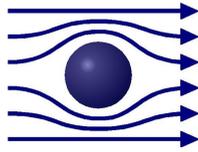


TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
MÜNCHEN



WALTHER-MEISSNER-
INSTITUT FÜR TIEF-
TEMPERATURFORSCHUNG



BAYERISCHE
AKADEMIE DER
WISSENSCHAFTEN

Magnetisierungsmessungen an festem ^3He bei ultratiefen Temperaturen

Diplomarbeit

von

Matthias Kath

Betreuer: PD Dr. Erwin A. Schubert

München, den 20. Februar 2004

Dank

Diese Arbeit wäre nicht entstanden ohne die große Hilfe von vielen Leuten am Walther-Meissner-Institut und der Unterstützung durch andere. Bei ihnen allen möchte ich mich ganz herzlich bedanken und insbesondere bei:

Herrn Prof. Dr. Rudolf Gross, der mir die Möglichkeit gegeben hat, diese Arbeit am Walther-Meissner-Institut anzufertigen.

Meinem Betreuer PD Dr. Erwin A. Schubert für seine geduldige Einführung in die Kryotechnik und eine spannende Jagd auf „T-Néel“.

Den Mechanikern der Werkstatt und vor allem Robert Müller für seine rasche und präzise Anfertigung der verschiedensten Bauteile.

Allen technischen Angestellten des Walther-Meissner-Instituts, die mir bei Problemen jeglicher Art schnell und unkompliziert geholfen haben.

Den Mitarbeitern der Helium-Halle für nie endenden Nachschub an Helium.

Diplomanden, Doktoranden und vielen anderen für interessante fachliche und nicht-fachliche Diskussionen und Unternehmungen. Außerdem Yoshi und allen, die mich immer wieder zu den verschiedensten Tageszeiten vom Gelände gerettet haben.

Der „Bayerischen Millimühle 2“ und ihren Erbauern für zuverlässige Kühlung.

Besonderer Dank gilt meinen Eltern, die mir das Studium ermöglichten und mir dabei in jeder Hinsicht beigestanden haben.

Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassung	9
2	Einführung	11
2.1	Kernspinnmagnetismus in festem ^3He	11
2.2	Ziele dieser Arbeit	16
3	Theoretischer Hintergrund	17
3.1	Magnetische Struktur von festem ^3He	17
3.1.1	Grundlegende Eigenschaften	17
3.1.2	Das Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modell	21
3.1.3	Mehrteilchenaustausch	23
3.2	SQUID-Magnetometer	28
3.3	Gepulste NMR	31
3.4	Adiabatische Kernentmagnetisierung	33
4	Experimenteller Aufbau	37
4.1	Gesamtaufbau	37
4.2	Kühlsystem	41
4.3	^3He -Gashandlingsystem	42
4.4	^3He -Zelle	44
4.5	SQUID-Anordnung	48
4.6	Aufbau für gepulste NMR	51
5	Durchführung der Messungen	53
5.1	Vorbereitungen	53
5.2	Kalibrierung des Drucksensors	54
5.3	Kristallzucht	56
5.4	Magnetisierungsmessungen	60
5.5	Messung des magnetischen Untergrundes	62

6	Ergebnisse und Diskussion	65
6.1	Überblick	65
6.2	Thermometrie der Kernstufe	66
6.3	Kühlung des festen ^3He	69
6.4	Bestimmung des Wärmelecks	72
6.5	Magnetisierung des festen ^3He	74
7	Resumée und Ausblick	83
	Literaturverzeichnis	85
	Anhänge	87
A	Rechnerunterstützung	
A.1	Simulation	
A.2	Messprogramme	
A.3	Auswertungsprogramme	
B	Konstruktionszeichnungen	

Abbildungsverzeichnis

2.1	Kernmagnetische Ordnung in ^3He	13
2.2	Magnetisches Phasendiagramm von ^3He	13
2.3	Linienaufspaltung im der Niederfeldphase	15
2.4	Magnetisierung in der Niederfeldphase	15
3.1	Reduzierte Entropie und Schmelzkurve von ^3He	20
3.2	Mehrteilchenaustauschprozesse in festem ^3He	25
3.3	Néel-Temperatur und molares Volumen	26
3.4	Theoretische Phasendiagramme von ^3He	27
3.5	Magnetischer Fluss im rf-SQUID	29
3.6	rf-SQUID-Signalspannung	30
3.7	Prinzip der gepulsten NMR	32
3.8	Prinzip der adiabatische Entmagnetisierung	34
3.9	Spezifische Wärmekapazität von PrNi_5	36
4.1	Schematische Darstellung des Gesamtaufbaus	38
4.2	Foto der PrNi_5 -Kernstufe	39
4.3	Plan des ^3He -Gashandlingsystems	43
4.4	Foto der ^3He -Zelle	45
4.5	Aufbau der ^3He -Zelle	47
4.6	SQUID-Pickup-System	49
4.7	SQUID-Magnetometer	50
4.8	SQUID-Elektronik	50
4.9	Aufbau für gepulste NMR	51
5.1	Kapazität des Drucksensors und Zelldruck	55
5.2	Temperatur- und Druckverlauf während der Kristallzucht	56
5.3	Kondensationskurven von ^3He an der Schmelzkurve	57
5.4	Kondensationskurven von ^3He im Phasendiagramm	59

5.5	Magnetisierung der leeren Zelle	62
6.1	Typisches Kupfer-NMR-Spektrum	66
6.2	Aufwärmkurve der PrNi ₅ -Kernstufe	67
6.3	Magnetisierung während der Kühlphase	69
6.4	Berechneter Temperaturverlauf	70
6.5	Spezifische Wärmekapazität von festem ³ He	71
6.6	Zeitlicher Verlauf der Magnetisierung	74
6.7	Magnetisierung für für $T > 50$ mK	75
6.8	Magnetisierung des festen ³ He	76
6.9	Inverse Magnetisierung des festen ³ He	77
6.10	Simulation der Entmagnetisierung	79
6.11	Magnetisierung in der Niederfeldphase	81
A.1	Modell des Systems aus Kernstufe und Zelle	90

Tabellenverzeichnis

3.1	Wichtige Parameter von ³ He und ⁴ He	18
3.2	Einige thermodynamische Ausdrücke im Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modell	22
3.3	Mehrteilchenaustausch-Operatoren bis $N = 4$	24
3.4	Korringakonstante und Spin-Gitter-Relaxationszeit einiger ausgewählter Metalle	35
4.1	Thermische Niveaus des Kühlsystems	41
5.1	Druck-Fixpunkte während der Kristallzucht	60
5.2	NMR-Daten von Kupfer	61
5.3	Paramagnetischer Untergrund	63
5.4	Effektive Magnetonzahlen einiger Eisen- und Manganionen	64

Kapitel 1

Zusammenfassung

Das seltene Helium-Isotop ^3He ist das leichteste stabile Edelgas. Oberhalb von 1 K verhält es sich wie ein dichtes klassisches Gas, unterhalb dieser Temperatur tritt jedoch die Quantennatur immer deutlicher hervor. Die geringe Masse der Atome führt zu einer hohen quantenmechanischen Nullpunktsenergie, die sowohl das Phasendiagramm, als auch die magnetischen Eigenschaften maßgeblich beeinflusst.

Um ^3He zu verfestigen, muss selbst bei $T = 0$ ein Druck von mindestens 34,40 bar aufgebracht werden. Die Schmelzkurve durchläuft ein charakteristisches Minimum bei 315 mK. Bis ca. 100 bar bildet sich eine kubisch raumzentrierte Struktur, darüber liegt eine hexagonal dichteste Kugelpackung vor. Durch seine einzigartigen Eigenschaften unterscheidet sich festes ^3He jedoch wesentlich von „normalen“ Festkörpern.

Das Isotop besitzt einen einfachen Spin- $1/2$ -Kern. Wegen der Dipol-Dipol-Wechselwirkung würde man kernmagnetische Ordnung erst bei weniger als 0,1 μK erwarten. Durch die hohe Nullpunktsenergie dominieren jedoch reale physikalische Platztauschprozesse der gesamten Atome. Deshalb bilden sich bereits bei $T_N \approx 1 \text{ mK}$ je nach magnetischem Feld zwei kernspingeordnete Phasen, deren Struktur in [Abbildung 2.1](#) dargestellt ist: Eine Niederfeldphase, in der sich je zwei Ebenen mit paralleler Orientierung der Spins mit zwei Ebenen dazu entgegengesetzter Ausrichtung abwechseln („up-2-down-2“, U2D2), und eine Hochfeldphase in magnetischen Feldern über 0,44 T. Diese besitzt ein antiferromagnetisches Untergitter, in dem alle Spins in Richtung des Magnetfeldes verkippt sind („canted-normal-antiferromagnetic“, CNAF).

Diese Ordnungstemperatur ist mit Hilfe adiabatischer Kernentmagnetisierung zugänglich. Festes ^3He eignet sich unter anderem auch deshalb besonders gut zur Untersuchung von kernmagnetisch geordneten Phasen im Festkörper, da die Energiebereiche elektronischer und anderer Wechselwirkungen weit davon entfernt liegen.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, in einem Silbersinter möglichst gute ^3He -Einkristalle zu züchten und die Magnetisierung im Millikelvin-Bereich mit Hilfe eines SQUID-Magnetometers zu bestimmen. Dazu musste erst eine geeignete Messzelle konstruiert und in ein vorhandenes Ultratieftemperaturkühlsystem, bestehend aus einem ^3He - ^4He -Mischkühler und einer PrNi_5 -Kernstufe, eingebaut werden.

In zahlreichen Messreihen wurde festes ^3He mit verschiedenen molaren Volumina in 700 \AA Silbersinter durch adiabatische Entmagnetisierung der PrNi_5 -Kernstufe bis unter 1 mK gekühlt. Zur Thermometrie wurde ein Aufbau für gepulste NMR an einem Kupferzylinder verwendet. Die Temperatur des festen ^3He folgte der Kernstufe dabei erst im Verlauf mehrerer Tage. Mit Hilfe numerischer Berechnungen auf der Basis von Daten zur spezifischen Wärmekapazität von ^3He und PrNi_5 konnten dennoch hilfreiche Informationen über das komplexe System gewonnen werden.

Die Magnetisierungsmessungen lieferten in der paramagnetischen Phase ein Curie-Weiss-Gesetz mit $\theta_w \approx -1,5 \text{ mK}$ bei einem molaren Volumen von $23,60 \text{ cm}^3/\text{mol}$ bzw. $\theta_w \approx -2 \text{ mK}$ bei $23,95 \text{ cm}^3/\text{mol}$. Vor dem Phasenübergang in die Niederfeldphase tritt annähernd ein Verhalten mit $\theta_w \approx 0$ auf. Die gewonnenen Daten sind selbstkonsistent und in guter Übereinstimmung mit anderen Messungen.

Durch eine erfolgreiche Reduzierung des Gesamtwärmelecks von mehr als 30 nW auf unter 15 nW und eine aufwändige schrittweise Optimierung des Messprozesses über etliche Monate konnte schließlich ein deutlicher Übergang in die kernspingeordnete Niederfeldphase nachgewiesen werden. Ein Abfall der Magnetisierung des festen ^3He um $10,5 \%$ deutet darauf hin, dass der ^3He -Kristall teilweise unter die Übergangstemperatur, die Néel-Temperatur $T_N = 902 \text{ \mu K}$ gekühlt werden konnte.

Die Experimente wurden in Vorbereitung zur geplanten Neutronenstreuung an ^3He am Hahn-Meitner-Institut in Berlin im Rahmen des EU-Projektes „Magnetic properties of ^3He determined by means of neutron diffraction“ (siehe auch [Abschnitt 2.1](#)) durchgeführt¹. Im Hinblick darauf wurden Erfahrungen zur Zucht von Einkristallen im Sinter gesammelt und Magnetisierungsmessungen zur Charakterisierung der kernspingeordneten Phasen vorgenommen. Um die genaue Struktur der kernmagnetischen Ordnung im festen ^3He zu bestimmen bietet sich Neutronenstreuung an – durch die experimentelle Problematik sind jedoch nach wie vor weitere Versuche zur Erweiterung der Datenbasis notwendig.

¹ EU-Projekt HPRN-CT-2000-00166

Kapitel 2

Einführung

Die thermodynamischen Eigenschaften von ^3He , dem leichtesten stabilen Edelgas, werden bei tiefen Temperaturen durch die hohe quantenmechanische Nullpunktsbewegung der einzelnen Atome bestimmt. Bei Normaldruck verhindert sie die Bildung eines Festkörpers selbst bei $T = 0$. Erst bei einem Druck von über 34,40 bar entsteht dort eine kubisch raumzentrierte („body-centered cubic“, bcc) Kristallstruktur, deren Schmelzkurve bei 315,24 mK ein charakteristisches Minimum von 29,31 bar durchläuft (siehe [Abbildung 3.1 \(b\)](#)). Dieses Verhalten führt zu verschiedenen interessanten Effekten, wie zum Beispiel der Möglichkeit der Kühlung durch adiabatische Kompression, der sogenannten „Pomeranchuk-Kühlung“. Das Phasendiagramm ist daher seit Beginn der 50er Jahre Gegenstand zahlreicher intensiver Untersuchungen und wurde sogar zur Festlegung einer internationalen Tieftemperaturskala (PLTS-2000, [1]) vorgeschlagen, der diese Fixpunkte entnommen wurden.

Weit weniger gut verstanden ist der Kernspinnmagnetismus im festen ^3He . Das magnetische Phasendiagramm kann bis heute trotz aufwändiger theoretischer Betrachtungen nicht völlig überzeugend erklärt werden. Experimente erfordern im allgemeinen viel Zeit und führten immer wieder zu unerwarteten Ergebnissen.

2.1 Kernspinnmagnetismus in festem ^3He

Zu den grundlegenden Eigenschaften von ^3He zählt ein Kernspin von $I = 1/2$ und ein mit $\mu = 2,12762\mu_n$ relativ großes kernmagnetisches Moment ($\mu_n \approx 5,05 \cdot 10^{-27} \text{J/T}$ steht für das Kern-Magneton). Die Debye-Temperatur ist von der Größenordnung $\theta_D \approx 10 \text{ K}$, Quadrupol- oder höhere Momente existieren nicht. Phononen sind im Millikelvin-Bereich ebenfalls nicht relevant. Es läge deshalb nahe, festes ^3He als eine

kubisch raumzentrierte Gitterstruktur aus Spin-1/2-Teilchen (Fermionen) zu betrachten, deren Wechselwirkung einzig auf ihrem Dipolmoment beruht. Sobald die thermische Energie $k_B T$ deren Wechselwirkungsenergie unterschreitet, wäre eine spontane Ordnung der Kernmomente zu erwarten. Pomeranchuk [2] schätzte 1950 die Ordnungstemperatur durch die Dipol-Dipol-Wechselwirkung (die Néel-Temperatur T_N) im Nullfeld auf $0,1 \mu\text{K}$ ab.

Die starke Nullpunktsbewegung der Atome führt jedoch zu einer Auslenkung um bis zu 30% des Gitterabstandes. Die Folge ist eine erhebliche Platzwechselrate von 10^6 pro Sekunde für jedes einzelne (vollständige) Atom. Bernardes und Primakoff [3] sagten 1959 voraus, dass der Platztausch aufgrund der antisymmetrischen Wellenfunktion der Fermionen zu einer zusätzlichen „Austauschenergie“ führen könnte, die weit größer ist als der Beitrag der reinen Dipol-Dipol-Wechselwirkung.

Die Beschreibung von festem ^3He als Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Antiferromagneten, d.h. die Berücksichtigung dieser Austauschwechselwirkung für unmittelbar benachbarte Atome, schien sich durch die ersten Messungen von M. F. Panczyk und E. D. Adams 1969 [4], W. P. Kirk et al. 1969 [5] sowie S. H. Castles und Adams 1973 [6] oberhalb von 25 mK zunächst zu bestätigen. Weitere Experimente im Magnetfeld bis unterhalb von 1 mK durch Kirk und Adams 1971 [7] sowie Adams et al. 1980 [8] führten jedoch zu Ergebnissen, die sich mit diesem Modell nicht erklären lassen und legten eine andere Struktur des magnetischen Phasendiagrammes nahe. Eine umfassende Zusammenstellung der experimentellen Daten bei verschiedenen molaren Volumina zeigt [Abbildung 2.2](#). Neben der paramagnetischen Phase lassen sich unterhalb von 1 mK je nach Magnetfeld zwei weitere Phasen identifizieren: Eine Niederfeldphase für $B < 0,44 \text{ T}$ („low field phase“, LFP) und eine Hochfeldphase („high field phase“, HFP) bei höheren Feldern. Für diese Struktur wird eine unterschiedliche Kernspinordnung verantwortlich gemacht.

In der Niederfeldphase sind die Kernspins demnach senkrecht zum Magnetfeld ausgerichtet, wobei sich jeweils zwei Ebenen mit entgegengesetzter Orientierung abwechseln. Diese Anordnung wird auch als U2D2-Struktur („up-2-down-2“) bezeichnet. In der Hochfeldphase liegt dagegen ein antiferromagnetisches Untergitter vor, in dem alle Kernspins in Richtung des Magnetfeldes verkippt sind, so dass sich eine „schwach ferromagnetische“ Phase ergibt („canted normal antiferromagnetic“, CNAF). Die Verhältnisse sind in [Abbildung 2.1](#) wiedergegeben.

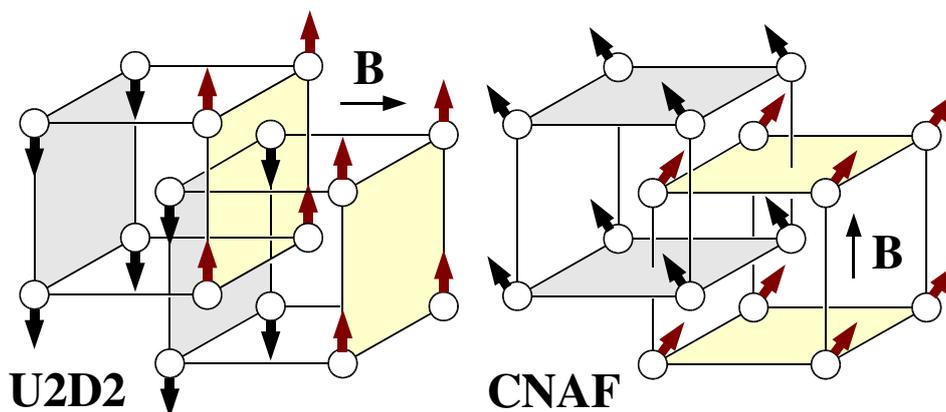


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der kernmagnetischen Ordnung in der Nieder- (U2D2, links) und Hochfeldphase (CNAF, rechts).

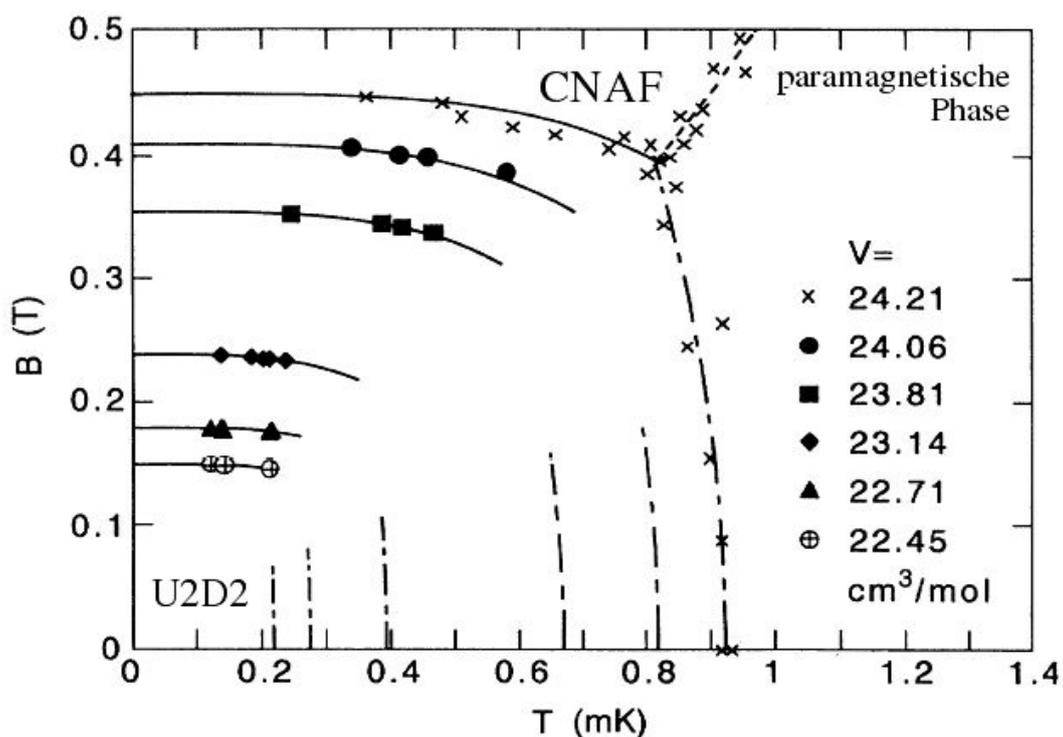


Abbildung 2.2: Magnetisches Phasendiagramm von festem ^3He bei unterschiedlichen molaren Volumina, basierend auf Daten verschiedener Gruppen. Zusammenstellung nach Fukuyama et al. [9].

Zur Erklärung dieser Beobachtungen wurde die Beteiligung von Mehrteilchen-Austauschprozessen in Betracht gezogen. Mit Hilfe einer sogenannten Hochtemperarentwicklung des Hamiltonoperators können diese bei der Berechnung der thermodynamischen Ausdrücke und der Konstruktion theoretischer Phasendiagramme berücksichtigt werden. Monte-Carlo-Rechnungen liefern konsistente Ergebnisse in Bezug auf die Platzwechselrate [10], [11]. Eine überzeugende Übereinstimmung mit experimentellen Resultaten ließ sich dennoch bisher nicht erreichen. Neben neuen theoretischen Ansätzen sind nicht zuletzt noch weitere Experimente erforderlich.

Für die genauere Untersuchung der magnetischen Phasen bietet sich vor allem Neutronenstreuung an. Im Rahmen des EU-Projekts „Magnetic properties of ^3He determined by means of neutron diffraction“ am Hahn-Meitner-Institut in Berlin soll dieser Ansatz verfolgt werden. Das Projekt wurde von E. Schuberth am Walther-Meissner-Institut in Garching und Dwight Adams, University of Florida, initiiert. In Beteiligung daran sollen am Walther-Meissner-Institut als Vorbereitung zur Neutronenstreuung die Zucht von ^3He -Einkristallen in Sinter, sowie die Charakterisierung der kernspingeordneten Phasen mit verschiedenen Methoden zur Magnetisierungsmessung bei ultratiefen Temperaturen durchgeführt werden. Im Zusammenhang mit den Diplomarbeiten von Frank Deppe [12] und Carmen Millán Chacartegui [13] wurden zunächst Erfahrungen mit der Kristallzucht im Sinter, sowie gepulster NMR zur Bestimmung des Einkristalls gewonnen. Zur präzisen Messung der Magnetisierung sind neben der Verwendung eines SQUID-Magnetometers (siehe unten) Untersuchungen mit einer Faradaywaage oder einem Torquemeter denkbar.

Bei den Experimenten mit gepulster NMR in Garching wurde im Bereich der Niederfeldphase teilweise ein deutlicher Abfall oder sogar völliges Verschwinden des NMR-Signals beobachtet (Abbildung 2.4). Durch die charakteristische Linienaufspaltung im Spektrum aus der Fourier-Transformation des freien Induktionszerfalls („free induction decay“, FID) konnte der Eintritt in die Niederfeldphase nachgewiesen werden (Abbildung 2.3). Dieses Ergebnis steht im Widerspruch zu Magnetisierungsmessungen von Hata et. al. [15], die in der geordneten Phase mit einem SQUID einen Abfall um bis zu 40% – bezogen auf das Maximum vor dem Phasenübergang aus der paramagnetischen Phase – zeigten. Unter zu den NMR-Experimenten vergleichbaren apparativen Verhältnissen sollten in dieser Arbeit daher klärende Messungen mit einem eigenen SQUID durchgeführt und zusätzliche Daten gesammelt werden.

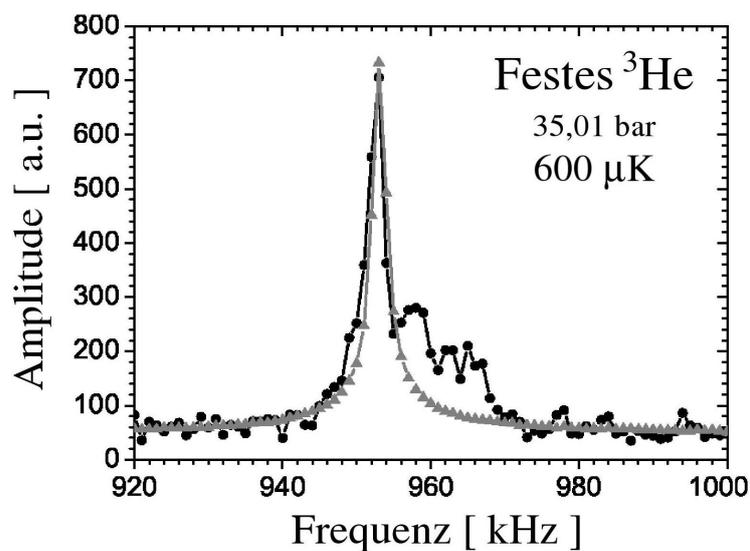


Abbildung 2.3: Linienaufspaltung im NMR-Spektrum von festem ^3He in 700 \AA Ag-Sinter in der kernmagnetisch geordneten Niederfeldphase (\bullet). Zum Vergleich ist eine skalierte Linie oberhalb von T_N gezeigt (\blacktriangle) [14].

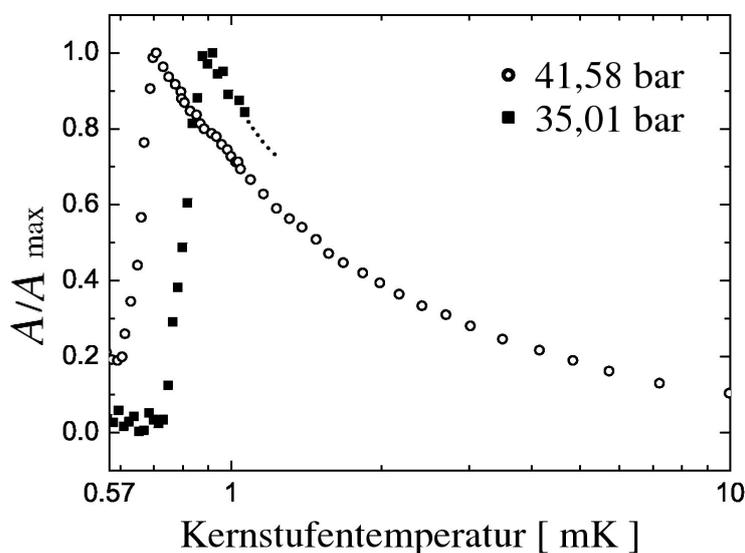


Abbildung 2.4: NMR Amplitude A/A_{max} gegen die Kernstufentemperatur bei zwei verschiedenen molaren Volumina. Die Amplitude ist ein Maß für die Magnetisierung der Probe. Bei $35,01 \text{ bar}$ konnte in der Niederfeldphase ein völliger Abfall auf Null beobachtet werden [14].

2.2 Ziele dieser Arbeit

Für alle Experimente zur Untersuchung des magnetischen Phasendiagrammes muss zunächst ein Einkristall auf die notwendige Temperatur im Millikelvin-Bereich gekühlt werden. Man sieht sich dabei jedoch grundsätzlich mit der schlechten Wärmeleitfähigkeit von festem ^3He und einem hohen Wärmewiderstand (Kapitza-Widerstand) an der Grenzfläche zu Metallen (Zelle, Sinter) konfrontiert. Zur Lösung dieses Problems kann die Kontaktfläche deutlich vergrößert werden, indem der Einkristall in Sinter gezogen wird. Diese Vorgehensweise erfordert experimentelle Erfahrungen, die unter erschwerten Bedingungen (Reaktor-Halle!) idealerweise bereits zur Verfügung stehen sollten. Zusammen mit dem Interesse am magnetischen Phasendiagramm ergeben sich konkret folgende Aufgaben:

- Eine Messzelle muss konstruiert werden, in der ^3He unter die Néel-Temperatur von $T_N \cong 0,9 \text{ mK}$ gekühlt werden kann und die für Messungen mit Hilfe eines existierenden SQUID-Systems geeignet ist. Die Zelle soll einen kapazitiven Drucksensor enthalten, um die Verhältnisse während der Kristallzucht beobachten und das molare Volumen bestimmen zu können.
- Die Zelle muss in ein vorhandenes Ultratieftemperaturkühlsystem eingebaut und erprobt werden. Insbesondere sollen weitere Erfahrungen mit der Zucht eines Einkristalls in Silbersinter gewonnen werden.
- Magnetisierungsmessungen am festen ^3He sollen schließlich weitere Daten zur Vervollständigung des magnetischen Phasendiagrammes liefern. Die Vermessung der Magnetisierung in der Niederfeldphase setzt voraus, dass Temperaturen unter T_N lange genug aufrecht erhalten werden können.

Die Verhältnisse in einer derartigen Messzelle sind komplex und nicht immer leicht zu interpretieren. Aufgrund des hohen Zeitaufwandes für eine einzelne Messung (etwa zwei Wochen reine Messzeit) können Erfahrungen mit der Durchführung derartiger Experimente und ihrer Auswertung eine große Hilfestellung bieten.

Kapitel 3

Theoretischer Hintergrund

Im Mittelpunkt dieses Kapitels steht die Beschreibung der magnetischen Struktur von festem ^3He , die den Hintergrund für die Durchführung der Experimente und deren Auswertung bildet. Die Einführung des Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modells und anschließende Erweiterung auf Mehrteilchenaustauschprozesse spiegelt weitgehend die historische Entwicklung wieder, wie sie in [Kapitel 2](#) dargestellt wurde. Im Anschluss werden kurz die theoretischen Grundlagen des Quanteninterferometers (SQUID) sowie gepulster NMR vorgestellt, mit deren Hilfe Messungen der Magnetisierung bzw. Thermometrie vorgenommen wurden. Der letzte Abschnitt befasst sich mit dem Prinzip der Kühlung durch adiabatische Kernentmagnetisierung, durch die sich der fragliche Temperaturbereich erschließt. Die Darstellung folgt in wesentlichen Teilen den Referenzen von E. Schuberth [16], W. Buckel [17] und F. Pobell [18].

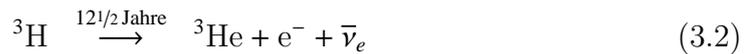
3.1 Magnetische Struktur von festem ^3He

3.1.1 Grundlegende Eigenschaften

Helium hat eine abgeschlossene 1s-Elektronenschale und ist damit das kleinste stabile Edelgas. Als solches ist es chemisch inert und hat eine kugelsymmetrische Gestalt. Helium tritt in der Natur in zwei stabilen Isotopen auf: Das leichtere ^3He wurde 1933 von Oliphant, Kinsey und Rutherford entdeckt und muss künstlich aus Kernreaktionen gewonnen werden, da der natürliche Anteil in Erdgasvorkommen mit 0,14 ppm nur sehr gering ist. Eine typische Reaktionsfolge lautet:

	${}^3\text{He}$	${}^4\text{He}$
Atommasse	3,01603	4,00260
Kernspin	$1/2$	0
Kernmagnetisches Moment	$2,12762 \mu_n$	0
Siedetemperatur bei Normaldruck	3,19 K	4,21 K
Schmelzdruck bei $T = 0$	34,40 bar	25,36 bar

Tabelle 3.1: Einige wichtige Parameter von ${}^3\text{He}$ und ${}^4\text{He}$. Nach [19], [18].



Der für die magnetischen Eigenschaften entscheidende Unterschied zwischen den beiden Isotopen liegt im Kernspin der Atome. ${}^4\text{He}$ -Atome sind Bosonen mit einem Kernspin von $I = 0$. ${}^3\text{He}$ -Atome dagegen besitzen einen Kernspin von $I = 1/2$ und sind daher Fermionen. Da grundsätzlich alle Momente mit einer Multipolordnung größer als $2I$ verschwinden, besitzt ${}^3\text{He}$ lediglich ein magnetisches Dipolmoment. Quadrupol- oder höhere Momente existieren dagegen nicht. ${}^3\text{He}$ besitzt ein relativ großes kernmagnetisches Moment von $\mu = 2,12762 \mu_n \approx 1,07 \cdot 10^{-26} \text{ Am}^2$, das gyromagnetische Verhältnis beträgt $\gamma/2\pi = 32,43 \text{ MHz/T}$. Weitere wichtige Parameter der beiden Helium-Isotope sind in [Tabelle 3.1](#) aufgeführt.

Ihre geringe Masse führt zu einer hohen Nullpunktsenergie der Atome, durch die ${}^3\text{He}$ selbst bei $T = 0$ erst bei einem Druck von über 34,40 bar fest wird. Die Kristallstruktur oberhalb der Schmelzkurve ist kubisch raumzentriert („body-centered cubic“, bcc) mit einer Gitterkonstanten von etwa $4,3 \text{ \AA}$. Bei mehr als 100 bar liegt eine hexagonal dichtest gepackte Struktur („hexagonal close-packed“, hcp) vor. Festes ${}^3\text{He}$ ist ein Isolator mit einer Bandlücke von etwa 24 eV und einer Debye-Temperatur von der Größenordnung $\theta_D \approx 10 \text{ K} \hat{=} 0,86 \text{ meV}$. Die Energiebereiche sowohl elektronischer Wechselwirkung als auch der Gitterschwingungen sind also weit von dem der Kernordnung separiert, das System eignet sich daher besonders gut zur Untersuchung der kernmagnetischen Phasen im Festkörper.

Bei tiefen Temperaturen liefert die Ordnung der Kernspins auch den bei weitem größten Beitrag zur Entropie S_s des Festkörpers. Die einzelnen Atome sind auf den verschiedenen Gitterplätzen lokalisiert und daher unterscheidbar. Durch die jeweils zwei möglichen Orientierungen der Kernspins im vollständig ungeordneten Fall ergibt sich pro mol:

$$S_s = R \ln(2J + 1) = R \ln 2 \quad (3.3)$$

R ist die allgemeine Gaskonstante. Die Indizes „s“ und „l“ stehen hier jeweils für „solid“ (fest) und „liquid“ (flüssig). Erst bei weniger als 10 mK fällt die thermische Energie $k_B T$ unter die Wechselwirkungsenergie der Kernmomente. In diesem Bereich beginnen diese, spontan zu ordnen. Die Entropie fällt darunter für $T \rightarrow 0$ entsprechend dem dritten Hauptsatz der Thermodynamik auf Null ab. In der Flüssigkeit sind die einzelnen Atome dagegen nicht unterscheidbar, womit die Fermi-Dirac-Statistik zur Anwendung kommt. Die Entropie nach dem Modell des idealen Fermi-Gases mit der Fermitemperatur T_f lautet:

$$S_l = \frac{\pi^2 R}{2} \cdot \frac{T}{T_f} \approx 4,56 RT \quad (3.4)$$

Die Entropie von fester und flüssiger Phase an der Schmelzkurve ist in [Abbildung 3.1 \(a\)](#) dargestellt. Die Kurven kreuzen sich bei 315,24 mK. Das molare Volumen der Flüssigkeit ist jedoch immer größer als das des Festkörpers, also $V_l - V_s$ positiv. Nach der Clausius-Clapeyron-Beziehung

$$\left. \frac{\partial p}{\partial T} \right|_{\text{Schmelzkurve}} = \frac{S_l - S_s}{V_l - V_s} \quad (3.5)$$

ergibt sich die Form der Schmelzkurve, die in [Abbildung 3.1 \(b\)](#) gezeigt ist. Am Schnittpunkt der Entropie von flüssiger und fester Phase ist die Ableitung $\partial p / \partial T = 0$, die Schmelzkurve weist dort ein Minimum von 29,31 bar auf. Unterhalb von 315 mK ist die Entropie der Flüssigkeit kleiner als die des Festkörpers und $\partial p / \partial T < 0$. Eine Folge dieser bemerkenswerten Tatsache ist, dass bei der Verflüssigung Schmelzwärme frei wird. Umgekehrt lässt sich ^3He durch adiabatische Kompression, also durch Anwendung von Druck unter thermischer Isolation, entlang der Schmelzkurve kühlen. Diese Methode wird als Pomeranchuk-Kühlung bezeichnet.

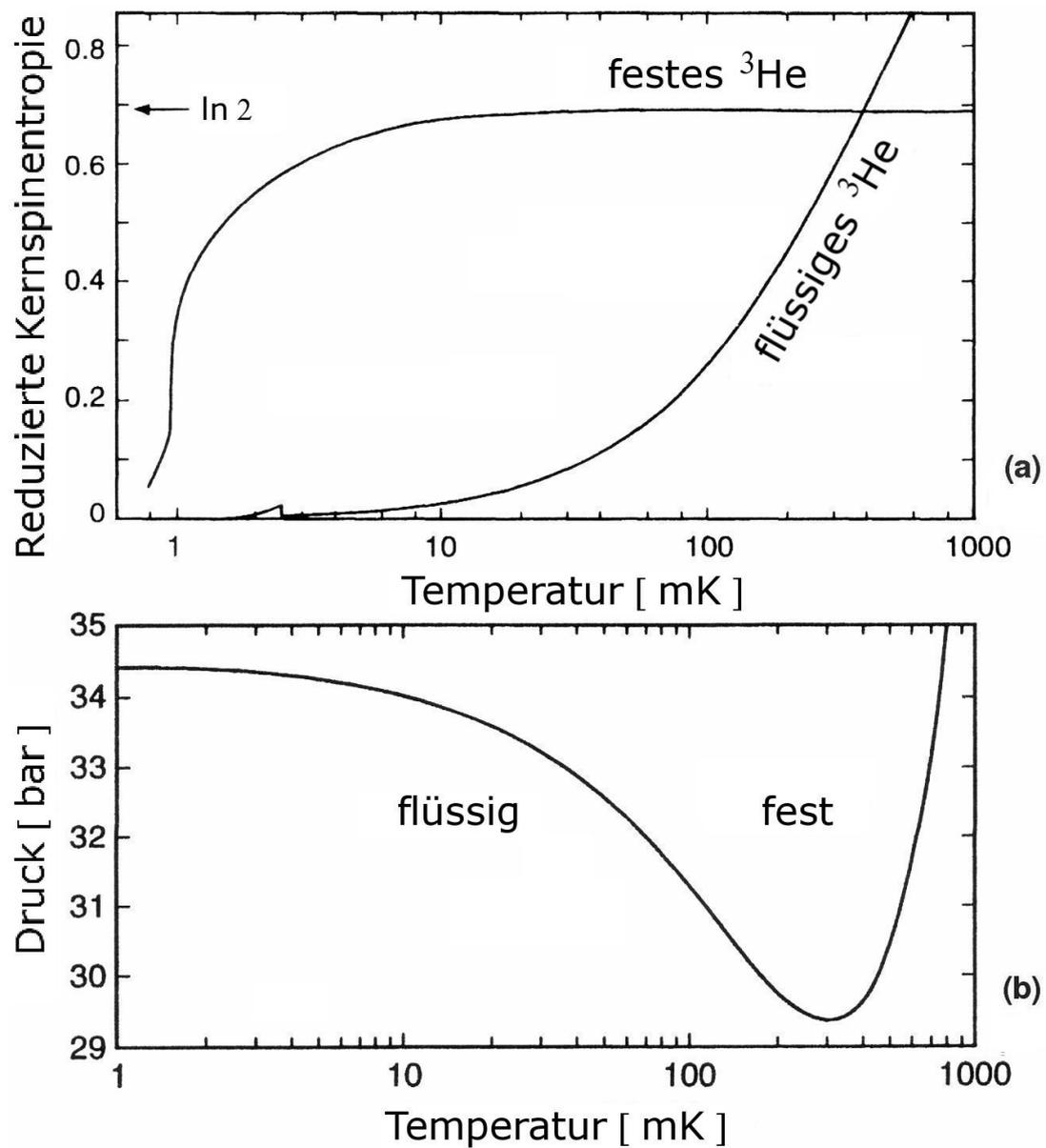


Abbildung 3.1: (a) Reduzierte Kernspinentropie S/R von festem und flüssigem ^3He an der Schmelzkurve. $\ln 2$ ist der Grenzwert für vollständig ungeordnete Kernspins im Festkörper. (b) Schmelzkurve von ^3He . Aus F. Pobell [18] basierend auf Daten von W. P. Halperin et al., E. R. Grilly und D. S. Greywall.

3.1.2 Das Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modell

Die starke Nullpunktsbewegung der einzelnen Atome führt zu einer Auslenkung um bis zu 30% des Gitterabstandes bzw. einem großen Überlapp der einzelnen Wellenfunktionen. Die Folge ist eine hohe Platzwechselrate von 10^6 pro Sekunde und Atom. Der „reale“ physikalische Platztausch führt durch die antisymmetrische Wellenfunktion der Fermionen zu einer erheblichen zusätzlichen Wechselwirkungsenergie. Zusammen mit dem Austausch-Term \mathcal{H}_{ex} zwischen den Kernspins erhält man den Vielteilchen-Hamiltonoperator

$$\mathcal{H} = \mathcal{H}_{\text{ex}} + \mathcal{H}_{\text{Z}} + \mathcal{H}_{\ell} + \mathcal{H}_{\text{d}} \quad (3.6)$$

$$\approx \mathcal{H}_{\text{ex}} + \mathcal{H}_{\text{Z}} \quad (3.7)$$

mit dem Beitrag der Gitterschwingungen \mathcal{H}_{ℓ} , der Dipol-Dipol-Wechselwirkung \mathcal{H}_{d} , und dem Zeeman-Term \mathcal{H}_{Z} . Phononen spielen im betrachteten Energiebereich keine Rolle mehr, so dass der Beitrag der Gitterschwingungen vernachlässigt werden kann. Die direkte Dipol-Dipol-Wechselwirkung gewinnt trotz des großen kernmagnetischen Moments erst im Bereich von weniger als $0,1 \mu\text{K}$ an Bedeutung.

Der mit dieser Näherung vereinfachte Vielteilchen-Operator in [Gleichung 3.7](#) ist dennoch nicht exakt analytisch lösbar. Man benötigt also einen Modell-Hamiltonoperator \mathcal{H}_{ex} für die Wechselwirkung der Kernspins. Das Heisenberg-Modell der Austauschwechselwirkung verfolgt den Ansatz:

$$\mathcal{H}_{\text{ex}} = -2 \sum_{i < j} J_{ij} (\mathbf{I}_i \cdot \mathbf{I}_j) \quad (3.8)$$

$$\approx -2 J \sum_{i < j}^{\text{n.N.}} \mathbf{I}_i \cdot \mathbf{I}_j \quad (3.9)$$

Die vollständige Summation läuft über alle Paare i, j von Atomen mit den Kernspins $\mathbf{I}_i, \mathbf{I}_j$ an den Gitterplätzen $\mathbf{r}_i, \mathbf{r}_j$ des Bravaisgitters. Die Stärke der Wechselwirkung wird durch die Austauschkonstanten J_{ij} beschrieben. Diese sind nach der üblichen Vorzeichenkonvention bei bevorzugt paralleler Ausrichtung der Spins positiv, im Fall bevorzugt antiparalleler Ausrichtung negativ. Berücksichtigt man nur unmittelbar benachbarte Atome, ergibt sich das Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modell mit einem einzigen Parameter J in [Gleichung 3.9](#).

Zusammen mit dem Zeeman-Term im magnetischen Feld \mathbf{B}

$$\mathcal{H}_Z = - \sum_i \mu_i \cdot \mathbf{B} = - \sum_i \mu \cdot \mathbf{B} \quad (3.10)$$

folgt aus [Gleichung 3.7](#) der Hamiltonoperator

$$\mathcal{H} = -2J \sum_{i < j}^{\text{n.N.}} \mathbf{I}_i \cdot \mathbf{I}_j - \sum_i \mu \cdot \mathbf{B} \quad (3.11)$$

mit dem magnetischen Moment μ der Atome. Wie für J wird angenommen, dass das magnetische Moment $\mu_i = \mu$ aller Atome gleich ist. Im Grunde erhält man dann aus dem Hamiltonoperator \mathcal{H} auch die Zustandssumme

$$\Omega = \text{Spur} \exp \left[- \frac{\mathcal{H}}{k_B T} \right] \quad (3.12)$$

und mit der freien Energie $F = -k_B \ln \Omega$ schließlich alle weiteren thermodynamischen Größen. Die analytisch exakte Berechnung der Zustandssumme [3.12](#) ist trotz des einfachen Modells nicht möglich. Man führt daher für $T \gg J/k_B$ und $T \gg \mu B/k_B$ im Bereich von 10 – 100 mK eine sogenannte „Hochtemperaturentwicklung“ des Exponentialoperators [3.12](#) nach geeigneten Potenzen von T und J durch und erhält schließlich die Ausdrücke in [Tabelle 3.2](#).

Entropie	$S = Nk_B \left(\ln 2 - \frac{3}{2} \left(\frac{J}{k_B T} \right)^2 + \dots \right)$
spezifische Wärme	$C_V = Nk_B \left(3 \left(\frac{J}{k_B T} \right)^2 + \dots \right)$
magnetische Suszeptibilität	$\chi = \frac{N\mu^2}{Vk_B T} \left(1 + 4 \left(\frac{J}{k_B T} \right) + \dots \right)$

Tabelle 3.2: Ausdrücke für die wichtigsten thermodynamischen Größen nach der Hochtemperaturentwicklung für festes ^3He im Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modell. Die Formeln beziehen sich jeweils auf eine Teilchenzahl N bzw. Teilchendichte von V/N .

Der Ausdruck für die magnetische Suszeptibilität χ lässt sich umformen zu einem Curie-Weiß-Gesetz der Form:

$$\chi = \frac{C}{T - \theta_w} \quad \text{mit} \quad C = \frac{N}{V} \cdot \frac{\mu^2}{k_B} \quad \text{und} \quad \theta_w = \frac{4J}{k_B}. \quad (3.13)$$

C ist die Curie-Konstante, θ_w wird als Curie-Weiß-Temperatur bezeichnet. Mit jedem der Ausdrücke in [Tabelle 3.2](#) lässt sich die Kopplungskonstante im Prinzip experimentell bestimmen. Erste Messungen durch Panczyk und Adams 1969 [4], Kirk et al. 1969 [5] sowie Castles und Adams 1973 [6] oberhalb von 25 mK bestätigten dieses Verhalten. ${}^3\text{He}$ galt daher als der einfachste Heisenberg-Antiferromagnet.

3.1.3 Mehrteilchenaustausch

Nach dem Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modell erwartet man einen Phasenübergang zweiter Ordnung aus der kernparamagnetischen Phase in einen Zustand mit antiferromagnetischer Ordnung. Weitere Experimente im Magnetfeld bis unter 1 mK durch W. P. Kirk und Dwight Adams 1971 [7] sowie Adams et al. 1980 [8] legten jedoch eine andere Struktur nahe. Neben der paramagnetischen Phase wiesen sie die Existenz einer Niederfeldphase („low field phase“, LFP) – für $T \rightarrow 0\text{ K}$ unterhalb von 0,44 T – und einer Hochfeldphase („high field phase“, HFP) nach (siehe auch [Abschnitt 2.1](#)). Das experimentelle Phasendiagramm ([Abbildung 2.2](#)) zeigt eine feldabhängige Übergangstemperatur von $T_N \approx 1\text{ mK}$ zur Niederfeldphase und weist einen Phasenübergang zweiter Ordnung zwischen Nieder- und Hochfeldphase auf. Der erwartete Phasenübergang zur Niederfeldphase ist dagegen von erster Ordnung. Diese Struktur lässt sich im Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modell nicht verstehen.

Um eine theoretische Erklärung für diese experimentellen Resultate zu finden, kann man sowohl weiter entfernte Nachbaratome berücksichtigen als auch das Modell auf Prozesse ausdehnen, an denen mehr als nur zwei Atome beteiligt sind. Nach dem „Metro-Modell“ von Roger et al. [20] können zwei Atome – in Analogie zu Passagieren in der überfüllten Pariser Metro – leichter den Platz tauschen, wenn andere zyklisch mitwandern. Der \mathcal{H}_{ex} wird dann nach H. Godfrin und D. D. Osheroff [10] zum Mehrteilchenaustauschoperator

$$\mathcal{H}_{\text{ex}} = \sum_{n,\alpha} J_{n\alpha} (-1)^{n+1} \mathcal{P}_n \quad (3.14)$$

$N = 2$	$\mathcal{P}_2 = \mathbf{P}_{ij}^\sigma = \frac{1}{2} (1 + \sigma_i \sigma_j)$
$N = 3$	$\mathcal{P}_3 = \mathbf{P}_{ijk}^\sigma + [\mathbf{P}_{ijk}^\sigma]^{-1} = \frac{1}{2} (1 + \sigma_i \sigma_j + \sigma_j \sigma_k + \sigma_k \sigma_i)$
$N = 4$	$\mathcal{P}_4 = \mathbf{P}_{ijkl}^\sigma + [\mathbf{P}_{ijkl}^\sigma]^{-1} = \frac{1}{4} (1 + \sum_{\mu < \nu} \sigma_\mu \sigma_\nu + \mathbf{G}_{ijkl})$
	$\mathbf{G}_{ijkl} = (\sigma_i \sigma_j)(\sigma_k \sigma_l) + (\sigma_i \sigma_l)(\sigma_j \sigma_k) - (\sigma_i \sigma_k)(\sigma_j \sigma_l)$

Tabelle 3.3: Mehrteilchenaustausch-Operatoren bis $N = 4$. Weitere Operatoren können aus dem Paaraustausch-Operator $\mathcal{P}_2 = \mathbf{P}_{ij}^\sigma$ und jeweils vorhergehenden Operatoren für weniger Teilchen bestimmt werden [10].

mit den Permutationsoperatoren \mathcal{P}_n für jeweils n Atome. Die Summe läuft über alle Permutationen von zwei ($n \hat{=} ij$), drei ($n \hat{=} ijk$), vier ($n \hat{=} ijkl$), usw. Atomen. Die unterschiedliche Wahrscheinlichkeit für Austauschprozesse von Atomen mit verschiedener Anordnung zueinander schlägt sich im Parameter α des Austauschkoeffizienten $J_{n\alpha}$ nieder. Alle Permutationsoperatoren lassen sich aus \mathcal{P}_2 und damit aus den Spinoperatoren σ_i konstruieren, [Tabelle 3.3](#) enthält die niedrigsten Terme. Die Prozesse, die die größten Beiträge liefern, sind in [Abbildung 3.2](#) dargestellt.

[Abbildung 3.3](#) zeigt die Néel-Temperatur T_N in Abhängigkeit vom molaren Volumen des festen ${}^3\text{He}$. Die Übergangstemperatur wächst mit $T_N \propto V^{18.5}$, sinkt also bei zunehmendem Druck stark ab. Dieses Verhalten lässt sich im Rahmen des „Metro-Modells“ leicht verstehen: Bei höherem Druck werden alle Austauschprozesse unterdrückt, da benachbarte Atome weniger leicht „nachgeben“, um den Prozess zu erleichtern. Damit sinkt die Übergangstemperatur T_N deutlich ab.

Im Prinzip hat man mit einem derart konstruierten Hamiltonoperator analog zur Behandlung im Heisenberg-Nächste-Nachbarn-Modell über [Gleichung 3.12](#) wieder Zugriff auf die Zustandssumme und auf die freie Energie des Systems. Die mathematische Behandlung ist jedoch sehr aufwändig. [Abbildung 3.4](#) zeigt die theoretischen Phasendiagramme unter Berücksichtigung von Dreikörperringtausch (J_t) und planarem Vierkörperringtausch (J_p) – im „2-Parameter-Modell“ – bzw. unter Hinzunahme von Paartausch (J_{NN}) für das „3-Parameter-Modell“. Beide Phasendiagramme zeigen

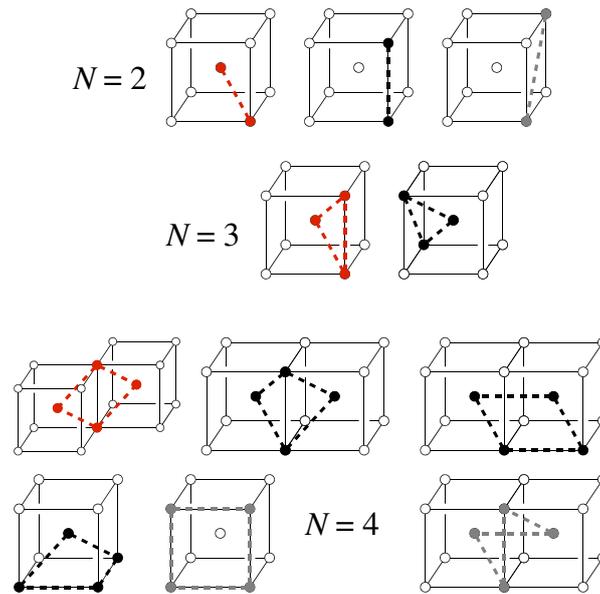


Abbildung 3.2: Mehrteilchenaustauschprozesse für zwei bis vier Atome. Die Prozesse sind jeweils nach Größe des entsprechenden Austauschkoeffizienten angeordnet, die Wahrscheinlichkeit für den ersten Prozess ist dabei jeweils eine Größenordnung höher als die aller weiteren der gleichen Ordnung zusammen (Nach Godfrin und Osheroff [10]).

Übereinstimmungen mit experimentellen Ergebnissen, weichen jedoch noch in wesentlichen Punkten davon ab. Das 2-Parameter-Modell liefert die richtige Form des Phasendiagrammes. Man erkennt die Nieder- (U2D2) und Hochfeldphase (CNAF), die Ordnung der Phasenübergänge wird korrekt wiedergegeben. Die Übergangstemperatur T_N von der paramagnetischen zur Niederfeldphase ist jedoch etwas, die Grenze zur Hochfeldphase fast um einen Faktor drei zu hoch. Im 3-Parameter-Modell ergeben sich realistischere Werte für die Grenzen der Niederfeldphase, die Form des Phasendiagrammes passt jedoch insgesamt nicht mehr. Insbesondere erstreckt sich die CNAF-Struktur bis hin zu $B = 0$.

Auch diese Modelle vermögen die realen Eigenschaften von festem ^3He nur annähernd wiederzugeben. Ob die Berücksichtigung von Austauschprozessen noch höherer Ordnung oder entfernterer Atome schließlich zum Ziel führen, konnte durch den hohen Aufwand bei der Berechnung bisher noch nicht endgültig geklärt werden.

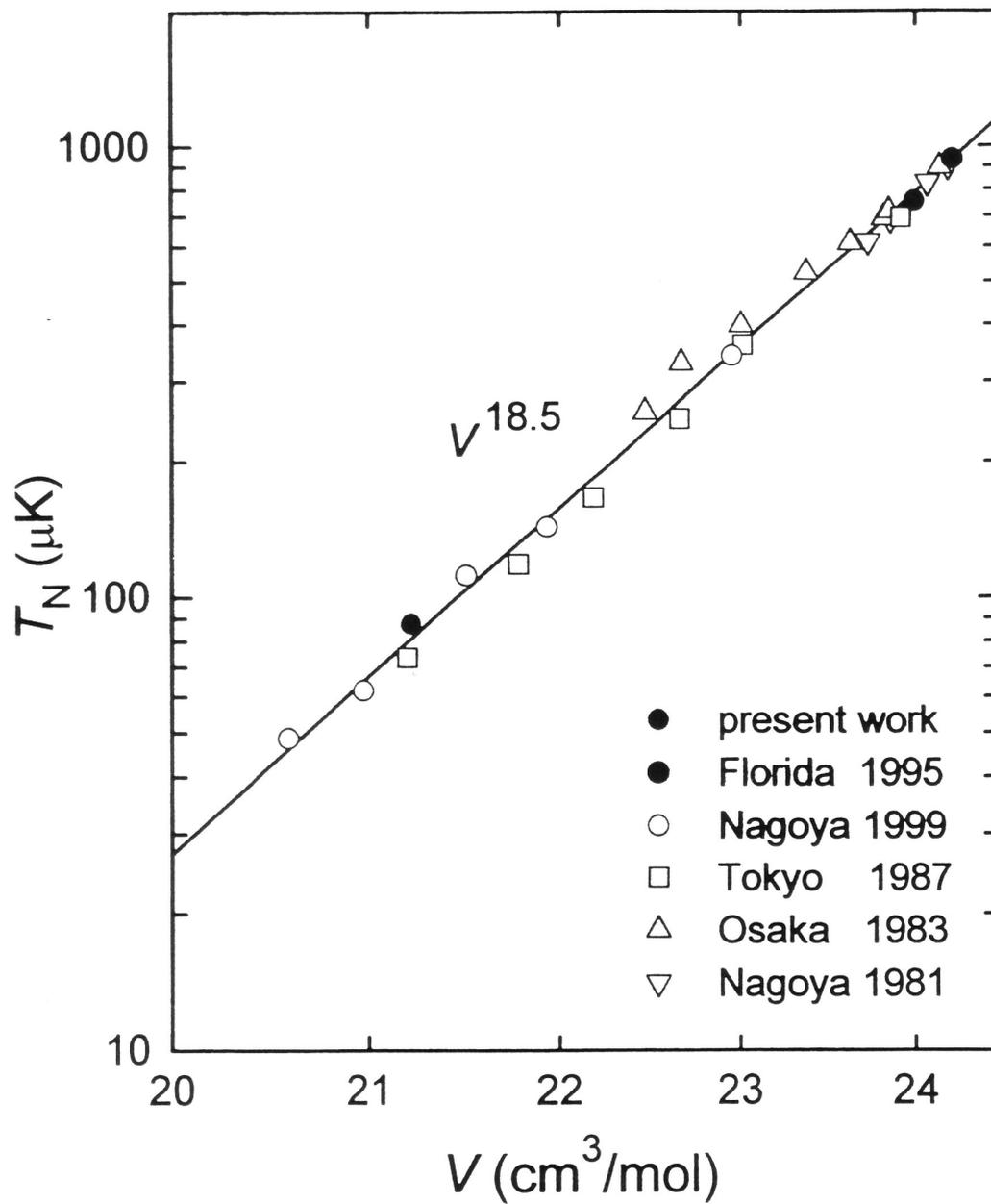


Abbildung 3.3: Beziehung zwischen der Übergangstemperatur T_N von der paramagnetischen Phase in die Niederfeldphase und dem molaren Volumen. Ein hoher Druck erschwert alle Austauschprozesse, T_N variiert damit empfindlich mit dem molaren Volumen (Nach [21]).

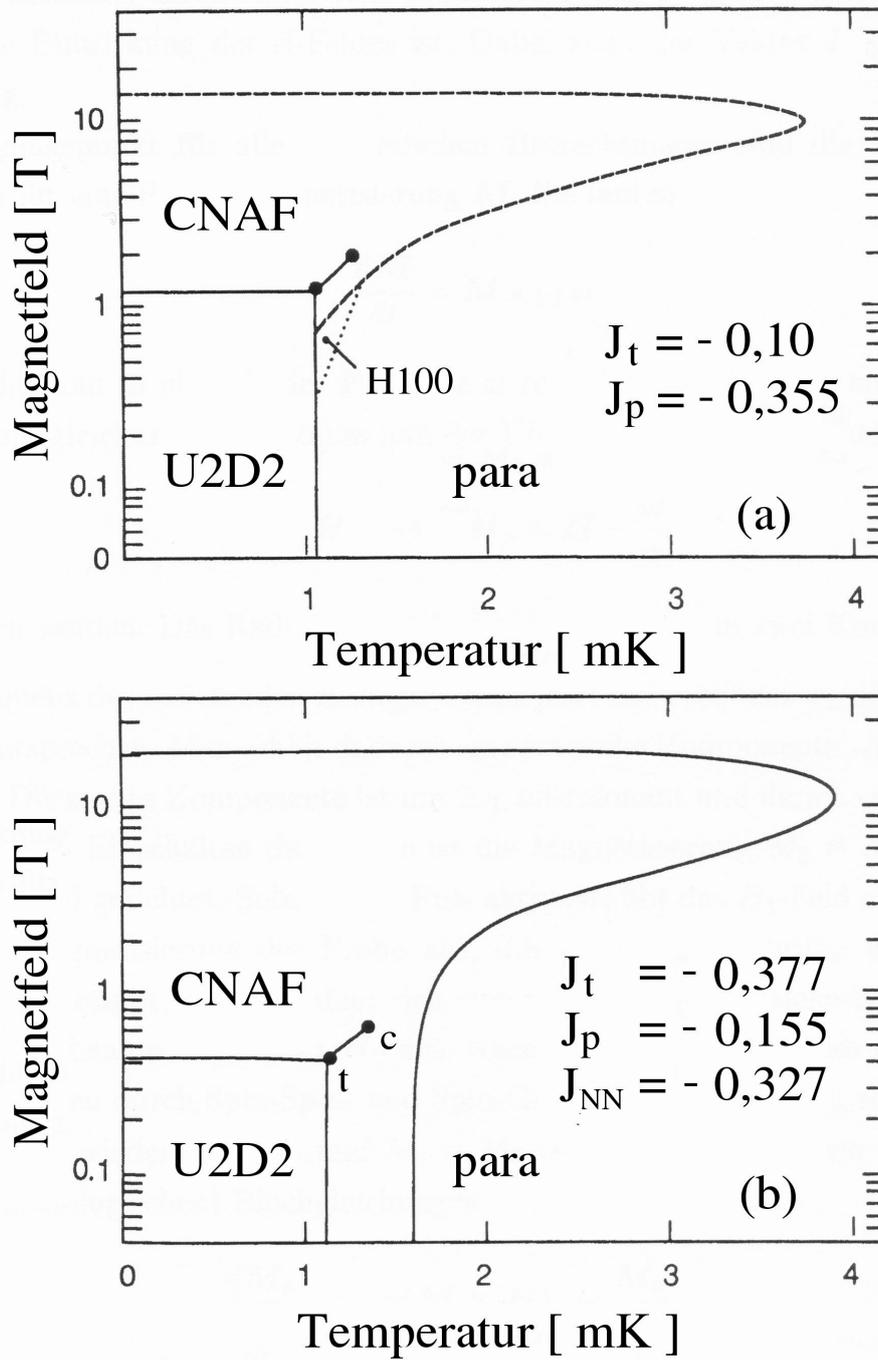


Abbildung 3.4: Theoretische Phasendiagramme für festes ^3He mit zwei bzw. drei Austauschparametern. (a) Dreikörperringtausch und planarer Vierkörperringtausch. (b) Zusätzlich Paartausch. Nach [20].

3.2 SQUID-Magnetometer

Ein SQUID-Magnetometer („Superconducting Quantum Interference Device“) nutzt die Wechselwirkung zwischen der Flussquantisierung in einem Supraleiter und Bereichen „schwacher Kopplung“ („weak links“) um kleinste Magnetfeldänderungen nachzuweisen. Ein SQUID besteht im wesentlichen aus einem supraleitenden Ring mit einem (rf-SQUID) oder zwei (dc-SQUID) Bereichen schwacher Kopplung, durch die unter bestimmten Bedingungen magnetischer Fluss eindringen kann. Für diese Arbeit wurde der in [Abschnitt 4.5](#) vorgestellte rf-SQUID mit einem Niob-Punktkontakt verwendet, dessen Funktionsweise hier kurz erläutert werden soll.

Ist der Ring supraleitend, kann ein nachträglich angelegtes (nicht zu großes) äußeres Feld im Idealfall nicht in das Material – und damit das Innere des Ringes – eindringen. Es wird durch Abschirmströme vollständig verdrängt, bis diese eine kritische Stromstärke erreicht haben, die durch Material und Geometrie der Anordnung vorgegeben wird. Die Funktion des schwach gekoppelten Bereiches besteht darin, dass die kritische Stromstärke lokal so weit herabgesetzt wird, dass einzelne Flussquanten eindringen können, der Ring jedoch ansonsten supraleitend bleibt.

[Abbildung 3.5](#) zeigt das Verhalten eines supraleitenden Zylinders mit der Fläche F und einem Bereich schwacher Kopplung in Abhängigkeit vom magnetischen Fluss $\phi_a = B_a F$. Ist die Abschirmung vollständig, bleibt der Fluss im Inneren zunächst gleich Null. Die kritische Strömstärke ist im schwach gekoppelten Bereich am kleinsten und wird bei Punkt a erstmals überschritten. Die Supraleitung bricht in diesem Moment kurzzeitig zusammen und magnetischer Fluss kann ins Innere des Zylinders eindringen. Die Abschirmströme fallen dadurch erneut unter den kritischen Wert. Der um ein Flussquant erhöhte Fluss ϕ_i wird erneut eingefroren (Punkt b). Der Prozess wiederholt sich bei weiterer Zunahme von ϕ_a und verläuft hysteretisch in Pfeilrichtung bei erneuter Absenkung. Genau genommen ist dabei das „Fluxoid“

$$\oint \frac{m_e}{2n_c e^2} \mathbf{j}_s \cdot d\mathbf{s} + \phi_i = n \cdot \frac{h}{2e} \quad \text{mit } n \in \mathbb{Z} \quad (3.15)$$

die quantisierte Größe. n_c ist die Dichte der Cooper-Paare im Supraleiter. Integriert wird über die Stromdichte \mathbf{j}_s entlang des Zylinders. Die Abschirmung ist deshalb nicht vollständig, die exakte Abhängigkeit vom äußeren Feld kann jedoch theoretisch bestimmt werden und ist gestrichelt dargestellt. Der Prozess ist im Prinzip der gleiche, der erste Flusssprung erfolgt dabei beispielsweise von α nach β .

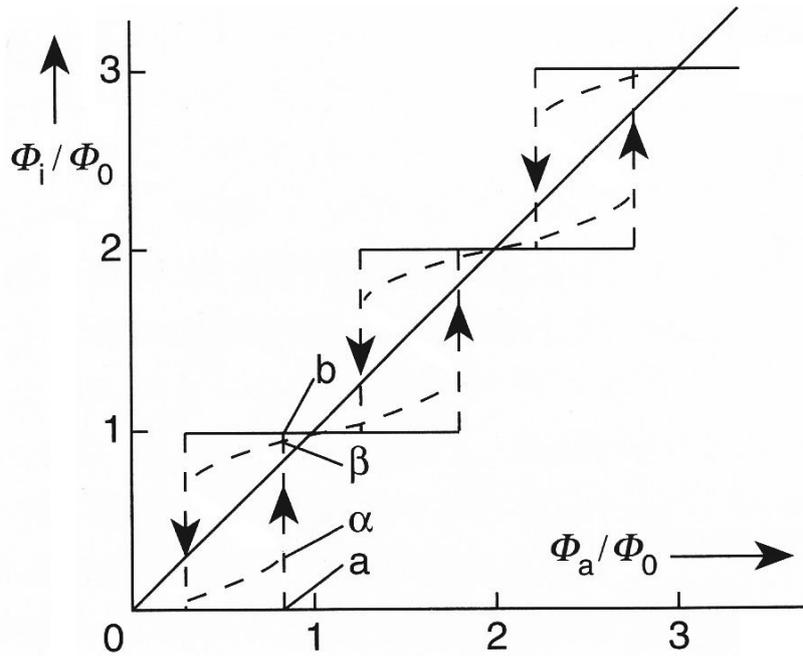


Abbildung 3.5: Magnetischer Fluss ϕ_i/ϕ_0 in einem supraleitenden Zylinder mit Bereich schwacher Kopplung in Abhängigkeit von $\phi_a/\phi_0 = B_a F/\phi_0$. F ist die Fläche des Zylinders, B_a das äußere Magnetfeld [17].

Zum Nachweis der Flussänderung wird die Anordnung mit der Spule eines Schwingkreises (meist im Inneren des Zylinders) gekoppelt. Der Fluss ϕ_a setzt sich dann statt dessen zusammen aus dem Fluss ϕ_g des zu messenden Gleichfeldes und dem Fluss $\phi_\omega \sin(\omega t)$ durch das Wechselfeld des Schwingkreises, also

$$\phi_a = \phi_g + \phi_\omega \sin(\omega t) \tag{3.16}$$

mit der Amplitude ϕ_ω und Frequenz ω . Typische Frequenzen für den Betrieb von rf-SQUIDs liegen im Bereich von $\omega = 1 - 20$ kHz. Immer, wenn ein Flusssprung erfolgt, wird ein Spannungsstoß in der Spule induziert. Die Folge dieser Spannungsstöße bei gegebenem ϕ_g und ϕ_ω liefert das Signal. Zur Messung wird nur die Komponente V_ω bei ω verwendet. Die Signalspannung V_ω steigt mit der Amplitude ϕ_ω , da mit einer dann größeren Hystereseschleife mehr Flusssprünge hervorgerufen werden. Die resultierende „Kennlinie“ ist eine Stufenfunktion, da die Anzahl der Flusssprünge nur zunimmt, wenn die Amplitude wieder um ϕ_0 angewachsen ist (Abbildung 3.6 (a)).

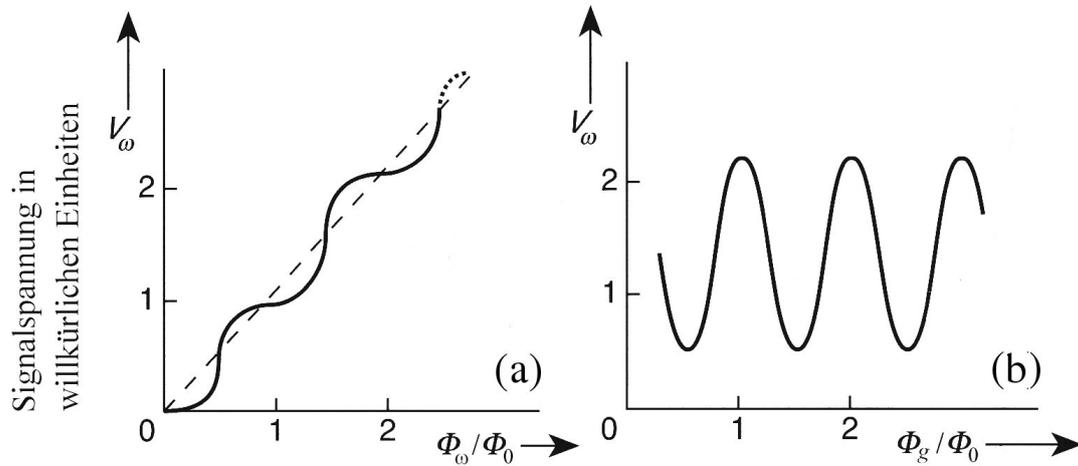


Abbildung 3.6: rf-SQUID-Signalspannung V_ω in Abhängigkeit von der Wechselfeldamplitude ϕ_ω/ϕ_0 und dem Gleichfeld ϕ_g/ϕ_0 [17].

Analytisch erhält man nach [17] näherungsweise den Ausdruck

$$V_\omega = \phi_\omega \omega I_1 \left(2\pi \frac{\phi_\omega}{\phi_0} \right) \cos \left(2\pi \frac{\phi_g}{\phi_0} \right) \sin \omega t \quad (3.17)$$

mit der Bessel-Funktion 1. Ordnung I_1 . Die Signalspannung variiert ebenfalls periodisch mit ϕ_g , die Periode entspricht einer Flussänderung um ϕ_0 . Die Abhängigkeit hat annähernd die Form einer Dreiecksfunktion und ist in [Abbildung 3.6 \(b\)](#) dargestellt.

Überlagert man dem Fluss $\phi_a = \phi_g + \phi_\omega \sin(\omega t)$ also eine niederfrequente Änderung, wird dadurch ein bestimmter Bereich in [Abbildung 3.6 \(b\)](#) „abgetastet“. Ändert sich schließlich das zu messende Feld ϕ_g , verschiebt sich dieser Bereich. Mit Hilfe einer geeigneter Feedback-Elektronik lässt sich der Fluss im SQUID auf einem festen Wert halten, indem diese auf einen bestimmten Arbeitspunkt in der Dreiecksfunktion abgestimmt, d.h. die Verschiebung kompensiert wird. Die Spannung, die dazu notwendig ist, ist letztlich proportional zu einer Änderung von ϕ_g . Man verfügt damit über ein lineares Maß über Änderungen der Magnetisierung einer Probe, wenn diese für ϕ_g verantwortlich ist.

3.3 Gepulste NMR

Magnetische Resonanz – z.B. Elektronenspinresonanz (ESR) oder aber Kernspinresonanz („Nuclear Magnetic Resonance“, NMR) – eignet sich ganz allgemein zur Durchführung von Magnetisierungsmessungen. Im Zusammenhang mit den Diplomarbeiten von Frank Deppe [12] und Carmen Millán Chacartegui [13] wurden Kernspinresonanzmessungen direkt am festen ^3He vorgenommen. Auf diese Weise lässt sich unter anderem durch eine charakteristische Linienaufspaltung im NMR-Spektrum der Eintritt in die Niederfeldphase unmittelbar nachweisen (siehe [Abbildung 2.3](#)).

Für die vorliegende Arbeit wurde Kernspinresonanz zur Thermometrie der Kernstufe eingesetzt. Bei Wahl einer Probe mit geeigneten Eigenschaften hat man mit der Magnetisierung ein Maß für die Temperatur. Meistens verwendet man ein im Messbereich paramagnetisches Material, also mit $M \propto 1/T$. Die Grenze für die thermometrische Nutzung magnetischer Momente bei tiefen Temperaturen wird durch ihre Ordnungstemperatur vorgegeben. Da elektronische Momente bei über 1 mK sättigen, ist man darunter auf die Nutzung von Kernmomenten angewiesen. Je nach Anordnung unterscheidet man zwischen kontinuierlicher und gepulster NMR.

Wird eine Probe dem statischen Feld B_z ausgesetzt, wird die $(2I+1)$ -fache Entartung von Kernen mit dem Drehimpuls I aufgehoben (Zeeman-Aufspaltung). Der äquidistante Abstand der einzelnen Niveaus beträgt in diesem Fall

$$\Delta E = g_n \mu_n B_z = \hbar \omega_L = h \nu_L \quad (3.18)$$

mit der Larmor-Frequenz ν_L . Aufgrund der unterschiedlichen Bevölkering der Niveaus stellt sich im thermischen Gleichgewicht die makroskopische Magnetisierung

$$M_z^0 = \frac{N \gamma^2 \hbar^2 I(I+1)}{3k_B T} B_z \quad (3.19)$$

in z-Richtung ein. Hierbei ist γ das gyromagnetische Verhältnis

$$\gamma = \frac{g_n \mu_n}{\hbar} = \frac{\mu}{\hbar I} \quad (3.20)$$

der Probe. Wird das Gleichgewicht gestört, baut sich die Abweichung mit der sogenannten Spin-Gitter-Relaxationszeit τ_1 wieder ab. [Gleichung 3.32](#) zeigt den Zusammenhang zwischen Spin-Gitter-Relaxationszeit und der Korringa-Konstanten κ , [Tabelle 3.4](#) enthält Zahlenwerte für einige Metalle.

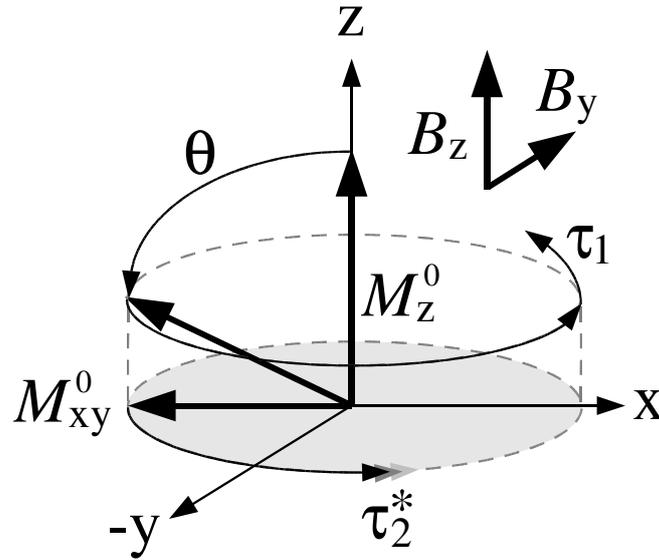


Abbildung 3.7: Prinzip der gepulsten Kernspinresonanz.

Die zeitliche Entwicklung der Magnetisierung wird durch die phänomenologischen Bloch-Gleichungen

$$\frac{dM_x}{dt} = \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B})_x - \frac{M_x}{\tau_2} \quad (3.21)$$

$$\frac{dM_y}{dt} = \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B})_y - \frac{M_y}{\tau_2} \quad (3.22)$$

$$\frac{dM_z}{dt} = \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B})_z - \frac{M_z - M_z^0}{\tau_1} \quad (3.23)$$

beschrieben. Die Spin-Spin-Relaxationszeit τ_2 gibt an, wie lange die individuellen Kernspins untereinander in Phase bleiben können, aus denen sich die makroskopische Magnetisierung zusammensetzt. Im allgemeinen ist τ_2 deutlich kleiner als τ_1 .

Strahlt man mit einer Spule senkrecht zur Magnetisierung einen kurzen Radiofrequenzpuls mit $B_y = B_0 \sin(\omega_L t)$ ein, wird das magnetische Moment um einen Winkel θ aus der z-Richtung „getippt“ und präzessiert mit der Larmor-Frequenz ν_L um die z-Achse (Abbildung 3.7). Die Komponente in der xy-Ebene M_{xy}^0 ist proportional zu M_z^0 und nach Gleichung 3.19 ebenfalls zur Temperatur. Sie induziert ein Signal in einer Empfängerspule, die in der Regel mit der Senderspule identisch ist.

Das Signal verschwindet mit $\tau_2^* < \tau_2$, da die die Phasenkohärenz zusätzlich durch Inhomogenitäten des statischen Magnetfeldes gestört wird. Man erhält also die Signalamplitude

$$M_{xy}(t) = M_{xy}^0 \exp\left[-\frac{t}{\tau_2^*}\right]. \quad (3.24)$$

Dieser Vorgang wird als freier Induktionszerfall bezeichnet. Durch Fourier-Transformation des Signals aus der Empfängerspule kann die Amplitude M_{xy} bei der Larmorfrequenz ν_L bestimmt werden. Man hat also

$$M_{xy}(t') \propto M_z^0 \propto T^{-1} \quad (3.25)$$

wobei $M_{xy}(t')$ zu einem bestimmten Zeitpunkt t' nach dem rf-Puls gemessen wird. Mit nur einem Fixpunkt kann damit die Temperatur während einer Messreihe bestimmt werden. Dabei ergibt sich für die Wartezeit ΔT zwischen zwei NMR-Schüssen die Anforderung:

$$\Delta T \gg \tau_1 \quad (3.26)$$

Für die Anzahl der Wellenzüge N des rf-Pulses sollte gelten:

$$\frac{n}{\nu_L} < t' \ll \tau_2^* \quad (3.27)$$

3.4 Adiabatische Kernentmagnetisierung

Die Kühlung durch adiabatische Entmagnetisierung basiert auf der Temperaturabhängigkeit der Ordnung magnetischer Momente in verschiedenen äußeren Magnetfeldern. Bei hohen Temperaturen liegt die mittlere thermische Energie deutlich über der Wechselwirkungsenergie der magnetischen Momente, unter Abwesenheit eines Magnetfeldes sind diese also vollständig ungeordnet. Damit ergibt sich für einen Drehimpuls J pro Mol ein konstanter Beitrag von

$$S = R \ln(2J + 1) \quad (3.28)$$

zur Entropie des Systems. Nimmt die Temperatur ab, kommt es zur magnetischen Ordnung der Momente, die Entropie geht gegen Null (**Abbildung 3.8**, gestrichelte Linie). Durch ein endliches Magnetfeld wird eine Vorzugsrichtung in der Orientierung der magnetischen Momente festgelegt und die Ordnungstemperatur nach oben ver-

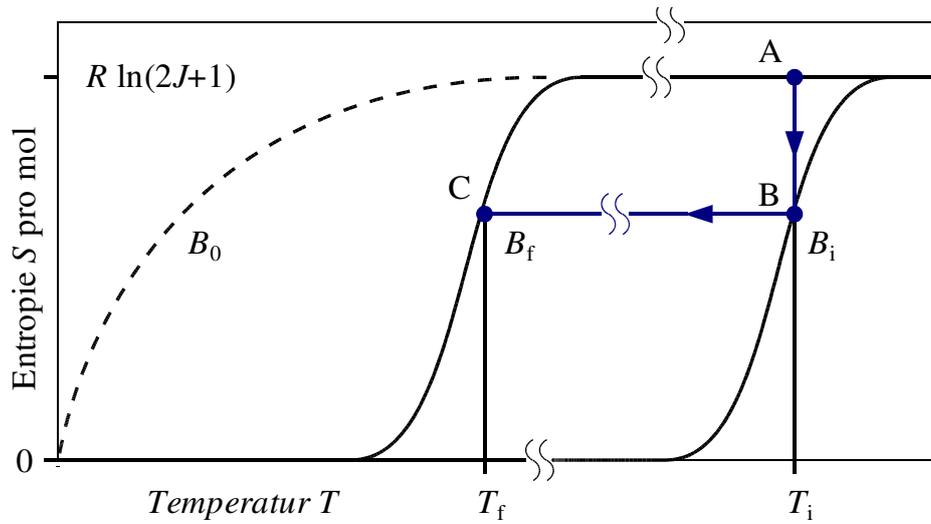


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung der Temperatur-Entropie-Kurven für verschiedene Magnetfelder. Die Pfeile verdeutlichen den Verlauf bei isothermer Vorkühlung und adiabatischer Entmagnetisierung.

schoben. Beim Anlegen eines magnetischen Feldes B_i bei der Temperatur T_i an Punkt A wird dadurch zunächst die Wärme

$$\Delta Q = T_i [S(0, T_i) - S(B_i, T_i)] \quad (3.29)$$

pro Mol freigesetzt, die während der Vorkühlung zu Punkt B abgeführt werden muss. Zur Vereinfachung wird angenommen, dass die Magnetisierung isotherm erfolgt, die Indizes „i“ und „f“ stehen jeweils für „initial“ und „final“.

Wird das System anschließend unter thermischer Isolation adiabatisch – also bei konstanter Entropie – bis auf B_f entmagnetisiert, erreicht es Punkt C auf der entsprechenden Temperatur-Entropie-Kurve mit der erniedrigten Temperatur T_f . Für $S = S(B/T)$ gilt

$$T_f = \frac{T_i}{B_i} B_f \quad \text{bzw.} \quad T_f = \frac{T_i}{B_i} \sqrt{B_f^2 + b^2}, \quad (3.30)$$

falls das externe Feld B_f nach der Entmagnetisierung vergleichbar ist mit dem inneren Feld b , das durch die benachbarten magnetischen Momente selbst hervorgerufen wird. Das System erwärmt sich dann durch Wärmelecks entlang der Temperatur-Entropie-Kurve zurück zum Ausgangspunkt.

Metall	Spin	$\kappa(\infty)$ [sK]	τ_1 (1 mK)
^{63}Cu	$3/2$	1,27	21,2 min
^{65}Cu	$3/2$	1,09	18,2 min
^{107}Ag	$1/2$	12	200 min
^{109}Ag	$1/2$	9	150 min
^{195}Pt	$1/2$	0,03	30 s
PrNi_5	$5/2$	< 0,001	< 1 s

Tabelle 3.4: Korringakonstante und Spin-Gitter-Relaxationszeit verschiedener Metalle. Die Korringakonstanten sind [18] entnommen, τ_1 wurden nach Gleichung 3.32 berechnet.

Bei der adiabatischen Entmagnetisierung paramagnetischer Salze nutzt man das magnetische Moment der Elektronen, bei der Kernentmagnetisierung dagegen das Moment der Atomkerne. Das Kernmoment ist jedoch etwa 2000 mal kleiner, als das der Elektronen. Wegen der quadratischen Abhängigkeit der Wechselwirkungsenergie ϵ und damit auch der Ordnungstemperatur

$$\theta = \frac{\epsilon}{k_B} \propto \mu^2 \quad (3.31)$$

vom magnetischen Moment aufgrund der Dipol-Dipol-Wechselwirkung ist diese bei Kernmomenten deutlich niedriger als bei elektronischen Momenten. Das ermöglicht einerseits die Realisierung tieferer Temperaturen, erfordert andererseits jedoch einen deutlich größeren Faktor B_i / T_i in Gleichung 3.30. Man erreicht das durch hohe magnetische Felder $B_i > 5$ T und Vorkühlung auf $T_i < 20$ mK.

T_f ist die Temperatur der Kernmomente des entmagnetisierten Materials. Um eine daran gekoppelte Probe zu kühlen, muss die Temperatur auf die Elektronen übertragen werden. Dies geschieht während der Spin-Gitter-Relaxationszeit, die für Isolatoren bei 10 mK im Bereich von Tagen bis zu Wochen liegt. Daher ist die Verwendung von Metallen bei der adiabatischen Kernentmagnetisierung unumgänglich. Deren Spin-Gitter-Relaxationszeit ist mit

$$\tau_1 = \frac{\kappa}{T_e} \quad (3.32)$$

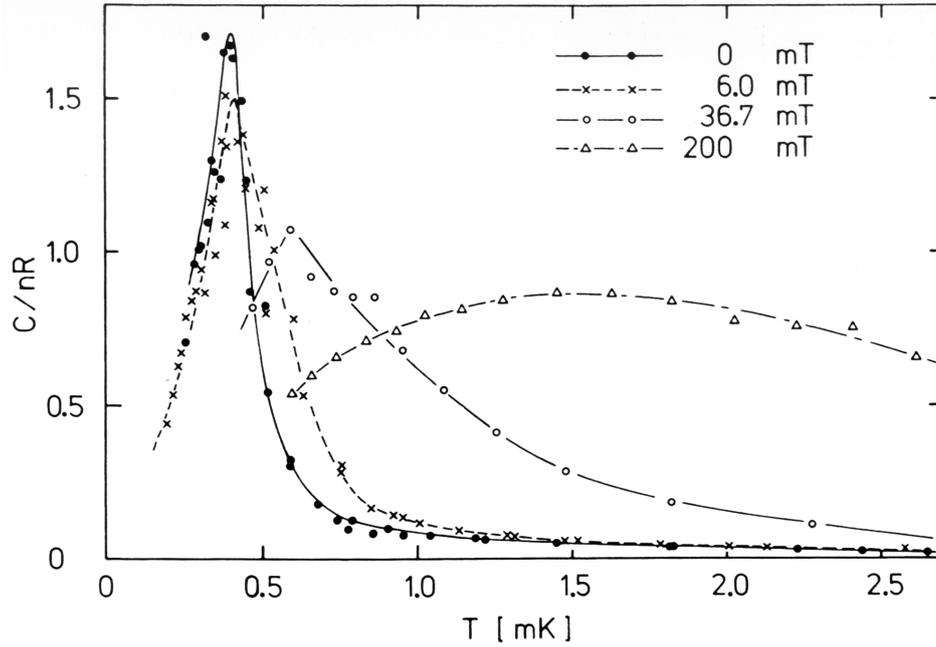


Abbildung 3.9: Spezifische Wärme von PrNi_5 in unterschiedlichen Magnetfeldern. Bei etwa 0.4 mK kommt es zur magnetischen Ordnung der Kernmomente (aus [22]).

meist deutlich geringer. Die Korringakonstante κ ist abhängig vom Magnetfeld, erreicht jedoch beispielsweise für Kupfer bereits bei 10 mT den Wert $\kappa(\infty) = 1,19$ sK für $B \gg b$. [Tabelle 3.4](#) zeigt Werte für verschiedene Metalle.

In der Praxis stellt sich ein Gleichgewicht zwischen einem unvermeidlichen Wärmeleck \dot{Q} und der Kühlrate ein, die durch die Spin-Gitter-Relaxationszeit τ_1 bzw. κ vorgegeben wird. Um die niedrigst mögliche Endtemperatur (bezogen auf die Elektronen) zu erhalten, darf man daher nur bis zu einem optimalen Endfeld

$$B_{f,\text{opt}} = \sqrt{\frac{\mu_0 \kappa \dot{Q}}{n \lambda_n}} \quad \text{mit} \quad \lambda_n = \frac{N_L I(I+1) \mu_0 \mu_n^2 g_n^2}{3k_B} \quad (3.33)$$

entmagnetisieren. μ_0 ist die Permeabilität des Vakuums und λ_n die nukleare Curiekonstante. Für die Temperatur des Elektronensystems ergibt sich dann:

$$T_{e,\text{min}} = 2T_{f,n}(B_{f,\text{opt}}) \quad (3.34)$$

Kapitel 4

Experimenteller Aufbau

4.1 Gesamtaufbau

Abbildung 4.1 zeigt die wichtigsten Komponenten des experimentellen Gesamtaufbaus. Das Kernstück des Experiments bildet die ^3He -Messzelle, die thermisch an die Kernstufe des Kühlsystems gekoppelt ist, und über ein Gashandlingsystem von außen mit höchst reinem ^3He beladen werden kann. Die entscheidenden Messinstrumente sind ein Niob-rf-SQUID und eine Anordnung für gepulste NMR. Das einzige Instrument mit direktem Anschluss an die Zelle ist eine Kapazitätsmessbrücke.

Um das Wärmeleck auf Kernstufe und Zelle so weit wie möglich zu reduzieren, sind die ^3He -Kapillaren vom Gashandlingsystem bis zur Zelle an jedem Temperaturniveau thermisch abgefangen (siehe Tabelle 4.1). Die Kapillaren sind dazu jeweils auf einen Kupferzylinder mit 5 mm Durchmesser gewickelt und damit am Kühlsystem verschraubt. Zur Vergrößerung der thermischen Impedanz sind die Kapillaren außerdem zwischen Destillationskammer und Zwischenwärmetauscher sowie Zwischenwärmetauscher und Mischkammer um etwa 45 cm länger, als für den Anschluss notwendig, und spiralförmig verlegt. Die Kapillaren sind zu tiefen Temperaturen hin dünner gewählt und über größere Längen thermisch abgefangen. Das Gashandlingsystem verfügt ferner über zwei unabhängige Zuleitungen, die erst an der Destillationskammer wieder zusammengeführt sind. Falls sich in einer der beiden Kapillaren ein Block bildet, kann das gasförmige ^3He so unter Umständen durch die andere entweichen.

Die Messleitungen bestehen aufgrund der geringeren Wärmeleitfähigkeit großteils aus supraleitendem Draht, der zur Abschirmung mit Zinn ummantelt ist. Die „Seele“ der Leitungen ist ebenfalls thermisch an jedes Temperaturniveau gekoppelt. Der Kryostat selbst und die meisten Instrumente – wie auch die SQUID-Elektronik und

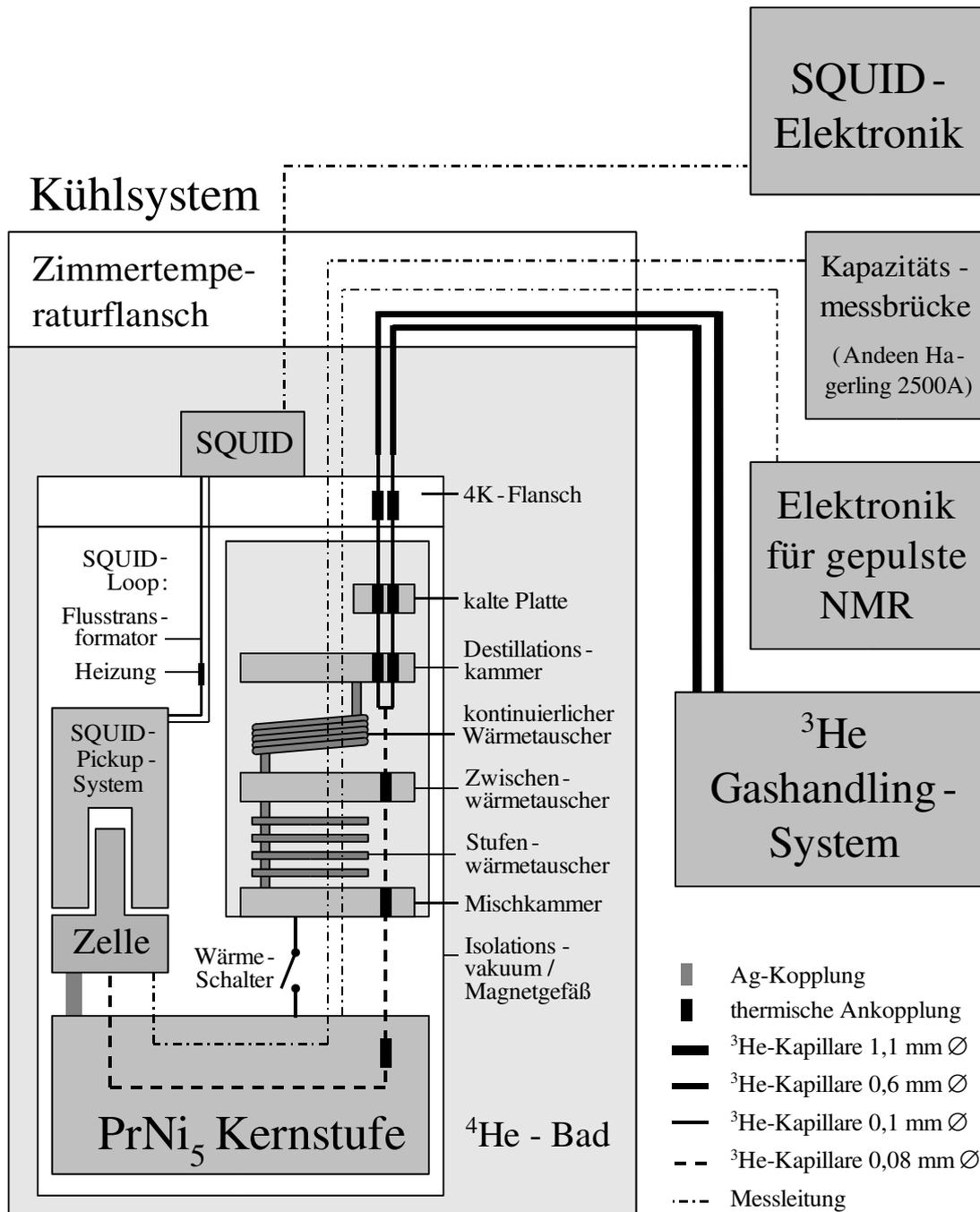


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung des experimentellen Gesamtaufbaus. Die Kapillaren und Messleitungen sind ab dem 4K-Flansch thermisch an jedes Temperaturniveau (siehe [Tabelle 4.1](#)) gekoppelt.

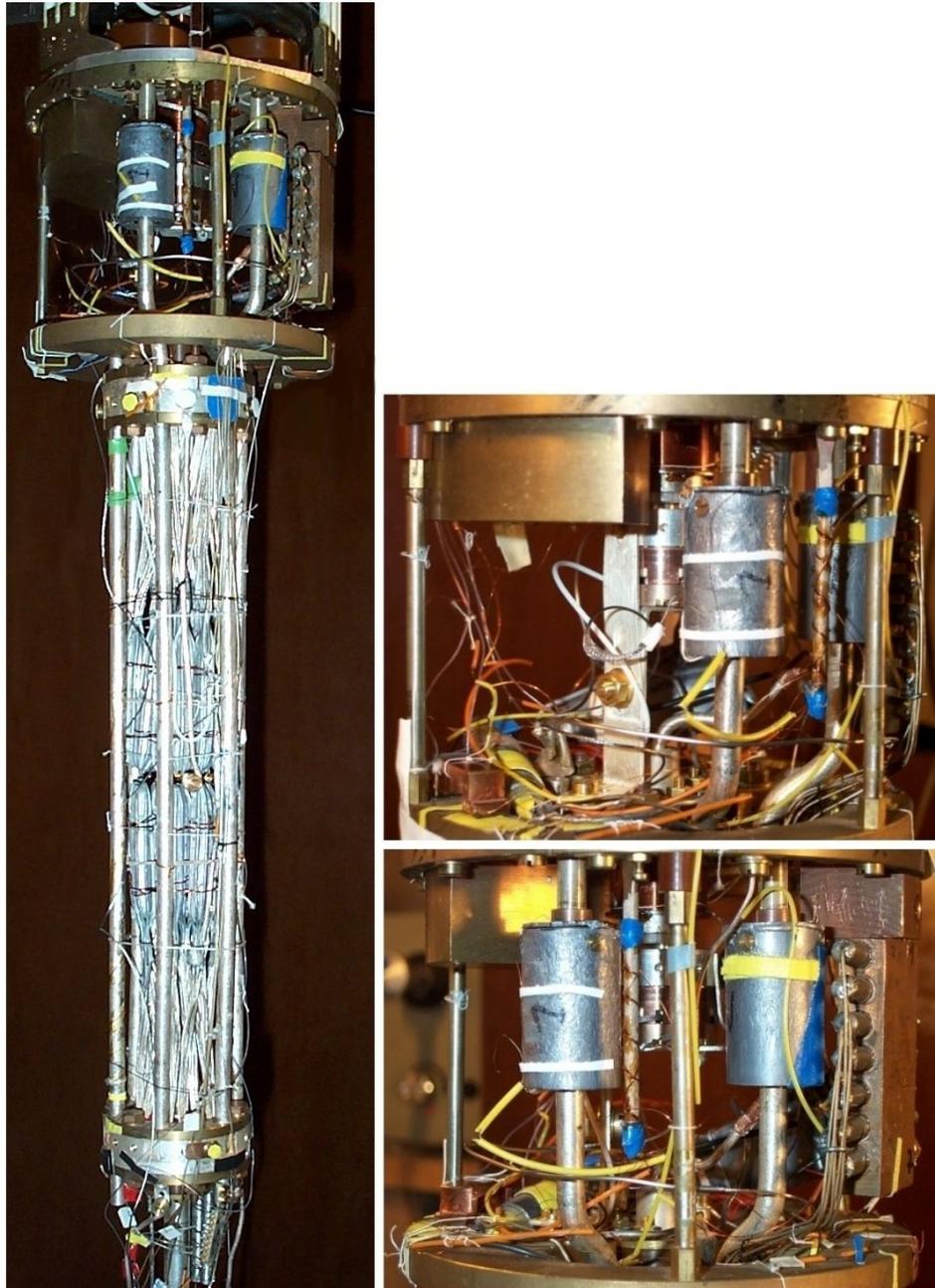


Abbildung 4.2: Foto der PrNi_5 Kernstufe der „Bayerischen Millimühle 2“. Am oberen Bildrand befindet sich der Stufenwärmetauscher, darunter die Mischkammer und die beiden Wärmeschalter. Im ersten Teilbild kann man dahinter Messzelle und Silberhalterung erkennen, sowie das untere Ende der Magnetometer-Feldspule.

Thermisches Niveau	Temperatur	Kapillarlänge	Kapillardurchmesser
4K-Flansch	4,2 K	0,15 m	0,6 mm
kalte Platte	1,2 K	0,45 m	0,1 mm
Destillationskammer	0,7 K	1,1 m	0,1 mm
Zwischenwärmetauscher	0,02 K	1,2 m	0,08 mm
Mischkammer	0,006 K	1,2 m	0,08 mm
Kernstufe	0,0004 K	2,5 m	0,08 mm

Tabelle 4.1: Temperaturniveaus des Kühlsystems und Daten der thermischen Abfangungen der ^3He -Kapillaren.

das Gashandlingsystem – befinden sich im Inneren eines elektrisch abgeschirmten Bereiches. Daraus hinaus geführt wurde die meiste Zeit nur ein BNC-Kabel für die NMR-Messungen. Die Kapazitätsmessbrücke wurde vor allem bei der Zucht des ^3He -Kristalls benötigt. Während der Magnetisierungsmessungen waren die Anschlüsse wegen der hohen Wärmelast durch die digitale Messbrücke in der Regel getrennt.

4.2 Kühlsystem

Als Kühlsystem wurde die „Bayerische Millimühle 2“ am Walther-Meissner-Institut genutzt. Sie besteht aus einem ^3He - ^4He -Mischkühler, an den über einen Wärmeschalter eine Kernstufe mit 0,9 mol PrNi_5 angeschlossen ist ([Abbildung 4.2](#)).

Durch den Mischkühler kann kontinuierlich eine Temperatur von etwa 6 mK aufrecht erhalten werden. Mit einem supraleitenden Magneten („6 T-Magnet“) wird ein magnetisches Feld von etwa 5 T für die adiabatische Entmagnetisierung der Kernstufe erzeugt. Die während der Magnetisierung entstehende Wärme ([Gleichung 3.29](#)) muss während einer Vorkühlzeit von ca. 5 Tagen abgeführt werden. Wenn die Temperatur der Kernstufe bei der Entmagnetisierung unter die Mischkammertemperatur fällt, kann der Wärmeschalter geöffnet und die Kernstufe thermisch entkoppelt werden. Die so erreichbare Endtemperatur liegt bei etwa 400 μK .

4.3 ^3He -Gashandlingssystem

Das Gashandlingssystem wird vor allem zum Beladen der Zelle mit ^3He verwendet. Ein Plan des Systems, das sich in Nieder- und Hochdruckseite unterteilen lässt, ist in [Abbildung 4.3](#) dargestellt. Als Vorratsbehälter dient ein Fass mit hochreinem (99,997%) ^3He , das zusammen mit dem Reiniger R2 und dem Manometer P3 zur Anzeige des Fassdruckes die Niederdruckseite bildet. Durch einen Fassdruck von etwa 0,25 bar wird verhindert, dass wertvolles ^3He bei einem kleineren Leck verloren geht, wogegen eingedrungene Luft eventuell mit Hilfe der Reiniger wieder entfernt werden kann. Das Gas kann dadurch außerdem einfach in das Fass abgelassen werden, das mit 30 l das bei weitem größte Volumen im System hat.

Bei den beiden Reinigern handelt es sich um mit Aktivkohle gefüllte Metallrohre, die in flüssigen Stickstoff getaucht werden. Verunreinigungen im durchströmenden Gas sollen dort ausfrieren, wogegen das Heliumgas aufgrund des niedrigen Siedepunktes (siehe [Tabelle 3.1](#)) ungehindert passieren kann. Der Kontakt zu anderen Gasen mit dieser Eigenschaft – insbesondere aber ^4He – ist unter anderem deshalb unter allen Umständen zu vermeiden, da diese mit Hilfe der Reiniger nicht entfernt werden können. Aufgefangene Verunreinigungen lassen sich durch einen Druckaufbau beim Aufwärmen der Reiniger feststellen und gegebenenfalls aus dem System abpumpen. Auf diese Weise können durch wiederholtes hin- und herpumpen des Gases auch Gasrückstände aus der Zelle gespült werden.

Um festes ^3He mit einem Druck von mehr als 35 bar zu erhalten, muss die Zelle mit über 50 bar ^3He beladen werden. Die Hochdruckseite des Systems ist deshalb für einen Druck von bis zu 60 bar ausgelegt. Der Aufbau des notwendigen Drucks erfolgt mit Hilfe des sogenannten Dipsticks. Dieser spezielle Reiniger kann in einer Kanne mit flüssigem Helium abgekühlt werden, wo er als Kryopumpe wirkt, da auch das ^3He an der Aktivkohle im Inneren adsorbiert. Einfach durch Aufwärmen des Dipsticks wird dann ein höherer Druck aufgebaut. Der Vorgang muss gegebenenfalls nach dem Beladen der Zelle mehrfach wiederholt werden.

Das digitale Manometer P1 (Wallace & Tiernan Diptron 3 Plus) verfügt zwar über eine höhere Genauigkeit von $\Delta P1 = \pm 0.01$ bar, hatte aber ein leichtes Leck, so dass zur Einstellung des Zelldrucks und für die Kalibrierung des kapazitiven Drucksensors das mechanische Manometer P2 verwendet wurde. Die Genauigkeit liegt daher etwa im Bereich von einem halben bar.

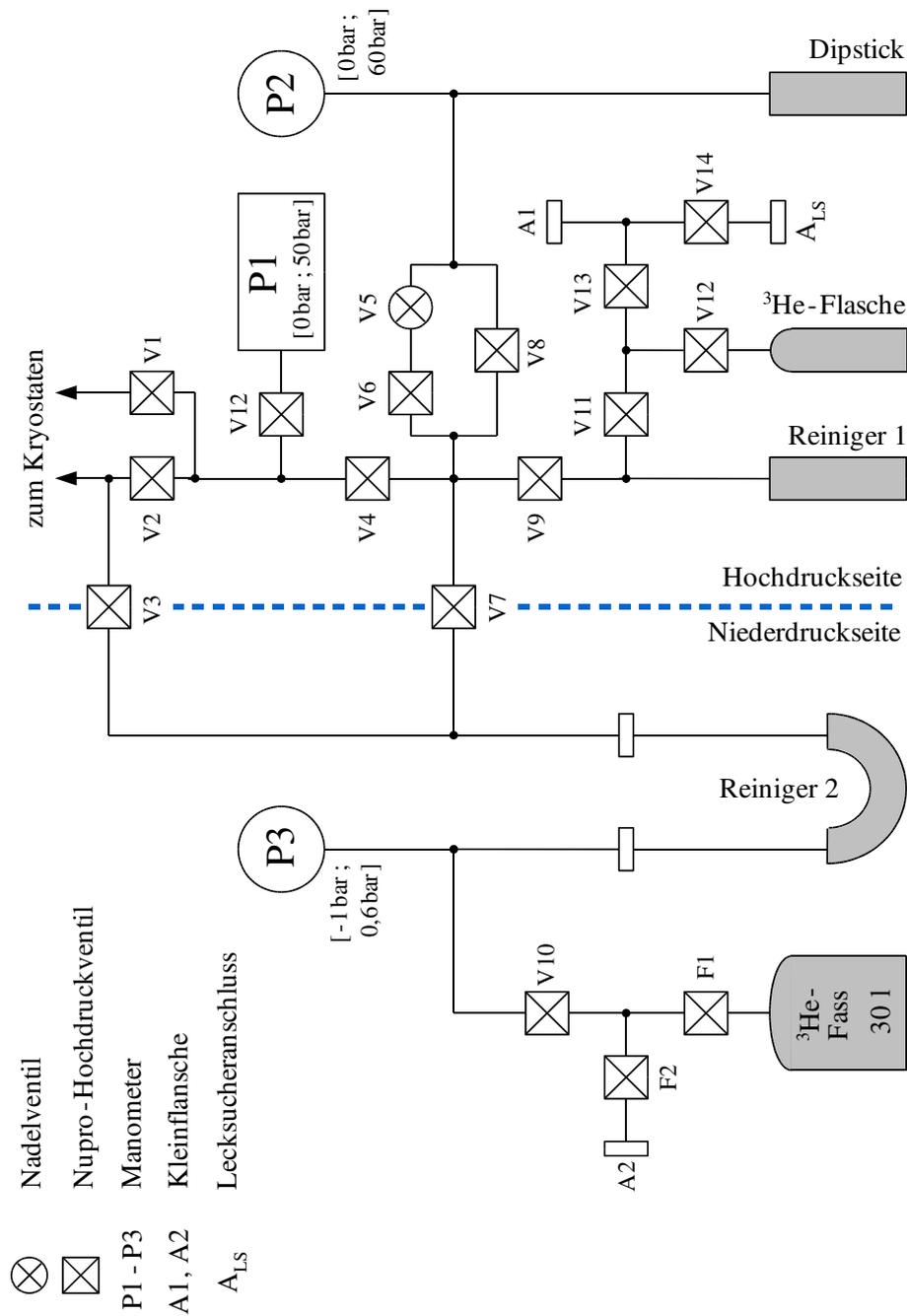


Abbildung 4.3: Plan des ^3He -Gashandlingsystem. Beide Reiniger sind fest installiert, der Dipstick ist an einer langen Kapillare befestigt, an der er in eine Helium-Kanne getaucht werden kann.

4.4 ^3He -Zelle

Die ^3He -Zelle ist in den [Abbildungen 4.5](#) und [4.4](#) dargestellt. Den oberen Teil der Messzelle bildet der zylindrische Ag-Zellkörper mit einem 3,6 cm langen Fortsatz für das Pickup-System des SQUID-Magnetometers. An den Ag-Zellkörper ist von unten mit einer Indium Dichtung ein kapazitiver Drucksensor verschraubt. Der ^3He -Kristall wird im mit Sinter gefüllten Fortsatz gezogen, wobei der Druck über die Durchbiegung der Membran des Drucksensors (siehe unten) verfolgt werden kann.

Die Bohrung im Fortsatz hat ein Gesamtvolumen von $0,135\text{ cm}^3$ und ist mit Sinter aus 700 \AA Silberpulver („Japanese Powder“) gefüllt. Mit tieferer Temperatur wächst der Kapitza-Widerstand über die Ag-Oberfläche zum Helium proportional zu T^{-2} an. Außerdem besitzt das feste ^3He selbst eine schlechte Wärmeleitfähigkeit und setzt beim Phasenübergang aus der paramagnetischen Phase latente Wärme frei. Durch den Sinter vergrößert sich die Oberfläche von wenigen cm^2 bei einem Füllfaktor von 45% auf etwa $9,5\text{ m}^2/\text{cm}^3$ [23]. Die Größe der Silber-Oberfläche dieser Zelle liegt daher im Bereich von $1,3\text{ m}^2$. Damit soll die gleichmäßige Kühlung des gesamten ^3He -Volumens während einer akzeptablen Zeitkonstanten gewährleistet werden. Leider hat sich diese Hoffnung zunächst nicht bestätigt, wodurch für die Kühlung des ^3He -Kristalls bis in den Bereich von 1 mK ein Zeitraum von mehreren Tagen nötig war.

Um die Oberfläche des Pulvers von Verunreinigungen zu befreien, wurde das Silberpulver im Vakuum etwa 45 min lang bei einer Temperatur von $120\text{--}140\text{ }^\circ\text{C}$ getempert, wobei dieser Bereich andererseits nicht überschritten werden sollte, um nicht zu viel Oberfläche durch Verschmelzen der einzelnen Silberkörner zu verlieren.

Die Zelle ist über einen Silberbügel (siehe [Abbildung 4.4](#)) thermisch an der Kernstufe verankert. Die Ankopplung wurde später durch zusätzliche Anbringung einer Silberstange mit 2 mm Durchmesser verbessert. Diese Maßnahme hatte jedoch auf die Zeitkonstante der Kühlung keinen deutlichen Einfluss, da diese offenbar durch den Kontakt zum festen ^3He oder dessen die Wärmeleitfähigkeit dominiert wird. Beide Silberteile wurden mehrere Stunden bei $800\text{ }^\circ\text{C}$ an Luft getempert.

Der kapazitive Drucksensor basiert auf dem Design einer ^3He -Schmelzdruckthermometerzelle von Dwight Adams und hat im wesentlichen den gleichen Aufbau wie er für die ^3He -Zelle für Kernspinresonanzmessungen von Frank Deppe [12] und Carmen Millán Chacartegui [13] verwendet wurde. Sowohl der Körper als auch die Kondensatorplatten des Drucksensors bestehen aus BeCu, wobei das Werkstück mit der Membran zusätzlich drei Stunden bei $320\text{ }^\circ\text{C}$ an Luft gehärtet wurde.

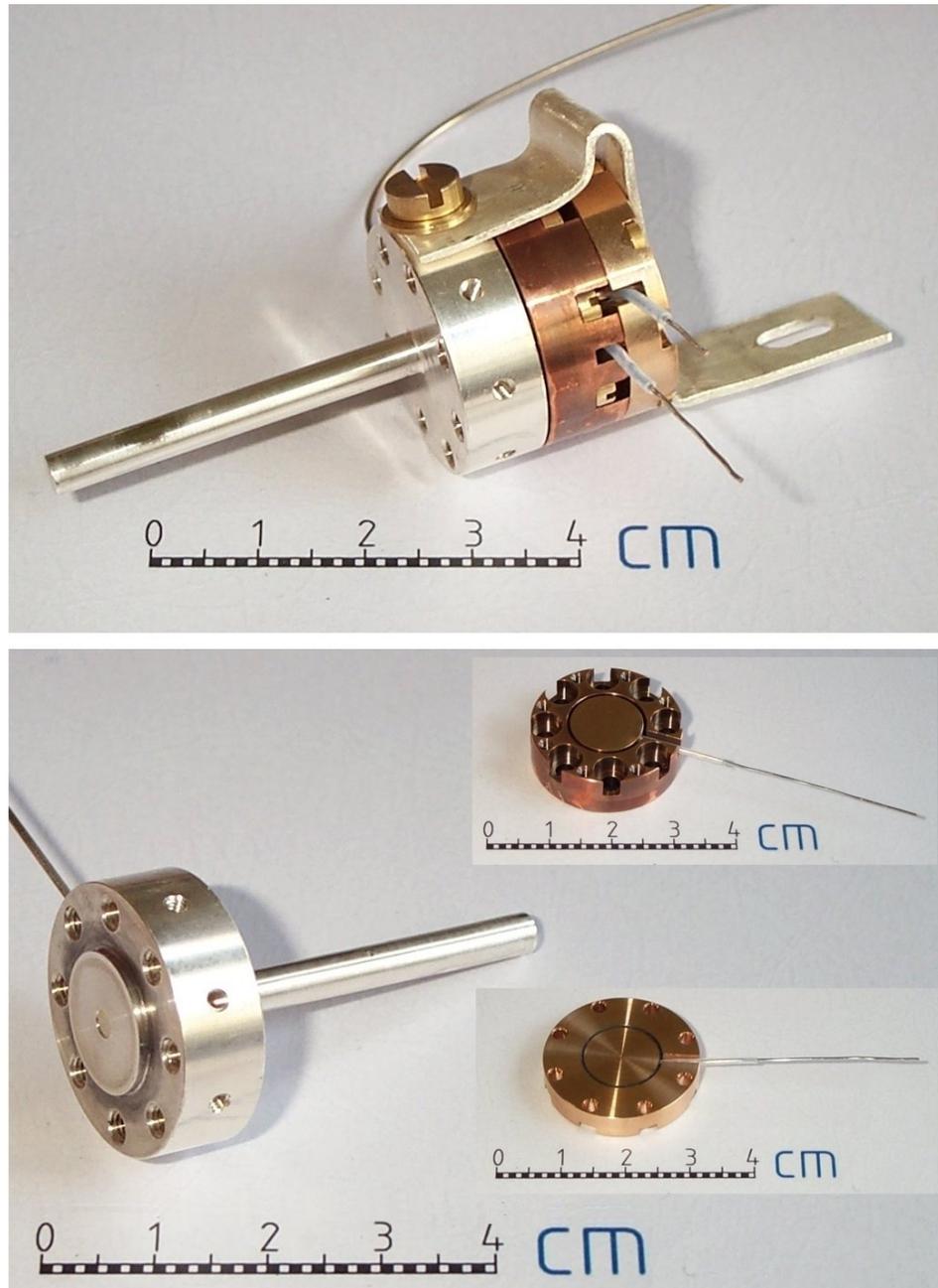


Abbildung 4.4: Foto der ^3He -Messzelle. Im unteren Teilbild sind der Sinter in der Mitte des Ag-Zellkörpers und die Kondensatorplatten des kapazitiven Drucksensors zu erkennen, oben ein Teil des Silberbügels, mit dem die Zelle thermisch an die Kernstufe gekoppelt ist.

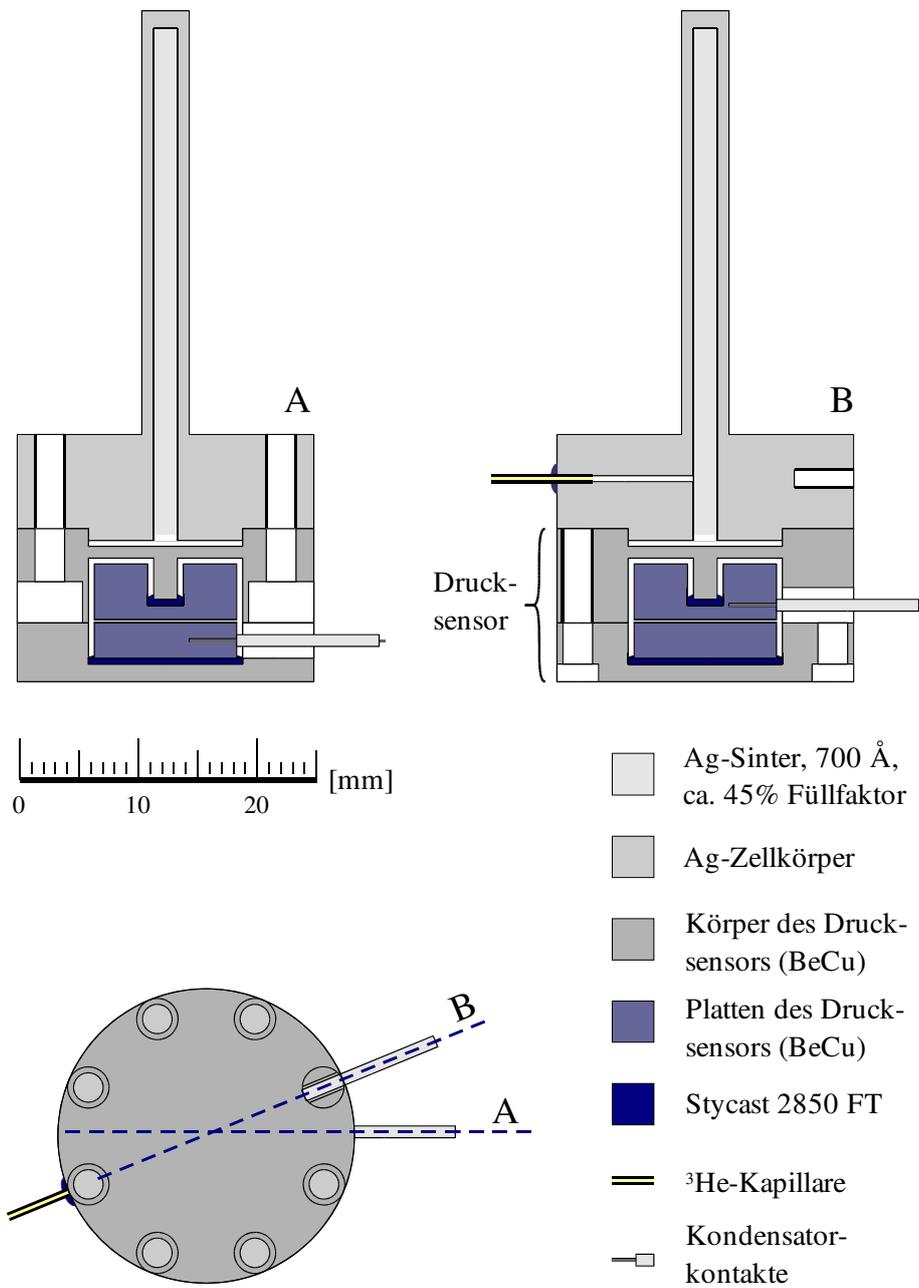


Abbildung 4.5: Schematische Darstellung der ^3He -Zelle. Die Messzelle ist mit einer Silberhalterung an der Kernstufe verankert, der Fortsatz des Ag-Zellkörpers befindet sich im Pickup-System des SQUID-Magnetometers.

Die Membran des Sensors wird durch den Druck im ^3He verformt, was sich unmittelbar auf den Abstand der Kondensatorplatten überträgt. Dieser ist mit $10\ \mu\text{m}$ so klein gewählt, dass der Sensor im relevanten Druckbereich von $0 - 60\ \text{bar}$ eine möglichst hohe Empfindlichkeit bietet, ohne dass sich jedoch die Platten bei hohem Druck berühren. Im Vakuum ergibt sich damit bei der hier verwendeten Geometrie der Platten eine Kapazität C_K von etwa $10\ \text{pF}$. Nach [24] gilt für den Druck in der Zelle

$$p = p_{\text{kurz}} - \frac{D}{C_K} \quad (4.1)$$

mit dem Kurzschlussdruck p_{kurz} des Kondensators und einer Konstanten D , die von Material und Geometrie des Sensors abhängig ist. Der gemessene Wert C setzt sich zusammen aus der Kapazität der Kondensatorplatten und der Messleitungen. Bei diesen handelt es sich um Koaxialkabel, die jeweils eine Kapazität gegenüber Masse besitzen und damit die Parallelschaltung einer Kapazität C_L darstellen. Damit gilt $C = C_K + C_L$ und daher

$$p = p_{\text{kurz}} - \frac{D}{C - C_L}. \quad (4.2)$$

Die Konstanten p_{kurz} , C_L und D wurden experimentell bei der Kalibrierung des Drucksensors mit Hilfe des Gashandlingsystems durch einen Fit über [Gleichung 4.2](#) bestimmt (siehe [Abschnitt 5.2](#)). Die Bestimmung von C erfolgte mit einer automatischen, digitalen Messbrücke (Andeen Hagerling 2500A).

4.5 SQUID-Anordnung

Das SQUID-Magnetometer befindet sich nicht direkt im Probenraum, sondern ist am 4K-Flansch im Heliumbad montiert. Flussänderungen im festen ^3He werden über ein Pickup-System auf das Magnetometer übertragen.

Eine supraleitende Drahtschleife („SQUID-Loop“) führt durch ein astatisches Paar von Pickup-Spulen um den Fortsatz der Messzelle und eine Einkoppelspule im Magnetometer. Da der magnetische Fluss durch den Supraleiter, also die gesamte Schleife, konstant bleibt (ein ganzzahliges Vielfaches des Flussquants ϕ_0), wird eine Flussänderung an der Probe unmittelbar in das Magnetometer übertragen. Das Pickup-System an der ^3He -Zelle ist in [Abbildung 4.6](#) dargestellt. Der SQUID-Loop ist durch die hohen Feldänderungen bei Feld-„Sweeps“ überlastet. Die Schleife kann daher an einer Stelle über die Sprungtemperatur T_c geheizt werden, um eingefrorenen Fluss zu entfernen.

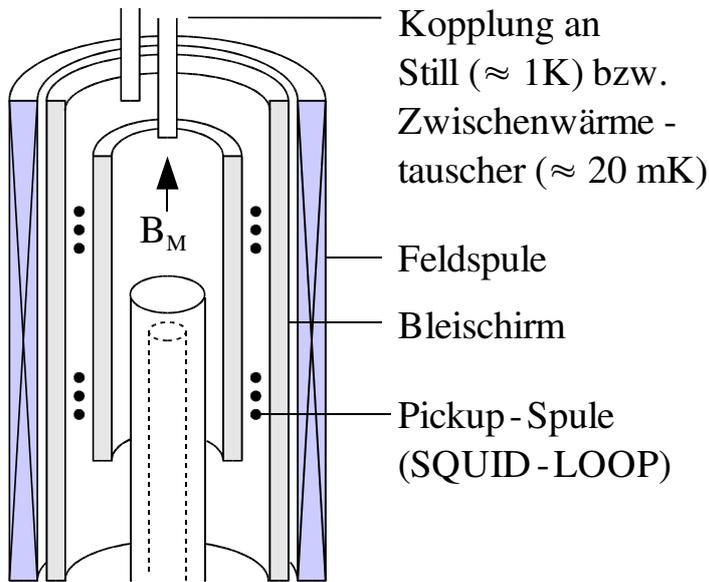


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung des Fortsatzes am Ag-Zellkörper im Pickup-System des SQUID-Magnetometers.

Das Pickup-System enthält eine Feldspule, mit der ein Messfeld zur Polarisierung der Probe erzeugt wird. Für die Magnetisierungsmessungen betrug das Feld $2,7\text{ mT}$ bzw. 26 mT . Das Feld wird während der Messung in einem Bleischirm eingefroren, der ebenfalls beheizt werden kann. Das Pickup-System war zu Beginn der Messungen thermisch an die Still-Temperatur gekoppelt. Um eine eventuelle Wärmelast durch Strahlung auf die Zelle zu reduzieren, wurde die Ankopplung später an den Zwischenwärmetauscher verlegt (siehe [Abschnitt 6.4](#)).

Bei dem verwendeten SQUID handelt es sich im Prinzip um einen Niob-Zylinder mit einem Punktkontakt. Der Zylinder ist dazu auf einer Seite durchtrennt und mit einer oxidierten Niob-Schraube versehen, so dass er an dieser Stelle schwach gekoppelt ist. Der Aufbau ist in [Abbildung 4.7](#) dargestellt.

Die Stabilität der SQUID-Steuerung (S.H.E. 330 SQUID Control) kann über ein Oszilloskop durch die Anzeige der typischen Dreiecksfunktion (siehe [Abschnitt 3.2](#)) kontrolliert werden. Die Feedback-Elektronik hält den Fluss im SQUID auf einem konstanten Wert und liefert damit ein lineares Maß für die Änderung der Magnetisierung der Probe. Variiert diese zu stark, erfolgen Flusssprünge um in der Regel $5\phi_0$, die bei der Auswertung der Daten berücksichtigt werden müssen. Das Signal wurde dafür mit einem Schreiber innerhalb der elektrisch abgeschirmten Kabine aufgezeichnet, um Störungen durch den Anschluss des Messrechners zu vermeiden.

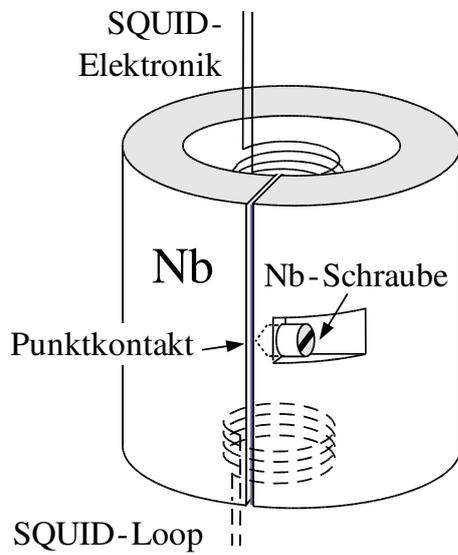


Abbildung 4.7: SQUID mit Einkoppelspule des SQUID-Loops und Spule der SQUID-Elektronik. Die Anordnung ist am 4K-Flansch im Helium-Bad montiert.

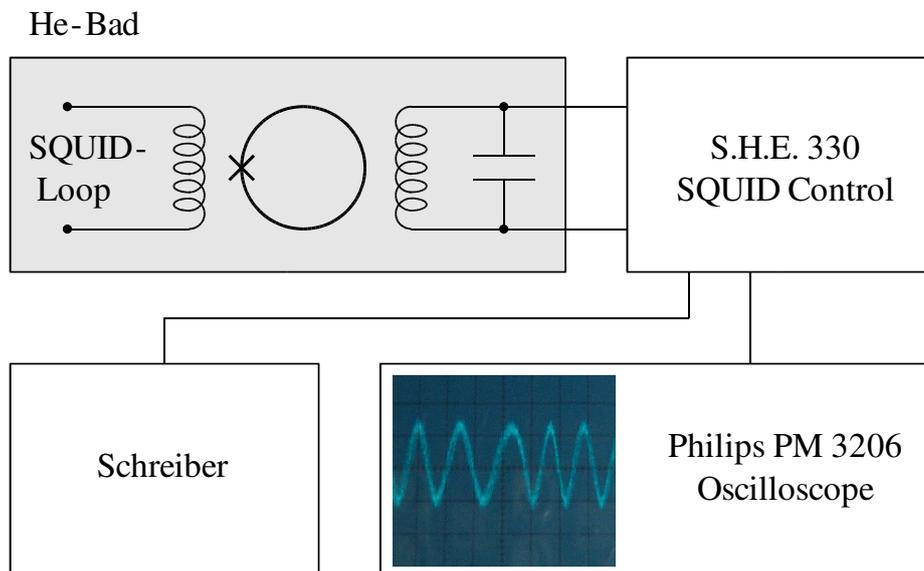


Abbildung 4.8: Schematische Darstellung der SQUID Elektronik. Der magnetische Fluss an der Zelle wird über den SQUID-Loop übertragen.

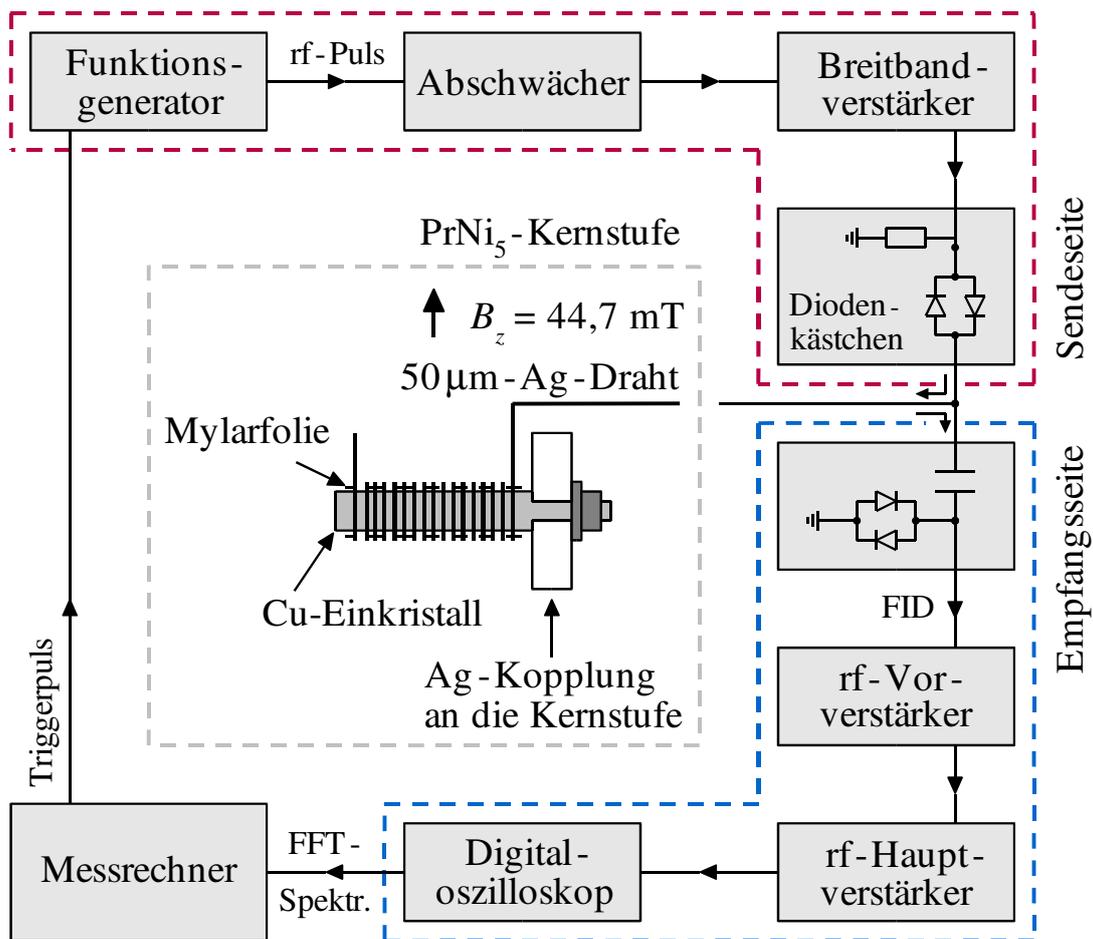


Abbildung 4.9: Aufbau für gepulste NMR. In der Mitte ist die NMR-Spule dargestellt, die thermisch an der Kernstufe verankert ist.

4.6 Aufbau für gepulste NMR

Der Aufbau für die Thermometrie der Kernstufe mit gepulster NMR ist in [Abbildung 4.9](#) gezeigt. Mit einem Funktionsgenerator (Rhode & Schwarz 1 μ Hz ... 20 MHz AFGU) wird ein Sinuswellenzug (rf-Puls) erzeugt, der über einen Breitbandverstärker (ENI 325LA, 250 kHz – 150 MHz) verstärkt wird. Da das Gerät einen konstanten Verstärkungsfaktor von 50 dB besitzt, ist ein Abschwächer um meistens 27 dB vorgeschaltet (Schlumberger Typ B1200). Ein Diodenkästchen schließt die Sendeseite ab und soll verhindern, dass es zu Rückkopplungen mit dem Resonanzsignal kommt, das ab dort über die gleiche Messleitung detektiert wird.

Die Messspule besteht aus einem Kupferkern, auf den ein Silberdraht gewickelt wurde ([Abbildung 4.9](#), Mitte). Der Kern ist mit einer $6\mu\text{m}$ dicken Mylarfolie vom Draht isoliert. Zur thermischen Ankopplung ist die Anordnung mit einer Silberstange horizontal an die Kernstufe geschraubt. Das äußere Magnetfeld B_z für die NMR-Messungen (in der Regel $44,7\text{ mT}$) wird ebenfalls mit dem 6T-Magneten der Kernstufe erzeugt. Es bestimmt die Polarisationsrichtung sowie die Resonanzfrequenz des Kupfers, auf die der rf-Puls abgestimmt werden muss. Das Feld der NMR-Spule ist senkrecht dazu ausgerichtet und „tippt“ die Kernmagnetisierung je nach Amplitude und Länge des rf-Pulses aus ihrer Gleichgewichtslage (siehe [Abschnitt 3.3](#)).

Das Signal aus dem freien Induktionszerfall („free induction decay“, FID) im Kupfer wird mit einem Vorverstärker (Matec 253) und schließlich dem Hauptverstärker (Matec 605, $100\text{ kHz} - 20\text{ MHz}$) verstärkt. Das Signal wird dann mittels eines Digitaloszilloskops (LeCroy 9310 AM) aufgezeichnet und digitalisiert. Der Vorverstärker ist durch den gesendeten Puls für eine kurze Zeit von $5 - 10\mu\text{s}$ überlastet, die Aufzeichnung des Signals beginnt daher mit einer entsprechenden Verzögerung. Das Oszilloskop führt dann mit einem internen FFT-Algorithmus eine Fouriertransformation durch. Das resultierende Spektrum wird dann vom Messrechner ausgelesen.

Kapitel 5

Durchführung der Messungen

5.1 Vorbereitungen

Ein entscheidender Schritt während der Konstruktion der Messzelle neben der Anfertigung der verschiedenen Bauteile (siehe [Abschnitt 4.4](#) bzw. Konstruktionszeichnungen in Anhang B) war die Herstellung des Zellsinters. Das vorgesinterte Silberpulver musste dazu mit Hilfe eines eigens konstruierten Messingstempels in die Bohrung im Zellkörper gepresst werden. Dies geschah jeweils kalt mit einer Presskraft von etwas mehr als 200 N für die ersten Messreihen, entsprechend einem Druck von ca. 370 bar bezüglich der Fläche des Sinters. Bei einer späteren Erneuerung wurden mehr als 400 N aufgewendet. Die resultierenden Füllfaktoren wurden durch Wiegen der Zelle bestimmt und lagen bei 45% bzw. 70%. Nach der ersten Durchführung wurde die Füllkapillare mit blauem Stycast in die entsprechende Position geklebt. Diese Kapillare war jedoch blockiert, weshalb eine weitere Bohrung angebracht werden musste. Die andere endet blind und wurde zusätzlich mit Stycast abgedichtet.

Die beiden Kondensatorplatten des Drucksensors ([Abbildung 4.4](#)) wurden mit Hilfe einer Kunststoffzentrierung mit schwarzem Stycast planar zum BeCu-Gehäuse in ihre endgültige Position geklebt. Durch Hinterstechen der Platte im Deckel wurde dann der endgültige Abstand von 10 μm eingestellt. Die Messleitungen des Drucksensors wurden jeweils in Bohrungen an den beiden Platten gelötet, eine der Leitungen musste nachträglich mit Leitleber befestigt werden. Während der gesamten Montage des Drucksensors war genau darauf zu achten, dass die Platten weder untereinander noch zum Gehäuse elektrischen Kontakt haben. Der Drucksensor wurde schließlich mit Messingschrauben unter dem Zellkörper befestigt. Als Dichtung dient ein Ring aus Indium-Draht mit 1 mm Durchmesser.

Aufgrund der dünnwandigen Konstruktion des Zell-Fortsatzes mussten im Anschluss ausführliche Drucktests durchgeführt werden. Trotz der Gefahr der Kontamination der Zelle wurde daher ein Druckstand mit ^4He -Druckflasche verwendet. Die Messzelle wurde sowohl bei Zimmertemperatur als auch in flüssigem Stickstoff bis zu einem Druck von etwa 55 bar gründlich auf Lecks geprüft und eine erste Kalibrierung des Drucksensors vorgenommen.

Die Zelle wurde schließlich mit einer Silberhalterung an die Kernstufe des Kühlsystems geschraubt und der Fortsatz sorgfältig im Pickup-System des Magnetometers zentriert. Der Abstand zum Pickup-System beträgt dort nur 1 mm und thermischer Kontakt war unter allen Umständen zu vermeiden. Zur Entfernung von Verunreinigungen – insbesondere ^4He – wurde nach allen Umbauten mehrfach mit einigen bar Argon gespült und über längere Zeit auf Hochvakuum gepumpt. Noch bei Zimmertemperatur wurde die Zelle mit Hilfe des Dipsticks bis zu zehnmal unter Verwendung des Hochdruckreinigers im Gashandlingssystem ([Abbildung 4.3](#)) mit ^3He gespült.

5.2 Kalibrierung des Drucksensors

Die Kalibrierung des kapazitiven Drucksensors muss vor dem Start des Mischkühlers vorgenommen werden, da dann gleichzeitig die Zucht des ^3He -Kristalls stattfindet. Sobald die Kapillare dabei zufriert, kann der Druck nicht mehr von außen variiert werden. Die Kalibrierung wurde gegen das mechanische Dipstickmanometer P2 des Gashandlingssystems durchgeführt, da das Digitalmanometer P1 nur bis zu einem Druck von 50 bar ausgelegt ist und außerdem ein leichtes Leck hat. Der Fehler der Druckmessung liegt dadurch im Bereich der Ablesegenauigkeit dieses Manometers von ungefähr 0,5 bar und damit weit über dem statistischen Fehler.

Die Temperaturabhängigkeit der Materialkonstanten, insbesondere des Elastizitätsmoduls der Membran und der thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Bauteile, wirkt sich unter Umständen deutlich auf die Beziehung zwischen dem Druck in der Zelle und der Kapazität des Sensors aus. Michael Schuh [24] stellte bei einer Schmelzdruckthermometerzelle mit vergleichbarem Design keine wesentliche Temperaturabhängigkeit unterhalb der Temperatur von flüssigem Helium fest. Daher wurde hier von einem ausreichend flachen Verhalten der Membran in diesem Bereich ausgegangen und die Kalibrierung bei diesen Bedingungen vorgenommen.

Durch Erwärmen des Dipsticks wurde schrittweise Druck in der Zelle aufgebaut und nach einer Zeit von etwa 20 Minuten die Kapazität gemessen. Über die so gewonnenen Daten wurde die Beziehung nach [Gleichung 4.2](#) gefittet ([Abbildung 5.1](#)). Abweichungen zwischen verschiedenen Messreihen waren im wesentlichen auf eine veränderte Leitungskapazität nach Umbauten zurückzuführen. Der Fit mit Gnuplot liefert für die letzte Messreihe die folgenden Parameter:

$$p_{\text{kurz}} = 232 \text{ bar} \pm 6 \text{ bar} \quad (5.1)$$

$$C_L = 0,41 \text{ pF} \pm 0,3 \text{ pF} \quad (5.2)$$

$$D = 2207 \text{ bar pF} \pm 123 \text{ bar pF} \quad (5.3)$$

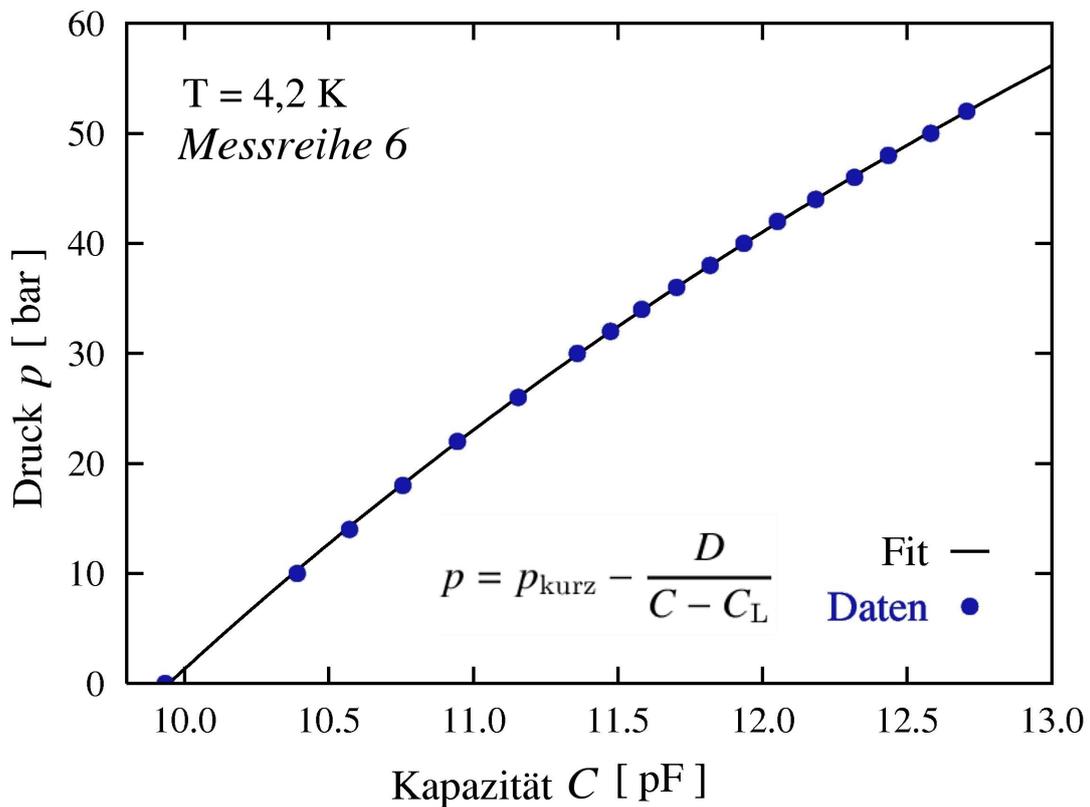


Abbildung 5.1: Beziehung zwischen der Kapazität des Sensors und dem Druck in der Messzelle. Die durchgezogene Linie repräsentiert einen Fit nach [Gleichung 4.2](#).

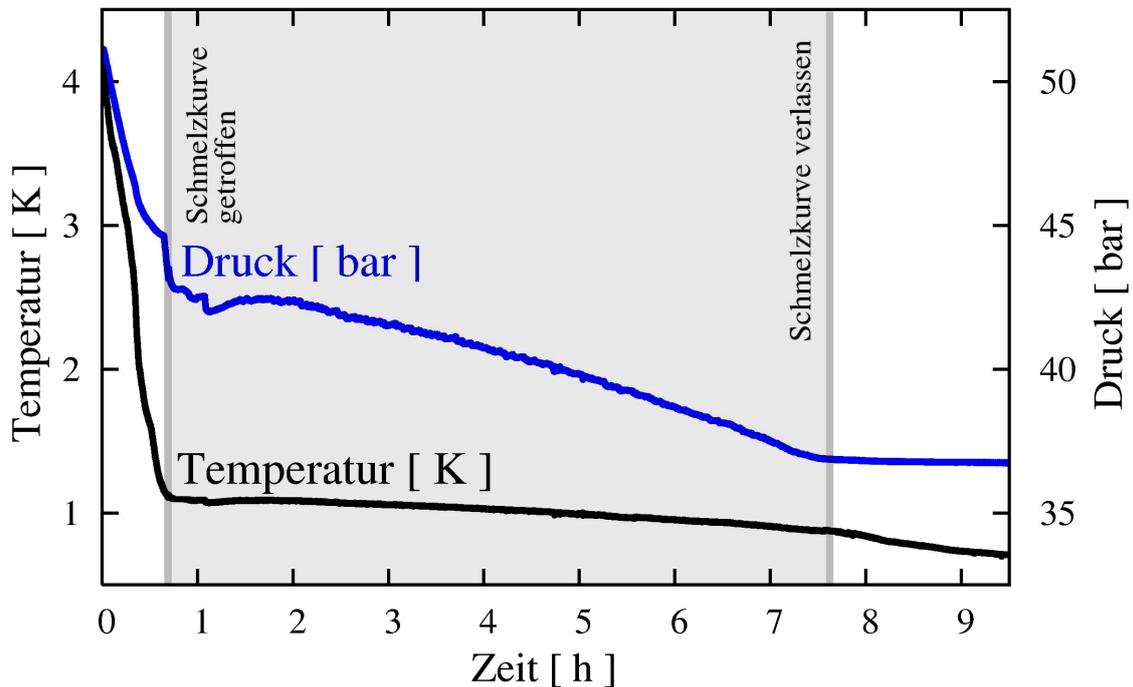


Abbildung 5.2: Temperatur- und Druckverlauf während der Kristallzucht für Messreihe 4 aus [Abbildung 5.4](#). ^3He wurde hier für 7 Stunden an der Schmelzkurve gehalten (schraffierter Bereich).

5.3 Kristallzucht

Beim Start des Mischkühlers frieren die ^3He -Kapillaren an der Still zu, wodurch im folgenden das Volumen in der Zelle bis zur blockierten Stelle konstant bleibt („Blocked Capillary Method“). Der Druck muss also vor dem Einkondensieren des Gemisches gesetzt werden. Er vermindert sich dann anfangs durch die thermische Kontraktion des flüssigen ^3He und schließlich durch die Bildung des Festkörpers entlang der Schmelzkurve um insgesamt etwa 15 bar ab, was bei der Einstellung des Startwertes berücksichtigt werden muss. Dieser lag zwischen 50 und 55 bar und kann nur durch experimentelle Erfahrungen mit der Zelle genauer festgelegt werden (siehe [Tabelle 5.1](#)). Nach dem Kondensationsvorgang sollte der Druck weitgehend konstant bleiben.

Die Kondensationskurven verschiedener Messreihen sind im Phasendiagramm in [Abbildung 5.4](#) gezeigt. Der Startdruck wurde bei 4.2 K eingestellt und dann mit der Kondensation des Gemisches begonnen. Mit sinkender Temperatur durchläuft man

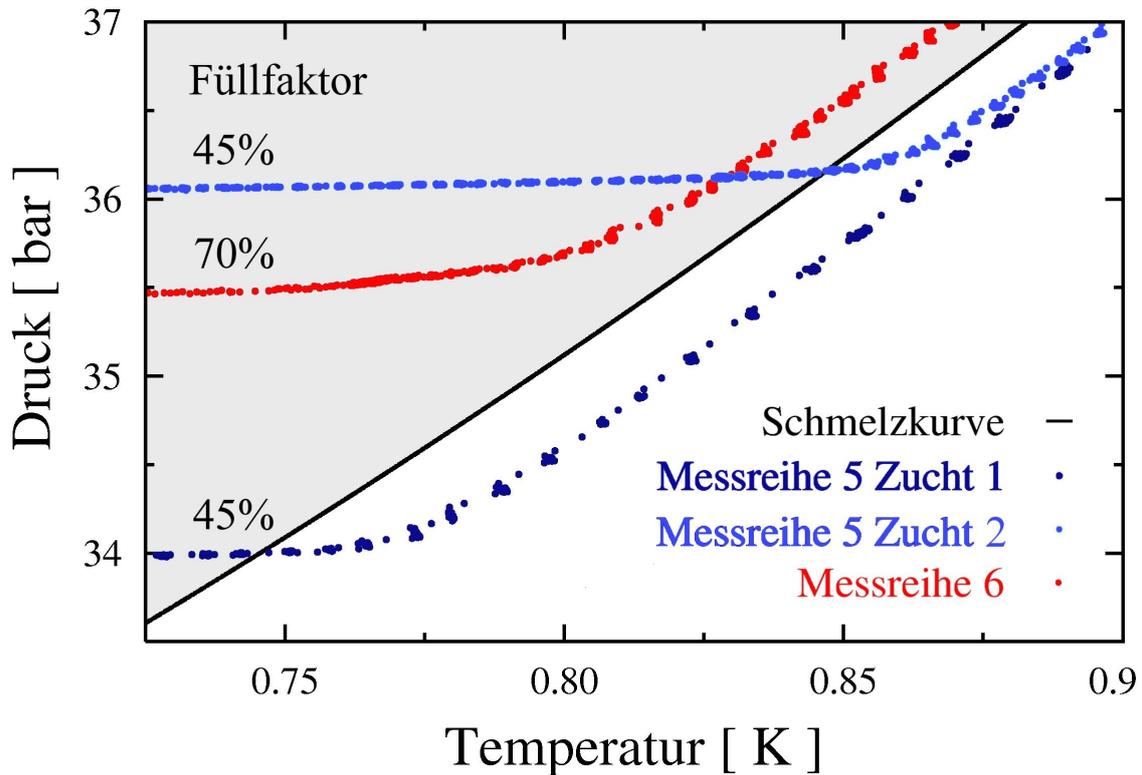


Abbildung 5.3: Ausschnitt aus [Abbildung 5.4](#) an der Schmelzkurve. Man erkennt die einzelnen Arbeitspunkte der Temperatur-Regelung sowie einen verzögerte Kristallbildung bei höherem Füllfaktor.

bei fallendem Druck die Nassdampfphase, bis die ^3He -Schmelzkurve erreicht wird, was durch einen steilen Abfall des Drucks deutlich wird. Durch analoge Regelung auf den Messwiderstand „R7“ wird dann versucht, einen möglichst langsamen Verlauf entlang der Schmelzkurve zu erhalten, um einen guten Einkristall zu bekommen. Wird kurz nach dem Erreichen der Schmelzkurve mit der Regelung begonnen, ist nur ein kleiner Teil des ^3He fest. Durch langsame Kühlung soll der Kristall dann nach und nach durch den Sinter wachsen („Keimauswahl“). Das dies durch die speziellen Eigenschaften des Quantenkristalls möglich ist, konnte mit Hilfe der Linienaufspaltung im NMR-Spektrum des festen ^3He nachgewiesen werden (siehe [Abbildung 2.3](#)). Diese konnte nur bei ausreichend langsamen Regelung entlang der Schmelzkurve (über 5 bis 6 Stunden) festgestellt werden. Da die hier verwendete Messzelle keine NMR-Spule enthält, wurde auf diesen Erfahrungswert zurückgegriffen.

Ist der eingestellte Startdruck zu niedrig, läuft man Gefahr, dass der Kristall die feste Phase bei niedrigeren Temperaturen durch die besondere Struktur der ^3He -Schmelzkurve wieder verlässt und schmilzt. Andererseits darf der Druck nicht zu hoch sein, da die Übergangstemperatur für den Phasenübergang zwischen paramagnetischer und U2D2-Phase dann zu tief liegt und die erforderliche Kühlung nicht mehr gewährleistet werden kann (siehe [Abbildung 3.3](#)).

Nach dem Verlassen der Schmelzkurve zeigte sich bei einer Temperatur von etwa 100 mK ein unerwarteter Druckabfall. Der Effekt war nicht reversibel und erschwerte die gezielte Einstellung des Drucks erheblich. Der Abfall betrug bis zu 3 bar, was in einem Fall dazu führte, dass die Schmelzkurve erneut (genau) getroffen wurde und die Kristallzucht wiederholt werden musste. In diesem Fall stieg der Druck durch das Schmelzen des festen ^3He erwartungsgemäß stark an. Es bildete sich dann ein Festkörper-Flüssigkeits-Gemisch mit einem Druck zwischen p_1 und p_2 .

Der Druckabfall konnte unabhängig vom Füllfaktor des Zellsinters beobachtet werden. Im Fall von 70% Füllfaktor (Messreihe 6) wurde die Schmelzkurve bei tiefer Temperatur ohne eine offensichtliche Zerstörung des Kristalls scheinbar um fast 2 bar unterschritten. Dieser Druckwert liegt insbesondere weit außerhalb der Unsicherheit aus der Kalibrierung des Drucksensors. Bei den folgenden Magnetisierungsmessungen konnte kein festes ^3He nachgewiesen werden, was darauf hindeutet, dass die flüssige Phase erreicht wurde. Warum jedoch dabei kein Druckanstieg beobachtet werden konnte und ob der vollständige Kristall oder nur Bereiche im Sinter bzw. im offenen Volumen über der Druck-Membran von diesem Effekt betroffen waren, ließ sich bislang nicht endgültig klären. Der Enddruck in Messreihe 5 lag ebenfalls 0.5 bar unterhalb der Schmelzkurve, die Magnetisierung des festen ^3He konnte hier jedoch gemessen und ein Übergang in die Niederfeldphase beobachtet werden ([Abbildung 6.11](#)). Durch die Bestimmung der Übergangstemperatur T_N über die Thermometrie der Kernstufe hätte man hier zur Kontrolle ebenfalls nach [Abbildung 3.3](#) das molare Volumen – also den Druck – bestimmen können, während dieser Messung konnte die NMR-Anordnung durch eine defekte Messleitung jedoch leider nicht eingesetzt werden.

Für die Bestimmung des molaren Volumens V_m für BCC- ^3He gilt nach [21]:

$$V_m \left[\text{cm}^3/\text{mol} \right] = \frac{45,528}{p [\text{bar}]^{0,17819}} \quad (5.4)$$

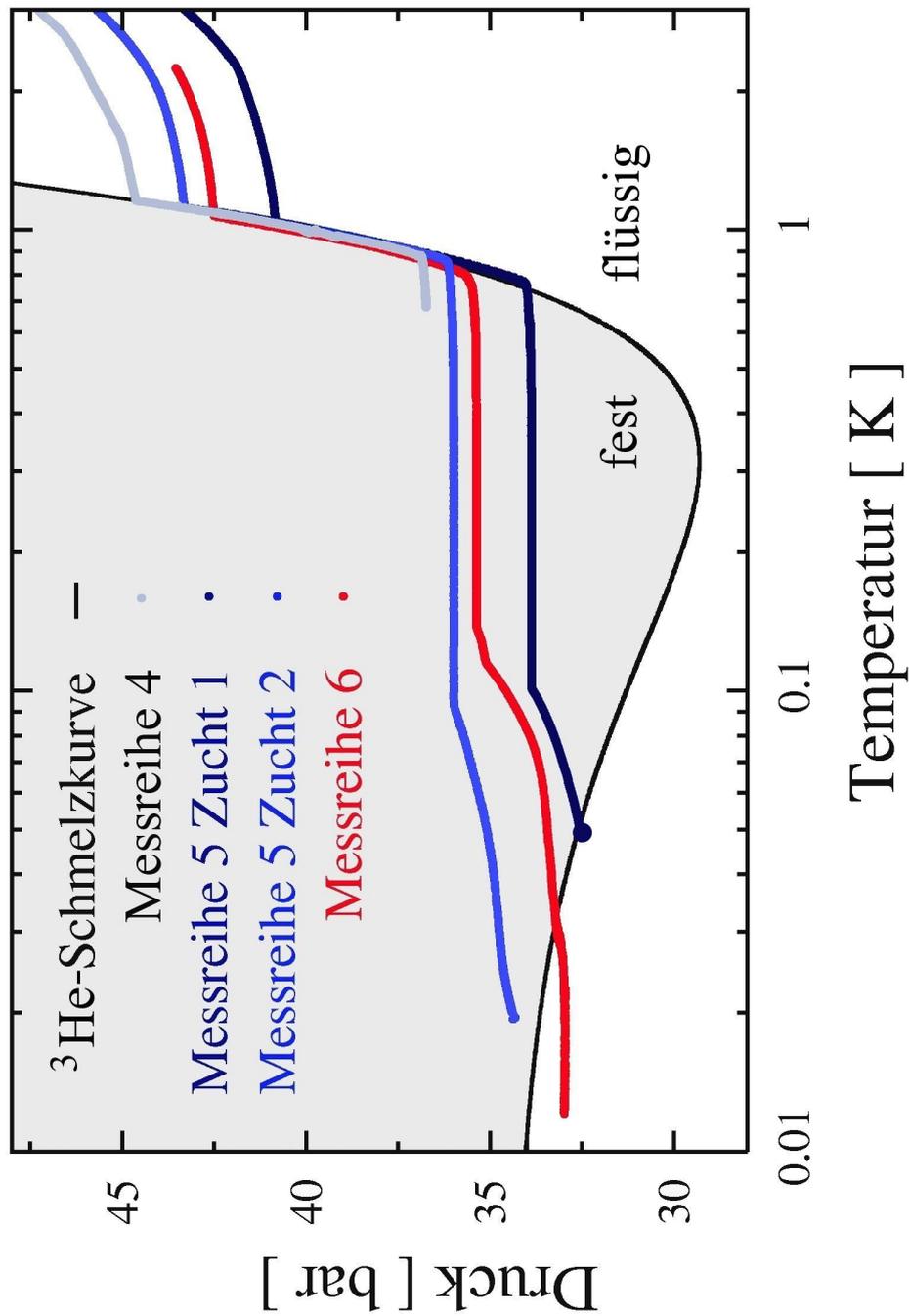


Abbildung 5.4: Kondensationskurven von ^3He im Phasendiagramm. Kristallzucht 1 in Messreihe 5 musste wiederholt werden, da die Schmelzkurve erneut getroffen wurde. Bei Messreihe 6 war ohne unmittelbares Anzeichen dafür dennoch kein festes ^3He mehr nachweisbar.

	$p(4,2\text{ K})$ [bar]	p_1 [bar]	p_2 [bar]	p_3 [bar]
Messreihe 3	53,9	46,3	39,9	38,4
Messreihe 4	51,2	44,7	36,7	35,3
Messreihe 5 Zucht 1 *	49,2	40,9	34,1	–
Messreihe 5 Zucht 2	50,6	43,4	36,0	33,9
Messreihe 6 †	50,1	42,5	35,8	33,1

Tabelle 5.1: Verschiedene Druck-Fixpunkte während der Kristallzucht. Bei p_1 und p_2 wurde die Schmelzkurve getroffen bzw. verlassen. p_3 wurde am Ende der Messungen bestimmt. Bei * wurde die Schmelzkurve erneut getroffen. Für † wurde der Sinter ausgetauscht, die Werte sind jedoch vergleichbar.

5.4 Magnetisierungsmessungen

Im Folgenden wird der typische Ablauf einer Messreihe beschrieben. Nach der Kristallzucht sind dabei erst einige vorbereitende Maßnahmen nötig. Für die SQUID-Messungen wurde mit der Feldspule zuerst ein magnetisches Feld von 26 mT gesetzt und im Bleischirm des Pickup-Systems eingefroren (siehe [Abschnitt 4.5](#)).

Im 6 T-Magneten wird zunächst bei Mischkammertemperatur das Messfeld von 44,7 mT erzeugt und die Kupfer-NMR-Linie gesucht. Aufgrund der Doppelstruktur durch die beiden Kupferisotope ^{63}Cu und ^{65}Cu kann diese einfach identifiziert werden. Mit der Larmor-Frequenz $\nu_L = \gamma B_z$ erhält man

$$\frac{\nu_L(^{65}\text{Cu})}{\nu_L(^{63}\text{Cu})} = \frac{\gamma(^{65}\text{Cu})}{\gamma(^{63}\text{Cu})} = 1,071 \quad (5.5)$$

für die relative Position der Linien. Die gyromagnetischen Verhältnisse γ sind gut bekannte Materialkonstanten und in [Tabelle 5.2](#) aufgeführt. Als Orientierungspunkte im Spektrum kann auch die absolute Position von einigen Mittelwellen-Radiosendern herangezogen werden, die trotz der Abschirmung des Kryostaten im NMR-Spektrum deutlich auszumachen sind.

Isotop	γ [MHz/T]	ν_L (44,7 mT)
^{63}Cu	11,29812	505,0 kHz
^{65}Cu	12,10351	541,0 kHz

Tabelle 5.2: NMR-Daten der beiden Kupferisotope.

Wenn die Magnetisierung um 90° aus der Gleichgewichtslage getippt wird, wird die Amplitude des Resonanz-Peaks maximal. Bei fester Amplitude des rf-Pulses kann man die Anzahl N der Wellenzüge variieren und Höhe des Resonanz-Peaks beobachten, um eine geeignete Einstellung herauszufinden. Für die Temperaturbestimmung wurden meistens ca. 30° -Pulse eingesetzt. Diese liefern ein klares Signal, das aber andererseits nicht so groß ist, dass die Amplitude durch die elektronische Verarbeitung verfälscht wird.

Für die adiabatische Entmagnetisierung wird dann mit dem 6 T-Magneten ein Magnetfeld von etwa 5 T erzeugt. Die entstehende Wärme muss bei geschlossenem Wärmeschalter abgeführt werden, wofür bereits eine Vorkühlzeit von mehreren Tagen notwendig ist. Entmagnetisiert wurde in der Regel durch einen linearen Sweep des Feldes bis auf das NMR-Messfeld. Spätestens wenn die Temperatur der Kernstufe unter die der Mischkammer abfällt muss dann der Wärmeschalter geöffnet werden, um die Kernstufe thermisch abzukoppeln.

Nach der Entmagnetisierung muss der SQUID-Loop kurzzeitig geheizt werden, um magnetischen Fluss abzubauen, der während der Überlastung beim Feld-Sweep eingefroren wurde. Von diesem Zeitpunkt an wird das SQUID-Signal am Schreiber aufgezeichnet, während sich die Kernstufe aufgrund der restlichen Wärmelecks wieder erwärmt. Dies geschieht während eines Zeitraums von mehr als 100 Stunden, falls die Kernstufe thermisch gut entkoppelt ist. Diese Wartezeit lässt sich nicht durch Heizen verkürzen, da die Zelle der Kernstufentemperatur zu langsam folgt und die Temperatur dann nicht mehr übertragbar ist.

Nur am Ende der Messung wird die Kernstufe über die Mischkammertemperatur geheizt, um mit Hilfe des erst oberhalb von 10 mK zuverlässigen Messwiderstandes einen Temperaturfixpunkt für die NMR-Messungen zu erhalten. Gleichzeitig verlässt

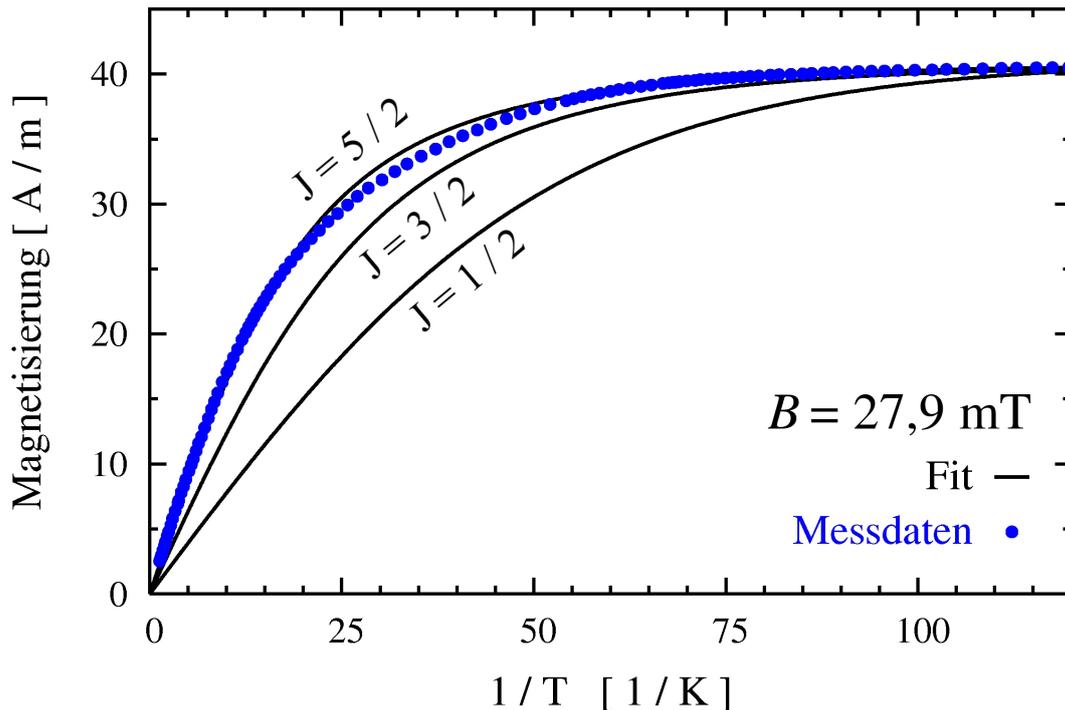


Abbildung 5.5: Magnetisierung der leeren Zelle. Die durchgezogenen Linien zeigen Fits nach Gleichung 5.7 für die Gesamtdrehimpulse $J = 1/2$, $3/2$ und $5/2$.

man dabei den Bereich, in dem die paramagnetische Magnetisierung des Untergrundes (Abschnitt 5.5) gesättigt ist und kann von einem Curie-Gesetz ausgehen. Da die Magnetisierung dann mit der inversen Temperatur linear gegen Null geht, kann man so bis auf einen konstanten Faktor den Absolutwert bestimmen, obwohl das SQUID-Signal nur die Messung relativer Änderungen zulässt.

5.5 Messung des magnetischen Untergrundes

Der Anteil des festen ^3He am SQUID-Signal beläuft sich auf weniger als 10%. Daher sollte unter sonst möglichst gleichen Bedingungen zu jeder Messung mit beladener Zelle ebenfalls eine Untergrundmessung ohne ^3He durchgeführt werden. Aus Zeitgründen wurde der Untergrund für diese Arbeit nur einmal bestimmt und für die Auswertung aller Messreihen benutzt.

Teilchendichte n [mol / m ³]	1,461	±	0,009
g -Faktor	1,995	±	0,011
Magnetfeld B [mT]	27,90	±	0,15

Tabelle 5.3: Ergebnisse aus dem Fit des paramagnetischen Untergrundes mit der Brillouin-Funktion zum Drehimpuls $J = 5/2$. Als ebenfalls freier Parameter wurde auch das Magnetfeld aufgenommen.

Das SQUID-Signalspannung verhält sich proportional zur Änderung des Flusses durch die Probe im Pickup-System. Um den Absolutwert zu bestimmen, wurden Daten aus einem Experiment an einem Supraleiter benutzt. Dessen Magnetisierung ist bekannt ($\chi = -1$) und andere Messungen können entsprechend skaliert werden.

Abbildung 5.5 zeigt die Messdaten mit Fits für Brillouin-Funktionen mit den Gesamtdrehimpulsen $J = 1/2, 3/2$ und $5/2$. Die beste Übereinstimmung mit den Daten ergibt sich für $J = 5/2$, was auf eine entsprechende Verunreinigung im Sinter schließen lässt. Die Fits wurden mit `Gnuplot` durchgeführt unter Benutzung der paramagnetischen Magnetisierung

$$M = \frac{N}{V} g \mu_B J B_J \left(\frac{g \mu_B J B}{k_B T} \right) \quad \text{bei} \quad x = \frac{g \mu_B J B}{k_B T} \quad \text{mit} \quad (5.6)$$

$$B_J(x) = \frac{2J+1}{2J} \coth \frac{2J+1}{2J} x - \frac{1}{2J} \coth \frac{1}{2J} x \quad (5.7)$$

mit der Dichte N/V der Atomrümpfe, deren Landéschen g -Faktor und dem Bohrschen Magneton μ_B . B_J ist die Brillouin-Funktion zum Gesamtdrehimpuls J . Tabelle 5.3 enthält die Resultate des Fits mit $J = 5/2$. Die gemessene Magnetisierung entspricht einer Verunreinigung von etwa 12 ppm im Ag-Sinter. Als effektive Magnetonzahl

$$p = g \sqrt{J(J+1)} \quad (5.8)$$

ergibt sich damit ein experimenteller Wert von 5,92. Verschiedene in Frage kommende Ionen sind in Tabelle 5.4 aufgelistet.

Ion	Grundzustandsterm	p berechnet	p gemessen
Fe^{2+}	${}^5\text{D}_4$	4,90	5,0
Fe^{3+}	${}^6\text{S}_{5/2}$	5,92	5,9
Mn^{2+}	${}^6\text{S}_{5/2}$	5,92	5,9
Mn^{3+}	${}^5\text{D}_0$	4,90	5,4

Tabelle 5.4: Effektive Bohrsche Magnetonzahlen p von Eisen- und Manganionen. Für $g = 2$ erhält man $p (J = 5/2) \approx 5,92$ [25].

Das SQUID-Signal variiert stark mit dem Messfeld B im Pickup-System. Die meisten Messungen wurden in einem Magnetfeld von 26 mT durchgeführt, wobei dieser Wert aufgrund des verwendeten Netzteils mit einer größeren Unsicherheit behaftet ist. Das Magnetfeld ist jedoch ebenfalls ein freier Parameter im Fit und kann daher auf diese Weise genauer bestimmt werden. Tatsächlich ergibt sich für die dargestellte Untergrundmessung ein Wert von 27,9 mT.

Kapitel 6

Ergebnisse und Diskussion

6.1 Überblick

Durch adiabatische Entmagnetisierung der PrNi_5 -Kernstufe unseres Kryostaten wurde festes ^3He mit unterschiedlichen molaren Volumina mehrfach in den Bereich unterhalb von 1 mK gekühlt und die Magnetisierung kontinuierlich mit Hilfe eines SQUID-Magnetometers verfolgt. Als unerwartet schwierig erwies es sich jedoch, die Néel-Temperaturen T_N (Abbildung 3.3) unterhalb von $902\ \mu\text{K}$ [1] zu erreichen und lange genug aufrecht zu erhalten. Erst nach etlichen Messreihen konnte ein Phasenübergang in die magnetisch geordnete Niederfeldphase beobachtet werden.

Die Durchführung jeder einzelnen Messung dauerte dabei mehr als zwei Wochen. Zu Beginn musste die Kernstufe etwa 5 Tage lang mit Hilfe des Mischkühlers im Magnetfeld vorgekühlt werden. Die eigentlichen Magnetisierungsmessungen erfolgten jeweils nach der adiabatischen Entmagnetisierung, während der langsamen Erwärmung durch restliche Wärmelecks bei geöffnetem Wärmeschalter. Trotz verschiedener Maßnahmen zur Verbesserung der thermischen Ankopplung der Zelle und erfolgreicher Reduzierung des Wärmelecks folgte die Temperatur des festen ^3He der Kernstufe nur mit einer Zeitkonstanten von mehr als 20 h.

Zunächst wird daher im folgenden Abschnitt auf die Thermometrie der Kernstufe und die Übertragbarkeit auf die Temperatur des festen ^3He eingegangen. Eine ähnliche Bedeutung kommt der Bestimmung des Wärmelecks zu, die im Anschluss diskutiert werden soll. Schließlich werden die Ergebnisse der Magnetisierungsmessungen vorgestellt. Anzumerken ist, dass die Zusammenstellung und Auswertung der Daten in dieser Form nur mit Hilfe verschiedener großteils selbst geschriebener Programme möglich war. Diese sind in Anhang A beschrieben.

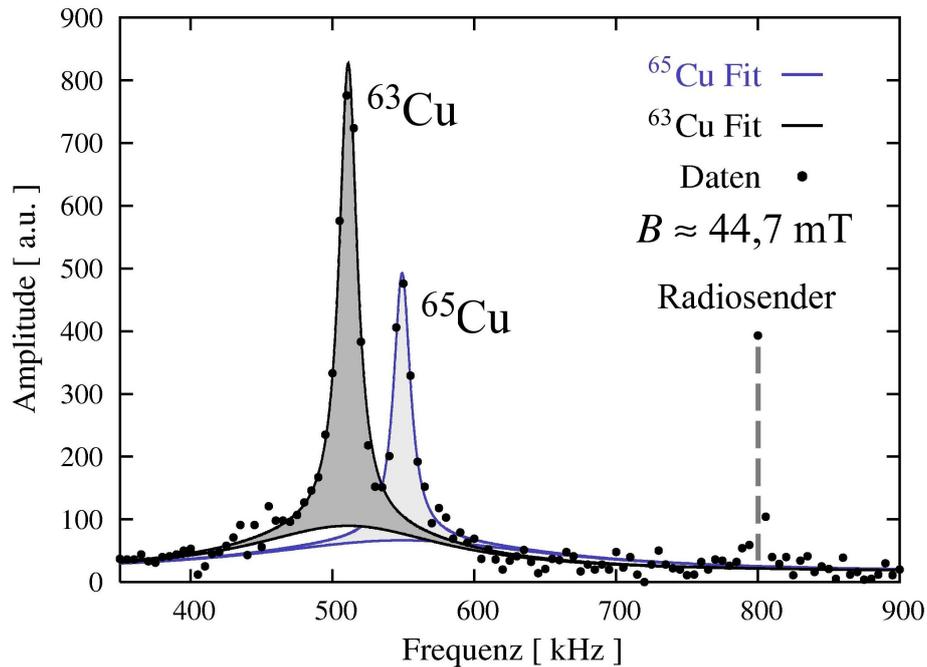


Abbildung 6.1: Kupfer-NMR-Spektrum bei 0,9 mK. Die durchgezogene Linie ist das Resultat eines Fits nach Gleichung 6.2. Die schraffierte Fläche ist ein Maß für die Temperatur des Kupferzylinders.

6.2 Thermometrie der Kernstufe

Die Temperatur der Kernstufe wurde mit dem in Abschnitt 4.6 beschriebenen Aufbau für gepulste NMR an einem Kupferzylinder bestimmt. Abbildung 6.1 zeigt ein typisches Spektrum, wie es nach der Fourier-Transformation des Signals aus dem freien Induktionszerfall vom Digitaloszilloskop ausgelesen wird.

Die eigentliche Kupfer-NMR-Linie ist eine Lorentz-Linie, die im Spektrum jedoch von einem breiten „Fuß“ überlagert wird, der durch die Fensterfunktion des internen FFT-Algorithmus des Oszilloskops entsteht. Nimmt man einen konstanten Rauschuntergrund I_0 an, lässt sich die Gesamtamplitude schreiben als

$$I(f) = \frac{A\Delta f}{(f - f_0)^2 - (\Delta f)^2} + \frac{A_{\text{Fuß}} \Delta f_{\text{Fuß}}}{(f - f_0)^2 - (\Delta f_{\text{Fuß}})^2} + I_0 \quad (6.1)$$

mit den Halbwertsbreiten Δf und $\Delta f_{\text{Fuß}}$. Im gewählten Feld von 44,7 mT beträgt die Resonanzfrequenz f_0 505 kHz.

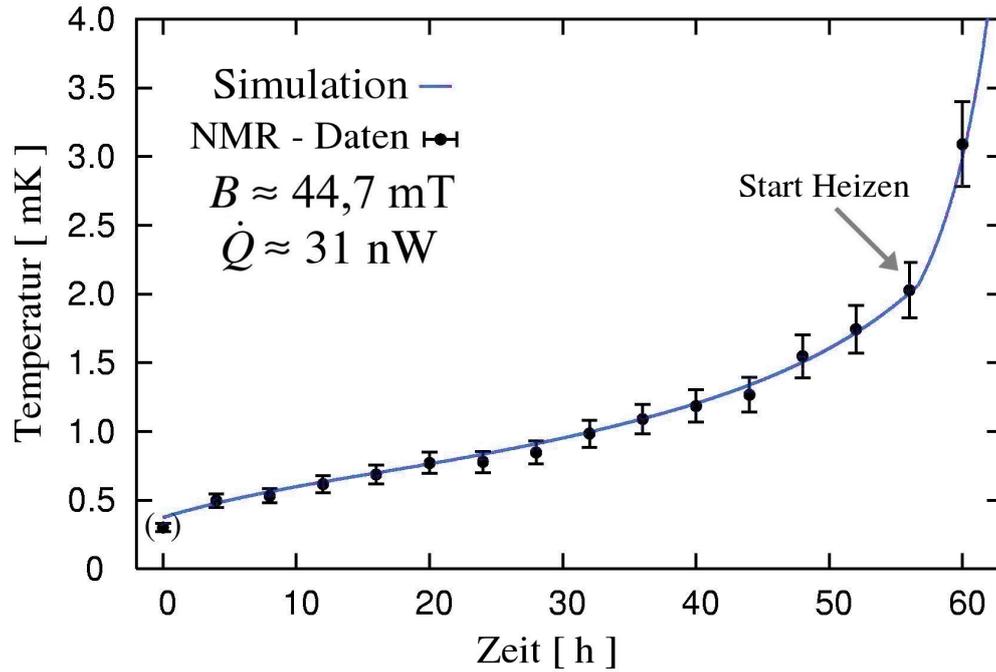


Abbildung 6.2: Aufwärmkurve der PrNi_5 -Kernstufe. Die Punkte zeigen die NMR-Daten, die durchgezogene Linie wurde durch numerische Rechnung mit dem Programm TSim (Anhang A.1) bestimmt.

Die Fläche A unter dem Peak ist ein Maß für die Magnetisierung der Probe. Da die Amplitude des Fußes einen festen Anteil a bezüglich des gesamten Peaks ausmacht, wurde eine Funktion der Form

$$I(f) = \frac{A\Delta f}{(f - f_0)^2 - (\Delta f)^2} + \frac{aA \Delta f_{\text{Fuß}}^2 / \Delta f}{(f - f_0)^2 - (\Delta f_{\text{Fuß}})^2} + I_0 \quad (6.2)$$

an die Daten gefittet. Zuvor wurden alle Spektren auf einen Frequenzbereich von 100 kHz bis 1 MHz beschnitten und sämtliche Störlinien entfernt. Der gewählte Bereich muss jeweils eine ausreichende Größe für den Fit haben, andererseits aber möglichst rauschfrei sein. Störlinien entstehen vor allem durch verschiedene Mittelwellen-Radiosender. Die ^{65}Cu -Linie wurde für die Fits am ^{63}Cu -Signal ebenfalls entfernt. Diese ist im Prinzip auch zur Thermometrie verwendbar, aber durch die Anregung abseits der Resonanzfrequenz in der Regel dispersiv verzogen und weicht von der symmetrischen Lorentz-Form ab.

Im hier untersuchten Temperaturbereich ist Kupfer kernparamagnetisch, man befindet sich also im Gültigkeitsbereich eines Curie-Gesetzes der Form $M \propto 1/T$, also $A \propto 1/T$. Die Curie-Konstante in Einheiten der Messung kann man bestimmen, indem bei Mischkammer-Temperatur T_{MK} mehrere NMR-Schüsse durchgeführt werden (oder dazu in den zuverlässigen Messbereich eines Kohlewiderstandes („R7“ über 10 mK geheizt wird). Man erhält so eine mittlere Fläche A_{MK} , nach der man den aufgenommenen Temperaturverlauf leicht skalieren kann:

$$T = T_{\text{MK}} \cdot \frac{A}{A_{\text{MK}}} \quad (6.3)$$

Aus Daten zur spezifischen Wärme von PrNi_5 (siehe [Abbildung 3.9](#)) lässt sich die Aufwärmkurve der Kernstufe numerisch berechnen und an die NMR-Daten anpassen. Auf diese Weise kann die Temperatur zwischen den einzelnen NMR-Schüssen interpoliert werden, um den Verlauf anschließend mit den kontinuierlichen SQUID-Messungen zu verknüpfen. Gleichzeitig liefert diese Prozedur eine gute Abschätzung für das vorliegende Wärmeleck. Wegen einer trotz wiederholten Reparaturversuchen mehrmals defekten NMR-Messleitung konnten außerdem nur für wenige Messreihen NMR-Daten gewonnen werden. Als Fixpunkte für die ersatzweise vorgenommene „Simulation“ standen dann lediglich die als bekannt angenommene Endtemperatur nach der Entmagnetisierung sowie Daten oberhalb der Mischkammertemperatur zur Verfügung.

Der mit NMR bestimmte Wert unmittelbar im Anschluss an die Entmagnetisierung betrug etwa $300 \mu\text{K}$. Die Ordnungstemperatur von Kupfer liegt jedoch weit unter der von PrNi_5 , weshalb man beim ersten NMR-Schuss durch die Entmagnetisierung des Kupferzylinders selbst einen Wert deutlich unterhalb der Kernstufentemperatur misst. Nach dem numerisch bestimmten Verlauf der Aufwärmkurve ergibt sich dagegen ein realistischerer Anfangswert von $400 \mu\text{K}$ für die Kernstufe. [Abbildung 6.2](#) zeigt den typischen Verlauf während einer Messung. Um sicher zu gehen, dass sich die Magnetisierung des Kupferzylinders wieder vollständig erholt, wurden die einzelnen NMR-Schüsse trotz eines kleinen Tipwinkels im Abstand von 4 Stunden durchgeführt – etwa entsprechend dem fünffachen der Spin-Gitter-Relaxationszeit τ_1 (siehe [Gleichung 3.32](#)). Die statistischen Fehlerbalken sind kleiner als die Punktgröße, die eingezeichneten Werte entsprechen der Unsicherheit durch die Bestimmung des Referenzwertes T_{MK} .

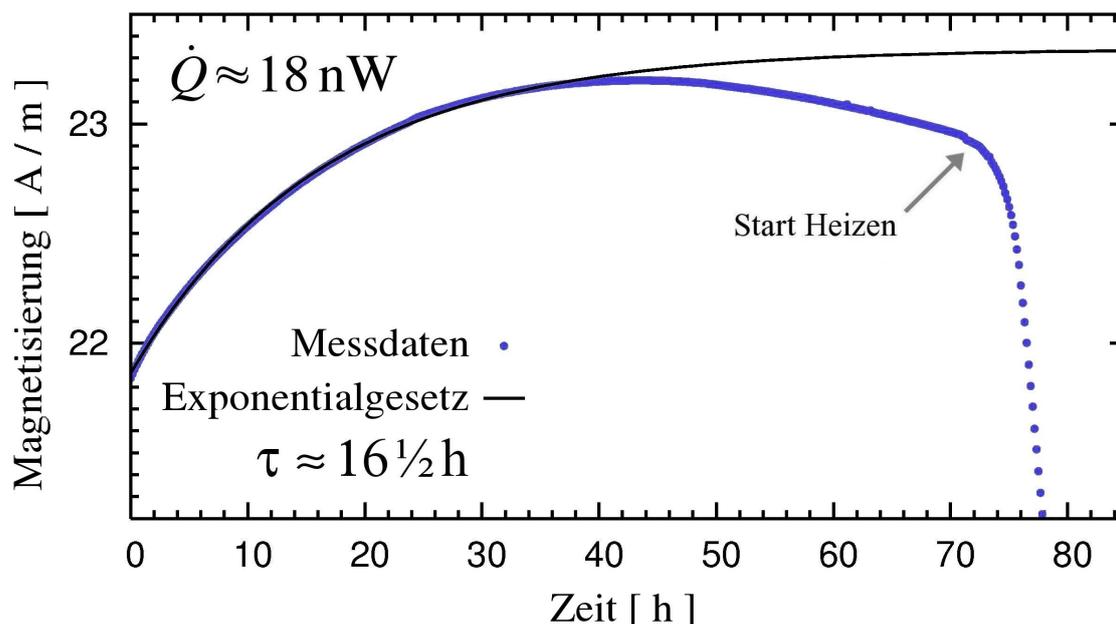


Abbildung 6.3: Zeitlicher Verlauf der Magnetisierung der beladenen Zelle unmittelbar nach der Entmagnetisierung der Kernstufe. Das Gesamtwärmeleck \dot{Q} konnte für die gezeigte Messung gegenüber der aus [Abbildung 6.2](#) etwas reduziert werden.

6.3 Kühlung des festen ^3He

Den zeitlichen Verlauf der Magnetisierung der beladenen Zelle unmittelbar nach der Entmagnetisierung der Kernstufe zeigt [Abbildung 6.3](#). Der magnetische Untergrund ist bereits nach etwa 30 min vollständig flach, der zeitabhängige Anteil ist demnach ausschließlich auf die Magnetisierung des festen ^3He zurückzuführen. Dieses befindet sich nach der Magnetisierung also in der kernparamagnetischen Phase mit einer erheblichen Temperaturdifferenz zur Kernstufe, die sich nur sehr langsam abbaut.

Der Vergleich mit [Abbildung 6.2](#) zeigt, dass die Kernstufentemperatur in der fraglichen Zeit bereits wieder auf 1 mK ansteigt. Die Temperatur des ^3He -Kristalls nähert sich währenddessen weitgehend exponentiell dem Minimum. Die sich ergebenden Zeitkonstanten lagen dabei teilweise bei mehr als $\tau = 20\text{ h}$. Die Néel-Temperatur T_N konnte so nicht erreicht werden.

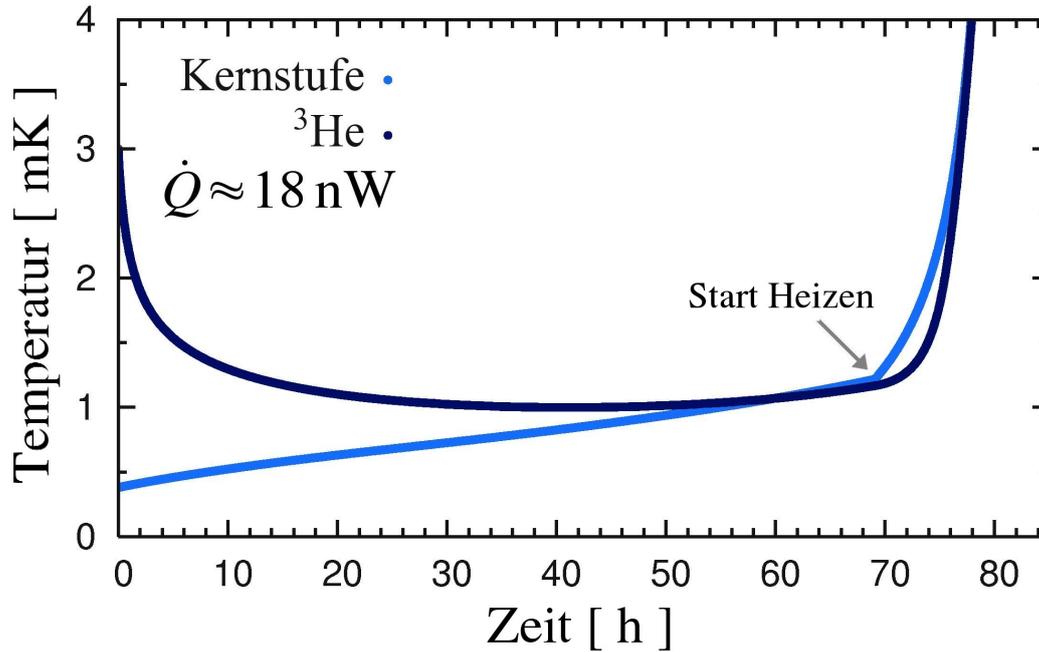


Abbildung 6.4: Berechneter Temperaturverlauf des festen ^3He und der Kernstufe nach der Entmagnetisierung. Aus numerischer Rechnung mit TSim unter den Bedingungen von [Abbildung 6.3](#).

Bei Annahme einer konstanten Kernstufentemperatur stellt sich im stationären Fall eine Temperaturdifferenz von

$$\Delta T = R \cdot \dot{Q}_{\text{He}} \quad (6.4)$$

zum festen ^3He ein, wenn dieses dem Wärmeleck \dot{Q}_{He} ausgesetzt ist. R ist der Wärmewiderstand des thermischen Kontaktes. Als Ursache für dieses Verhalten kommen also vor allem eine unzureichende thermische Ankopplung an die Kernstufe oder ein zu großes Wärmeleck direkt auf die Messzelle in Betracht. Beide Parameter bestimmen auch die Zeitkonstante τ . Der Wärmewiderstand zwischen Kernstufe und Kristall setzt sich im wesentlichen aus der Wärmeleitfähigkeit der Ag-Kopplung zur Kernstufe, dem Kapitza-Widerstand zwischen Silber und ^3He sowie der Wärmeleitfähigkeit des ^3He selbst zusammen. Im Verlauf der Messungen wurde versucht, diese Parameter systematisch so weit wie möglich zu optimieren. Hier wird ebenfalls die Bedeutung des Gesamtwärmelecks deutlich, das die Kernstufe wieder aufwärmt, und in [Abschnitt 6.4](#) diskutiert wird.

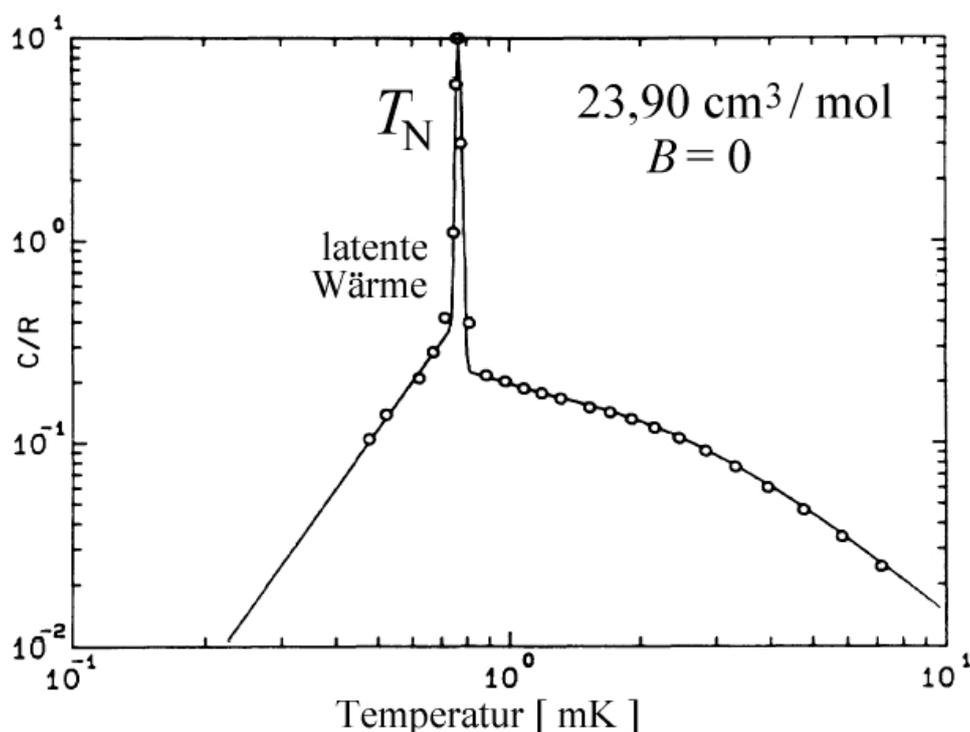


Abbildung 6.5: Spezifische Wärmekapazität von festem ^3He im Nullfeld. Nach D. S. Greywall und P. A. Bush [26].

Für eine bessere thermische Ankopplung der Zelle wurde zuerst eine zusätzliche, getemperte Silberstange mit 2 mm Durchmesser montiert. Diese Maßnahme zeigte jedoch keine Wirkung auf die Kühldauer, was auf eine Ursache im Sinter schließen ließ. Dieser sollte die Ag-Oberfläche vergrößern, um die möglichst gleichmäßige Kühlung des ^3He zu gewährleisten (siehe [Abschnitt 4.4](#)). Bei einer Erneuerung stellte sich heraus, dass der während der ersten Messreihen verwendete Zellsinter mit einem Füllfaktor von durchschnittlich 45 % im Bereich der Pickup-Spule des Magnetometers nur sehr schwach gepresst war oder sogar einen Hohlraum aufwies. Möglicherweise musste dadurch kompaktes ^3He gekühlt werden.

Durch die verzögerte Kühlung zur Kernstufentemperatur kann diese vor dem Magnetisierungsmaximum nicht und auch dann nur unter Vorbehalt auf das feste ^3He übertragen werden. Mit Hilfe von Daten zur Spezifischen Wärmekapazität ([Abbildung 6.5](#)) kann der Temperaturverlauf des ^3He -Kristalls jedoch ebenfalls abgeschätzt werden. [Abbildung 6.4](#) zeigt ein mögliches Szenario. Der Verlauf kann jedoch nur für

qualitative Überlegungen herangezogen werden, da zu viele nicht oder nur ungenau bekannte Parameter des Systems, insbesondere der Kapitza-Widerstand, in die Berechnung eingehen (siehe [Abbildung A.1](#)). Für die Auswertung der Magnetisierungsmessungen wurde deshalb auf die Temperatur der Kernstufe zurückgegriffen.

6.4 Bestimmung des Wärmelecks

Je nach molarem Volumen lag das Ziel der Kühlung bei einer Néel-Temperatur von $T_N \approx 650 \mu\text{K} - 900 \mu\text{K}$. Diese Temperaturen konnten durch Entmagnetisierung der PrNi₅-Kernstufe leicht erreicht werden. Durch die lange Kühldauer des festen ³He bestand jedoch die Notwendigkeit, eine noch niedrigere Temperatur für längere Zeit aufrecht zu erhalten. Ein Gesamtwärmeleck von über 20 nW, das die Kernstufe wieder aufwärmt, stellt dadurch bereits trotz sorgfältiger thermischer Ankopplung der Zelle ein kaum zu überwindendes Hindernis dar. Denkbare Ursachen neben einem direktem thermischen Kontakt sind unter anderem Wirbelströme im Messfeld oder Vibration des Kryostaten.

Für die Arbeiten von Frank Deppe [12] und Carmen Millán Chacartegui [13] konnte diese Übergangstemperatur in einer NMR-Zelle unter ansonsten vergleichbaren Bedingungen bereits während der Entmagnetisierung erreicht werden. Die Zelle dieser Arbeit unterscheidet sich bezüglich der thermischen Ankopplung im wesentlichen durch die Anbringung an einem Messplatz oberhalb der Kernstufe, wo sich der mit ³He gefüllte Fortsatz der Zelle im Pickup System des SQUID-Magnetometers befindet (siehe [Abbildung 4.6](#)). Dieser war erst an die Still-Temperatur von fast 1 K gekoppelt, was zu einer zusätzlichen Wärmelast führen könnte, die zudem direkt auf die Messzelle wirkt.

Die Wärmestrahlung durch die Fläche des Pickup-Systems berechnet sich nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz zu

$$\dot{Q}_B(T = 1 \text{ K}) = \sigma \cdot A \cdot T^4 \approx 37 \text{ pW} \quad (6.5)$$

mit der Stefan-Boltzmann-Konstanten $\sigma \approx 5,67051 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2 \text{ K}^4$ und der Strahlenden Fläche $A \approx 6,5 \text{ cm}^2$ des Pickup-Systems. Bei numerischen Berechnungen mit TSim hatte ein Unterschied von 10 pW bereits durchaus relevante Auswirkungen. Unter der Annahme, dass ein großer Teil der Strahlung absorbiert wird, stellt der Wert von 37 pW eine nicht zu vernachlässigende Belastung dar. Das Pickup-System wur-

de daher statt dessen an das thermische Niveau des Zwischenwärmetauschers mit ca. 20 mK gekoppelt. Diese Maßnahme zeigte jedoch ebenfalls keine Wirkung auf die Zeitkonstante der Kühlung. Die Leistung wurde demnach durch die thermische Ankopplung vollständig zur Kernstufe abgeführt oder war gegenüber der restlichen Wärmelast vernachlässigbar.

Wirbelströme im Messfeld konnten als Hauptproblem weitgehend ausgeschlossen werden, da sich der Temperaturverlauf in zwei verschiedenen magnetischen Feldern (2,7 mT bzw. 26 mT) glich. Für einen Zylinder mit der Leitfähigkeit σ erhält man dagegen

$$\dot{Q}_w \propto \sigma f^2 \Delta B^2 \quad (6.6)$$

bei einer Variation des Magnetfeldes um ΔB mit der Frequenz f . Analog müsste das Wärmeleck \dot{Q}_w durch Vibration in einem inhomogenen Messfeld demnach deutlich von der Feldstärke abhängen. Alle anderen Möglichkeiten treten in gleicher Weise im Fall der NMR-Messzelle auf, sind also keine grundsätzlichen Probleme der neuen Anordnung. Im Verlauf der Messungen wurde unter anderem versucht, durch stabilere Konstruktionen im Probenraum und bessere Entkoppelung des Kryostaten das vibrative Wärmeleck so weit wie möglich zu reduzieren.

Das tatsächlich Gesamtwärmeleck ergibt sich automatisch bei der Berechnung der Aufwärmkurve mit `TSim` aus der Leistung, die nötig ist, um die Kernstufe während der Messzeit auf eine bestimmte Temperatur am Ende der Messung aufzuheizen. Diese Vorgehensweise entspricht einer numerischen Integration der Gleichung

$$\dot{Q}(t) = C(T) \frac{dT}{dt} \quad (6.7)$$

mit der spezifischen Wärme $C(T)$ nach Kubota et al. [22]. Das derart bestimmte Gesamtwärmeleck konnte insgesamt schrittweise von mehr als 30 nW auf weniger als die Hälfte reduziert werden, wodurch sich die Kernstufe nach einer Entmagnetisierung folglich nur halb so schnell wieder erwärmte.

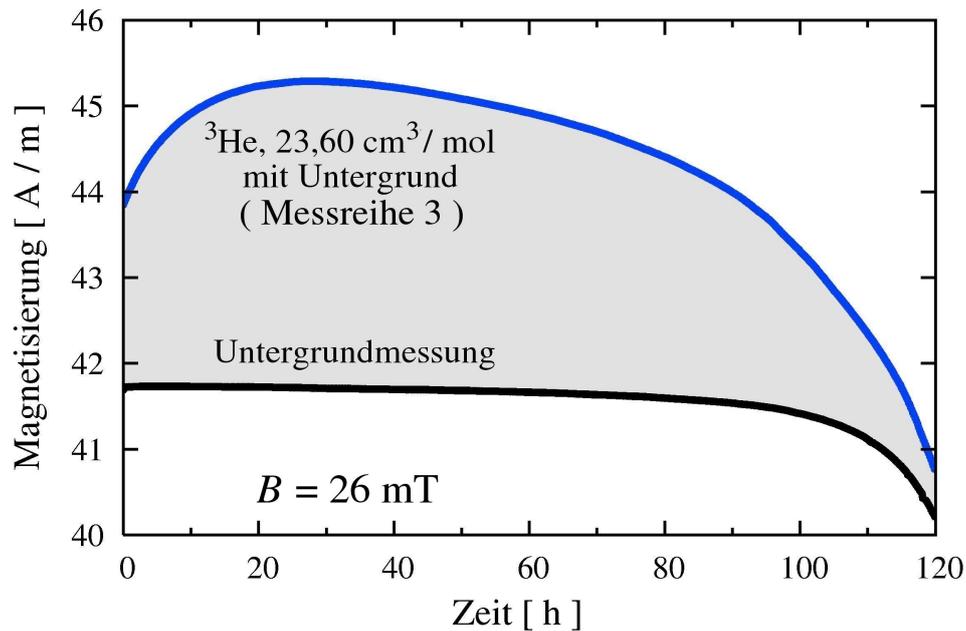


Abbildung 6.6: Zeitlicher Verlauf der Magnetisierung während einer gesamten Messung. Die Magnetisierung des festen ^3He ergibt sich aus der Höhe der schraffierten Fläche zwischen dem Verlauf der Untergrundmessung und den Daten mit beladener Zelle (blau).

6.5 Magnetisierung des festen ^3He

Den typischen Verlauf der Magnetisierung der beladenen Zelle während einer Messung, beginnend nach der adiabatischen Entmagnetisierung der Kernstufe, zeigt [Abbildung 6.6](#). Im Anschluss an die Entmagnetisierung hat der ^3He -Kristall eine Temperatur von ca. 2,5 bis 3 mK. Diesen Wert erhält man aus dem Vergleich der Magnetisierung mit dem Verlauf während des Aufwärmens oder numerischer Berechnung mit Zelle und Kernstufe. Das feste ^3He befindet sich in der paramagnetischen Phase, die Magnetisierung steigt innerhalb von etwa 30 Stunden auf einen Maximalwert, der also dem kältesten Punkt während der Messung entspricht (bezogen auf den ^3He -Kristall). Wie in [Abschnitt 6.3](#) erläutert wurde, ist die Temperatur der Zelle frühestens ab hier mit der Kernstufe vergleichbar. Im Bereich oberhalb von 10 mK kann die Temperatur direkt mit einem Kohlewiderstand („R7“) bestimmt werden. Ab 50 mK decken sich die Daten praktisch mit der Untergrundmessung (siehe [Abbildung 6.7](#)). Die Ma-

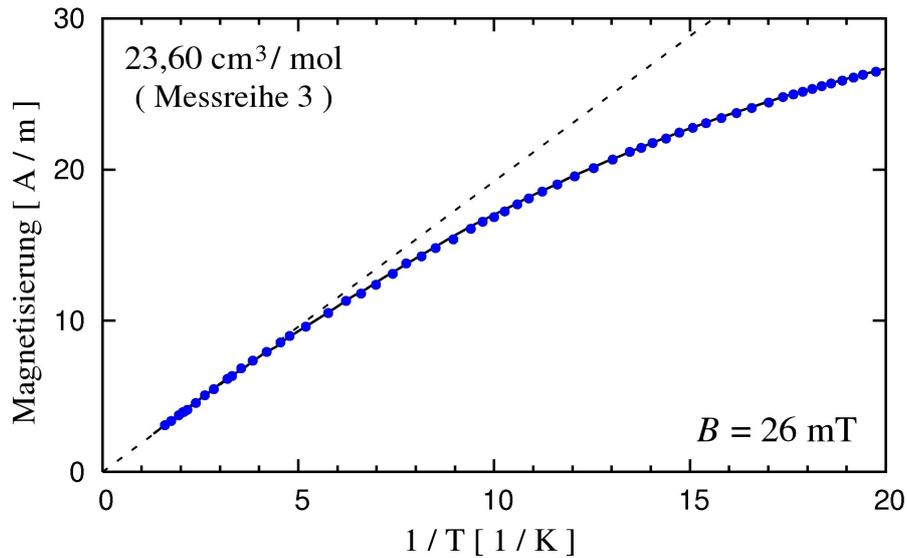


Abbildung 6.7: Magnetisierung der beladenen Zelle für $T > 50$ mK. Die Daten (blaue Punkte) decken sich in diesem Bereich mit denen aus der Untergrundmessung (durchgezogene Linie bzw. [Abbildung 5.5](#)). Ein Curie-Gesetz ist gestrichelt angedeutet.

netisierung der beladenen Zelle folgt für $T \rightarrow \infty$ also dem selben Curie-Gesetz. Die relativen Daten aus der SQUID-Messung müssen wie bei der Untergrundmessung um einen entsprechenden Betrag verschoben werden, um die Absolutwerte im Verlauf der Messung bestimmen zu können („Offset-Bestimmung“).

Um den Beitrag des festen ^3He zu separieren, wurde der Verlauf der Untergrundmessung an die Aufwärmzeit angepasst: Am Ende der beiden Datensätze wurde ein geeigneter Messpunkt mit gleicher Temperatur gewählt und anhand dessen zeitlich skaliert. Diese Vorgehensweise setzt voraus, dass jeweils ein konstantes Wärmeleck vorlag, also vorher unter anderem nicht geheizt wurde. Der Untergrund kann dann direkt von den Messdaten abgezogen werden. Die Aufwärmkurve der Kernstufe unterhalb von 10 mK wurde analog auf die Daten übertragen, gegebenenfalls unter Abgleich mit vorhandenen NMR-Messungen. Das Ergebnis für zwei Messreihen bei einem molaren Volumen von $23,60 \text{ cm}^3/\text{mol}$ bzw. $23,95 \text{ cm}^3/\text{mol}$ ist in [Abbildung 6.8](#) dargestellt.

Oberhalb von 10 mK ist der Beitrag vom festen ^3He verglichen mit dem magnetischen Untergrund zu klein, um sinnvolle Daten zu liefern. Bis hinab zu etwa 2,5 mK gilt auch für das feste ^3He wieder ein Curie-Gesetz. Die Magnetisierungsdaten wur-

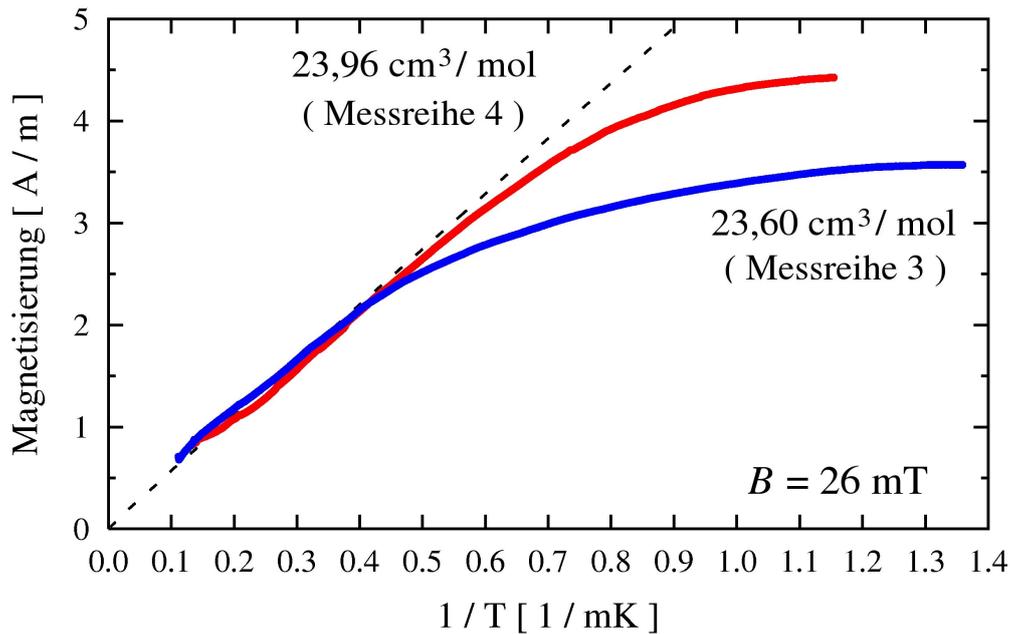


Abbildung 6.8: Magnetisierung des festen ^3He gegen die inverse Temperatur der Kernstufe. Das Curie-Gesetz ist gestrichelt angedeutet.

den hier gegebenenfalls wieder entsprechend verschoben. Dies entspricht lediglich einer Korrektur der bereits vorgenommenen Offset-Bestimmung und stellt keine unabhängige Manipulation dar. Unterhalb von etwa 2,5 mK, zeigt sich eine Abweichung vom Curie-Gesetz. In der Darstellung gegen $1/T$ beruht diese hauptsächlich auf der Temperaturdifferenz zwischen ^3He -Kristall und Kernstufe.

Der Kehrwert der Magnetisierung – aufgetragen gegen die Kernstufentemperatur – zeigt [Abbildung 6.9](#). Bei mehr als 4 mK gilt ein Curie-Weiss-Gesetz mit $\theta_w \approx -1,5$ mK bei 23,60 cm³/mol bzw. $\theta_w \approx -2$ mK bei 23,95 cm³/mol, entsprechend einem antiferromagnetischen Verhalten. Darunter weicht die Magnetisierung davon ab und scheint in einem etwa einem Gesetz mit $\theta_w \approx 0$ zu folgen. Dieser Effekt ist nicht durch falsche Thermometrie zu verstehen: War die Zelle hier wärmer als die Kernstufe, also der Temperatur-Wert in der Darstellung zu kalt, würde eine Korrektur die Abweichung noch vergrößern. Dass die Zelle im Verlauf der Aufwärmung kälter als die Kernstufe wird ist zwar prinzipiell denkbar, aber um die Abweichung vollständig zu erklären, hätte die Temperatur rechnerisch niedriger gewesen sein müssen, als die Übergangstemperatur T_N .

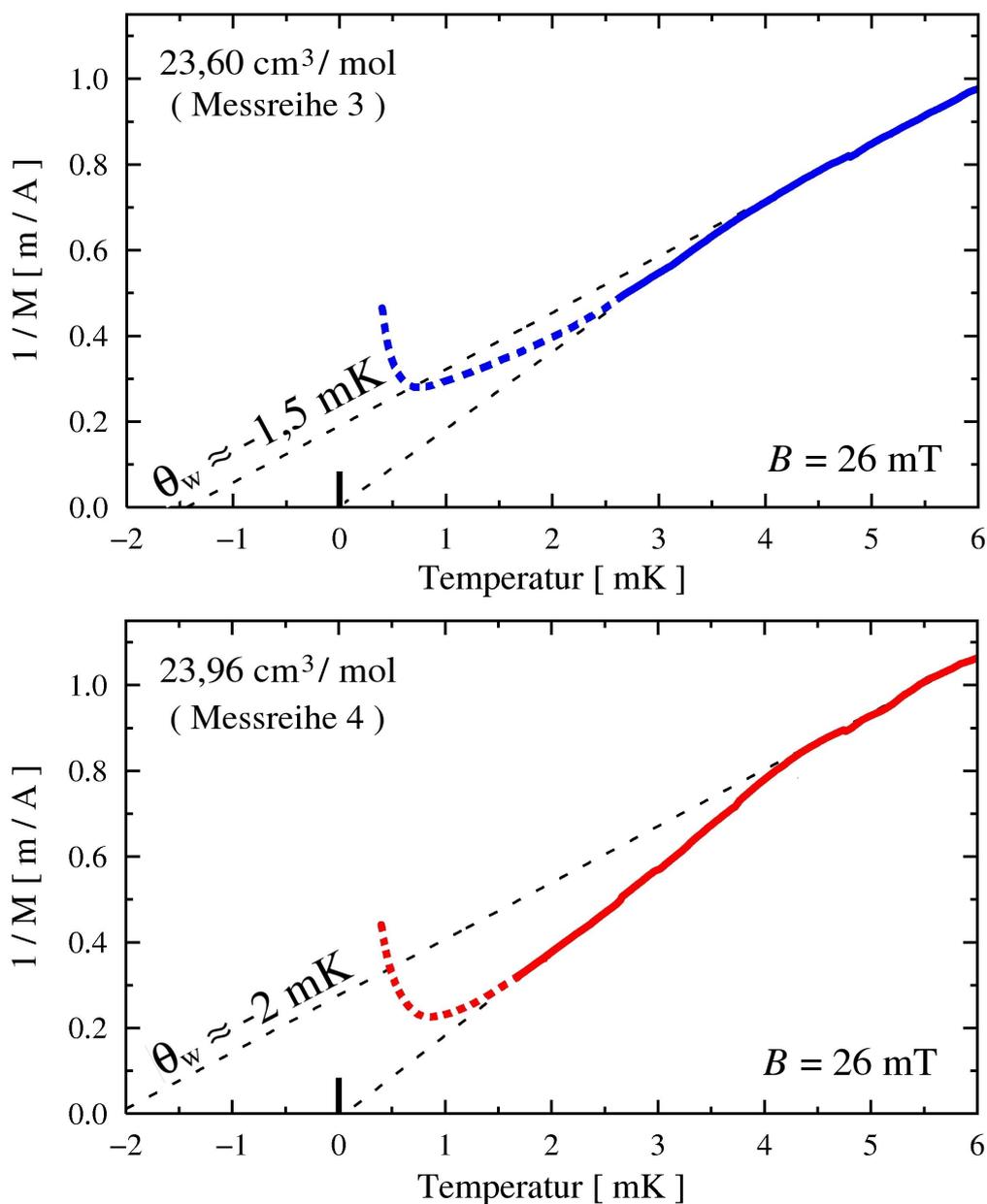


Abbildung 6.9: Inverse Magnetisierung des festen ^3He gegen die Temperatur der Kernstufe. Im gestrichelten Bereich ist die Temperatur noch nicht auf den Kristall übertragbar. Die tatsächlich erreichte Temperatur lag im Bereich von 1,5 mK bzw. 1,2 mK.

Um die thermische Ankopplung zu verbessern und die Zeitkonstante der Kühlung zu verringern, wurde zwischen den beiden Messreihen eine zusätzliche Silberstange (2 mm Durchmesser, getempert) an Zelle und Kernstufe geschraubt. Auf die Zeitkonstante der Kühlung hatte dies praktisch keinen Einfluss, die Endtemperatur konnte jedoch von etwa 1,5 mK in den Bereich von 1 mK verschoben werden. Falls ein Wärmeleck direkt auf die Zelle vorliegt, konnte durch diese Maßnahme nach [Gleichung 6.5](#) unter Umständen die Temperaturdifferenz zur Kernstufe verringert werden. Auf ein größeres ΔT könnte auch die Abflachung zurückzuführen sein, die in der oberen Abbildung erkennbar ist.

Der Bereich in dem die Daten vermutlich durch Thermometriefehler verfälscht sind, ist gestrichelt dargestellt. Kleinere Unregelmäßigkeiten, die in beiden Darstellungen auftreten, sind auf die Verwendung der selben Untergrundmessung zurückzuführen. Insbesondere die Curie-Weiss-Temperatur θ_w hängt verhältnismäßig stark von der Offset-Bestimmung ab. Im Rahmen der Genauigkeit, mit der diese möglich ist, kann der Fehler auf $\pm 0,5$ mK eingegrenzt werden. Diese Resultate sind in guter Übereinstimmung mit den Messungen von Hata et al. [15].

Bei den bisher diskutierten Magnetisierungsmessungen konnte die Niederfeldphase („U2D2“) nicht erreicht werden. Die tiefste durch eine Entmagnetisierung von 5 T auf 44,7 mT erreichte Temperatur lag bei knapp unter 1 mK. Die Kernstufe war zu diesem Zeitpunkt bereits wieder vergleichbar warm und die Kühlphase des Kristalls dadurch oberhalb der Übergangstemperatur T_N beendet.

Abgesehen von der weiteren Reduzierung des Wärmelecks kann man die Entmagnetisierung der Kernstufe auch unterbrechen, um die Kühlung der Zelle abzuwarten. Wenn die Temperaturdifferenz weitgehend abgebaut ist, kann weiter entmagnetisiert werden, ohne dass für den nächsten Schritt übermäßig Kühlleistung verloren gegangen ist. Für alle Schritte gilt jeweils [Gleichung 3.30](#).

[Abbildung 6.10 \(a\)](#) zeigt den berechneten Temperaturverlauf für eine einmalige Entmagnetisierung der PrNi₅-Kernstufe von 5 T auf das NMR-Messfeld von 44,7 mT. Alle Parameter, insbesondere das Wärmeleck und die Wärmeleitfähigkeit der Ankopplung, wurden hier so gut wie möglich angepasst, um einen experimentell beobachtete Kühlphase zu reproduzieren. Für [Abbildung 6.10 \(b\)](#) wurden diese Bedingungen beibehalten, aber die Prozedur zur Entmagnetisierung modifiziert. Man erkennt, dass die Kühlung des ³He-Kristalls gegenüber der „normalen“ Prozedur nicht wesentlich verlangsamt ist, die Kernstufe sich dann jedoch noch in einem ausreichend hohen Feld

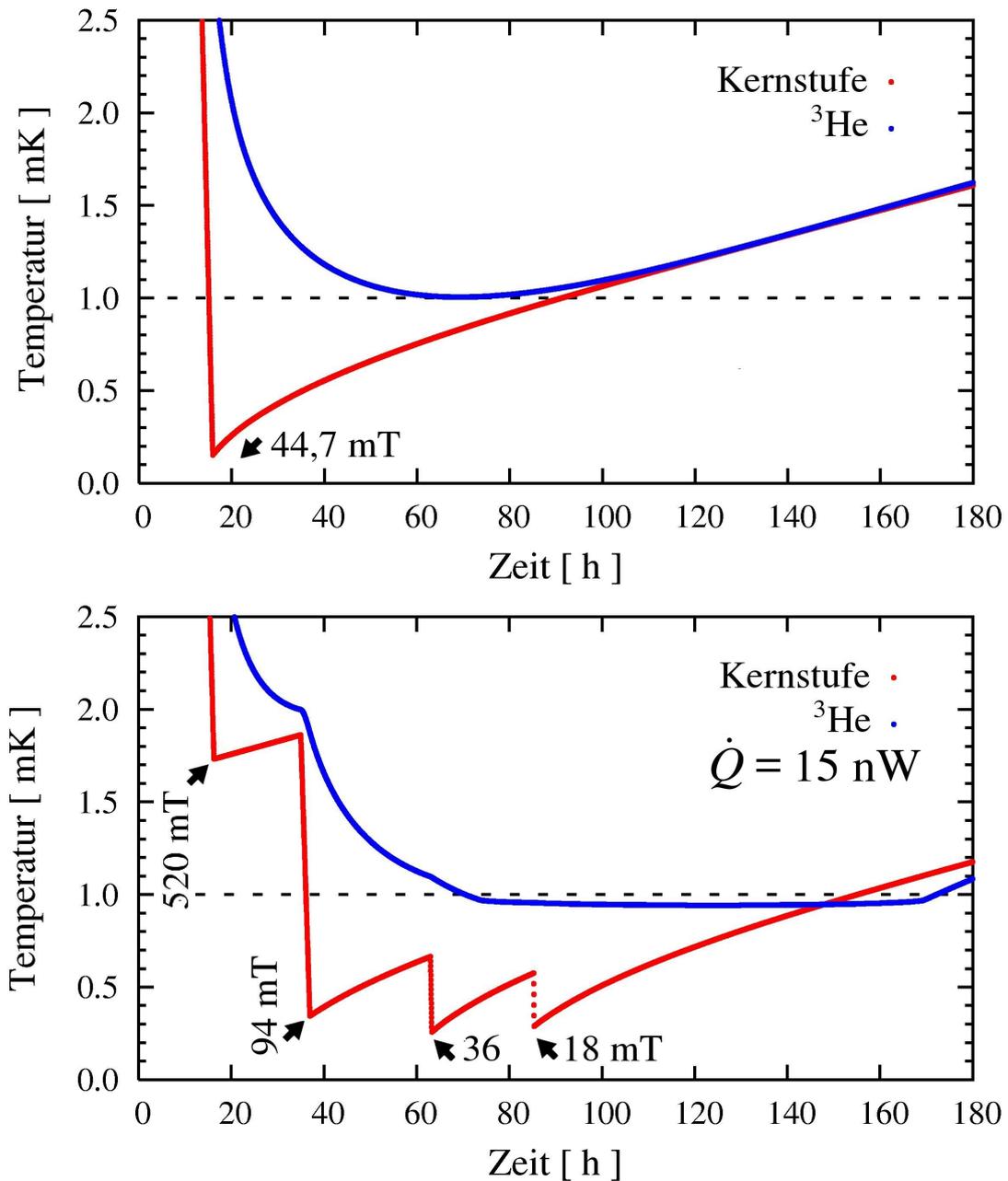


Abbildung 6.10: Mit TSim berechneter Temperaturverlauf von Kernstufe und festem ^3He . (a) Vollständige Entmagnetisierung auf 44,7 mT. (b) Schrittweise Entmagnetisierung auf ein Endfeld von 18 mT. Die Schritte entsprechen der Prozedur, mit der die Magnetisierungsmessung in [Abbildung 6.11](#) durchgeführt wurde.

befindet, um wiederholt entmagnetisieren zu können. Die Kernstufe kann auf diese Weise bedeutend länger unter T_N gehalten werden. Die Kernstufe wurde hier zwar außerdem zu einem noch tieferen Endfeld entmagnetisiert, aber man kann erkennen, dass bereits bei der zweiten Stufe in etwa der gleiche Temperaturverlauf vorliegt wie sonst, aber noch mehr als das doppelte Feld vorhanden ist.

Die Berechnung ist etwas idealisiert, da die Kernstufentemperatur nach einer Entmagnetisierung deutlich zu niedrig liegt. Da nur [Gleichung 3.30](#) benutzt und weder der reale Entropieverlauf noch Effekte wie Wirbelströme während der Entmagnetisierung berücksichtigt wurden, ergibt sich statt 400 mK eine Temperatur von $T_N \approx 135$ mK. Durch die deutlich höhere Temperaturdifferenz zum ^3He -Kristall und die Anpassung der Parameter an den experimentellen Verlauf wirkt sich diese Diskrepanz nicht wesentlich auf das Ergebnis aus.

Die Kühlphase endet bei der schrittweisen Entmagnetisierung vor allem nicht schon bei 1 mK, sondern im Bereich der latenten Wärme des Phasenüberganges zur Niederfeldphase (siehe [Abbildung 6.5](#)). Die Kühlrate nimmt dort im berechneten Verlauf sprunghaft ab. Ein ebenso deutlicher Einfluss auf den experimentellen Magnetisierungsverlauf ist allerdings nicht zu erwarten, da in den Berechnungen von einer homogenen Temperaturverteilung im festen ^3He ausgegangen wird. Tatsächlich liegt jedoch mit großer Wahrscheinlichkeit ein relativ großer Temperaturgradient vor und der Übergang ist kontinuierlich.

Die mit dieser Prozedur durchgeführte Messreihe ist in [Abbildung 6.11](#) dargestellt. Die Entmagnetisierungs-Schritte sind deutlich durch einen schnelleren Anstieg der Magnetisierung (entsprechend einer höheren Kühlrate) zu erkennen. Da für diese Messung keine NMR-Daten zur Verfügung stehen, war die Temperatur des Kristalls hier nur ungefähr aus den Berechnungen zu entnehmen und der magnetisch Untergrund kaum abzuziehen. Nach der Entmagnetisierung auf 18 mT erkennt man jedoch deutlich einen Abfall der Magnetisierung um 10,5 % des Maximalwertes bezüglich des ^3He -Anteils. Ein Vergleich der Magnetisierung mit vorhandenen Daten ergibt einen Wert von $950 \mu\text{K}$. Dies deutet ebenfalls darauf hin, dass nur ein Teil des festen ^3He -Kristalls die Übergangstemperatur T_N erreicht hat.

Der Druck in der Zelle wurde nach dieser Messung auf 33,9 bar bestimmt, also eigentlich 0,5 bar unterhalb der Schmelzkurve. Nachdem bereits kurz nach der Kristallzucht ein unerwarteter Druckabfall beobachtet werden konnte ist es denkbar, dass ein Teil des ^3He nicht mehr in der festen Phase war.

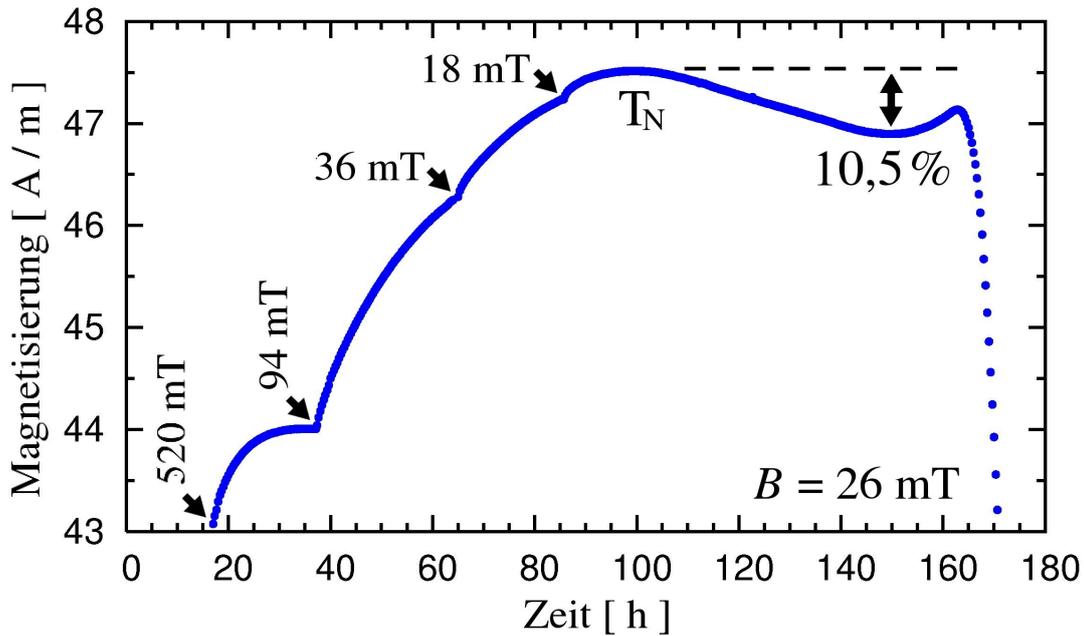


Abbildung 6.11: Zeitlicher Verlauf der Magnetisierung der beladenen Zelle mit Phasenübergang in die Niederfeldphase. Das Ende der einzelnen Entmagnetisierungsschritte ist mit Pfeilen markiert.

Schließlich wurde die Kernstufe geheizt und dadurch wieder über T_N aufgewärmt. Die unterschiedliche Höhe des Magnetisierungsmaximums während des Aufwärmens ist wieder ein Indiz für eine inhomogene Temperaturverteilung im ^3He -Kristall. Die Temperatur konnte während dieser Messung jedoch nicht lange genug unterhalb der Übergangstemperatur T_N gehalten werden, um eine quantitative Aussage über die Magnetisierung in der Niederfeldphase treffen zu können.

Für weitere Messungen muss daher vor allem versucht werden die Zeitkonstante der Kühlung zu verringern. Aus diesem Grund wurde schließlich der Zellsinter erneuert und statt ein Zellsinter mit einem Füllfaktor Füllfaktor von 70 % statt 45 % hergestellt. Bei der ersten Magnetisierungsmessung mit der so modifizierten Zelle konnten jedoch keine Daten gewonnen werden, da der Druck während der Kühlphase weit unter die Schmelzkurve absank, und der Kristall dadurch offenbar zerstört wurde (siehe [Abschnitt 5.3](#)). Wie weit sich die Zeitkonstante durch diese Maßnahme also geändert hat, wird sich in weiteren Messungen zeigen müssen.

Kapitel 7

Resumée und Ausblick

Durch adiabatische Entmagnetisierung der PrNi₅-Kernstufe wurde festes ³He mehrfach in den Bereich von 1 mK gekühlt und die Magnetisierung kontinuierlich mit Hilfe des SQUID-Magnetometers verfolgt. Die Temperatur der Kernstufe konnte dabei teilweise durch gepulste NMR bestimmt werden. Weitere Messungen wurden unter möglichst gleichen Bedingungen durchgeführt, um den Temperaturverlauf weitgehend übertragen zu können. Mit Hilfe verschiedener Fixpunkte für die numerische Berechnungen der Aufwärmkurve (z.B. die Temperatur des festen ³He nach der Entmagnetisierung oder die Kühlzeit bis zum Temperaturminimum) konnten auch bei dieser Vorgehensweise konsistente Ergebnisse erzielt werden.

Als unerwartet schwierig erwies es sich, die Néel-Temperatur T_N zu erreichen. Das feste ³He benötigte mehrere Tage, um an die Temperatur der Kernstufe gekühlt zu werden. Erst durch erheblichen Aufwand zur Optimierung des Messprozesses konnte nach viertägiger Kühlung ein Phasenübergang in die kernmagnetisch geordnete Niederfeldphase nachgewiesen werden. Der Abfall der Magnetisierung um 10,5% deutet jedoch darauf hin, dass nur ein Teil des festen ³He die Übergangstemperatur T_N erreicht hat. Für eine aussagekräftigere Magnetisierungsmessung wäre eine weitere Kühlzeit von mehreren Tagen, also ein noch kleineres Wärmeleck notwendig gewesen. Ein kleines Gesamtwärmeleck im Bereich von 10 nW stellt an sich schon eine große Herausforderung dar, ist jedoch unabdingbar, um Messungen an festem ³He durchführen zu können. Dies gilt insbesondere, wenn die Zeitkonstante der Kühlung die beobachtete Größe hat. Im Anschluss an diese Ergebnisse wurde der Zellsinter für weitere Messungen erneuert (mit einem Füllfaktor von 70% gegenüber bis dahin 45%). Magnetisierungsmessungen an festem ³He konnten damit jedoch nicht mehr termingerecht durchgeführt werden.

Die Erfahrungen mit der Zucht von ^3He -Kristallen im Sinter ([Abschnitt 5.3](#)) und der Kühlung in den Millikelvin-Bereich zeigen jedoch etliche Rahmenbedingungen für die Durchführung aller Experimente an festem ^3He auf. Eine gute thermische Ankopplung der Zelle an die Kernstufe und die gründliche Reduzierung des Wärmelecks sind notwendige Bedingungen bei der Fortführung der Magnetisierungsmessungen in Garching aber insbesondere auch für die geplante Neutronenstreuung an ^3He -Kristallen in Berlin. Kernspinresonanzmessungen am festen ^3He zeigen durch den Nachweis der Linienaufspaltung in der Niederfeldphase, dass die Zucht von Einkristallen im Sinter grundsätzlich möglich ist. Auch im Rahmen der Messungen mit einem SQUID-Magnetometer in der vorliegenden Arbeit konnte T_N schließlich erreicht werden. Das nach wie vor ungeklärte Verhalten nach der Kristallzucht zeigt aber, dass die Verhältnisse im Sinter unter Umständen stark von denen in massivem ^3He abweichen und zusätzliche Erfahrungen gesammelt werden müssen. Auch für die Bestimmung der Magnetisierung in der kernmagnetisch geordneten Niederfeldphase sind weitere Messungen notwendig.

Literaturverzeichnis

- [1] RUSBY, R. L., M. DURIEUX, A. L. REESINK, R. P. HUDSON, G. SCHUSTER, M. KÜHNE, W. E. FOGLE, R. J. SOULEN und E. D. ADAMS: *The Provisional Low Temperature Scale from 0,9 mK to 1 K, PLTS-2000*. 2000.
- [2] POMERANCHUK, I. I. *Zhur. Eksp. i. Theoret. Fiz.* 20, 1950.
- [3] BERNARDES, N. und H. PRIMAKOFF: *Theory of Solid ^3He* . Physical Review Letters, 7 Number 1, 1959.
- [4] PANCZYK, M. F. und E. D. ADAMS: *Exchange Energy in bcc ^3He* . Physical Review, 187 Number 1, 1969.
- [5] KIRK, W. P., E. B. OSGOOD und M. GARBER: *Sign and Magnitude of the Exchange Interaction in Solid ^3He from Magnetic Susceptibility Measurements*. Physical Review Letters, 23 Number 15, 1969.
- [6] CASTLES, S. H. und E. D. ADAMS: *Low-Temperature Specific-Heat Anomaly of bcc ^3He* . Physical Review Letters, 30 Number 22, 1973.
- [7] KIRK, W. P. und E. D. ADAMS: *Nuclear-Spin-Ordering Effects in Magnetized Solid ^3He* . Physical Review Letters, 27 Number 7, 1971.
- [8] ADAMS, E. D., ERWIN A. SCHUBERTH, G. E. HAAS und D. M. BAKALYAR: *NMR in Magnetically Ordered Solid ^3He* . Physical Review Letters, 44 Number 12, 1980.
- [9] FUKUYAMA, HIROSHI, T. OKAMOTO, T. FUKUDA, H. AKIMOTO, H. ISHIMOTO und S. OGAWA: *Volume Dependence of the Lower Critical Field in Nuclear-Spin Ordered bcc ^3He* . Physical Review Letters, 67 Number 10, 1991.

- [10] GODFRIN, H. und D. D. OSHEROFF: *Multiple-spin-exchange calculation of the $T = 0$ properties of solid ^3He* . Physical Review B, 38 Number 7, 1988.
- [11] CEPERLEY, D. M. und G. JACUCCI: *Calculation of Exchange Frequencies in bcc ^3He with the Path-Integral Monte Carlo Method*. Physical Review Letters, 69 Number 3, 1987.
- [12] DEPPE, FRANK: *Kernspinresonanzmessungen an festem ^3He bei ultratiefen Temperaturen*. Diplomarbeit, [Walther-Meissner-Institut](#), 2002.
- [13] MILLÁN-CHACARTEGUI, CARMEN: *Pulsed NMR on Solid ^3He at Microkelvin Temperatures*. Diplomarbeit, [Walther-Meissner-Institut](#), 2002.
- [14] SCHUBERTH, ERWIN A., CARMEN MILLÁN-CHACARTEGUI und STEPHAN SCHÖTTL: *Pulsed NMR in the Nuclear Spin Ordered Phases of Solid ^3He in a Silver Sinter*. unveröffentlicht.
- [15] HATA, M., S. YAMASAKI, KODAMA und T. SHIGI: *Magnetic Properties of Solid ^3He down to 0.3 mK*. Journal of Low Temperature Physics, 71 Number 3/4, 1983.
- [16] SCHUBERTH, ERWIN A.: *Festes ^3He : Kernspinmagnetische Eigenschaften*. Vorlesungsskript an der [Technischen Universität München](#), 2000.
- [17] BUCKEL, W.: *Supraleitung*. Wiley/VCH, 5. Auflage, 1993.
- [18] POBELL, F.: *Matter and Methods at Low Temperatures*. Springer-Verlag, 1992.
- [19] KILIAN, ULRICH und CHISTINE WEBER (RED.): *Lexikon der Physik*. Spektrum Akademischer Verlag, 1999.
- [20] ROGER, M., J. H. HETHERINGTON und J. M. DELRIEU: *Magnetism in solid ^3He* . Reviews of Modern Physics, 55 Number1, 1983.
- [21] TAKANO, YASU: *Pressure, Magnetization, and Heat Capacity of Magnetically Ordered Solid ^3He – How They Depend on Molar Volume*. In: *European Research and Training Network, Project “Neutron Scattering from Solid ^3He ”, [First Summer School](#)*, 2001.
- [22] KUBOTA, M., H. R. FOLLE, CH. BUCHAL, R. M. MUELLER und F. POBELL: *Nuclear Magnetic Ordering in PrNi_5 at 0.4 mK*. Physical Review Letters, 45 Number 22, 1980.

- [23] SCHUBERTH, ERWIN A., E. DWIGHT ADAMS und YASU TAKANO: *Platinum black sinters for heat exchangers at very low temperatures*. Cryogenics, 39 Number 9, 1999.
- [24] SCHUH, MICHAEL: *Aufbau eines ^3He -Schmelzdruck-Thermometers zur Verwendung in magnetischen Feldern*. Diplomarbeit, [Walther-Meissner-Institut](#), 1994.
- [25] ASHCROFT, NEIL W. und N. DAVID MERMIN: *Festkörperphysik*. Oldenbourg Verlag München Wien, 2001.
- [26] GREYWALL, DENNIS S. und PAUL A. BUSCH: *Nuclear specific heat of bcc ^3He near the magnetic ordering transitions*. Physical Review B, 36 Number 13, 1987.
- [27] LOUNASMAA, O. V.: *Experimental Principles and Methods Below 1 K*. Academic Press, 1974.

Anhang A

Rechnerunterstützung

A.1 Simulation

Zur Simulation des Systems aus Kernstufe und ^3He -Zelle wurde eigens in C++ das Programm `TSim` geschrieben. Es dient in dieser Arbeit zwei wesentlichen Schritten: Zum einen ermöglicht es die Simulation einer Messreihe, um vor der eigentlichen Messung das Verhalten des Systems abschätzen zu können. So können die Änderung einzelner Parameter oder verschiedene Prozeduren für die Entmagnetisierung simuliert werden, was bei einer Dauer von fast zwei Wochen für eine Messreihe eine entscheidende Hilfe sein kann. Zum anderen wurde `TSim` nach den Messreihen verwendet, um die Ergebnisse selbstkonsistent auszuwerten.

Ein typisches Modell ist in [Abbildung A.1](#) dargestellt. Das Modell kann aus einer beliebigen Anzahl der gezeigten Komponenten bestehen, die aus einer Konfigurationsdatei geladen werden. Das Programm berechnet dann die Temperaturänderung der einzelnen Komponenten numerisch nach

$$\Delta T_{ij} = T_i - T_j \quad (\text{A.1})$$

$$\dot{Q}_i = -\Delta T_{ij} / R_{ij} + \dot{Q}_{\text{ext}} \quad (\text{A.2})$$

$$\dot{T}_i = \dot{Q}_i / C_i(T_i) \quad (\text{A.3})$$

sowie [Gleichung 3.30](#) unter Berücksichtigung gegebener Datenfiles zur spezifischen Wärme C oder dem Wärmewiderstand R der Materialien. Verwendet wurden hier im wesentlichen Daten zur spezifischen Wärmekapazität von PrNi_5 und ^3He nach [\[22\]](#) und [\[26\]](#) sowie zur Wärmeleitfähigkeit von Silber nach [\[27\]](#).

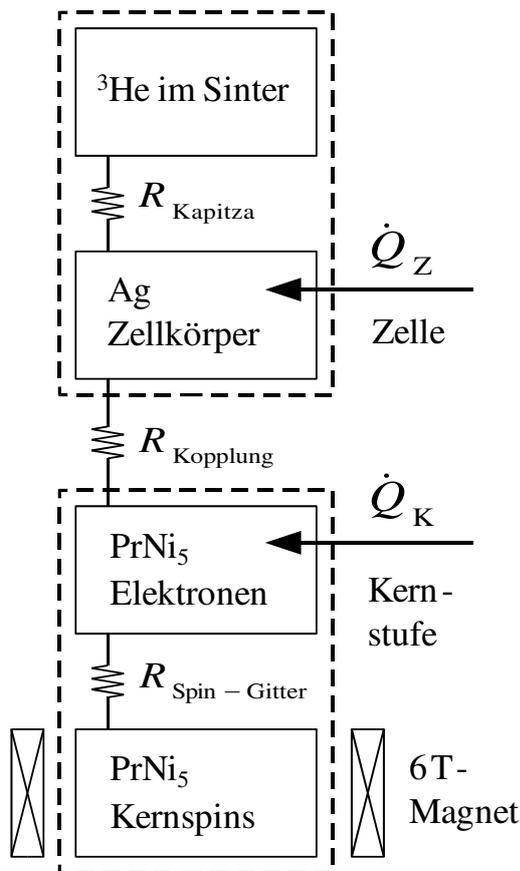


Abbildung A.1: Modell für das System aus Kernstufe und Messzelle, wie es für TSIm verwendet wurde. Den einzelnen Komponenten ist jeweils eine C++ Klasse zugeordnet.

TSolid: Festkörper oder thermodynamische Komponente des Systems.

TContact: Thermischer Kontakt zweier beliebiger Komponenten.

THeater: Wärmeleck oder Heizung.

TMagnet: Magnet mit Einfluss auf magnetische Momente im System, insbesondere zur adiabatischen Entmagnetisierung.

TSIm stellt die Ergebnisse im Anschluss unter Benutzung von Gnuplot graphisch dar, womit unter anderem der direkte Vergleich mit Daten aus NMR- und SQUID-Messungen möglich wird. Die Qualität der Ergebnisse ist natürlich entscheidend abhängig von der Modellierung des Systems und den zur Verfügung gestellten Datensätzen. Für die Abschätzung eine Wärmelecks oder einzelner Parameter genügt jedoch auch schon ein einfaches Modell mit je einer Komponente für das feste ^3He und die Kernstufe.

A.2 Messprogramme

Der benutzte Messrechner ist ein 286er PC unter MSDOS mit einer Taktfrequenz von lediglich 6 MHz. Dies ist ausreichend für die Durchführung der Messungen und außerdem vorteilhaft, da so weniger Störungen an der empfindlichen Masse innerhalb der Messkabine verursacht werden. Die eigentlichen SQUID-Magnetisierungsmessungen nach der Entmagnetisierung der Kernstufe wurden aus dem selben Grund ganz ohne

Rechnerunterstützung durchgeführt. Statt dessen wurde das SQUID-Signal mit einem Schreiber aufgezeichnet und im Anschluss ausgewertet. Alle für die NMR-Messungen automatisch angesteuerten Geräte (Frequenzgenerator, Oszilloskop) wurden außerhalb des elektrisch abgeschirmten Bereichs der Messkabine betrieben. Lediglich ein BNC-Kabel muss dann für die NMR-Leitung nach außen geführt werden, wenn auch der kapazitive Sensor in dieser Messphase nicht mehr angeschlossen ist.

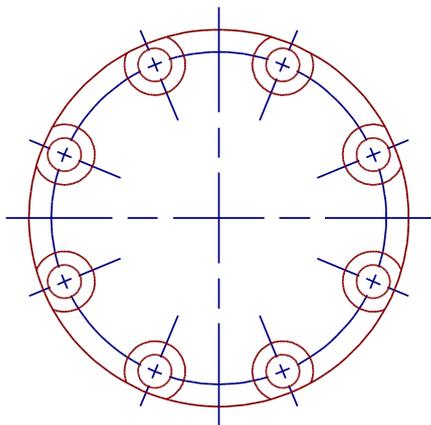
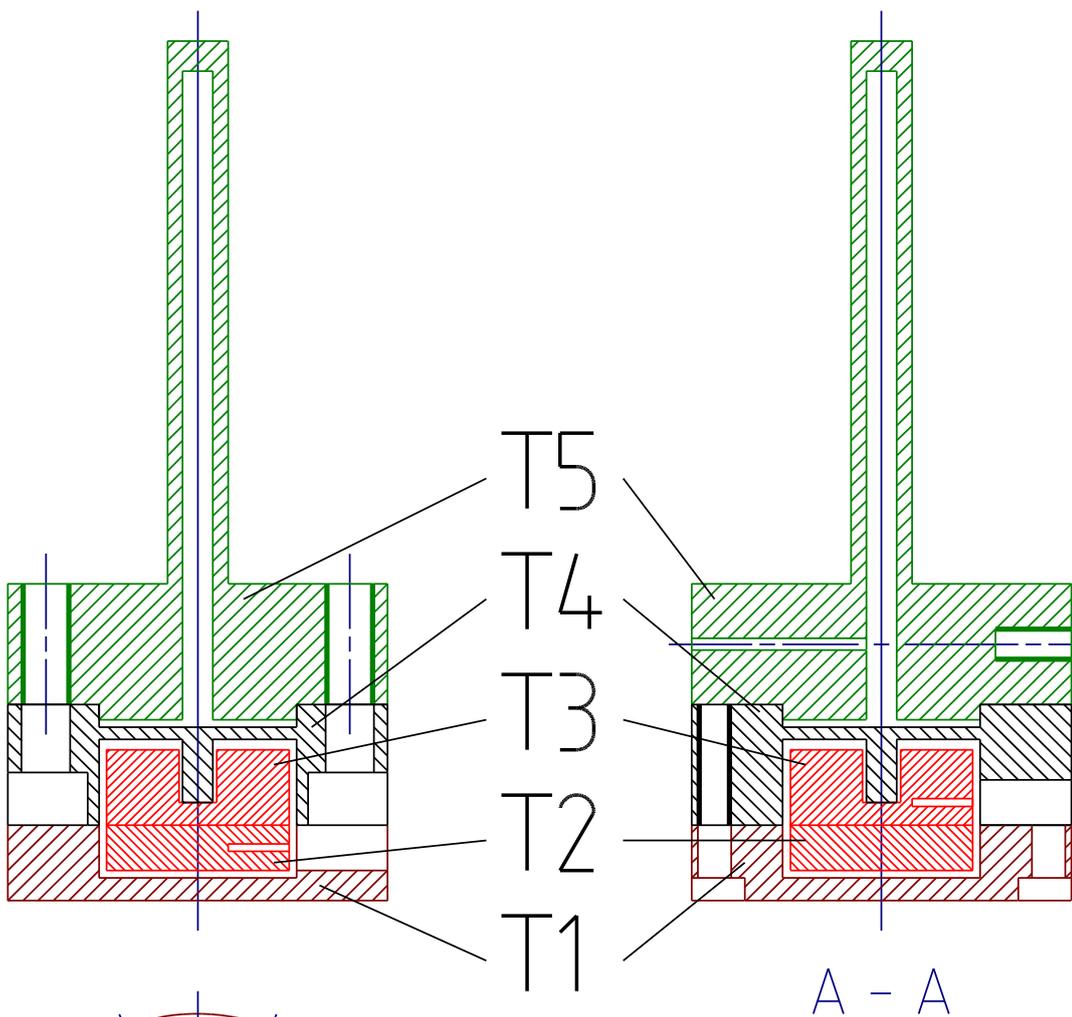
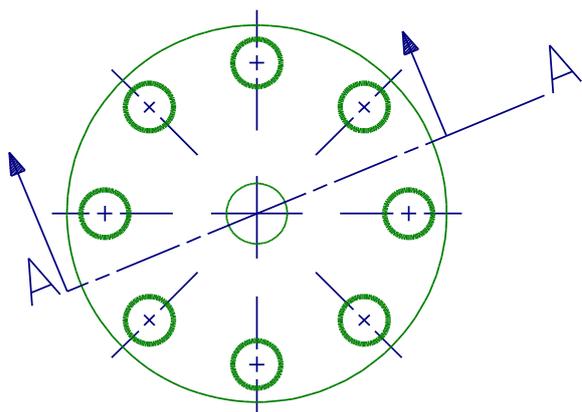
Für Kristallzucht und NMR-Messungen wurden die von Frank Deppe in [12] beschriebenen Turbo Pascal Programme benutzt. `FAHDIPR7.PAS` ermöglicht die Aufzeichnung des verwendeten Kohlewiderstandes für die Temperaturbestimmung zwischen 10 mK und 4 K sowie die Aufzeichnung der Kapazität des Drucksensors über eine automatische Kapazitätsmessbrücke (Andeen Hagerling 2500A), und somit die Beobachtung der Kristallzucht. Für die NMR-Messungen wurde das Programm `FPULS2K.PAS` verwendet, welches selbstständig NMR-Schüsse durchführen und die vom Oszilloskop vorverarbeiteten FID-Spektren aufnehmen kann.

A.3 Auswertungsprogramme

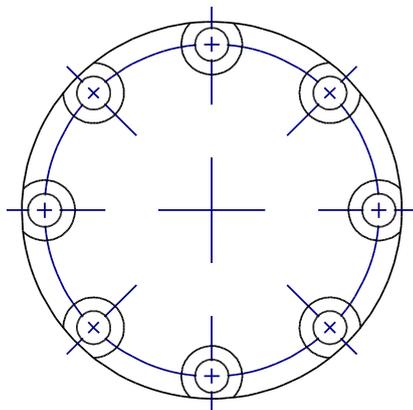
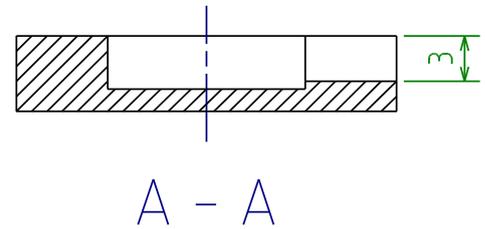
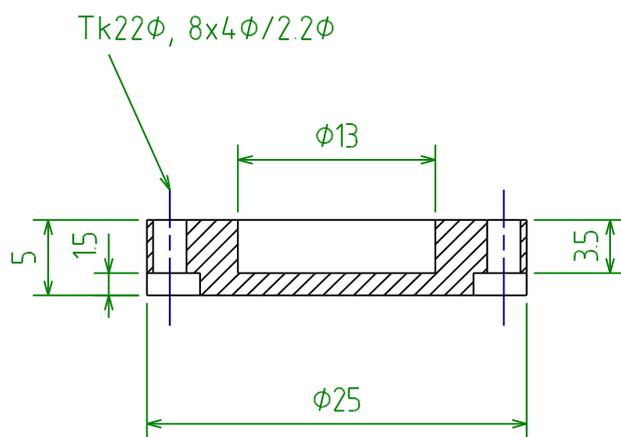
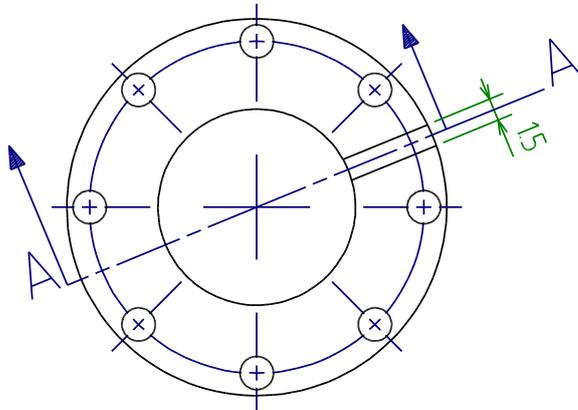
Verschiedene Programme zur Auswertung der Messdaten wurden ebenfalls selbst in C++ geschrieben und ermöglichen die einfache Verarbeitung der Datensätze vom Schreiber oder Messrechner mit modernen Computersystemen in erster Linie unter Linux. Die wesentlichen Vereinfachungen betreffen den automatischen Fit der NMR-Linien zur Temperaturbestimmung unterhalb von 10 mK mit `Gnuplot`, die Anpassung der Simulation der Kernstufentemperatur an die Temperaturdaten, sowie die Weiterverarbeitung der Daten von Schreiber und Messrechner. Die SQUID-Sprünge am Schreiber können so nach der Erfassung der Spur in einem Schritt korrigiert und der Zeitverlauf der Magnetisierung erstellt werden, um ihn dann mit dem der Kernstufen- oder Zelltemperatur zu verbinden.

Anhang B

Konstruktionszeichnungen



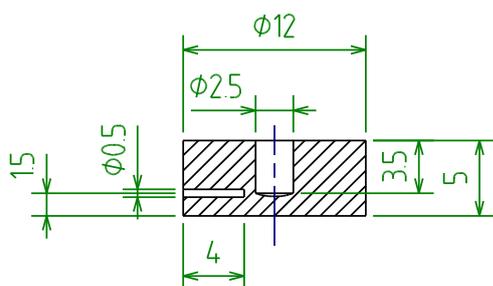
M 2:1 0 5 10 mm
Zeichnung mit Qcad 1-4-7 (Matthias Kath 2003-03-19)



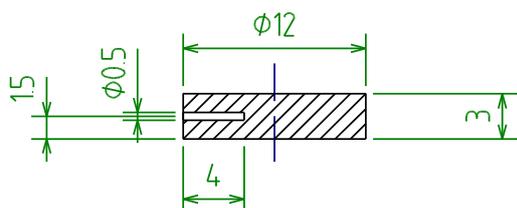
T1
1 Stueck BeBz

M 2:1 0 5 10 mm

Zeichnung mit QCad 1-4-7 (Matthias Kath 2003-03-19)

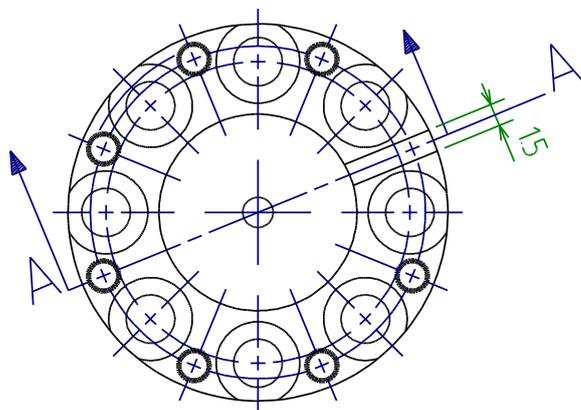
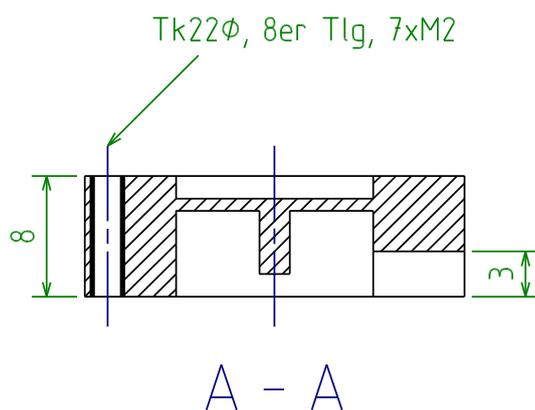
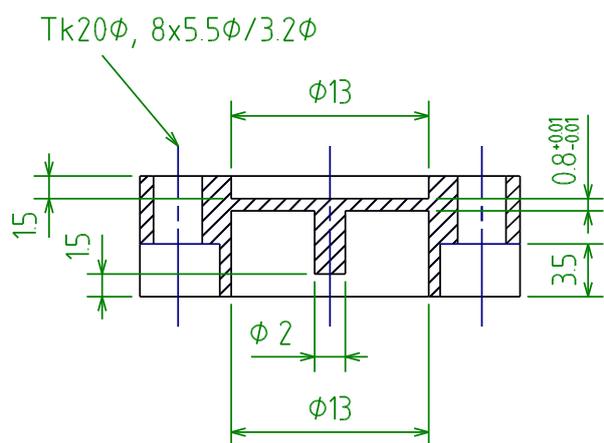
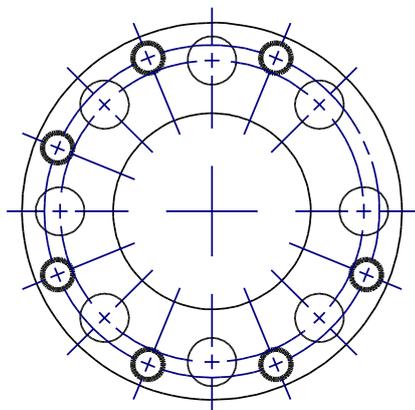


T3
1 Stueck BeBz



T2
1 Stueck BeBz

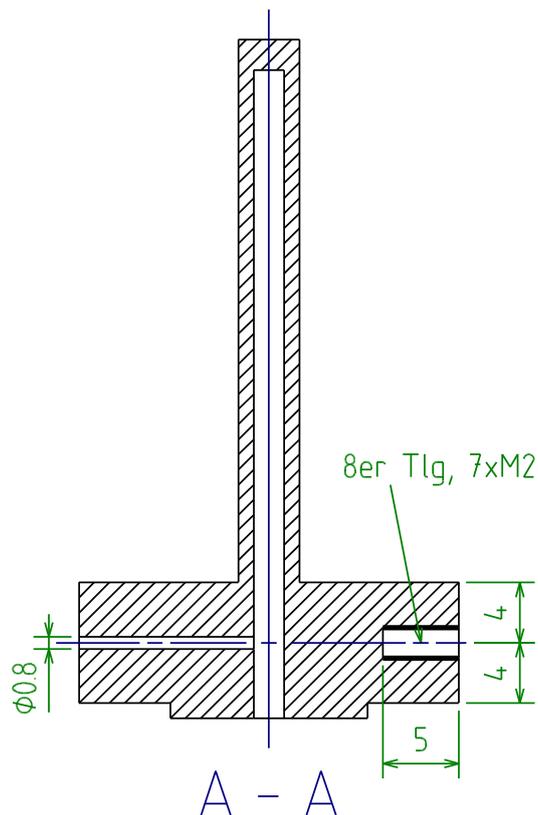
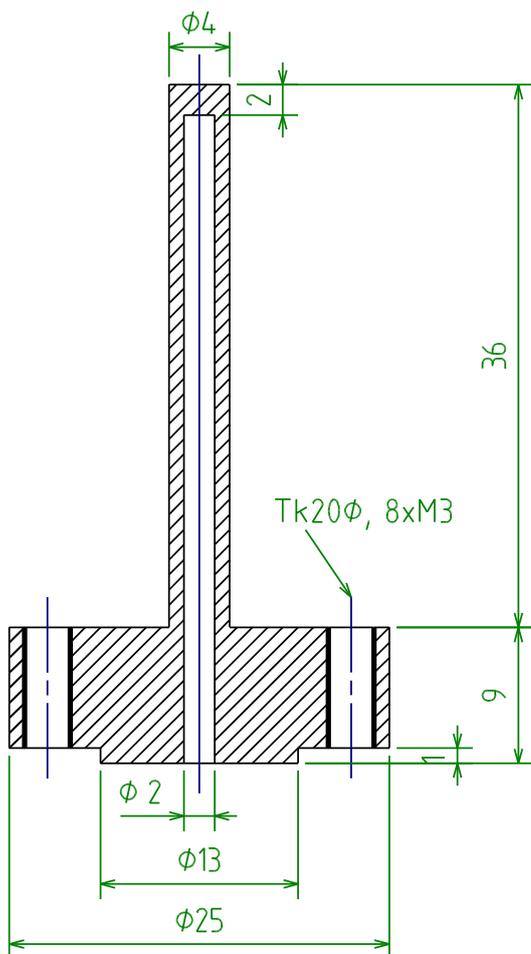
M 2:1 0 5 10 mm
Zeichnung mit QCad 1-4-7 (Matthias Kath 2003-03-19)



T4
1 Stueck BeBz

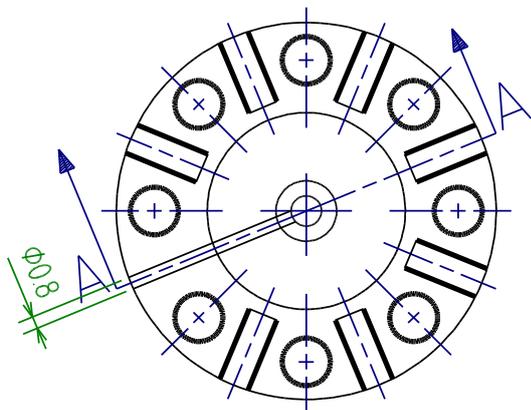
M 2:1 0 5 10 mm

Zeichnung mit QCad 1-4-7 (Matthias Kath 2003-03-19)



T5

1 Stueck Silber



M 2:1 0 5 10 mm

Zeichnung mit QCad 1-4-7 (Matthias Kath 2003-03-19)