen.

Zur Lösung des ersten Problems wurden feste Materialien gesucht und ausfindig gemacht. Nur haben sie den Nachteil geringerer Polarisation. Man ist daraufhin bei den flüssigen Targets geblieben und hat sie außerhalb des Kryostaten in flüssigem Stickstoff gelagert, so daß mit ihnen kurzfristig hantiert werden kann, ohne daß sie gleich aufwärmen. Zur Lösung des zweiten Problems hat sich der Gebrauch von Cr<sup>V</sup>-Komplexen bewährt, um im Target paramagnetische Zentren zu erhalten.

Ein weiterer Nachteil ist der, daß sich die Polarisationseigenschaften von Targetmaterialien, nach einem Bombardement mit einem bestimmten Betrag ionisierender Teilchen, verschlechtern. Andererseits ist aber bekannt, daß durch Strahlungsschäden paramagnetische Zentren entstehen können. Daher wurde die Verwendung undotierter, aber vorher bestrahlter Proben untersucht. Auf diese Art und Weise entsteht keine Überlagerung mehr zwischen gewünschten und unerwünschten paramagnetischen Verunreinigungen. Der Durchbruch gelang 1979 bei CERN mit festem NH<sub>3</sub>. Die Bestrahlungsdosis mit 580 Mev Protonen betrug 40 Mrad. Es wurde anschließend eine Polarisation von 90 % erreicht (r = 0,30). Auch vertrug diese Probe einen um zwei Größenordnungen höheren Fluß ionisierender Teilchen als alle bisherigen Targets, bis sich die Strahlungsschäden bemerkbar machten.

Als letztes soll noch kurz über die Kühlapparaturen berichtet werden. Eine große Forderung an die benutzten Kühlmaschinen ist, auch die durch Mikrowellenbestrahlung entstehende Wärmeentwicklung verkraften zu können. Die ersten dynamisch polarisierten Targets wurden auf Temperaturen T = 1, 0... 1, 5 K durch Abpumpen eines <sup>4</sup>He-Bades abgekühlt. Der nächste Schritt war der <sup>3</sup>He-Kryostat. Hiermit wurden Temperaturen bis T = 0,5 K erreicht. Schließlich wurde der <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungskryostat eingesetzt, welcher gegenüber den anderen beiden Systemen die größten Vorteile hat. So ist seine Kühlleistung bei tiefen Temperaturen am höchsten und es gibt die Möglichkeit die Polarisation einzufrieren, indem man schnell unter 100 mK abkühlt. Das Targetmaterial liegt in den Kryostaten in Form von Kügelchen mit einem jeweiligen Durchmesser von 1,5 mm vor. Sie liegen beim Mischungskryostaten vollständig in der <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischung und ihr Wärmekontakt wird durch die Kapitzawiderstände bestimmt. Beim <sup>3</sup>He-Kryostaten hat das Targetmaterial teilweise Kontakt mit der Flüssigkeit und teilweise mit dem Gas, da es aufgrund der Mikrowellenbestrahlung Wärme an das Helium abgibt, welches dann in unmittelbarer Targetumgebung gasförmig wird. Aufgrund des besseren Wärmekontakts ist der Mischungskryostat auch hier eindeutig im Vorteil.

Schließlich ist es die Gittertemperatur, welche die Elektronenpolarisation letztendlich bestimmt und daraus ergibt sich dann die Größe der Protonenpolarisation. Mit einem  $^{3}$ He-Kryostaten werden Protonenpolarisation bis 90 % und Deuteronenpolarisation bis 20 % erreicht. Beim Einsatz eines Mischungskryostaten vergrößern sich die Werte entsprechend auf 98 % und 40 %. Dies bedeutet für die Deuteronentargets einen besonderen Fortschritt. Da der <sup>3</sup>He/<sup>4</sup>He-Mischungskryostat Temperaturen weit unter 100 mK erzeugen kann, gibt es für das dynamisch polarisierte Target die bereits erwähnte Möglichkeit, die Polarisation einzufrieren. Beim Erreichen der gewünschten Polarisation, wird die Mikrowellenbestrahlung abgeschaltet und das Target schnell unter 100 mK abgekühlt. In diesem Temperaturbereich ist die Spin-Gitter-Relaxationszeit der Protonen so groß, daß die eingefrorene Polarisation über viele Tage erhalten bleibt, ohne daß eine Auffrischung durch Mikrowellenbestrahlung notwendig ist.

Zum Schluß soll noch am Beispiel des 1,2 Propandiol die von De Boer und Niinikoski gemessene Spin-Gitter-Relaxationszeit bei einem Magnetfeld von 1 T dargestellt werden:



Abb.I-1: Spin-Gitter-Relaxationszeit von Protonen als Funktion der Temperatur.

# I.2 Vergleich der "dynamischen" Polarisation mit der "brute - force" Polarisation

Die Polarisationsmethode des "thermischen Gleichgewichts" ( brute - force ) hat gegenüber der "dynamischen" Polarisation auf einigen Gebieten Vorteile, zum Teil aber auch gewisse Nachteile. Daher ist unsere Methode auch nicht dazu geeignet, die andere zu verdrängen, sondern sie soll in Bereichen, in denen sie eindeutig im Vorteil ist, einfacher zu handhabende Experimentiermöglichkeiten bieten. In der folgenden Tabelle werden die wesentlichen Unterschiede beider Polarisationsmethoden dargestellt:

"dynamisch"	"brute force"	
Target muß außerhalb des Kryostaten auf 77 K gekühlt werden, da es im warmen Zustand flüssig wird(-).	Fester Targetkörper, un- abhängig von der Tempe- ratur(+).	
Entstehung von Strahl- ungsschäden im Target bei größerer Strahlenbelastung (-).	Dauerbetrieb über Wochen ohne Einschränkung mög- lich(+).	
Zusätzliche Wärmeenergie durch die Mikrowellen, da her höherer Heliumverbrauch (-).	Geringer Heliumverbrauch (+).	
(-)	Einfache Targetherstel- lung(+).	
Protonenpolarisation 98 %(+).	Bisher gemessene Proto- nenpolarisation bis 62%(-)	

— 93 —

Magnetfeld bis 3 T(+)	Magnetfeld bis 9 T(-)
Probentemperatur von 1 K bis 100 mK(+)	Probentemperatur bis 10mK (-)
Mikrowellenbestrahlung zur Erzeugung von Pola- risation(-).	(+)
Aufbau der Polarisation in ein paar Stunden bis max. zwei Tage(+)	Aufbau der Polarisation drei bis vier Tage(-).
Streuexperimente mit Neu- tronen und geladenen Teilchen(+)	Streuexperimente mit un- geladenen Teilchen(-)
Untergrund durch Streu- ung am fl. Helium mög- lich(-)	Kaum Streuung am fl. He- lium(+)

Anmerkung: (+) bzw (-) bedeuten jeweils, wo der Vorteil bzw. der Nachteil des jeweiligen Polarisationsverfahrens liegt.

.

ANWENDUNGSBEISPIEL FÜR DAS PROTONENTARGET

— 95 —

Fast 50 Jahre nach der Entdeckung des Neutrons ist ein grundlegendes Problem der Kernphysik, die exakte mathematische Formulierung einer einheitlichen Theorie der starken Wechselwirkung, noch nicht gelöst. Eine der Ursachen dieses unbefriedigenden Zustandes ist die Komplexität der starken Wechselwirkung. Während die anderen drei Wechselwirkungen, die schwache, die elektromagnetische und die Gravitationswechselwirkung mit jeweils nur einer Kopplungskonstanten auskommen, erfordert im Gegensatz dazu die Beschreibung der hadronischen Prozesse eine Vielzahl verschiedener Kopplungskonstanten.

Aufgrund der klassischen Experimente der letzten Jahrzehnte und allgemeiner Symmetrie- und Invarianzforderungen können der starken Wechselwirkung heute folgende Eigenschaften zugeschrieben werden:

Die Kernkraft

- 1. besitzt eine kurze Reichweite,
- 2. ist nahezu ladungsunabhängig,
- 3. enthält nichtzentrale Anteile,
- 4. wirkt in sehr kleinen Entfernungen repulsiv,
- 5. ist spinabhängig.

Insbesondere im Zusammenhang mit dem letzten Punkt nehmen Experimente mit polarisierten Teilchen in den letzten Jahren einen immer größeren Raum ein. Aber nicht nur in der Kernstrukturphysik, sondern auch bei Untersuchungen an Wenig-Nukleonen-Systemen oder für die Schwerionenphysik, gewinnen Polarisationsexperimente an Bedeutung. Gerade in

II.

jüngster Zeit spielen sie zur Untersuchung von Symmetrien und Erhaltungssätzen in der Kernphysik eine bedeutende Rolle.

Die mit polarisierten Teilchen neu auftretende und experimentell zugänglichen Observablen geben einerseits aufgrund der definierten Spinkonfiguration besseren Einblick in die Details der Struktur der Kerne und zeigen andererseits zum Teil erhebliche Abhängigkeiten von Einzelheiten der Wechselwirkung zwischen den Nukleonen. Solche Experimente wurden durch die Installation von polarisierten Ionenquellen und den Einsatz polarisierter Neutronenstrahlen möglich.

Eine noch genauere Festlegung der Spinkonfiguration kann man erreichen, wenn neben den Projektilen auch die Targetkerne polarisiert sind. Polarisierte Targets für Streuexperimente mit schnellen Neutronen sind bisher nur in wenigen besonders günstigen Fällen eingesetzt worden. Untersuchungen von Spin-Spin-Effekten liegen daher nur für ein paar Kerne vor. Neutronenstreuung an polarisierten Protonen konnte bisher nur bei hohen Energien ( größer 300 MeV ) oder nur unter Rückwärtswinkeln untersucht werden.

Eines der seit langem anstehenden Probleme in der Nukleon-Nukleon-Wechselwirkung unter 100 MeV ist die genaue Bestimmung der  ${}^{1}P_{1}$ -Phase und des Parameters  $\varepsilon_{1}$ , der die Mischung der  ${}^{3}S_{1}$ - und der  ${}^{3}D_{1}$ -Zustände beschreibt. Das Problem liegt darin, daß  $\varepsilon_{1}$  und  ${}^{1}P_{1}$  sich bislang nicht unabhängig voneinander bestimmen lassen /BUG80/. Eine Messung von  $A_{yy}$ , dem Spin-Korrelationsparameters, bei Vorwärtswinkeln, wobei sowohl Neutronenstrahl, als auch Protonentarget polarisiert sind, könnte das Problem lösen. Den differentiellen Wirkungsquerschnitt W erhält man für den Fall, daß die Projektile (Spin 1/2-Teilchen) und das Nukleonentarget ( Spin 1/2-Teilchen ) polarisiert sind, aus der Beziehung /OHL72/, /WIL79/

$$W = W_{o} \left( 1 + \sum_{i} P_{i}A_{i} + \sum_{j} P_{j}^{T}A_{j}^{T} + \sum_{ij} P_{i}P_{j}^{T}A_{ij} \right) \quad (J.1)$$

W<sub>o</sub> = differentieller Wirkungsquerschnitt im unpolarisierten Zustand,

P<sub>i</sub> = Neutronenpolarisation, P<sub>j</sub><sup>T</sup>= Targetpolarisation, A<sub>i</sub> = Analysierstärke des Neutronenstrahls, A<sub>j</sub><sup>T</sup>= Analysierstärke des Targets, A<sub>ii</sub> = Spin-Korrelations-Koeffizient.

Für unser Experiment ist die y-Achse die Polarisationsrichtung und aufgrund von Paritätserhaltung reduziert sich die Gleichung (J.1) zu

$$W = W_{o}(1 + P_{y}A_{y} + P_{y}^{T}A_{y}^{T} + P_{y}P_{y}^{T}A_{yy}). \qquad (J.2)$$

Gemessen werden alle möglichen Kombinationen von parallelen und antiparallelen Spinrichtungen von Target und Projektilen. Dies erfordert vier Messungen:

1) 
$$W^{\uparrow\uparrow} = W_{o}(1 + P_{y}A_{y} + P_{y}^{T}A_{y}^{T} + P_{y}P_{y}^{T}A_{yy})$$

2) 
$$W^{+} = W_{0}(1 + P_{y}A_{y} - P_{y}^{T}A_{y}^{T} - P_{y}P_{y}^{T}A_{yy})$$

3) 
$$W^{\downarrow\uparrow} = W_{0}(1 - P_{y}A_{y} + P_{y}^{T}A_{y}^{T} - P_{y}P_{y}^{T}A_{yy})$$

4) 
$$W^{\downarrow\downarrow} = W_{0}(1 - P_{y}A_{y} - P_{y}^{T}A_{y}^{T} + P_{y}P_{y}^{T}A_{y})$$

Durch entsprechende Umformung erhält man

$$P_{y}P_{y}^{T}A_{yy} = \frac{W^{\uparrow\uparrow} + W^{\downarrow\downarrow} - (W^{\downarrow\uparrow} + W^{\downarrow\uparrow})}{W^{\uparrow\uparrow} + W^{\downarrow\downarrow} + W^{\downarrow\uparrow} + W^{\downarrow\uparrow}}$$
(J.3)

Für die differentiellen Wirkungsquerschnitte W<sup>XX</sup> werden die jeweils gemessenen Zählraten N<sup>XX</sup> eingesetzt. Die Analysierstärke A<sub>y</sub> und A<sub>y</sub><sup>T</sup> werden in gesonderten Experimenten ermittelt. Hierzu sind zwei Experimente nötig, wobei beim einen die Projektile polarisiert sind und das Target nicht, und beim anderen ist es umgekehrt. Da auch hier die y-Achse die Polarisationsachse ist, erhält man für den ersten Fall polarisiert auf unpolarisiert:

$$W = W_{0} \left( 1 + P_{y}A_{y} \right)$$
$$P_{y}A_{y} = \frac{W^{\uparrow} - W^{\downarrow}}{W^{\uparrow} + W^{\downarrow}} \cdot$$

Entsprechendes erhält man für den zweiten Fall, unpolarisiert auf polarisiert:

$$W = W_{o} (1 + P_{y}^{T} A_{y}^{T})$$

$$P_{y}^{T}A_{y}^{T} = \frac{W^{\uparrow} - W^{\downarrow}}{W^{\uparrow} + W^{\downarrow}}$$

In beiden Fällen ist ebenso wie in (J.3) die jeweilige Polarisation bekannt, so daß  $A_y$  bzw.  $A_y^T$  berechnet werden kann. Die Werte von  $A_y$ ,  $A_y^T$  und  $A_{yy}$  liegen jeweils zwischen -l und +l.

In Abb.II-l ist der experimentelle Aufbau für eine Messung von A<sub>yy</sub> zu sehen. Der polarisierte Neutronenstrahl trifft nach Durchlaufen eines Kollimators auf das Protonentarget. Gemessen werden die bei vier verschiedenen Winkeln gestreuten Neutronen, jeweils links und rechts vom Target. Bei der Wahl der Winkel muß ein Kompromiß geschlossen werden, zwischen physikalisch sinnvollen und aufgrund des Magnetaufbaus realisierbaren Winkeln. Die im Experimnet gewählten Winkel betragen 15°, 45°, 50° und 56° sowohl links als auch rechts.

Die Messungen werden seit Mai 1983 durchgeführt und erste Ergebnisse werden in der Dissertation von Herrn Wilczysnski dargestellt werden.



Abb.II-1: Aufbau eines Spin-Spin-Korrelationsexperiments.
## LITERATURVERZEICHNIS

/ALE78/	G.Alefeld, Völkl, Hydrgen in Metals I, Springer-Verlag (1978)
/BUC72/	W.Buckel, Supraleitung, Physik-Verlag (1972)
/BUG80/	D.V.Bugg, J. Phys. G: Nucl. Phys. G (1980) 1329-1333.
/FAI58/	H.Faissner, Polarisierte Nucleonen, Ergeb- nisse der exakten Wissenschaften, Bd.32 (1958) 180
/HEE77/	W.Heeringa, Dissertation, Groningen (1977)
/HEE80/	W.Heeringa, Polarized Targets in Nuclear and High Energy Physics, KfK 3062 (1980)
/ HEE83/	W.Heeringa, persönliche Mitteilungen
/KIE73/	C.Kittel, Physik der Wärme, Oldenburg- Verlag (1973)
/KIT73/	C.Kittel, Einführung in die Festkörper- physik, Oldenburg-Verlag (1973)
/LED78/	Lederer, Shirley, Table of the Isotops, 7 <sup>th</sup> Edition, J.Wiley and Sons (1978)
/LOU59/	Lounasmaa, Scott, Cryogenic Engineering, Academic Press London and New York (1959)
/LOU74/	Lounasmaa, Experimental Principles and Methods Below 1 K, Academic Press London

- /MAY74/ Mayer Kuckuk, Physik der Atomkerne Teubner Studienbücher (1974)
- /MUE68/ Mueller et al, Metal Hydrides; Academic Press London and New York (1968)
- /NAG79/ M.M.Nagels et al, Compilation of Coupling Constants, Nucl.Phys.B 147 (1979) 189
- /NUC68/ Nuclear Data Tables A, Academic Press London and New York (1968)
- /OHL72/ G.Ohlsen, Polarization transfer and Spin correlations experiments in nuclear physics; Rep. Prog. Phys. 1972 35 717-801
- /OXF81/ Instruction Manual, 300 µW Economy Dilution Refrigerator 1981; Oxford Instruments limited
- /OXO81/ Instruction Manual, Superconducting Magnet; Oxford Instruments limited
- /PEI78/ H.Peisl, Wasserstoff in Metallen; Physik in unserer Zeit, Nr.2, 37, Chemie-Verlag (1978)
- /SCH74/ Schneider, Diplomarbeit, Hamburg (1974)
- /SIL80/ I.F.Silvera, Rev.Mod. Phys. 52 (1980) 393
- /TIT81/ Aures et al., unveröffentlicher Bericht (1981)

/TOR81/ Tornow et al, Comparisation of Analyzing Power and Polarization in the Reaction <sup>3</sup>H(p,n)<sup>3</sup>He; Nuclear Physics A 371 (1981) 235 - 252

/WIL79/ J.Wilczinski, Diplomarbeit, Karlsruhe (1979)

/WLA59/ N.A.Wlassow, Neutronen, N.J.Hoffmann-Verlag Köln (1959)