

Institut für Experimentalphysik E21

Aufbau des  
Neutronen-Resonanz-Spinocho-Spektrometers  
RESEDA am FRM-II

Markus Bleuel

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Physik der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der Naturwissenschaften genehmigten Dissertation.

Vorsitzender            Univ. Prof. Dr. A. Groß

Prüfer der Dissertation

1.Univ. Prof. Dr. W. Gläser  
2.Univ. Prof. Dr. W. Petry

Die Dissertation wurde am 04.02.2003 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät für Physik am 02.04.2003 angenommen.



# Inhaltsverzeichnis

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>1</b> | <b>Einleitung</b>  | <b>5</b>  |
| <b>2</b> | <b>Grundlagen der NRSE-Technik</b>                               | <b>9</b>  |
| 2.1      | Klassische Beschreibung . . . . .                                | 11        |
| 2.2      | Neutronen-Resonanz-Spinecho (NRSE) . . . . .                     | 17        |
| 2.2.1    | Bootstrapspulen . . . . .  | 18        |
| 2.2.2    | NRSE-Spektrometer, quantenmechanische Erklärung . . . . .        | 21        |
| 2.3      | MIEZE (Modulation of Intensity by Zero Effort)-Prinzip . . . . . | 25        |
| 2.4      | Inelastische Messungen mit RESEDA . . . . .                      | 27        |
| <b>3</b> | <b>Instrumentbeschreibung</b>                                    | <b>31</b> |
| 3.1      | Mechanische Komponenten von RESEDA . . . . .                     | 31        |
| 3.1.1    | Neutronenleiter . . . . .  | 31        |
| 3.1.1.1  | Magnetisches Führungsfeld des Neutronenleiters . . . . .         | 33        |
| 3.1.2    | Ergebnisse der Simulationen . . . . .                            | 35        |
| 3.1.3    | Selektor . . . . .   | 43        |
| 3.1.4    | Aluminiumstruktur . . . . .                                      | 43        |
| 3.1.5    | Magnetischer Schild . . . . .                                    | 45        |
| 3.1.5.1  | Schirmfaktor . . . . .   | 47        |
| 3.1.5.2  | Entmagnetisierung . . . . .                                      | 49        |
| 3.1.6    | Neutronenstrahlführung im Spektrometer . . . . .                 | 51        |
| 3.1.7    | Spulen . . . . .   | 55        |
| 3.1.7.1  | Bootstrapspulen . . . . .  | 55        |
| 3.1.7.2  | HF-Spulen . . . . .  | 60        |
| 3.1.7.3  | HF-Schwingkreis . . . . .  | 61        |
| 3.1.7.4  | $NSE_Z$ -Spulen . . . . .  | 64        |
| 3.1.7.5  | Einkoppelspulen . . . . .  | 65        |
| 3.1.8    | Analysatoren . . . . .   | 67        |
| 3.1.9    | Detektoren . . . . .   | 69        |

---

|          |  |            |
|----------|--|------------|
| 3.1.10   | Kühlung und Stromversorgung . . . . .                            | 69         |
| 3.2      | Steuerprogramm . . . . .   | 71         |
| 3.2.1    | Grundstruktur des Programms . . . . .                            | 71         |
| 3.2.2    | Fehlerübergabe (error-routine) . . . . .                         | 73         |
| 3.2.3    | Justageroutinen . . . . .  | 74         |
| 3.2.4    | Meßroutine . . . . .   | 74         |
| <b>4</b> | <b>Messungen</b>   | <b>75</b>  |
| 4.1      | Analysator . . . . .   | 75         |
| 4.2      | Schwingkreis . . . . .   | 79         |
| 4.3      | NSE-Messungen . . . . .  | 83         |
| <b>5</b> | <b>Zusammenfassung</b>   | <b>89</b>  |
| <b>A</b> | <b>Entwicklung der Spinechogleichung</b>                         | <b>93</b>  |
| A.1      | Entwicklung nach $dv$ in zweiter Ordnung . . . . .               | 93         |
| A.2      | Entwicklung nach $dv$ und $d\beta$ . . . . .                     | 94         |
| A.3      | Entwicklung nach $dv$ und $d\beta$ in zweiter Ordnung: . . . . . | 96         |
| <b>B</b> | <b>Eingabefile des RESEDA-Neutronenleiters für McsTas</b>        | <b>97</b>  |
| <b>C</b> | <b>Schaltpläne für den Blenden-Multiplexer</b>                   | <b>101</b> |
| <b>D</b> | <b>Literatur</b>   | <b>105</b> |
|          | <b>Danksagung</b>  | <b>107</b> |
|          | <b>Abstrakt</b>  | <b>109</b> |

# Kapitel 1

## Einleitung

In der Spektroskopie bieten Neutronen aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften einzigartige Möglichkeiten. Neutronen haben für viele Materialien ein hohes Durchdringungsvermögen und ihr magnetisches Moment ermöglicht die Untersuchung magnetischer Systeme. Bei thermalisierten Neutronen, die in der Neutronenspektroskopie verwendet werden, ist die Wellenlänge in der Größenordnung der Atomabstände und ihre Energie in der Größenordnung der Anregungen in kondensierter Materie. Dadurch ist die energieauflösende Neutronenstreuung eine sehr gute Methode, um die Struktur und Dynamik von Materie auf atomarer Ebene zu untersuchen. Ein weiterer Vorteil von Neutronen ist, daß deren Streulänge stark isopenabhängig ist. Speziell bei organischen Proben kann man durch eine Deuterierung einzelner Molekülanschnitte die Streulängen verändern und dadurch den Kontrast deutlich erhöhen. Bei biologischen Makromolekülen und in der Polymerphysik sind viele Bewegungsvorgänge sehr langsam (im Bereich von  $1\text{ ps} - 100\text{ ns}$ ) und können mit herkömmlichen Neutronenspektrometern nicht aufgelöst werden. Auch viele Diffusionsvorgänge und Relaxationen in Gläsern finden in diesen langen Zeitskalen statt [Far01].

Die im Jahr 1972 von F. Mezei entwickelte NSE-Spektroskopie [Mez72] hat der modernen Neutronenspektroskopie neue Impulse gegeben. NSE-Spektrometer können die Energieauflösung ohne große Intensitätsverluste über mehrere Dekaden variieren, da sie die Larmorpräzession des Neutronenspins in Magnetfeldern ausnutzen, um Bewegungen in der Probe zu untersuchen. Mit der hervorragenden Energieauflösung dieser Methode sind sehr kleine Energieüberträge meßbar, was die Untersuchung von Proben mit sehr langsamer Dynamik ermöglicht. Ein Nachteil der NSE-Technik sind die großen Spulen zur Erzeugung der starken Magnetfelder. Sie führen zu starken Streufeldern und auch die zeitliche Stabilität der Magnetfelder ist ein großes technisches Problem.

Deshalb schlugen 1987 R. Gähler und R. Golub die NRSE-Technik [Gäh87] vor. Sie vermeidet die großen NSE-Spulen zur Erzeugung von den Magnetfeldern und ersetzt sie durch HF-Spinflipper. Anstelle der langen, starken und sehr homogenen NSE-Felder, muß bei der NRSE-Technik die Frequenz in den Flipspulen stabil gehalten werden. Dies läßt sich technisch wesentlich leichter realisieren. Außerdem sind bei NRSE-Spektrometern durch eine magnetische Abschirmung die Spektrometerarme voneinander entkoppelt. Dadurch sind auch große Streuwinkel und entsprechend große Impulsüberträge einfach zugänglich. Die NRSE-Technik bietet zusätzlich ein großes Potential für neue Anwendungen in der hochauflösenden Kleinwinkelstreuung, Diffraktion und Reflektometrie [Rek99]. Man kann beispielsweise bei NRSE-Spektrometern durch Verkippen der Magnetfelder in Bezug zum Neutronenstrahl Kleinwinkelstreuung in der Probe messen. Auch der MIEZE (Modulation

of Intensity with Zero Effort)-Modus (Kapitel 2.3) ist nur mit NRSE-Spektrometern möglich. Dabei handelt es sich um eine Flugzeit-Technik, die durch verschiedene Frequenzen in den HF-Spinflippern eine Intensitätsmodulation des Neutronenstrahls vor der Probe erzeugt. Energieüberträge in der Probe stören die Intensitätsmodulation und können so gemessen werden. Der Vorteil dieser Technik besteht darin, daß die Auflösung in dem Bereich von NSE-Spektrometern liegt, inkohärente Streuung in der Probe die Messung nicht beeinträchtigt und beliebige Magnetfelder an die Probe angelegt werden können. Das erste NRSE-Spektrometer wurde von T. Keller 1993 an der TU München gebaut und am Hahn-Meitner-Institut(HMI) in Berlin in Betrieb genommen [Kel93]. Das zweite, ebenfalls an der TU München entwickelte NRSE-Spektrometer heißt MUSES und steht seit etwa 1996 am Orphee-Reaktor in Saclay des Laboratoire Léon Brillouin (LLB). Das neue Spektrometer RESEDA (REsonance Spin Echo spectrometer for Diverse Applications) baut auf den an diesen NRSE-Spektrometern gewonnenen Erfahrungen auf. Deshalb sind verschiedene Verbesserungen an den älteren Spektrometern, wie Einkoppelspulen, Neutronenleiter innerhalb des Spektrometers und die Umbaumöglichkeit in den MIEZE-Modus bereits von Beginn an vorgesehen.

Mit dieser Arbeit wird das Konzept und der Aufbau des Neutronen-Resonanz-Spinecho(NRSE)-Spektrometers RESEDA an der neuen Hochfluß-Neutronenquelle FRM-II (Forschungsreaktor München II) vorgestellt. Erstmals war es möglich, ein NRSE-Spektrometer an einem neuen Forschungsreaktor zu planen und aufzubauen und dabei von der kalten Quelle des Reaktors ausgehend sämtliche Komponenten, inklusive des Neutronenleiters zum Spektrometer, zu optimieren. Zusätzlich kann, aufgrund der gewählten günstigen Position des Spektrometers (ca. 80 m vom Reaktorkern entfernt), von einem sehr guten Signal/Untergrund-Verhältnis ausgegangen werden.

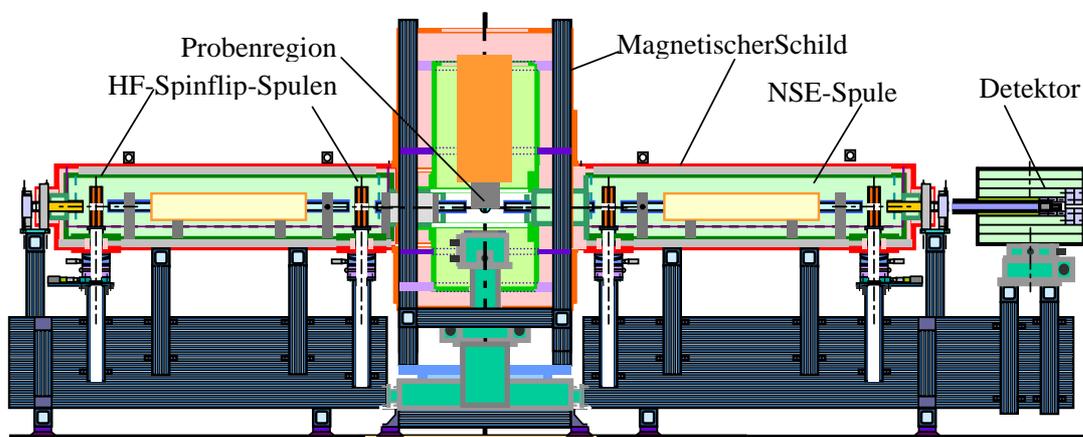


Abbildung 1-1: Prinzipieller Aufbau von RESEDA: Grundstruktur aus Aluminium, zentraler Drehkranz mit schwenkbaren Spektrometerarmen, Justageeinrichtungen für Spulen und Probe, magnetischer Schild, Hochfrequenz-Spinflip-Spulen am Anfang und Ende jedes Armes, zusätzliche NSE-Spulen für niedrige Auflösung und die Spinanalyse-Detektoreinheit. Auch innerhalb des Instruments werden die Neutronen mit Neutronenleitern geführt.

Bei RESEDA liegt die maximale Energieauflösung bei etwa  $40 \text{ neV}$ , dies entspricht einer Zeitauflösung von  $30 \text{ ns}$ .

Die existierenden oder im Bau befindlichen NRSE-Spektrometer lassen sich in zwei Klassen aufteilen:

Zum Einen die traditionellen NRSE-Spektrometer, wie zum Beispiel MUSES, die analog zu den NSE-Spektrometern in erster Linie quasielastische Streuung untersuchen, allerdings mit den erwähnten Umbaumöglichkeiten (MIEZE, verkippte Felder).

Die zweite Klasse bilden die kombinierten Spektrometer, wie zum Beispiel das vom MPI für Festkörperforschung am FRM-II gebaute TAS-NRSE, mit denen die Auflösung eines Background-Spektrometers (in diesem Fall ein Dreiachsen-Spektrometer) durch die NRSE-Option deutlich erhöht wird. Auch ZETA am Institut Laue-Langevin (ILL) in Grenoble ist ein kombiniertes NRSE-Dreiachsen-Spektrometer. Diese Spektrometer sind auf die Spektroskopie von Phononen und magnetischen Anregungen optimiert. Sie verwenden thermische Neutronen, wodurch Phononenergien bis etwa  $100\mu eV$  zugänglich werden.

Das Spektrometer RESEDA ist die Weiterentwicklung von MUSES, die wichtigsten Parameter, Spinechozeit und maximaler Impulsübertrag, wurden bei RESEDA weiter verbessert:

|   |                                       |
|---|---------------------------------------|
| Wellenlängenbereich                     | $\lambda = 2,5 - 15$                  |
| Fluß an der Probe                       | $\Phi > 10^8/cm^2s$ ( $\lambda = 4$ ) |
| Spinechozeit (Auflösung)                | $\tau = 0,001 - 30 ns$                |
| Länge der Pseudofelder                  | $L = 2,6 m$                           |
| max. (pseudo) Magnetfeld                | $B = 1200 G$                          |
| max. Impulsübertrag ( $\lambda = 2,5$ ) | $q = 3.5^{-1}$                        |

Tabelle 1.1: Kenndaten von RESEDA

Neben der Konstruktion und Errichtung des neuen Spektrometers lag das Hauptaugenmerk dieser Arbeit auf der Verbesserung bereits existierender NRSE-Komponenten, beziehungsweise deren Optimierung auf den am FRM-II vorgesehenen Meßplatz. Mit Monte-Carlo-Simulationen wurde die Verteilung der Neutronen entlang des Neutronenleiters betrachtet. Mit „Finite-Element“-Simulationen konnten magnetische Felder an signifikanten Punkten, wie die Streufelder in der Nähe der Bootstrapspulen und des Führungsfeldes im polarisierenden Bereich des Neutronenleiters untersucht werden.

In dieser Arbeit wurden eine Reihe von Komponenten weiterentwickelt:

- Der zu dem Spektrometer führende polarisierende Neutronenleiter 5b wurde auf das genutzte Wellenlängenspektrum des Spektrometers optimiert. Er besteht aus modernen Superspiegeln ( $m = 2$ ) mit hoher Reflektivität. Der polarisierende Abschnitt ist  $35 m$  lang, was zu einer hohen Anfangspolarisation von über 98% in weiten Teilen des Wellenlängenbereichs führt.
- Die Spektrometerarme konnten im Vergleich zu dem NRSE-Spektrometer MUSES um 50% verlängert werden. Der Abstand der Bootstrapspulen beträgt bei RESEDA  $2.6 m$ . Dies erhöht direkt die Energieauflösung, allerdings mußte dazu eine doppelte magnetische Abschirmung entwickelt werden (Kapitel 3.1.4). Es wurde besonders darauf geachtet, daß die magnetische Abschirmung den zugänglichen Streuwinkelbereich und damit den Impulsübertrag möglichst wenig einschränkt. Es sind bei RESEDA Streuwinkel bis zu  $2\Theta = 142^\circ$  möglich. Ein großer Unterschied zu allen

bisherigen NRSE-Spektrometern ist der zweite Sekundärarm von RESEDA. Mit diesem zusätzlichen Spektrometerarm läßt sich für viele Proben die Meßzeit halbieren, indem unter gleichem Streuwinkel auf beiden Seiten relativ zu dem nicht gestreuten Neutronenstrahl gemessen wird. Da viele biologische Proben eine begrenzte Lebensdauer haben, kann man mit dem zweiten sekundären Spektrometerarm gleichzeitig einen zweiten Streuwinkel untersuchen.

- Die Spulenkonstruktionen konnten deutlich verbessert werden. Die Bootstrapspulen (Kapitel 3.1.6.1) wurden mit Finiten Elementen simuliert und dabei der magnetische Feldschluß der Spulen verbessert. Damit werden Streufelder innerhalb der magnetischen Abschirmung verringert. Da die Energieauflösung von RESEDA um etwa 50% gegenüber MUSES gesteigert werden konnte, ist auch die untere Grenze der Energieauflösung der Bootstrapspulen bei RESEDA um etwa 50% größer. Deshalb mußten die NSE-Spulen, die bei RESEDA für Messungen mit niedriger Auflösung vorgesehen sind, verbessert werden (Kapitel 3.1.6.4) und erzeugen nun etwa das doppelte magnetische Pfadintegral entlang des Neutronenstrahls im Vergleich zu den MUSES-NSE-Spulen.
- Mit dem für RESEDA neuentwickelten Blendensystem (Kapitel 3.1.5) ist zusammen mit den in dem Spektrometer befindlichen Neutronenleitern aus unverspiegelten Glas möglich, die Divergenz des Neutronenstrahls an die Auflösung anzupassen oder den Neutronenstrahl bei kleinen Proben zu begrenzen, um den Untergrund bei der Messung zu reduzieren.
- Bei den Analysatoren konnte durch das verwendete dünne Glas eine sehr gute Transmission erzielt werden, ohne die Polarisations-eigenschaften der aufgedampften Superspiegel zu beeinträchtigen (Kapitel 3.1.7 und 4.1). Die kompaktere Bauweise, welche den Detektor mit dem Analysator im gleichen Gehäuse unterbringt, vereinfacht die Justage der beiden Komponenten.
- Das Steuerprogramm des Spektrometers wurde auf bestehenden Programmen aufbauend neu entwickelt (Kapitel 3.2). Die Neugliederung der einzelnen Steuerprozesse in verschiedene logische Ebenen ist sehr hilfreich zur Fehlersuche und für die geplanten Umbauten des Spektrometers, für welche neue Programmabläufe programmiert werden müssen.

Die vorliegende Arbeit gliedert sich in drei Teile, eine Zusammenfassung der Grundlagen der NRSE-Technik, eine Beschreibung der einzelnen Komponenten und einen experimentellen Teil, der Testmessungen verschiedener Komponenten beinhaltet.

# Kapitel 2

## Grundlagen der NRSE-Technik

Die Spinecho-Spektroskopie nutzt die Präzession des Neutronenspins in Magnetfeldern, um Energieüberträge der Neutronen bei Streuung an einer Probe zu messen. Wie der Name Spinecho bereits andeutet, hebt sich bei dieser Technik die Wirkung der Magnetfelder vor und nach der Probe bei elastischer Streuung und einem nichtdivergenten Neutronenstrahl genau auf, so daß an dem sogenannten Spinechopunkt ein Echo der Anfangspolarisation entsteht.

In Anhang A wird gezeigt, daß die Breite des Eingangsspektrums der Neutronen das Spinecho erst in zweiter Ordnung (entwickelt nach kleinen Abweichungen der Neutronengeschwindigkeit  $dv$ ) stört. Also kann man bei dieser Technik mit einem breiten Wellenlängenband messen und damit Intensität an der Probe gewinnen (der Neutronenselektor bei RESEDA liefert ein  $\Delta\lambda/\lambda = 0.15$ ). Dies ist ein wesentlicher Unterschied zu anderen hochauflösenden Meßmethoden, bei denen man für eine steigende Energieauflösung die Anfangsbedingungen der Neutronen und dabei vor allem die Breite des Wellenlängenbandes einschränken muß. Der Intensitätsgewinn führt zu einer geringeren Impulsauflösung, für viele Messungen ist das keine Einschränkung, da zum Beispiel bei Flüssigkeiten die Dynamik in der Probe bei einer Impulsänderung von 15% in der Regel nur wenig variiert. Wie bei der verwandten NMR(Nuclear Magnetic Resonance)-Technik [Rig86] gibt es zwei theoretische Zugänge zu der NRSE-Technik:

Im Kapitel 2.1 wird deshalb zunächst eine klassische Beschreibung der Spinpräzession in einem konventionellen NSE-Spektrometer vorgestellt.

Das Kapitel 2.2 beschreibt das Herzstück eines NRSE-Spektrometers, die sogenannten Bootstrapspulven. Diese alternative Beschreibung der NRSE-Methode beginnt mit der Funktionsweise dieser Spulen aus klassischer Sicht und führt zu einer quantenmechanischen Näherung, welche eine neue Deutung der Spinechozeit  $\tau$  liefert (Kapitel 2.2.2).

Zum Abschluß des Theoriekapitels werden zwei speziellere Anwendungsmöglichkeiten (MIEZE und inelastische Messungen) diskutiert.

Bis auf extra bezeichnete Ausnahmen wird in dieser Arbeit folgendes Koordinatensystem verwendet (siehe auch Abbildung 2-1):

x-Achse = legt mit der y-Achse die Streuebene fest; vor der ersten Bootstrapspule sind alle Neutronen entlang der x-Achse polarisiert.

y-Achse = Flugrichtung der Neutronen.

z-Achse = senkrecht zur Streuebene, in diese Richtung (bzw. in Gegenrichtung) zeigen die Vektoren aller statischen Magnetfelder bei RESEDA.



## 2.1 Klassische Beschreibung

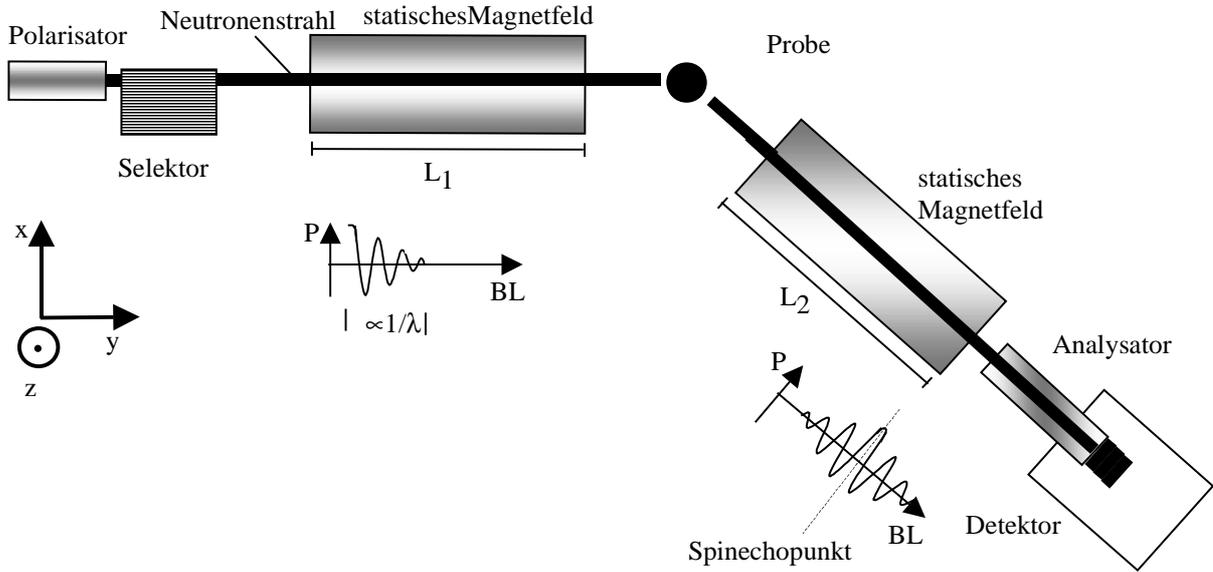


Abbildung 2-1: Prinzipieller Aufbau eines NSE-Spektrometers: Der Neutronenstrahl wird polarisiert und vom Selektor in der Wellenlänge gefiltert; danach tritt er in das erste statische Magnetfeld ein und wird an der Probe gestreut. Nach Durchfliegen des zweiten statischen Feldes wird die Strahlpolarisation mit dem Analysator gemessen.

In diesem Kapitel wird zunächst das Verhalten polarisierter Neutronen in den Magnetfeldern eines NSE-Spektrometers beschrieben, anschließend daraus die Spinechogleichung hergeleitet und die Wirkung einer idealen Probe auf die Neutronen diskutiert.

Die wichtigsten Komponenten eines klassischen NSE, wie sie ein Neutron nacheinander durchfliegt, sind (siehe Abbildung 2-1): Der Polarisator, ein Wellenlängenselektor vor den statischen Magnetfeldern, zwei entgegengesetzt gerichtete Magnetfelder mit den Längen  $L_1$  vor bzw.  $L_2$  nach der Probe, ein Polarisator nach den statischen Magnetfeldern (Analysator) und ein Neutronendetektor.

Der Präzessionswinkel  $\varphi$  eines Neutrons im Magnetfeld der Stärke  $B$  und Länge  $L$  ist proportional zur Verweildauer  $t = L/v$  in diesem Feld (Larmorpräzession):

$$\varphi = \gamma \cdot B \cdot t \quad (2.1)$$

$\gamma = 2\pi \cdot 2.92 \text{ kHz/G}$  ist das gyromagnetische Verhältnis für Neutronen.

Betrachtet man nun einen polarisierten Neutronenstrahl beim Durchfliegen eines Magnetfeldes, hat die spektrale Breite des Neutronenstrahls eine Verteilung der Präzessionswinkel beim Durchfliegen des Magnetfeldes zur Folge. Mit  $\Delta v = v - \bar{v}$  als Abweichung von der mittleren Geschwindigkeit  $\bar{v}$  gilt dabei in erster Ordnung:

$$\Delta\varphi(l) = \frac{-\gamma \cdot B \cdot l}{\bar{v}^2} \Delta v. \quad (2.2)$$

( $l$  ist der in dem Feld zurückgelegte Weg)

Die Polarisation des polychromatischen Neutronenstrahls fällt entlang der Flugstrecke ab, obwohl man für jedes einzelne Neutron zu jeder Zeit einen festen Präzessionswinkel angeben kann. Bei RESEDA beträgt die Geschwindigkeitsverteilung  $\frac{\Delta v}{\bar{v}} = \frac{0.15}{1} \simeq \frac{1}{7}$ ,

also beträgt nach etwa 7 Präzessionen die mittlere Variation  $\Delta\varphi = 2\pi$ , die Polarisation ist dann sehr viel kleiner als 1; siehe Abbildung 2-1. Bei maximaler Feldstärke in NSE-Spektrometern ist der Larmorwinkel an der Probenposition typischerweise in der Größenordnung von  $10^4 \cdot 2\pi$ .

Die beiden Magnetfelder in einem NSE-Spektrometer sind entgegengesetzt. Die Gesamtwirkung der beiden Magnetfelder (der Stärken  $B_1$  und  $B_2$ ) auf den Präzessionswinkel  $\varphi$  eines Neutrons ist dementsprechend:

$$\varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} - \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \quad (2.3)$$

Bei rein elastischer Streuung ( $v_1 = v_2$ ) und  $B_1 \cdot L_1 = -B_2 \cdot L_2$  ist der gesamte Präzessionswinkel unabhängig von der Geschwindigkeit der Neutronen; die Eingangspolarisation wird am Spinechopunkt, an dem sich die Pfadintegrale der beiden entgegengesetzten Felder genau aufheben, wiederhergestellt (siehe Abbildung 2-2):

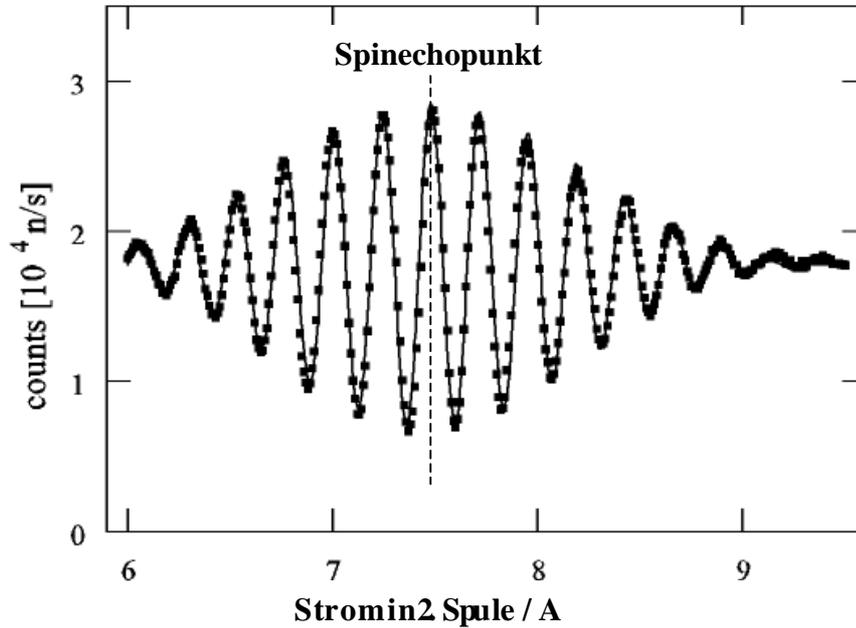


Abbildung 2-2: Typische NSE-Spinechokurve, beim Durchstimmen der beiden Pfadintegrale der NSE-Spulen vor und hinter der Probe, findet man eine Oszillation, deren Einhüllende ein Maximum hat. Dieser Punkt ist der Spinechopunkt. Bei quasielastischer Streuung sind dann die beiden Pfadintegrale vor und nach der Probe vom gleichen Betrag.

Um die Auswirkung eines Energieübertrags  $E$  durch eine Probe auf ein Neutron zwischen den beiden Magnetfeldern zu zeigen, entwickelt man Gleichung 2.3 in erster Ordnung nach den Geschwindigkeiten [Mez72] (wegen des Energieübertrags können die Geschwindigkeiten in den beiden Armen unterschiedlich sein; siehe Gleichung 2.5):

$$\varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \left(1 - \frac{1}{v_1} dv_1\right) - \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \left(1 - \frac{1}{v_2} dv_2\right) + O\left(d(v_1, v_2)^2\right) \quad (2.4)$$

Betrachtet man nun einen Energieübertrag, der bei der Streuung an der Probe auf das Neutron übergeht und der als unabhängig von der Eingangsgeschwindigkeit der Neutronen angenommen wird. Mit

$$\frac{1}{2}mv_1^2 = \frac{1}{2}mv_2^2 + E \text{ und } dv_2 = \frac{v_1}{v_2} dv_1 \quad (2.5)$$

gilt in erster Ordnung für  $dv/v$ :

Damit  $\varphi$  von  $v$  unabhängig wird, müssen die beiden Terme erster Ordnung in Gleichung 2.4 gleich sein:

$$\frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \left( \frac{1}{v_1} dv_1 \right) = \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \left( \frac{1}{v_2} dv_2 \right) \quad (2.6)$$

Das läßt sich mit Gleichung 2.5 zu der Spinechobedingung vereinfachen:

$$\frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1^3} = \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2^3} \quad (2.7)$$

Ist der Energieübertrag der Probe nicht konstant, sondern um einen Mittelwert verteilt  $E + \hbar\omega$  ( $\hbar\omega$  ist die Abweichung vom Mittelwert), so ergibt sich analog zu Gleichung 2.5:

$$dv_2 = \frac{v_1}{v_2} dv_1 - \frac{\hbar\omega}{mv_2} \quad (2.8)$$

und der Phasenwinkel nach Durchlaufen des Spektrometers wird durch die Energievariation  $dE = \hbar\omega = -mv_2 dv_2$  gestört:

$$\begin{aligned} \varphi &= \varphi_{const} + \Delta\varphi(\hbar\omega) \\ \varphi &= \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} - \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} + \frac{\hbar\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{m \cdot v_2^3} \cdot \frac{dE}{\hbar} = \varphi_{const} + \tau\omega \end{aligned} \quad (2.9)$$

Mit der Spinechozeit

$$\tau = \frac{\hbar \cdot \gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{mv_2^3} \quad (2.10)$$

$m$  ist die Masse des Neutrons.

Für RESEDA ergibt sich mit  $B = 1.2 \text{ kG}$ ,  $L = 2.6 \text{ m}$  und  $v = 670 \text{ m/s}$  (dies entspricht einer Neutronenwellenlänge von  $\lambda = 6$ ) eine typische Spinechozeit von  $\tau = 10 \text{ ns}$ . Das heißt, Bewegungsabläufe in der Probe, die auf Zeitskalen einiger  $\text{ns}$  liegen, führen zu einem zusätzlichen Phasenwinkel in Gleichung 2.9 und können detektiert werden.

Die Auswertung der Neutronenpräzession geschieht im Analysator. Der Phasenwinkel  $\varphi$  zwischen Neutronenpolarisationsrichtung und Magnetisierungsrichtung des Analysators bestimmt die Transmissionswahrscheinlichkeit (ist die Polarisationsrichtung parallel zu der Magnetisierung des Analysators gilt  $P = \cos \varphi_{\text{Analysator}} = 1$ ). Als Intensität nach dem Analysator ergibt sich:

$$I_{Det} = \frac{I_0}{2}(1 + \cos \varphi) \quad (2.11)$$

Um die Polarisation zu messen, durchfährt man eine volle Präzession und paßt die entstehende Cosinusfunktion an (siehe Abbildung 2-3).

Mit den aus den experimentellen Daten errechneten Intensitäten  $I^+$  und  $I^-$  an den Maxima und Minima der Cosinusfunktion ergibt sich die Polarisation  $P$  zu:

$$P = \frac{I^+ - I^-}{I^+ + I^-} \quad (2.12)$$

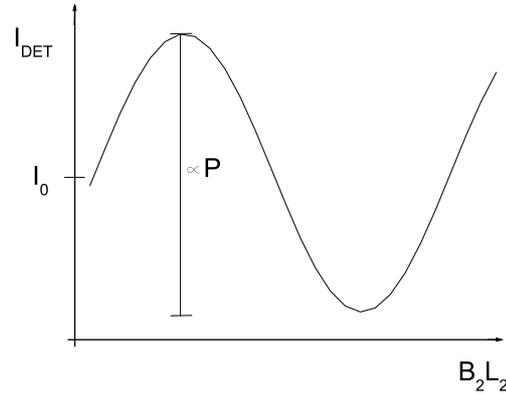


Abbildung 2-3: Da die Neutronenpolarisationsrichtung mit  $B_2 \cdot L_2/v$  rotiert, ändert sich die Transmission des Analysators cosinusförmig um eine mittlere Intensität  $I_0$ .

Bei NSE-Spektrometern ist die maximale Energieauflösung, im Gegensatz zu Neutronen-Spektrometertypen, welche eine Braggreflexion zur Energiebestimmung nutzen, nicht in erster Ordnung an die Kollimation des Neutronenstrahls gekoppelt. Unter der Annahme, daß man Polarisationsminderungen von etwa 2% nachweisen kann, ergibt sich für  $\tau = 10 \text{ ns}$ :

$$P = \cos \varphi = \cos(\tau \cdot \omega) = 1 - 0.02 = 0.98$$

$$\tau \cdot \omega \geq \arccos 0.98 = 0.2 \rightarrow \Delta E = \hbar \omega = 12.5 \text{ neV} \quad (2.13)$$

Mit NSE-Spektrometern werden üblicherweise quasielastische Streuvorgänge, wie beispielsweise Proteindynamik, vermessen. Quasielastisch bedeutet, daß die Variation des Energieübertrags symmetrisch um Null liegt und die mittlere Geschwindigkeit der Neutronen konstant bleibt ( $\bar{v} = \bar{v}_1 = \bar{v}_2$ ). Damit verschwindet die konstante Phase in Gleichung 2.9.

Viele quasielastische Streuvorgänge lassen sich idealisieren und durch eine Lorentzverteilung beschreiben, mit deren Halbwertsbreite  $\Gamma$  ergibt sich die Streufunktion dann zu:

$$S(\omega) = \frac{1}{\pi} \frac{\Gamma}{\Gamma^2 + \omega^2} \quad (2.14)$$

Für die Probe ergibt sich dann mit Gleichung 2.9 folgende Polarisation:

$$P = \frac{\int S(\omega) \cos(\tau \cdot \omega) d\omega}{\int S(\omega) d\omega} = e^{-\Gamma \tau} \quad (2.15)$$

In zwei Polardiagrammen, die am Spinechopunkt senkrecht zur Flugrichtung der Neutronen aufgenommen werden, kann man die Winkelverteilung für zwei verschiedene Spinechzeiten verdeutlichen. Für Neutronen, die keinen Energieübertrag an der Probe erfahren, stellt sich am Spinechopunkt die ursprüngliche Polarisation wieder her (z-Richtung in Abbildung 2-4). Neutronen, die an der Probe Energie gewinnen, verweilen kürzer im zweiten Spektrometerarm als im ersten und haben eine positive Winkelbilanz ( $\varphi > 0$ ; Gleichung 2.2); Neutronen mit Energieverlust bekommen einen negativen Phasenwinkel ( $\varphi < 0$ ) in Bezug auf die Anfangspolarisation:

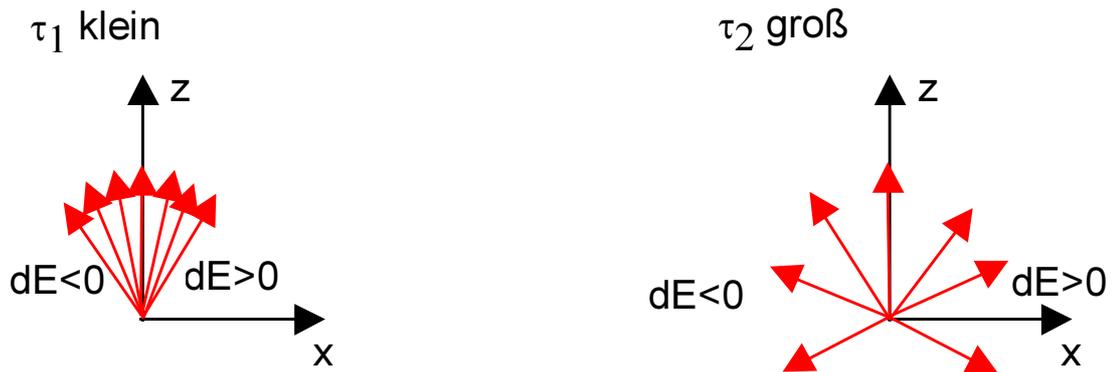


Abbildung 2-4: Polardiagramm der Neutronenpolarisation am Spinechopunkt nach quasielastischer Streuung mit unterschiedlichen Spinechozeiten ( $\tau_1, \tau_2$ ).

Da  $S(\omega)$  die Wahrscheinlichkeit für den Energieübertrag  $\omega$  angibt, kann man aus der Verteilung der Neutronenspins auf  $S(\omega)$  zurückrechnen. Die Spinechozeit geht dabei linear in die Breite der Phasenwinkelverteilung ein (ein größeres  $\tau$  führt zu einer breiteren Winkelverteilung) und sorgt damit zu einer Abnahme der Polarisation für ein großes  $\tau$ . Damit erklärt sich Gleichung 2.15 auf anschauliche Weise.

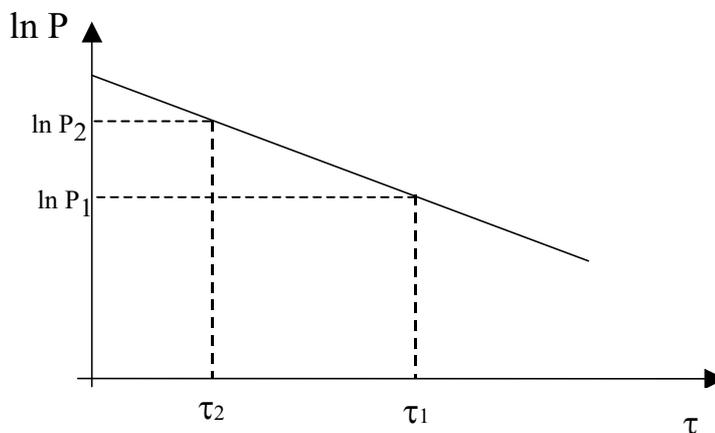


Abbildung 2-5: Polarisationsänderung einer idealen Probe in Abhängigkeit von der Spinechozeit  $\tau$ .

Trägt man die Polarisation eines idealen quasielastischen Streuers für verschiedene Spinechozeiten logarithmisch gegen die Spinechozeit auf, ergibt sich eine Gerade. Aus der Steigung kann man mit Gleichung 2.15 die Halbwertsbreite  $\Gamma$  der Streufunktion berechnen:

$$\Gamma = \frac{\ln P_1 - \ln P_2}{\tau_1 - \tau_2} \quad (2.16)$$

Bei realen Messungen tritt eine unerwünschte Depolarisation durch Streufelder auf, die abhängig von der Stärke der Magnetfelder des Spektrometers sind. Diese kann man jedoch gut mit einer rein elastisch streuenden Probe bestimmen.

Eine weitere mögliche Polarisationsminderung kommt durch die Probe, welche eventuell auch Dynamik mit wesentlich größeren Werten von  $\Gamma$  aufweist. Dies führt bei Messung langsamer Dynamik zu einem Untergrund.

Außerdem kann auch Spinflip-Streuung an der Probe die Polarisation beeinträchtigen. Ob der Neutronenspin während einer Streuung geflippt wird, hängt von zwei Faktoren ab:

Zum einen von dem Verhältnis zwischen dem Streuquerschnitt eines Atomkerns (coherent scattering cross section) und dem Streuquerschnitt durch sein magnetisches Kernmoment (incoherent scattering cross section; inkohärente Effekte durch verschiedene Isotope tragen nicht zum Spinflip bei).

Zum Anderen bestimmt die Ausrichtung des Neutronenspins relativ zum Kernspin (falls die Atome in der Probe überhaupt einen Kernspin haben), ob ein Spinflip stattfindet. Der Neutronenspin wird nur dann geflippt, wenn er senkrecht auf dem Kernspin in der Probe steht. Falls die Kerne in der Probe oder die Neutronen unpolarisiert sind, findet in 2/3 aller Streueignisse ein Spinflip statt, da die Lage der Spins entlang der drei Raumrichtungen gleich wahrscheinlich ist.

Für Wasserstoff ist der inkohärente Streuquerschnitt etwa 45-fach größer als der kohärente [Sea92]. Dies alleine bewirkt eine Abnahme der meßbaren Polarisation um etwa 70% wenn man eine wasserstoffhaltige Probe mit einem NSE-Spektrometer untersucht (Die mittlere Polarisation nimmt bei der Streuung von 100% auf etwa -30% ab, da 2/3 der Neutronenspins bei dem Streuvorgang geflippt werden). Deutert man die Probe, überwiegt ihr kohärente Streuquerschnitt und die Polarisation sinkt auf etwa 65% ab, da nur ein Bruchteil der Neutronenspins geflippt werden.

Dieses Beispiel zeigt auch sehr schön einen Vorteil der Neutronenspektroskopie: Durch den Austausch einzelner Isotope in Teilen der Probe kann man den Kontrast der Probe für Neutronen stark verändern, die Änderung des chemischen Verhaltens der Probe durch die Deuterierung ist für viele Probleme vernachlässigbar klein.

Eine Normierung der Messung ist möglich, indem man das Verhalten einer Referenzprobe ohne die zu untersuchende Dynamik aufnimmt. Falls der Strukturfaktor der Probe sich mit der Temperatur nicht zu stark ändert, kann man die Dynamik einfach durch Abkühlen ausfrieren und die Probe selbst als Referenz nehmen, ansonsten muß man sich mit einer möglichst ähnlichen Eichprobe behelfen. Es ergibt sich:

$$\frac{S(\omega)}{S(0)} = \frac{P(\tau, T)}{P(\tau, 0)} \quad (2.17)$$

Der erste Index beschreibt dabei die Abhängigkeit der Polarisation von der Spinechozeit, der zweite Index beschreibt die Temperaturabhängigkeit von Probe. Polarisationsfehler, die von der Spinechozeit, also den Streufeldern in den Spektrometerspulen, abhängen, verschwinden bei dieser Normierung, da sie unabhängig von der Proben temperatur sind.

## 2.2 Neutronen-Resonanz-Spinecho (NRSE)

Anfang der neunziger Jahre entwickelten R. Gähler und R. Golub das Neutronen-Resonanz-Spinecho-Spektrometer (Abbildung 2-6), eine Variante des Spinecho-Prinzips.

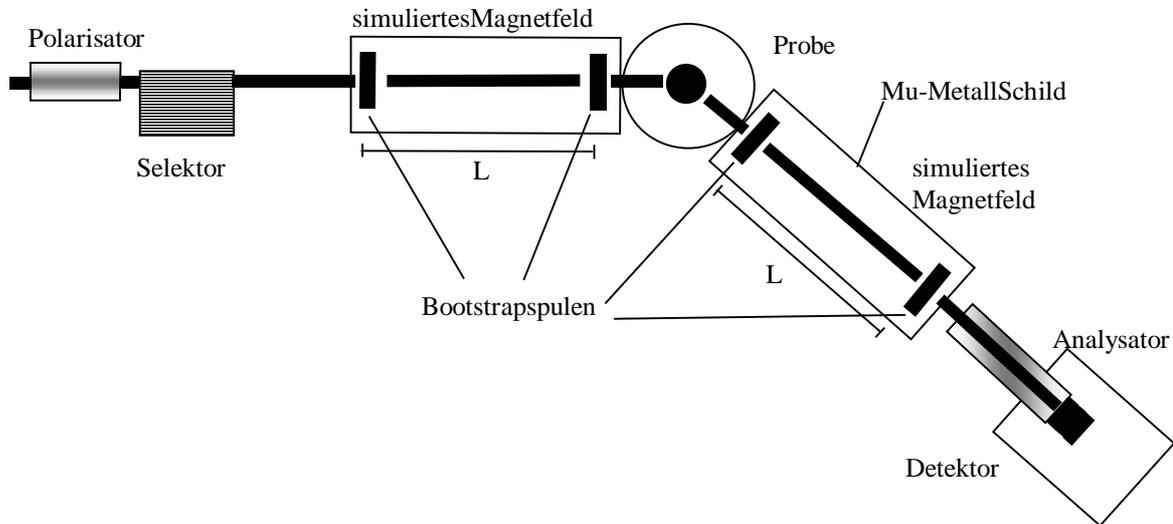


Abbildung 2-6: Prinzipieller Aufbau eines NRSE-Spektrometers: Der Neutronenstrahl wird, wie bei einem NSE-Spektrometer, polarisiert und mittels Selektor gefiltert. Dann tritt er in die Mu-Metall-Abschirmung ein. In dieser durchfliegen die Neutronen die Bootstrapspulen und die Probe, treten aus dem magnetischen Schild aus und werden an der Analysator-Detektoreinheit nachgewiesen.

Bei diesem Spektromertyp ersetzt man die konventionellen Spulen eines NSE-Spektrometers durch jeweils zwei Hochfrequenzspinflipper im Abstand  $L$  und kann dadurch ein Magnetfeld der Länge  $L$ , aber bis zu vierfacher Feldstärke simulieren (vierfach mit Bootstrapspulen, dann sind 4 Spinflipper pro Spektrometerarm im Einsatz, siehe Kapitel 2.2.1). Die Bootstrapspulen befinden sich in einer magnetischen Abschirmung (siehe Kapitel 3.1.2), daher gibt es einen alternativen Namen für diesen Spektromertyp: Nullfeld-Spinecho. Damit der Übergang aus dem Führungsfeld des Neutronenleiters in den feldfreien Bereich innerhalb des Spektrometers adiabatisch erfolgt, befinden sich an Anfang und Ende der Abschirmung Einkoppelspulen, die von den Neutronen durchflogen werden. Zur Intensitätssteigerung sind innerhalb des Spektrometers Neutronenleiter aus unbeschichtetem Glas angebracht (Kapitel 3.1.5).

### 2.2.1 Bootstrapspulen

Um die Wirkung eines statischen Magnetfeldes der Länge  $L$  auf einen Neutronenspin zu simulieren, genügt es, zwei Flipspulen im Abstand  $L$  aufzustellen [Gäh92]. Diese bestehen aus zwei Komponenten: Eine statische Spule und eine darin eingebettete HF-Spule. Die HF-Spule erzeugt ein rotierendes Magnetfeld, um welches der Neutronenspin beim Flug durch die Spule präzediert.

Praktische Tests [Kel93, Köp98] und Simulationen (Kapitel 3.1) ergaben, daß Streufelder reduziert werden, wenn Doppelflipspulen mit entgegengesetzten Magnetfeldern verwendet werden (sogenannte Bootstrapspulen), da dann die Streufelder jeder Spule größtenteils zurückgeführt werden können. Zusätzlich bietet dies die Möglichkeit, die Auflösung um einen Faktor 2 zu erhöhen, indem man 2 HF-Spulen pro Bootstrapset installiert (siehe Abbildung 2.7):

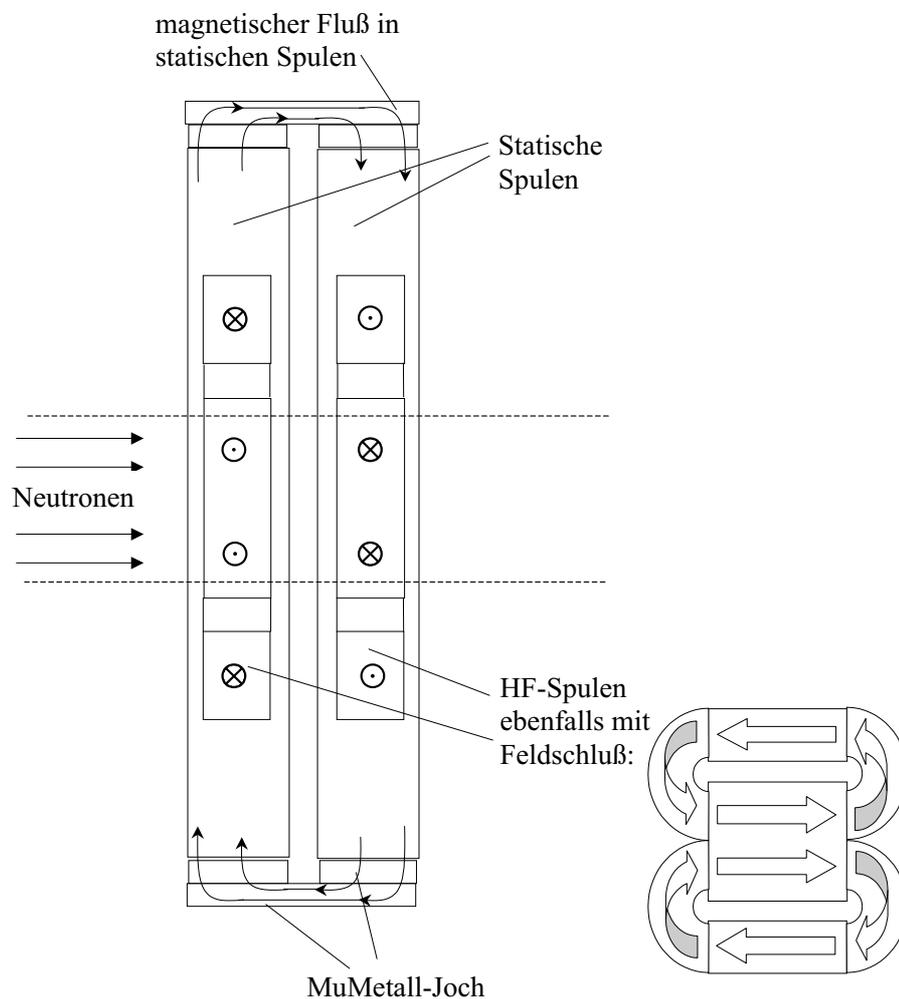


Abbildung 2-7: Prinzipieller Aufbau einer Bootstrapspule: das Magnetfeld der beiden statischen Spulen ist entgegengesetzt und mit einem Mu-Metall-Joch geschlossen, die HF-Spulen befinden sich innerhalb der statischen Spulen. Statisches Feld, HF-Feld und Neutronenstrahl stehen senkrecht aufeinander. Das HF-Feld wird durch zusätzliche Spulen, welche sich nicht im Neutronenstrahl befinden, zurückgeführt und damit geschlossen.

Zur einfachen Betrachtung ist es zunächst ausreichend, die Streufelder zu vernachlässigen und nur eine statische Spule mit einer innenliegenden HF-Spule zu diskutieren. Um die

Wirkung des statischen ( $B_0 = B_z$ ) und des rotierenden Feldes ( $B_r$ ) der HF-Spule zu beschreiben, führt man ein um die z-Achse rotierendes Koordinatensystem ein. Dreht es sich mit der Larmorfrequenz, welche durch das statische Feld in den Spulen gegeben ist, dann ergibt sich für die Frequenz des HF-Feldes eine Resonanzbedingung: Sind Larmorfrequenz ( $\omega_0 = \gamma \cdot B_0$ ) und HF-Spulenfrequenz gleich ( $\omega_0 = \omega_r$ ), wird das rotierende Magnetfeld zeitunabhängig und das statische Feld verschwindet im rotierenden Koordinatensystem:

$$\vec{B} = \vec{B}_0 + \vec{B}_r = \begin{pmatrix} B_r \cos(\omega_r \cdot t) \\ B_r \sin(\omega_r \cdot t) \\ B_0 \end{pmatrix} \xrightarrow{\text{rot. System}} \begin{pmatrix} B_r \\ 0 \\ B_0 - \omega_r/\gamma \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} B_r \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.18)$$

Dabei wurde die Phase des rotierenden B-Feldes auf 0 gesetzt (ohne Beschränkung der Allgemeinheit). Der Neutronenspin präzediert in dem rotierenden Koordinatensystem somit nur um das feststehende  $B_r$ -Feld. Mit der Verweildauer der Neutronen in der HF-Spule  $\Delta t = \frac{d}{v}$  ( $d =$  Dicke der HF-Spule) und der Amplitude des  $B_r$ -Feldes kann man den Präzessionswinkel auf  $\pi$  einstellen ( $\pi$ -Flip-Bedingung):

$$\omega_r \cdot \Delta t = \gamma \cdot B_r \cdot \frac{d}{v} = \pi \quad (2.19)$$

In den HF-Flippern wird also die Polarisationsrichtung der Neutronen  $180^\circ$  um das rotierende B-Feld gekippt und steht auch nach der Drehung wieder in der  $x'y'$ -Ebene:

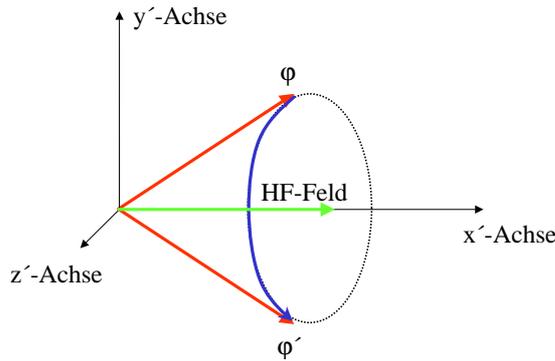


Abbildung 2-8: Spinflip im rotierenden Koordinatensystem, der Spin startet und beendet den Flip in der  $x'y'$ -Ebene.

Überträgt man die Winkeländerung durch den Flipper in das Laborsystem, erhält man:

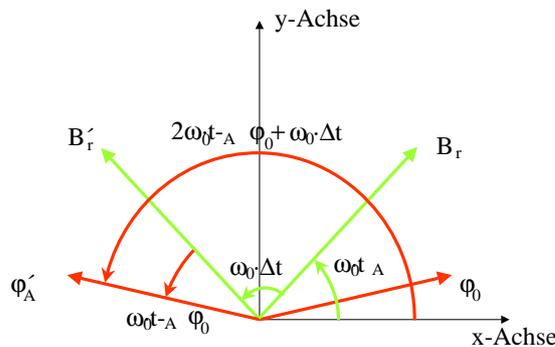


Abbildung 2-9: Spinflip im Laborsystem;  $t_A$  ist der Eintrittszeitpunkt des Neutrons in das rotierende Magnetfeld.

$$\varphi'_A = 2 \cdot \omega_0 \cdot t_A - \varphi_0 + \omega_0 \cdot \frac{d}{v} \quad (2.20)$$

Die Indizierung ergibt sich aus Abbildung 2-10: A für die erste Spule, der Apostroph bezeichnet den Winkel nach Durchfliegen einer Spule. Der Startwinkel  $\varphi_0 = 0$ , da die Neutronen beim Eintritt in das Spektrometer in x-Richtung polarisiert sind. Der Eintrittswinkel der nachfolgenden Spulen wird in der Regel ungleich Null sein.

Durchfliegt ein Neutron einen feldfreien Raum der Länge L, präzediert es im Laborsystem in dieser Zeit nicht. Also ist der Eintrittswinkel in die 2. Spule gleich dem Austrittswinkel aus der 1. Spule ( $\varphi_B = \varphi'_A$ ) und der Phasenwinkel nach der 2. Spule (entsprechend Gl. 2.20) beträgt (wobei  $t_B$  die Eintrittszeit in die zweite Spule ist:  $t_B = t_A + \frac{L}{v}$ ):

$$\varphi'_B = 2 \cdot \omega_0 \cdot t_B - \varphi_B + \omega_0 \cdot \frac{d}{v} \quad (2.21)$$

$$\varphi'_B = 2 \cdot \omega_0 \cdot \left(t_A + \frac{L}{v}\right) - 2 \cdot \omega_0 \cdot t_A + \varphi_0 - \omega_0 \cdot \frac{d}{v} + \omega_0 \cdot \frac{d}{v} = 2 \cdot \omega_0 \cdot \frac{L}{v} + \varphi_0 \quad (2.22)$$

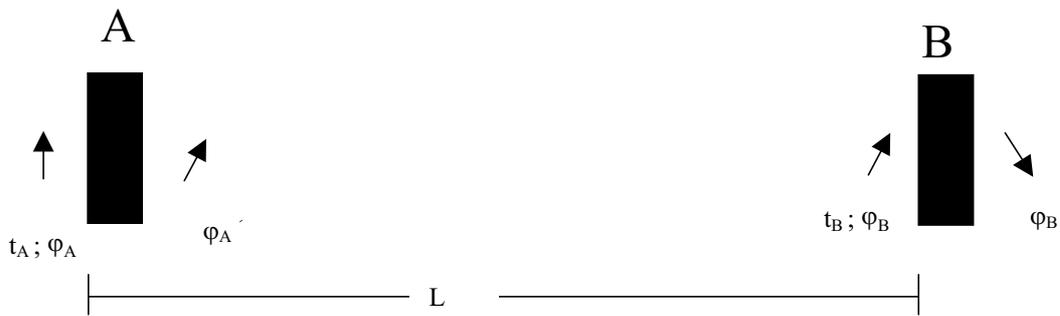


Abbildung 2-10: Bei einem NRSE-Spektrometer präzediert der Neutronenspin nur innerhalb der kurzen HF-Flipsulen

Der Winkel nach Durchfliegen des ersten Spektrometerarms ist also nicht mehr von dem Eintrittszeitpunkt des Neutrons in das Spektrometer  $t_A$  abhängig. Man erkennt auch, daß der Präzessionswinkel der Verweildauer in einem statischen Feld gleicher Länge jedoch doppelter Feldstärke entspricht. Es lassen sich also mit dieser Spulenanordnung statische Felder simulieren.

Bei den Bootstrapspulen besteht ein Spulenset aus zwei statischen und zwei HF-Spulen (Abbildung 2-7). Die statischen Felder  $A_1$  und  $A_2$  sind entgegengesetzt. Die beiden effektiven HF-Felder rotieren gegenläufig zueinander. Nun wendet man Gleichung 2.21 zweimal an:

$$\begin{aligned} \varphi'_{A2} &= -2 \cdot \omega_0 \cdot t_{A2} - \varphi_{A1} + \omega_0 \cdot \frac{d}{v} = 2 \cdot \omega_0 \cdot \left(t_{A1} + \frac{d}{v}\right) - \omega_0 \cdot \frac{d}{v} - 2\omega_0 \cdot t_{A1} + \varphi_0 - \omega_0 \cdot \frac{d}{v} \\ &= -4\omega_0 \cdot \left(t_{A1} + \frac{d}{v}\right) + \varphi_0 \end{aligned} \quad (2.23)$$

Durch Verwendung einer zweiten HF-Spule kann man ein statisches Magnetfeld mit vierfacher Stärke von  $B_z$  simulieren, allerdings dreht sich das Vorzeichen des simulierten Magnetfeldes um. Dieser Faktor 4 geht auch in die Spinechozeit  $\tau$  ein.

Da es technisch sehr aufwendig wäre, ein rotierendes Magnetfeld zu erzeugen, verwendet man bei NRSE-Spektrometern linear oszillierende HF-Felder. Diese lassen sich in zwei gegenläufig rotierende Komponenten zerlegen. Betrachtet man das HF-Feld der Spinflipspulen im mit  $\omega_r$  rotierenden Koordinatensystem, steht eine Komponente des Feldes still, die andere Komponente dreht sich gegenläufig mit doppelter Winkelgeschwindigkeit. Für große Larmorfrequenzen, also für ein schnell rotierendes Koordinatensystem, mittelt sich die Wirkung der gegenläufigen Komponente auf das Neutron weg [Blo40]. Der entscheidende Parameter ist dabei das Verhältnis  $B_r/B_0$ , welches sich über die Breite der HF-Flipspulen einstellen läßt [Han99]. Erst für kleine Spinechozeiten spielt der Bloch-Siegert-Shift eine Rolle und begrenzt die untere NRSE-Auflösung. Bei der gegebenen Spulengeometrie und einer Wellenlänge von 6 liegt die minimale HF-Frequenz bei etwa 25 kHz (der Phasenfehler durch den Bloch-Siegert-Shift ist wellenlängenabhängig)[Köp98].

Man kann die beiden HF-Spulen eines Bootstrapsets mit einem linear oszillierenden HF-Feld betreiben, da durch das statische Magnetfeld der Drehsinn des Koordinatensystems und damit die richtige rotierende Komponente des HF-Feldes ausgesucht wird.

### 2.2.2 NRSE-Spektrometer, quantenmechanische Erklärung

Um der Spinechozeit  $\tau$  eine anschauliche Bedeutung zu geben, ist eine halbklassische Beschreibung nützlich. Eine komplette quantenmechanische Beschreibung findet sich in [Gol94]. Beschreibt man in x-Richtung polarisierte, monochromatische Neutronen durch entlang der z-Achse quantisierte Spinoren,

$$\vec{\Psi}_0 = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} e^{i(ky-\omega t)} \\ e^{i(ky-\omega t)} \end{pmatrix} \quad (2.24)$$

ergibt sich beim Eintritt in ein klassisches Magnetfeld in z-Richtung mit einer scharfen Feldgrenze eine Aufspaltung der beiden Spineigenzustände nach ihrem Impuls. Da die Feldkopplungskonstante  $\mu_N = -1.93\mu_B = -1.93 \cdot e \cdot h / (4\pi m_N) = -9.75 \cdot 10^{-27} J/T$  negativ ist, verlieren Neutronen mit Spin up (bezüglich B) potentielle Energie, Neutronen mit Spin down (bezüglich B) gewinnen Energie ( $\Delta E_{pot} = \pm \mu_B \cdot B$ ). Das statische Magnetfeld ist konservativ, also verliert/gewinnt das Neutron dabei kinetische Energie, entsprechend einer Änderung des k-Vektors um  $\pm \Delta k$ :

$$\vec{\Psi} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} e^{i(k+\Delta k)y} \\ e^{i(k-\Delta k)y} \end{pmatrix} \cdot e^{-i\omega t} \quad (2.25)$$

Mit:

$$\Delta k = k \cdot \frac{\Delta E_{kin}}{2E} = \frac{\gamma \cdot B}{2 \cdot v} \quad (2.26)$$

Beim Verlassen des Magnetfeldes verschwindet diese Aufspaltung wieder. Die unterschiedlichen  $k$ -Vektoren der Spineigenzustände haben aber zu einer Präzession innerhalb des Feldes geführt, wie es klassisch zu erwarten war. Die Phasenverschiebung zwischen den Spinzuständen entspricht dem klassischen Polarisationswinkel in der xy-Ebene. Betrachtet man die beiden Wellenfunktionen nach Durchfliegen eines Magnetfelds der Länge L, erhält man einen Phasenwinkel zwischen den beiden Zuständen von:

$$\varphi = L \cdot 2\Delta k = \gamma \cdot B \cdot \frac{L}{v} \quad (2.27)$$

Dies entspricht dem klassischen Phasenwinkel.

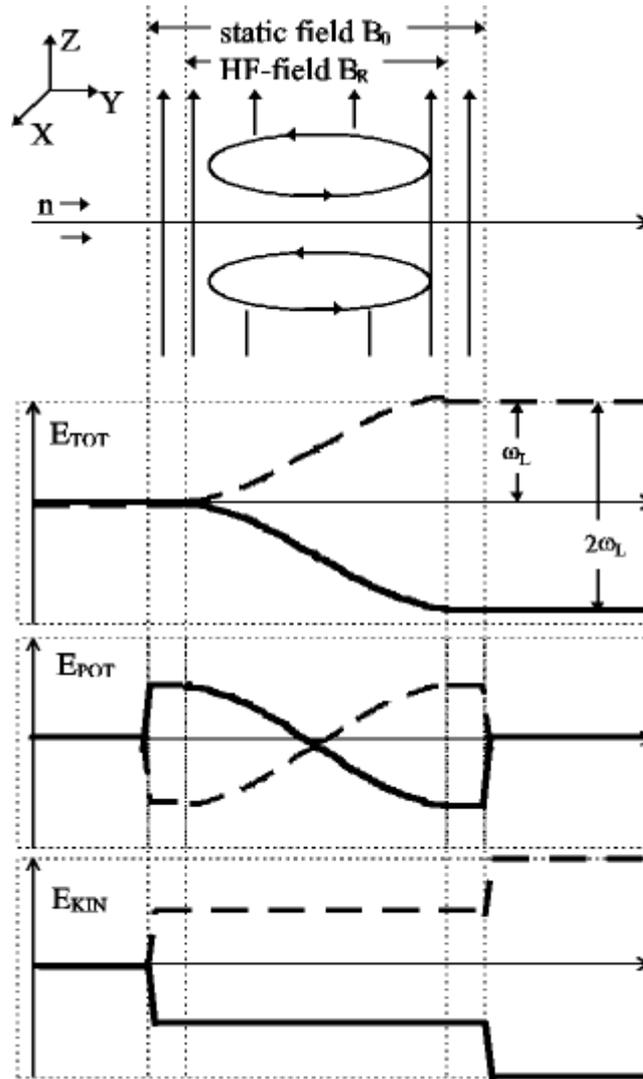


Abbildung 2-11: Die HF-Spinflipper spalten die kinetische und die totale Energie der beiden Spinzustände auf [Han99].

Ein HF-Spinflipper spaltet die beiden Spinzustände zunächst an der ersten Feldgrenze seines statischen Magnetfeldes auf. Da das in das statische Feld eingebettete HF-Feld die beiden Spineigenzustände vertauscht (siehe Abbildung 2-11), erhöht sich der kinetische Energieunterschied nochmals um den Faktor 2 beim Austritt aus dem statischen Magnetfeld. Ein zweiter HF-Spinflipper im Abstand  $L$  macht den Unterschied in den kinetischen Energien wieder rückgängig. Das Ergebnis bestätigt, äquivalent zu der klassischen Beschreibung, daß die Aufspaltung der kinetischen Energien (und somit die Präzession des Neutronenspins) in dem Bereich  $L$  einem statischen Magnetfeld gleicher Länge, aber doppelter Stärke entspricht. Untersucht man Gleichung 2.26 für verschiedene Eingangsenergien  $f(\omega_i)$ , findet man:

$$\vec{\Psi}_0 = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} e^{iky-\omega t} \\ e^{iky-\omega t} \end{pmatrix} \cdot \int d\omega_i f(\omega_i) e^{i\omega_i(y/v_i-t)} \quad (2.28)$$

Nimmt man für  $f(\omega_i)$  ein um  $\omega_0$  zentrisches dreieckiges Spektrum (mit der Abweichung der einfallenden Neutronenenergien  $\hbar\Delta\omega$ ) an, das bei längeren Wellenlängen bei Verwendung eines Geschwindigkeitsselektors näherungsweise vorliegt, kann man die Energieverteilung

fouriertransformieren [Köp98] und erhält:

$$\tilde{f}(y, t) = \frac{\sin^2[\frac{1}{2}\Delta\omega_i(y/v_i - t)]}{[\Delta\omega_i(y/v_i - t)]^2} \quad (2.29)$$

d.h. man kann die ungestörte Wellenfunktion in Komponenten zerlegen, deren Schwerpunkte sich mit der klassischen Geschwindigkeit  $v_i$  bewegen. Die Breite des Spektrums bestimmt die Ausdehnung des Wellenpakets.

R. Golub berechnet in [Gol92] die Polarisation in Abhängigkeit des Pfadintegrals für einen direkten Strahl und erhält für ein NRSE-Spektrometer mit einem in der Länge variablen (simulierten) 2.Feld:

$$P(\Delta y) = \frac{\sin^2[\Delta\omega_i \cdot \tau(\Delta y)]}{[\Delta\omega_i \cdot \tau(\Delta y)]^2} \cdot \cos \frac{\omega_0 \Delta y}{v_0} \quad (2.30)$$

Dabei entspricht der zweite Faktor der Cosinusooszillation (Abbildung 2-3), die beim Durchstimmen der beiden Pfadintegrale in einem NRSE-Spektrometer entsteht:  $\frac{B_1 \cdot L_1}{B_2 \cdot (L_2 + \Delta y)}$  (dabei ist  $\Delta y$  die zusätzliche Länge des Pfadintegrals, gemessen vom Spinechopunkt). Der erste Faktor ist die Einhüllende und wird durch die Breite und die Form der Wellenlängenverteilung bestimmt; Es ergibt sich für die Zahl der erkennbaren Oszillationen  $N = \omega_0 / \Delta\omega_i = \lambda / \Delta\lambda$  (siehe Abbildung 2-2). Die Aufspaltung der beiden Spinwellenfunktionen innerhalb der (simulierten) Felder führt zu einem zeitlichen und bei gekippten Feldern auch zu einem räumlichen Versatz der beiden Spineigenfunktionen an der Probe. Ändert sich die Probe in dieser Zeitspanne so, daß die beiden Wellenpakete an verschiedenen Konfigurationen gestreut werden, wird die Kohärenz der beiden Zustände gestört und die Polarisation am Spinechopunkt nimmt ab. Also kann man die Spinechozeit  $\tau$  bei nicht gekippten Feldern als den zeitlichen Unterschied zwischen den beiden Spinwellenpaketen am Probenort deuten.



## 2.3 MIEZE (Modulation of Intensity by Zero Effort)-Prinzip

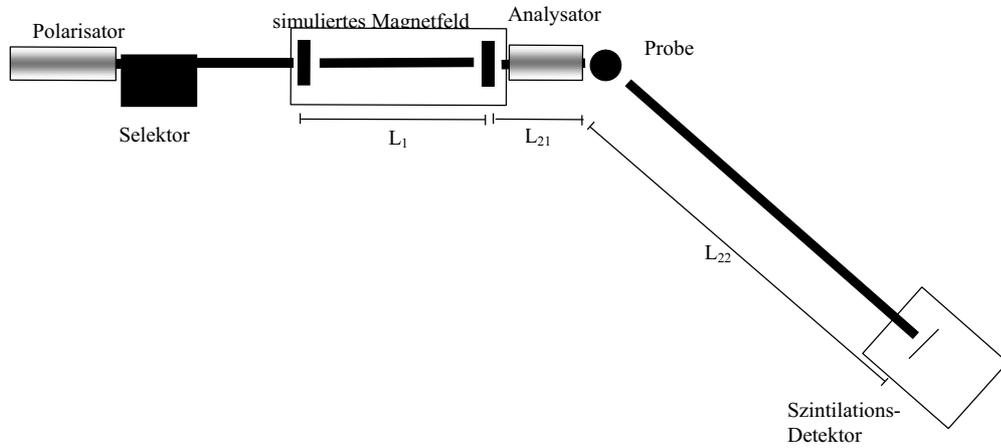


Abbildung 2-12: Prinzipieller Aufbau eines MIEZE-Spektrometers: Der erste Spektrometerarm entspricht fast einer NRSE-Anordnung, nur ist der Analysator vor der Probe installiert. In der Probenregion ist keine magnetische Abschirmung erforderlich, der sekundäre Spektrometerarm besteht nur noch aus einem Detektor im Abstand  $L_{22}$ .

Eine MIEZE-Anordnung ist für RESEDA ebenfalls geplant. Sie benötigt für eine hohe zeitliche Auflösung bei der Detektion einen Szintillationsdetektor und eine schnelle Zählerkarte. Diese Meßmethode hat den großen Vorteil, nicht durch Spinflips in der Probe beeinträchtigt zu werden, da die Polarisationsanalyse schon vor der Probe stattfindet. Bei MIEZE-Spektrometern ist deswegen eine Deuterierung wasserstoffhaltiger Proben nicht erforderlich, auch Messungen mit starken Magnetfeldern in der Probenregion können mit dieser Technik durchgeführt werden. Außerdem vereinfacht sich der Aufbau, da nach dem Analysator im ersten Arm keine magnetische Abschirmung mehr notwendig ist (Abbildung 2-12). Ein großer Nachteil dieser Methode ist, daß die Laufzeitunterschiede durch Streuung an verschiedenen Stellen in der Probe klein gegen die sogenannte Oszillationslänge  $L_{Osz} = v/(\gamma B)$  sein müssen, also die Probe dünn sein muß. Ein typischer Wert für Proben- und Szintillatordicke ist  $d = 0.2 \text{ mm}$ .

Bei einem MIEZE-Spektrometer betreibt man nur zwei (Bootstrap-) Flipspulen im Abstand  $L_1$ . Im Unterschied zu der bisherigen Meßmethode arbeiten die beiden Spulen im ersten Arm mit verschiedenen Frequenzen ( $\omega_B = \omega_A + \Delta\omega$ ). Die Zeit, zu der die Neutronen an der 2. Spule ankommen, entspricht der Flugzeit  $t_B = t_A + \frac{L_1}{v}$  und  $\varphi_B = \varphi'_A$  (vergl. Gleichung 2.22).

Wendet man die Gleichung 2.21 zweimal an, erhält man unter Vernachlässigung der Spulendicke d:

$$\begin{aligned} \varphi'_B &= 2 \cdot \omega_B \cdot t_B - \varphi'_A = 2 \cdot (\omega_A + \Delta\omega) \cdot \left(t_A + \frac{L_1}{v}\right) - 2\omega_A \cdot t_A + \varphi_0 \\ \varphi'_B &= 2 \cdot (\omega_A + \Delta\omega) \cdot \frac{L_1}{v} + 2\Delta\omega \cdot t_A + \varphi_0 \end{aligned} \quad (2.31)$$

Durch die unterschiedlichen Frequenzen in den Spinflippern entsteht eine Abhängigkeit des Phasenwinkels nach der zweiten Spule  $\varphi'_B$  vom Eintrittszeitpunkt  $t_A$  der Neutronen in

das Spektrometer. Betrachtet man zunächst einen monochromatischen Neutronenstrahl, erhält man für den Analysator vor der Probe eine explizit zeitabhängige Transmissionsfunktion:

$$\frac{I}{I_0} = \frac{1 + \cos(\varphi'_B(t_A))}{2} \quad (2.32)$$

Die durch den MIEZE-Betrieb erzeugte, rotierende Spinphase nach der 2. Spule wird durch den Analysator in eine zeitabhängige, cosinusförmige Intensitätsmodulation umgesetzt. Die Neutronen erreichen den Detektor nach Durchfliegen des Spektrometers zum Zeitpunkt  $t$ .

$$t = t_A + \frac{L_1}{v_1} + \frac{L_{21}}{v_1} + \frac{L_{22}}{v_2} \quad (2.33)$$

(dabei wird ein Energieübertrag an der Probe angenommen:  $v_2 = v_1 + \frac{\hbar\omega}{mv_1}$ )

Eingesetzt in Gleichung 2.31 ergibt sich:

$$\varphi'_B = 2 \cdot (\omega_A + \Delta\omega) \cdot \left(t - \frac{L_{21}}{v_1} - \frac{L_{22}}{v_2}\right) - 2 \cdot \omega_A \left(t - \frac{L_1}{v_1} - \frac{L_{21}}{v_1} - \frac{L_{22}}{v_2}\right) + \varphi_0 \quad (2.34)$$

Analog zu der Spinechobedingung (Gleichung 2.7) kann man für elastische Streuung ( $v_1 = v_2$ ) die MIEZE-Bedingung aufstellen, damit Gleichung 2.34 unabhängig von der Geschwindigkeit wird:

$$\frac{\Delta\omega}{\omega_A} = \frac{L_1}{L_{21} + L_{22}} \quad (2.35)$$

Unter Einhaltung dieser Bedingung kann man mit einem breiten Wellenlängenspektrum messen. Bei quasielastischer Streuung verschmiert sich der Ankunftszeitpunkt, da die Neutronen aufgrund des Energieübertrags an der Probe zu unterschiedlichen Zeiten an dem Detektor ankommen ( $v_2$  in Gleichung 2.34 ist hängt von  $S(\omega)$  der Probe ab). Mit der Streufunktion  $S(\omega)$  ergibt sich dabei aus Gleichung 2.32 und 2.34 für die Intensität am Detektor:

$$\frac{I_d(t)}{I_0} = \int d\omega S(\omega) \frac{1 + \cos(\tau_M \cdot \omega)}{2} \quad (2.36)$$

Die Spinechozeit  $\tau_M$  berechnet sich (analog zu Gleichung 2.9):

$$\tau_M = \frac{L_{22}\hbar\Delta\omega}{mv_2^3} \quad (2.37)$$

Die Meßgröße ist die Kontrastabnahme, welche durch den zeitlichen Unterschied der am Detektor eintreffenden Neutronen nach quasielastischer Streuung entsteht. Auch hier läßt sich, wie bei einem NRSE-Spektrometer, mit Bootstrapsulen die Auflösung um einen Faktor 2 vergrößern; siehe Kapitel 2.2

## 2.4 Inelastische Messungen mit RESEDA

In diesem Kapitel sollen die Grenzen eines klassischen NSE-Spektrometers für inelastische Messungen am Beispiel eines Phonons aufgezeigt werden:

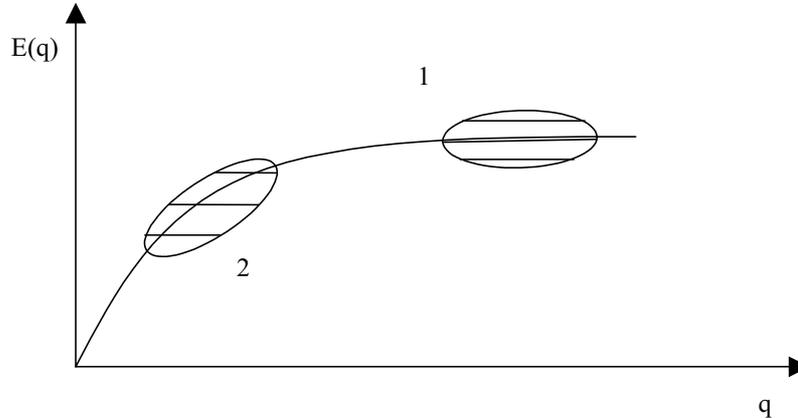


Abbildung 2-13: Messung einer Phononenlinie mit einem Dreiachsenspektrometer mit Spinechoaufsatz: 1. Fall horizontale Spinecholinien für eine lokale Anregung, 2. Fall eine dissipative, gekrümmte Anregung.

Das sogenannte Auflösungsellipsoid (Abbildung 2-13) [Coo76, Squ96] ergibt sich bei Dreiachsenspektrometern aus den gaußförmigen Transmissionsfunktionen für Energie und Impuls durch den Monochromator- und Analysatorkristall.

Durch den Streuwinkel an diesen Kristallen und an der Probe, Kollimation des Neutronenstrahls und Fokussierung durch die Kristalle kann man die Größe und die Orientierung der Ellipse im  $E(q)$ -Diagramm verändern. Aus Platzgründen ist es bei RESEDA nicht möglich, einen Monochromatorkristall einzusetzen, der Selektor hat eine ähnliche, dreieckige Transmissionsfunktion (allerdings eine wesentlich schlechtere Energieauflösung).

Der Abstand der in Abbildung 2-13 in die Ellipsen eingezeichneten Linien entspricht der Energieauflösung eines Spinechospektrometers (eine Linie entspricht  $\varphi = \text{const.}$ ). Diese Linien werden Spinecholinien genannt, üblicherweise werden Linien von  $\varphi = 0, 2\pi, 4\pi, \dots$  in das Ellipsoid eingezeichnet, da dann der Abstand zweier Linien einer vollen Spinpräzession entspricht. Die Dichte der Spinecholinien in einem Auflösungsellipsoid ist proportional zur Spinechozeit  $\tau$ .

Faltet man die Dispersionsrelation der Probe mit dem Auflösungsellipsoid und der Spinechogleichung [Sta02, Hei98], ergibt sich:

- für lokale Anregungen, d.h.  $E(q)$  ändert sich mit  $q$  nur wenig (Fall 1 in Abbildung 2-13), also eine kleine Energievariation in der Probe. Für die Neutronen ergibt sich eine (im Vergleich zu Fall 2 in Abbildung 2-13) kleine Depolarisation. Erhöht man die Auflösung, erhöht sich die Spinecholiniendichte in der Ellipse. Sobald die Breite der Dispersionsrelation dem Abstand zweier Spinecholinien entspricht, ist die Polarisation am Analysator praktisch nicht mehr meßbar, da die Variation des Energieübertrags in der Probe jetzt im Bereich von  $\hbar\omega = 2\pi\frac{\hbar}{\tau}$  liegt. Ist die Krümmung der Dispersionsrelation im Meßbereich ausreichend klein, kann man die Linienbreite bestimmen: Sie entspricht dem Abstand der Spinecholinien, bei dem man noch eine Polarisation am Spinechopunkt messen kann.

- eine nichtlokale, gekrümmte Dispersion (Fall 2 in Abbildung 2-13) schneidet bereits bei geringer Spinechoauflösung mehrere Spinecholinien, es ist keine Aussage über die Linienbreite möglich. Dreht man die Spinecholinien innerhalb des Auflösungsellipsoids durch Verkippen der Bootstrapspulen (Anhang B), kann man die Auflösung des Spinechospektrometers zwar erhöhen, in dem gewählten Beispiel ist aber leicht zu erkennen, daß die Krümmung der Dispersionsrelation im gewählten Bereich groß ist und damit eine Bestimmung der Linienbreite verhindert. Als einzige Lösung bietet sich an, das Auflösungsellipsoid zu verkleinern.

Betrachtet man im Folgenden ein NRSE-Spektrometer, bei dem die Eingangsenergie- und Eingangsimpulsverteilung im wesentlichen durch einen Selektor festgelegt wird, ist eine einfache Abschätzung der Impulsauflösung möglich:

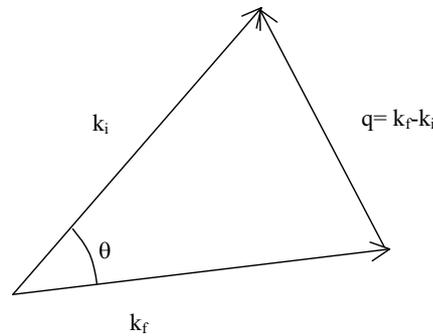


Abbildung 2-14: Streudreieck für Neutronen mit dem einfallenden Impuls  $k_i$ , dem auslaufenden Impuls  $k_f$ , dem Impulsübertrag  $q$  und dem Streuwinkel  $\theta$

Nach dem Cosinussatz erhält man:

$$q^2 = k_i^2 + k_f^2 - 2k_i k_f \cos(\theta) \quad (2.38)$$

Dies läßt sich zunächst für elastische Streuung vereinfachen:

$$q = 2k \sin \frac{\theta}{2} \quad (2.39)$$

Dabei tragen einfallende und auslaufende Impulsabweichungen gleichmäßig zur Abweichung des Impulsübertrages bei und man kann Gleichung 2.39 in erster Ordnung entwickeln. Es ergibt sich für die Impulsabweichung:

$$\Delta q = 2\Delta k \sin \frac{\theta}{2} + 2\Delta\theta k \cos \frac{\theta}{2} \quad (2.40)$$

Bei RESEDA ist geplant, für inelastische Messungen einen Analysatorkristall und, falls nötig, Kollimatoren einzusetzen. Dadurch wird es möglich, die Winkelabweichung  $\Delta\theta$  und auslaufende Impulsabweichung  $\Delta k_f$  sehr klein zu wählen. Es ist für eine erste Abschätzung deshalb ausreichend, die Abweichungen durch die Divergenz in den Sekundärarmen des Spektrometers zu vernachlässigen und nur die Impulsabweichung durch das einfallende Wellenlängenspektrum des Selektors zu betrachten:

$$\Delta q \simeq 2\Delta k_i \sin \frac{\theta}{2} \quad (2.41)$$

Nimmt man als einfallende Wellenlänge  $\lambda = 2.5$ ,  $\Delta\lambda/\lambda = 10\%$  und einen Streuwinkel an der Probe von  $\theta = 90^\circ$  an, kann man für eine grobe Abschätzung der Impulsauflösung nur  $k_i$  berücksichtigen und erhält eine Impulsbreite des Auflösungsellipsoids von ca.:

$$\Delta q = 2\Delta k_i \sin \frac{\theta}{2} = 0.356^{-1} \quad (2.42)$$

Nimmt man zusätzlich  $\lambda_f = 5$  an, dann beträgt der Energieübertrag in der Probe etwa  $\hbar\omega = 10 \text{ meV}$  und der Impulsübertrag  $q = 3.16^{-1}$ .

Schon mit dieser einfachen Betrachtung sieht man die Grenzen von RESEDA zur Vermessung von Phononenlinienbreiten: Die Breite der einfallenden Impulsverteilung ist etwa eine Größenordnung größer als bei einem typischen Dreiachsenexperiment. Um sie einzuschränken, muß man entweder starke Intensitätseinbußen hinnehmen (z.B. die einlaufende Wellenlängenbreite auf 1% absenken) oder den Meßbereich stark einschränken, z.B. bei großen Streuwinkeln, also möglichst nahe am „back scattering“-Bereich, messen.

Genügt eine Probe den Anforderungen des Spektrometers, kann allerdings aufgrund der längeren Neutronenwellenlänge und des größeren Spulenabstands von RESEDA mit einer etwa dreifach höheren Energieauflösung gegenüber einem thermischen Dreiachsenspektrometer mit NRSE-Aufsatz gerechnet werden. Als interessante Anwendung von RESEDA für inelastische Messungen bieten sich Anregungen in stark korrelierten Elektronensystemen, wie zum Beispiel bei Hochtemperatur-Supraleitern, an, da Anregungen in diesen Systemen kaum vom Impulsübertrag abhängig sind und somit die niedrige Impulsauflösung keine Rolle spielt.



# Kapitel 3

## Instrumentbeschreibung

### 3.1 Mechanische Komponenten von RESEDA

Die Reihenfolge der Beschreibung der einzelnen Komponenten von RESEDA in diesem Kapitel folgt dem Flugweg der Neutronen. Zunächst wird der Neutronenleiter und dessen Optimierung mittels Monte Carlo-Simulationen beschrieben. Das magnetische Führungsfeld des Neutronenleiters wird dabei in einem eigenem Unterkapitel vorgestellt. Anschließend werden die technischen Spezifikationen des Selektors angegeben. Die Aluminiumstruktur und der zentrale Drehkranz, mit dem die Spektrometerarme bewegt werden, sind in einem eigenen Kapitel dargestellt. Die Konstruktion der doppelten magnetischen Abschirmung wird im Detail vorgestellt, da sie eine wesentliche Komponente und eine Neuentwicklung für dieses Spektrometer darstellt. Auch die Neutronenstrahlführung innerhalb der Abschirmung ist speziell auf den zugänglichen Wellenlängen- und Divergenzbereich abgestimmt und wird in einem eigenen Kapitel vorgestellt. Es folgt eine Beschreibung der verschiedenen speziell für RESEDA entwickelten Spulen und des für die HF-Spulen benötigten Schwingkreises. Anschließend wird der Analysator und das  $^3\text{He}$ -Zählrohr als Detektor beschrieben. Die zum Betrieb benötigte Medienversorgung (Wasser, Luft, Strom und Starkstrom) wird kurz aufgezählt.

Die Funktionsweise des Steuerprogramms wird in einem eigenen Kapitel erläutert. Es ist in verschiedenen logischen Zugangsebenen organisiert. Nur die unterste Ebene kommuniziert mit den Hardware-Komponenten, die direkt darüber liegende Ebene standardisiert den Aufruf der verschiedenen angesprochenen Geräte. Die dritte Ebene ordnet den Geräteparametern physikalische Größen zu (z.B. wird aus einer Motorposition der Kippwinkel der Probe errechnet). Die oberste Ebene ist die eigentliche Steuerebene, auf der die Meßprotokolle eingegeben und bearbeitet werden können.

#### 3.1.1 Neutronenleiter

Das Spektrometer RESEDA befindet sich an dem 65 m langen, polarisierenden Neutronenleiter 5b an der kalten Quelle der neuen Neutronenquelle FRM-II (Forschungsreaktor München II). Der Neutronenleiter wird 8 m vor dem Spektrometer unterbrochen, damit durch einen Selektor die Wellenlänge für das Experiment ausgewählt werden kann. Anschließend folgt eine gerade Trompete, also ein Neutronenleiterabschnitt, welcher sich in Flugrichtung verbreitert, mit den Innenmaßen  $34 \cdot 34 \text{ mm}^2 \Rightarrow 38 \cdot 38 \text{ mm}^2$ , um die Divergenz und Anisotropie des Neutronenstrahls zu verringern.

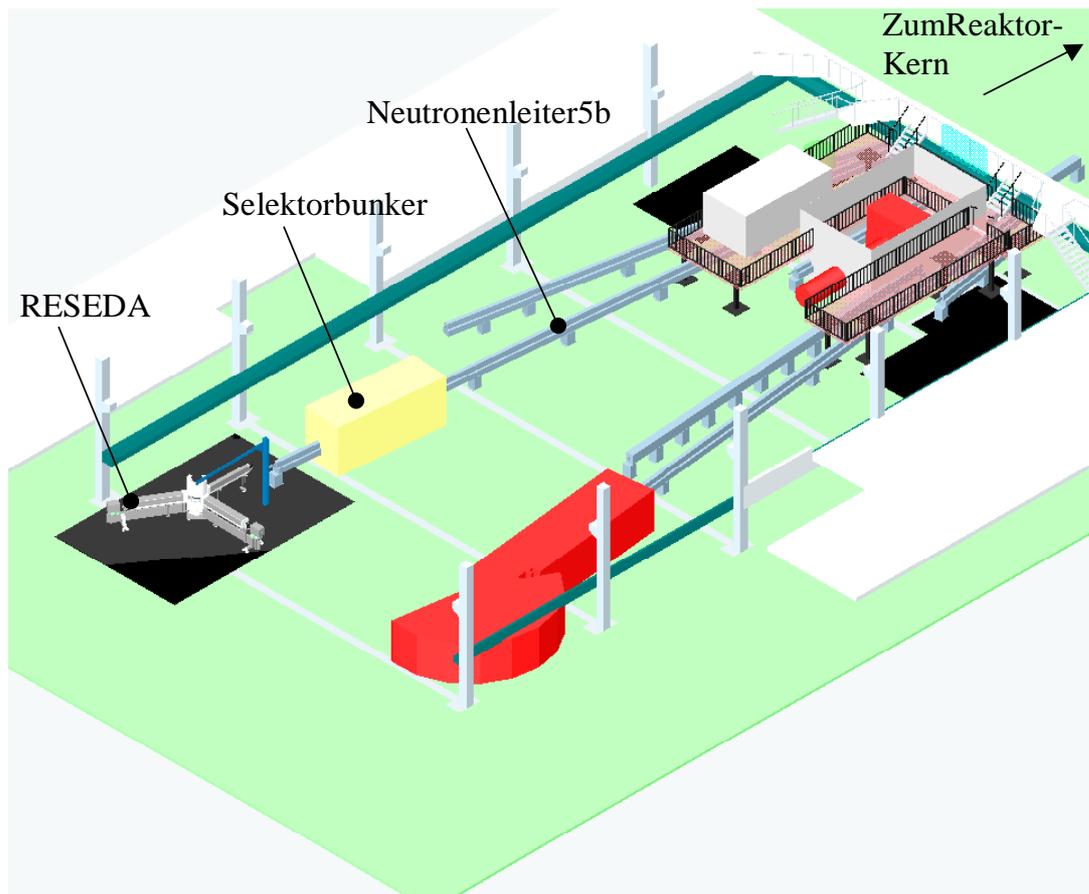


Abbildung 3-1: Position von RESEDA: Das Spektrometer befindet sich in der Nordwestecke der Neutronenleiterhalle am Ende des polarisierenden Neutronenleiters 5b. 6 m vor dem Spektrometer befindet sich der Selektor innerhalb einer 0.5 m starken Betonabschirmung

Der Leiter besteht aus folgenden Teilsegmenten:

|        |   |                    |
|--------|---|--------------------|
| 10 m   | $60 \cdot 170 \text{ mm}^2$ gerade,   | nichtpolarisierend |
| 30 m   | $29 \cdot 170 \text{ mm}^2$ gekrümmt ( $r = 1640 \text{ m}$ )                       | nichtpolarisierend |
| 35 m   | $29 \cdot 170 \text{ mm}^2$ gekrümmt ( $r = 1640 \text{ m}$ )                       | polarisierend      |
| 0.35 m | Selektorlücke   |                    |
| 8 m    | $34 \cdot 34 \text{ mm}^2 \Rightarrow 38 \cdot 38 \text{ mm}^2$ gerade Antitrompete | nichtpolarisierend |

Dazwischen sind noch eine Reihe von kleineren Unterbrechungen vorhanden, z. B. für Sicherheitsshutter. Obwohl deren Auswirkung auf die neutronenoptischen Eigenschaften des Neutronenleiters gering ist, wurde in den Simulationen versucht, die Konstruktion möglichst genau innerhalb des Simulationsprogramms abzubilden (siehe Anhang B: das Eingabefile für die Simulationen mit dem Programm Mcstas).

Nur das obere Fünftel des Querschnitts des polarisierenden Leiters 5b in der Neutronenleiterhalle wird von dem Spektrometer RESEDA genutzt. Der nutzbare Querschnitt wird im Wesentlichen durch die NRSE-Spulen begrenzt. Ein größeres Fenster in diesen Spulen würde die Homogenität des Spulenfeldes und damit die Neutronenpolarisation beeinträchtigen. Außerdem begrenzt das Selektorfenster die maximal mögliche Strahlgröße. Das Selektorfenster ist zwar größer (ca.  $55 \cdot 150 \text{ mm}^2$ ), da aber der Selektor relativ zum Strahl verkippt werden kann, um den Wellenlängenbereich zu verschieben [Dor00], sollte

der genutzte Neutronenstrahl deutlich kleiner als das Selektorfenster sein. Die unteren 4/5 des polarisierenden Neutronenleiters werden in der ersten Ausbaustufe des Forschungsreaktors nicht genutzt. Sie werden deshalb mit  ${}^6\text{Li}$ -Kacheln abgedeckt, um die Neutronen in diesem Bereich abzuschirmen. Eine alternative Planung sieht eine im unteren Teil bewegliche Abschirmburg in dem Bereich des Selektors vor. Damit könnte in dieser Burg ein Monochromator für ein weiteres Spektrometer installiert werden.

Bis zur Selektorposition wird der polarisierte, kalte Neutronenstrahl 5b in voller Größe mit einem gekrümmten Neutronenleiter der Innenmaße  $29 \cdot 170 \text{ mm}^2$  geführt. Die auf den Selektor folgende Trompete, die vom Selektor ausgehend etwa das obere Fünftel des Neutronenstrahls nutzt, weitet sich zum Spektrometer hin auf (von  $34 \cdot 34 \text{ mm}^2$  nach  $38 \cdot 38 \text{ mm}^2$ ), um die Divergenz des Strahls zu reduzieren. Der Querschnitt des magnetischen Führungsfeldes kann nach dem Selektor verkleinert werden (Abbildung 3-2).

### 3.1.1.1 Magnetisches Führungsfeld des Neutronenleiters

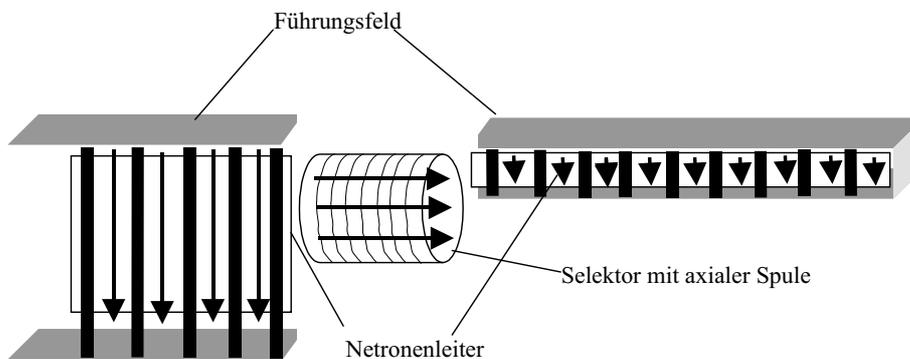


Abbildung 3-2: Das magnetische Führungsfeld im Selektorbereich wird zweimal um  $90^\circ$  verkippt und auf den kleineren Neutronenleiterquerschnitt nach dem Selektor angepaßt.

Nach den Erfahrungen an anderen polarisierten Neutronenleitern hat es sich bewährt, das Führungsfeld aus Eisenbolzen, Eisenplatten und kleinen Zylindermagneten aufzubauen. Für das Führungsfeld bei RESEDA wurden  $3 \text{ mm}$  hohe Zylindermagnete aus Neodym-Eisen-Bor, Durchmesser  $15 \text{ mm}$  mit  $20 \text{ mm}$  langen Eisenbolzen (ST37) gleichen Durchmessers kombiniert, die  $3 \text{ mm}$  starken Abdeckplatten (aus ST37) haben die Außenmaße  $120 \cdot 1000 \text{ mm}^2$ . Richtet man alle Magnete gleich aus, läuft etwa  $60\%$  des magnetischen Flusses durch den Bereich innerhalb der Eisenkonstruktion zurück (siehe Abbildung 3-4) und ist dabei ausreichend parallel, so daß sich die magnetischen Schichten des Neutronenleiters entlang der Feldlinien ausrichten. Die polarisierten Neutronen können den Feldinhomogenitäten rechts und links innerhalb des Neutronenleiters weitgehend adiabatisch folgen. Zehn Eisenbolzen mit elf Magneten (Gesamthöhe  $233 \text{ mm}$ ) bilden einen Stabmagneten für den großen Neutronenleiterabschnitt vor dem Selektor, vier Eisenbolzen mit fünf Magneten (Höhe  $95 \text{ mm}$ ) werden in dem Bereich der Trompete eingesetzt, jeder Eisen-Magnet-Stapel wird von einem Aluminiumröhrchen geschützt.

Mit 60 der gefüllten Röhrchen pro Meter läßt sich ein magnetisches Feld von  $180 \text{ G}$  erreichen, welches ausreicht, um die Superspiegel im Neutronenleiter und damit die Neutronen zu polarisieren (siehe Abbildung 4-1: Polarisation bei verschiedenen Feldstärken). Eine



Abbildung 3-3: Blick in ein Teilstück des Führungsfeldes ohne Neutronenleiter.

Verschiebung der Stäbe hat nur einen sehr geringen Effekt auf die Feldhomogenität zwischen den beiden Abdeckplatten.

Zweidimensionale Simulationen der Feldregion mit dem Finite Element Programm Ansys 5.4 der Firma CADFEM bestätigen die gute Homogenität dieser Feldanordnung (Abbildung 3-4):

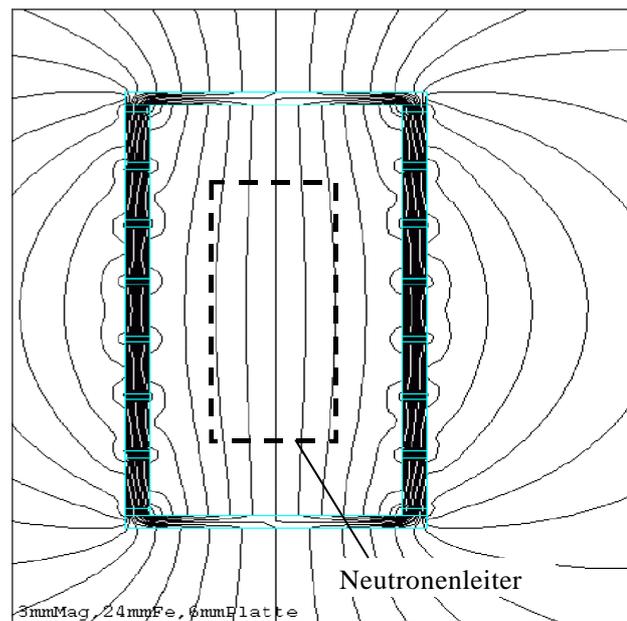


Abbildung 3-4: Ansys-Simulation der Feldlinien im Querschnitt des magnetischen Führungsfeldes.

Damit der Selektor die Polarisation der Neutronen erhält, ist auch in diesem Bereich ein Führungsfeld erforderlich. Allerdings muß das Feld am Selektor axial sein, um Induktionsfelder im axialen Motor des Selektors zu vermeiden. Dies führt dazu, daß die Polarisationsrichtung der Neutronen zweimal um  $90^\circ$  gedreht werden muß (Abbildung 3-2). Dazu wird das Führungsfeld des Neutronenleiters ab etwa  $0.5\text{ m}$  vor dem Selektor auf  $20\text{ G}$  verringert. Das Führungsfeld ist dann zu schwach, um den Neutronenleiter in diesem Bereich zu polarisieren, aber stark genug, um eine Depolarisation der Neutronen durch Streufelder zu verhindern. Stimmt man das Feld der Spule, welche auf den Selektor gewickelt ist, mit den Führungsfeldern der Neutronenleiter ab, erfolgt die Drehung der Feldrichtung langsam entlang der Neutronenflugstrecke und die polarisierten Neutronen folgen der Verkipfung des Feldes adiabatisch. Der Polarisationsverlust durch die Feldgeometrie in der Selektorgegend ist dann vernachlässigbar klein. Das Führungsfeld an der Trompete beträgt ebenfalls  $20\text{ G}$ , da auch hier die Neutronen nur noch geführt, nicht mehr polarisiert werden. Diese Felderniedrigung bewirkt auch kleinere Streufelder für die sich anschließende Mu-Metallabschirmung des Spektrometers und auch der Übergang in den feldfreien Raum innerhalb der Abschirmung wird vereinfacht, da das Feld in der Einkoppelspule kleiner gewählt werden kann.

### 3.1.2 Ergebnisse der Simulationen

Mit dem am Risø National Laboratory entwickelten und am ILL in Grenoble weiterentwickelten Programm Mcstas 1.6 (Monte Carlo Simulation for Triple Axis Spectrometer) existiert ein nützliches Werkzeug, um den Verlauf eines Neutronenstrahls in einem Neutronenleiter und auch in einem Spektrometer zu simulieren. Mcstas setzt die in einem Eingabefile definierten Module (Anhang B) zu einem neuen ausführbaren C-Code zusammen. Dieses Programm startet dann in einer Monte Carlo Simulation Neutronen von einer Quellposition und erzeugt dabei einen zufälligen Neutronenstrahl. Die Richtung des Neutronenstrahls wird durch die Quelle vordefiniert. Ausgehend von dieser selbstdefinierten Neutronenquelle kann man die gewünschten Komponenten in den virtuellen Neutronenstrahl plazieren. Das Programm bestimmt dann deren Auswirkung auf die simulierten Neutronen mit einer Raytracing-Strategie. Die Wahrscheinlichkeit, mit der ein Neutron eine bestimmte Trajektorie durchfliegt, nimmt entlang der Trajektorie ab, wenn das Neutron mit einer neutronenoptischen Komponente (beispielsweise ein Neutronenspiegel) wechselwirkt. Nachdem das Neutron sämtliche Komponenten durchlaufen hat, steht eine Gesamtwahrscheinlichkeit für diese Trajektorie fest. Bei realen Neutronenleitern mit etwa  $60\text{ m}$  Länge nimmt die Neutronenintensität auf etwa  $10^{-3}$  der Anfangsintensität an der kalten Quelle ab. Der Grund für diesen Flußverlust liegt in erster Linie an der Geometrie. Beim Neutronenleiter für RESEDA macht sich beispielsweise die Verkleinerung des Strahlquerschnitts und die Unterbrechung des Neutronenleiters für den Selektor stark bemerkbar, nur etwa 1% der gestarteten Trajektorien werden an den Detektoren nach dem Neutronenleiter detektiert. Summiert man über viele Trajektorien, ergibt sich das Verhalten der Neutronen in dem untersuchten System. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Simulationen mit  $10^8$  Neutronen durchgeführt, was einen guten Kompromiß zwischen der erforderlichen Rechenzeit (etwa  $12\text{ h}$ ) und einer aussagekräftigen Statistik darstellt.

In dieser Arbeit wurden ortsauflösende, energieabhängige und divergenzempfindliche Detektoren eingesetzt. Das Hauptziel der Simulationen war die Charakterisierung und Optimierung des zum Spektrometer führenden Neutronenleiters; es wurden aber auch andere Komponenten (z.B. der Analysator) untersucht.

Verfolgt man die Orts- und Divergenzverteilung entlang des Neutronenleiters ergibt sich folgendes Bild (im Folgenden ist jeweils links die simulierte Neutronenintensität in Abhängigkeit von der Divergenz und rechts die simulierte Neutronenintensität in Abhängigkeit von der Position im Neutronenleiter aufgetragen): Zu Beginn des Neutronenleiters, also in  $2.5\text{ m}$  Abstand von der kalten Quelle, die als runde leuchtende Fläche mit dem Durchmesser von  $0.15\text{ m}$  simuliert wurde (s. Anhang B das Eingabefile für die Mcstas-Simulation), ist die Divergenz nicht eingeschränkt und die Neutronen sind gleichmäßig räumlich verteilt (Abbildung 3-5):

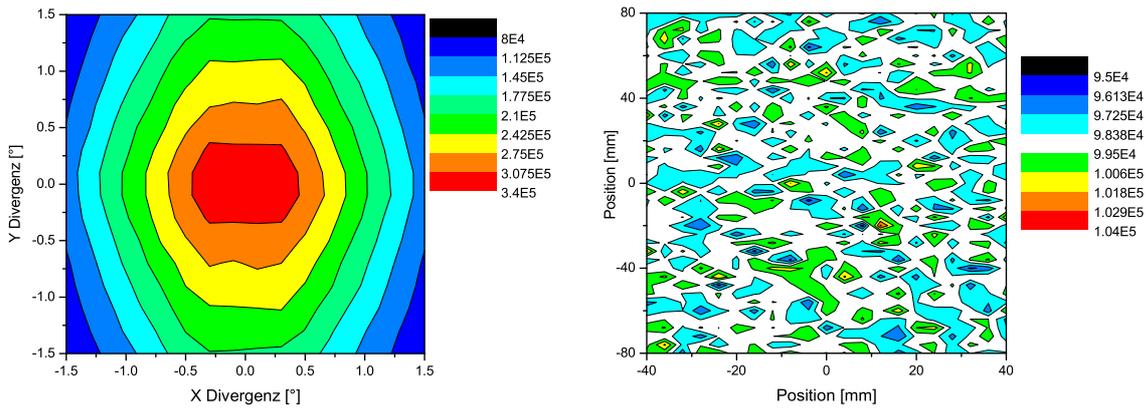


Abbildung 3-5: Am Anfang des Neutronenleiters sind die Neutronen isotrop verteilt. Die Divergenzverteilung ergibt sich aus dem Abstand und der Größe der kalten Quelle.

tronenleiterabschnitts nach der kalten Quelle (mit den Maßen  $60 \cdot 170\text{ mm}^2$ ,  $m = 2$ ) ist schon ein typisches Neutronenleiterprofil des Strahls zu erkennen. Der Parameter  $m$  gibt an, daß durch eine Beschichtung der Neutronenleiterwände mit sogenannten Superspiegeln der maximale Reflexionswinkel erhöht wurde.  $m$  ist auf Nickel normiert ( $m_{Ni} = 1$ ) [Mai63]. Das Profil ist rechteckig in Divergenz und Ort, da der Neutronenleiter eine relativ scharf begrenzte maximale Divergenz transmittiert (s. Kapitel 3.1.4 und Abbildung 3-6) und einen rechteckigen Querschnitt hat:

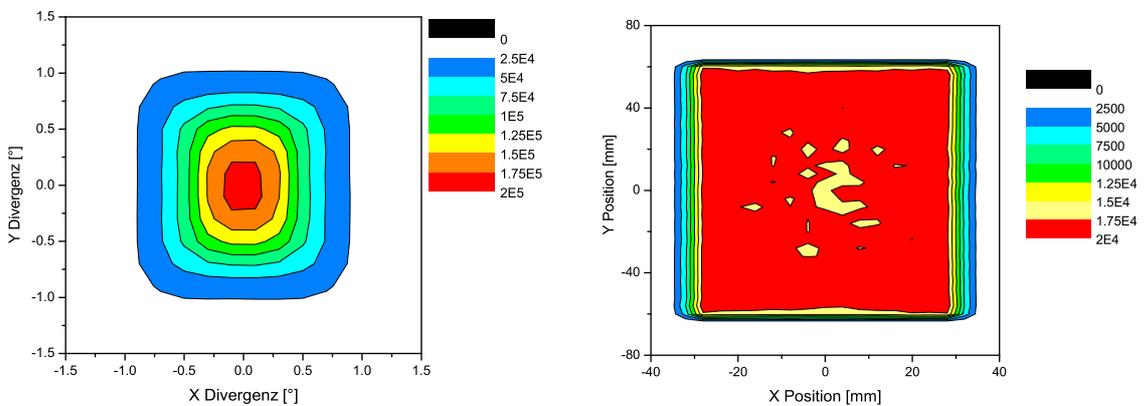


Abbildung 3-6: Nach  $7.5\text{ m}$  geraden Neutronenleiter ist ein typisches Leiterprofil zu erkennen.

Nach Passieren von 65 m gekrümmten Neutronenleiters (Radius  $R = 1640\text{ m}$ ,  $m = 2$ ) befinden sich mehr Neutronen an der konvexen Leiterseite, aber die Divergenzverteilung ist homogen. Mit dem Eintritt in die Neutronenleiterhalle wird der Leiter 5 halbiert, und der Leiterabschnitt 5b führt weiter in Richtung RESEDA, ausgestattet mit polarisierenden Superspiegeln mit  $m = 2$ . Der Krümmungsradius ( $R = 1640\text{ m}$ ) wird bis zum Selektor beibehalten. Die hier dargestellte Orts- und Divergenzverteilung (Abbildung 3-7) berücksichtigt 0.5 m Lücke, die für den Selektor vorgesehen ist.

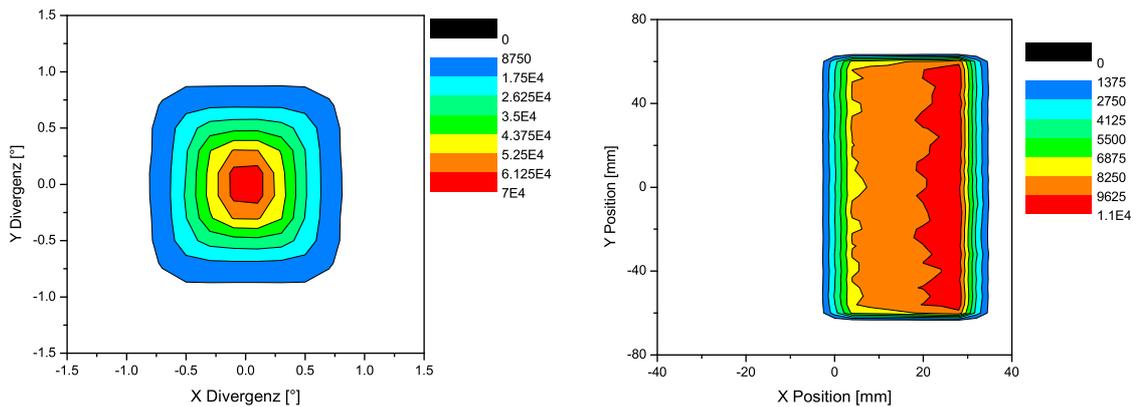


Abbildung 3-7: Nach 65 m gekrümmten Neutronenleiter ( $R = 1640\text{ m}$ ) ist die Divergenzverteilung symmetrisch, der Schwerpunkt Neutronenverteilung liegt näher an der konvexen Leiterseite (die sogenannte Leiterraußenseite).

Durch die anschließende 8 m lange, gerade Trompete ( $34 \cdot 34\text{ mm}^2 \Rightarrow 38 \cdot 38\text{ mm}^2$ ) wird der Neutronenstrahl wieder isotrop in der Ortsverteilung, allerdings bewirkt die Selektorklücke in Verbindung mit dem gekrümmten Leiterabschnitt, daß die Divergenzverteilung anisotrop ist. Durch die Trompete nimmt sowohl die Divergenz als auch Flußdichte des Neutronenstrahls ab (Abbildung 3-8).

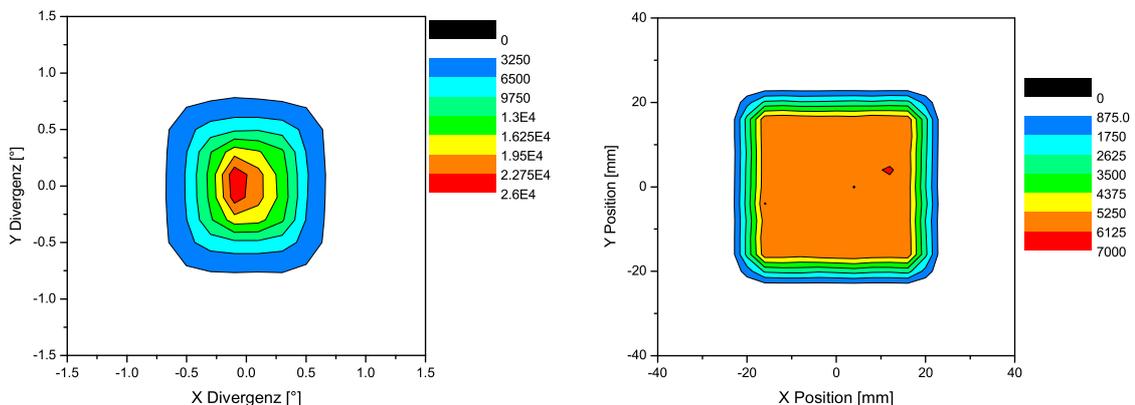


Abbildung 3-8: Nach der Trompete ist die räumliche Verteilung isotrop. Die mittlere Divergenz und die Flußdichte der Neutronen haben abgenommen.

Simuliert man verschiedene Krümmungsradien des Neutronenleiters, ergibt sich, daß der Krümmungsradius des Neutronenleiters die untere transmittierte Wellenlänge festlegt:

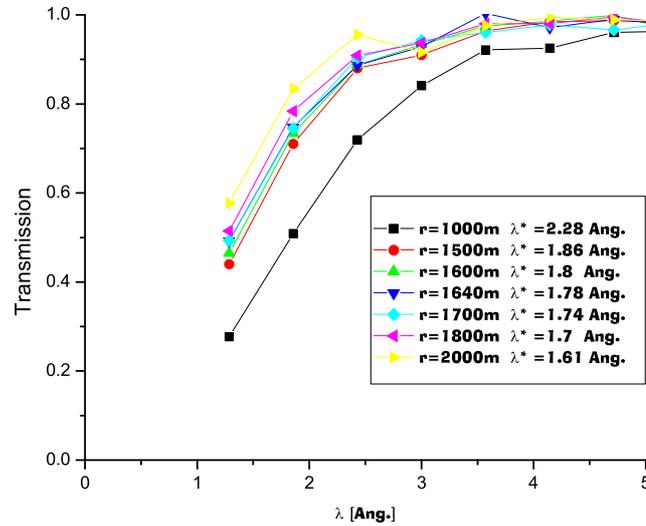


Abbildung 3-9: Die Transmission des Neutronenleiters ändert sich in Abhängigkeit vom Krümmungsradius des Neutronenleiters. Die zu dem Krümmungsradius gehörende kritische Wellenlänge ist mit angegeben.

Die kritische Wellenlänge  $\lambda^*$  entspricht der Wellenlänge, ab der keine Zickzack-Streuung mehr möglich ist, ein Neutron also nur noch girlandenförmig an dem äußeren Leiter entlangwandert. Sie berechnet sich aus der Breite  $a$  des Neutronenleiters und dem Krümmungsradius  $R$ :

$$\lambda^* = \frac{\gamma^*}{1.7 \cdot 10^{-3} \cdot m} = \frac{1}{1.7 \cdot 10^{-3} \cdot m} \cdot \sqrt{\frac{2a}{R}} \quad (3.1)$$

(mit dem Glanzwinkel  $\gamma_{Ni}^*$  von  $Ni = 1.7 \cdot 10^{-3} \text{ rad}/. m$  ist ein Maß für die Schichten des Superspiegels, bei dem RESEDA-Neutronenleiter werden Spiegel mit  $m = 2$  eingesetzt.)

Nach [Mai63] entspricht  $\lambda^*$  einer Transmission von 70%. Dieser Wert wird auch in der Simulation bestätigt. Als Referenz für die Simulationen wurde ein gerader Leiter mit den gleichen Maßen und Eigenschaften verwendet und als Transmission der Quotient (gekrümmter Leiter)/(gerader Leiter) gebildet. Damit ist sichergestellt, daß der beobachtete Effekt nur vom Krümmungsradius und nicht etwa von Unterbrechungen des Neutronenleiters abhängt.

Mit dem Krümmungsradius von  $R = 1640 \text{ m}$  wurde die kritische Wellenlänge des Neutronenleiters 5b zu  $\lambda^* \simeq 1.78$  eingestellt.

Der zweite gekrümmte Neutronenleiterabschnitt ( $35 \text{ m}$ ;  $29 \cdot 170 \text{ mm}^2$ ,  $m = 2$ ) ist polarisierend ausgelegt, es ergeben sich für diesen Leiterabschnitt verschiedene Transmissionswahrscheinlichkeiten für die beiden Spinzustände:

Obwohl die Annahme für die Simulationen (siehe Abbildung 3-10) konservativ ist, also die Reflexionswahrscheinlichkeit der Spin-down-Komponente sehr groß gewählt wurde, ergibt sich wegen des langen polarisierenden Leiterabschnitts eine gute Polarisation des Neutronenstrahls. Die Polarisation steigt mit der Wellenlänge an, da langwellige Neutronen im

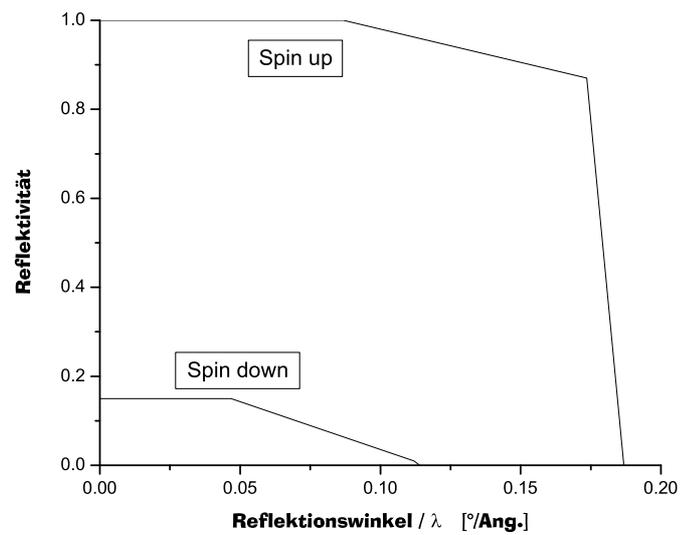


Abbildung 3-10: Durch die Spinrichtung des Neutrons ergeben sich im polarisierenden Abschnitt des Neutronenleiters verschiedene Reflektivitäten für Spin-up- und Spin-down-Neutronen in Abhängigkeit von der Wellenlänge und des Streuwinkels der Neutronen.

Mittel öfter an die Wände des Neutronenleiters stoßen und damit Spin-down-Neutronen besser herausgefiltert werden.

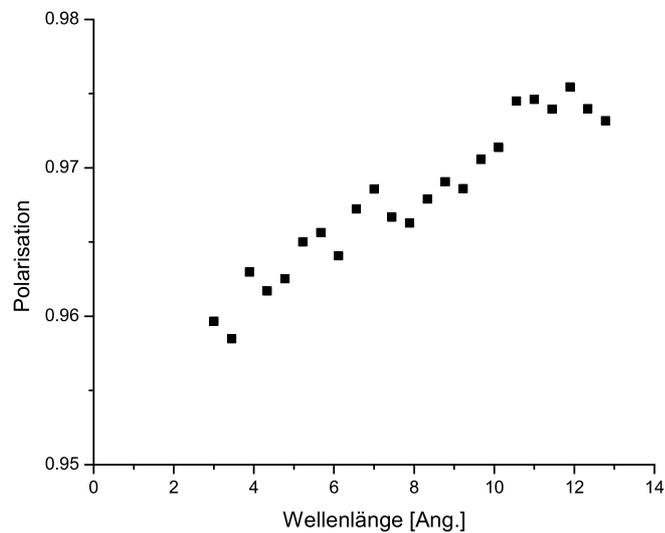


Abbildung 3-11: Die Polarisation der Neutronen hängt von der Wellenlänge ab.

Das Programmpaket Mcstas erlaubt es in einfacher Weise verschiedene Instrumentkonfigurationen (beispielsweise mit Neutronenleiter im Spektrometer und ohne) miteinander zu vergleichen. Eine ganze Reihe von Parametern werden bei diesem Simulationsprogramm in der Regel nicht berücksichtigt (z.B. die Welligkeit der Neutronenleiter oder Montageungenauigkeiten der einzelnen Leiterabschnitte), sondern idealisiert. Dementsprechend ist es nicht hinreichend konservativ, aus den Simulationsdaten auf die absolute Neutronenflußdichte am Spektrometer zu schließen. Andererseits lassen sich die Ergebnisse der Simulationen durchaus mit realen Instrumenten vergleichen [Far01a]. Um eine erste Abschätzung der zu erwarteten Neutronenflußdichte am Spektrometer durchzuführen, müssen die simulierten Daten zunächst mit einem Faktor  $10^6$  multipliziert werden, da das kalte Flußmaximum bei etwa  $1.5$  ungefähr  $10^{14}(\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1})$  beträgt. Die von S. Roth [Rot01] und U. Wildgruber [Wil02] entwickelte Komponente „Flux-adapter.comp“ gewichtet die Neutronenintensitäten der kalten Quelle nach den Vorgaben durch MCNP(Monte Carlo N-Particle)-Simulationen des FRM-II-Reaktorkerns und kernnaher Einbauten [Gau99]. Simuliert man die kalte Quelle als kreisförmige leuchtende Fläche mit einem Radius von  $r = 0.15\text{ m}$  im Abstand von  $a = 2.5\text{ m}$  vom ersten Neutronenleiter im Strahlrohr 1, reduziert sich die Flußdichte zum Neutronenleiter hin. Näherungsweise läßt sich diese Reduktion mit dem Abstandsgesetz überschlagen:

$$\Phi_{NL} = \Phi_{Quelle} \frac{A}{4\pi a^2} = \Phi_{Quelle} \frac{\pi \cdot r^2}{4\pi a^2} \simeq \Phi_{Quelle} \frac{1}{1000} \quad (3.2)$$

(Mit  $\Phi_{NL}$ , der Flußdichte am Neutronenleitereingang,  $\Phi_{Quelle}$ , die Flußdichte an der kalten Quelle mit der Fläche  $A = \pi \cdot r^2$ )

Nach dieser Abschätzung sollte die Flußdichte bei  $1.5$  im Abstand von  $2.5\text{ m}$  von der kalten Quelle ungefähr  $10^{11}/(\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1})$  betragen. Diese Zahl erhält man auch aus den mit  $10^6$  multiplizierten Simulationsdaten. Abbildung 3-12 zeigt dann Verluste der Neutronenflußdichte entlang des Neutronenleiters. Der unterschiedliche Querschnitt der einzelnen Leiterabschnitte wurde berücksichtigt, indem die Flußdaten durch den jeweiligen Leiterquerschnitt an den einzelnen simulierten Meßstellen geteilt wurde und die so erhaltenen Flußdichten miteinander verglichen werden.

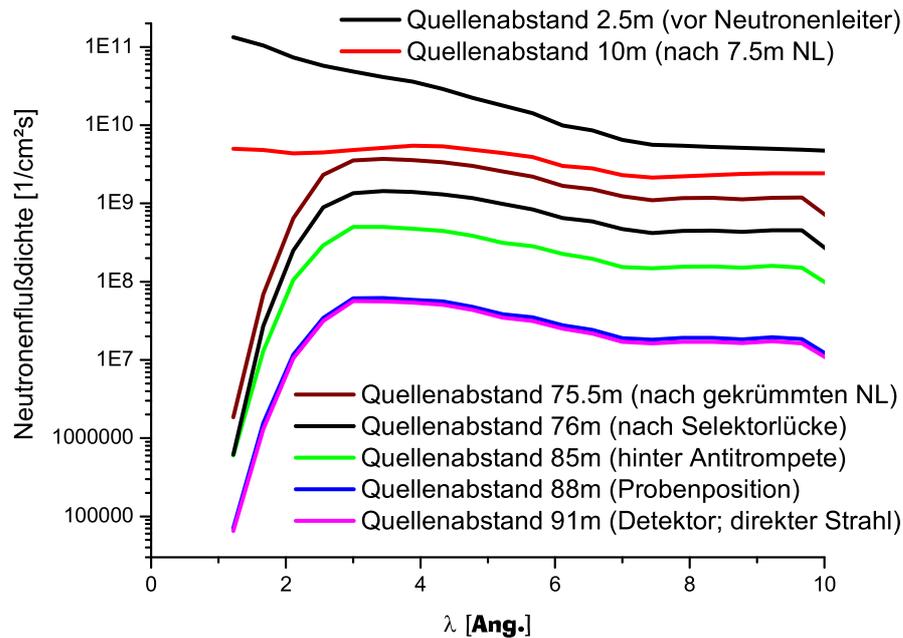


Abbildung 3-12: Neutronenflußdichte an verschiedenen Positionen entlang des Neutronenleiters

Anhand Abbildung 3-12 kann man verschiedene Verlustfaktoren erkennen, indem man von oben nach unten die Flußdichten an verschiedenen Positionen mit der jeweils vorhergehenden vergleicht:

- Rot: Der  $m = 2$ -Neutronenleiter kann nicht die gesamte, von der kalten Quelle zur Verfügung gestellte Divergenz transportieren (siehe auch Abbildung 3-5 und 3-6).
- Braun: Die Krümmung des Neutronenleiters sorgt für einen gewissen Verlust der Flußdichte bei kurzen Wellenlängen. Bei langen Wellenlängen verliert man ebenfalls Neutronen, da langwellige Neutronen im Mittel divergenter sind und deshalb öfter an die Neutronenleiterwände stoßen.
- Schwarz, Grün: Die Selektorlücke und die Trompete tragen ebenfalls dazu bei, die Flußdichte zu verringern.
- Blau: Der Übergang von den  $m = 2$ -Superspiegeln zu den unbeschichteten Glasleitern innerhalb des Spektrometers kostet, zusammen mit den Spulenfenstern, die als Blenden wirken, viel Intensität, verringert aber die Divergenz der Neutronen, welche bei Messungen mit großer Auflösung sowieso eingeschränkt werden müßte (Kapitel 3.1.5).

- Violett: Für die innerhalb von RESEDA transportierte Divergenz ist der Verlust gering, da die Neutronen bis auf kleine Lücken für die Probe und die Bootstrapspulen mit Leitern geführt werden.

### 3.1.3 Selektor



Abbildung 3-13: Foto des Neutronenselektors mit dem Aluminiumfenster für die Neutronen auf der Stirnseite

Um eine bestimmte Wellenlänge des Neutronenstrahls auswählen zu können, ist 8 m vor dem Spektrometer ein Neutronenselektor (Modell NVS32 von Astrium, ehemals Dornier) installiert. Der Wellenlängenbereich, in dem Neutronen transmittiert werden können, liegt zwischen 2.5 – 15 (entsprechend Drehzahlen zwischen 3 000 – 28 300 /min). Herzstück des Selektors ist ein magnetgelagerter Rotor mit 72 Speichen aus einem Kohlefaserverbundwerkstoff, welcher mit einer Beschichtung aus  $^{10}\text{B}$   $35\text{ g/m}^2$  versehen ist. Die kurze Rotorlänge von nur 290 mm hat den Vorteil, daß der Neutronenleiter nur kurz unterbrochen werden muß und nur Neutronen mit sehr großer Divergenz verloren gehen. Über ein Verkippen des Rotors relativ zur Strahlachse des Neutronenstrahls kann man die spektrale Breite des Neutronenstrahls zwischen  $\delta\lambda/\lambda = 10 - 20\%$  einstellen. Die Transmission des Selektors liegt bei etwa 90% im Peak und nimmt zu großen und kleinen Wellenlängen dreiecksförmig ab. Die Dichtigkeit gegenüber nicht genutzten Wellenlängen ist besser  $10^{-3}$ .

### 3.1.4 Aluminiumstruktur

Das Grundgestell des eigentlichen Spektrometers besteht aus Aluminiumprofilen (X500 und X100 von der Firma Micro Control/ Newport). Zusammen mit einer großen Vielfalt an Zubehörteilen bieten solche Profile eine leichte, preiswerte und sehr flexible Möglichkeit die Komponenten des Spektrometers relativ zum Neutronenstrahl zu fixieren und zu justieren. Die Halterungen und Justiertische für die Probe, die magnetische Abschirmung und die Spulen sind an diese Profile angeflanscht. Die Aluminiumstruktur ist auf Luftkissen gelagert, um die Positioniergenauigkeit der Spektrometerarme zu erhöhen. Die Luftkissen können sehr reibungsarm auf einem speziellen Granit-Tanzboden verfahren werden. Im regulären Betrieb werden nur die beiden sekundären Spektrometerarme um die Probe rotiert, um sie auf verschiedene, von der Probe abhängige Streuwinkel einzustellen. Dazu werden sie an einem zentralen Drehkranz unter der Probenregion angeflanscht.



Abbildung 3-14: Foto der Spektrometers, die schwenkbaren Sekundärarme sind gut zu erkennen.

Ein Entriegelungsmechanismus (siehe Abbildung 3-15) verhindert eine Beschädigung der Positioniereinheit bei einem plötzlichen Ausfall der Luftversorgung oder einem Hindernis. Die Winkelenkoder und Positioniereinheiten auf dem zentralen Drehkranz arbeiten mit einer Genauigkeit von etwa  $5 \cdot 10^{-3}^\circ$ , da die Detektoren etwa  $4\text{ m}$  vom Streuzentrum entfernt sind, können sie damit auf etwa  $3\text{ mm}$  genau positioniert werden.

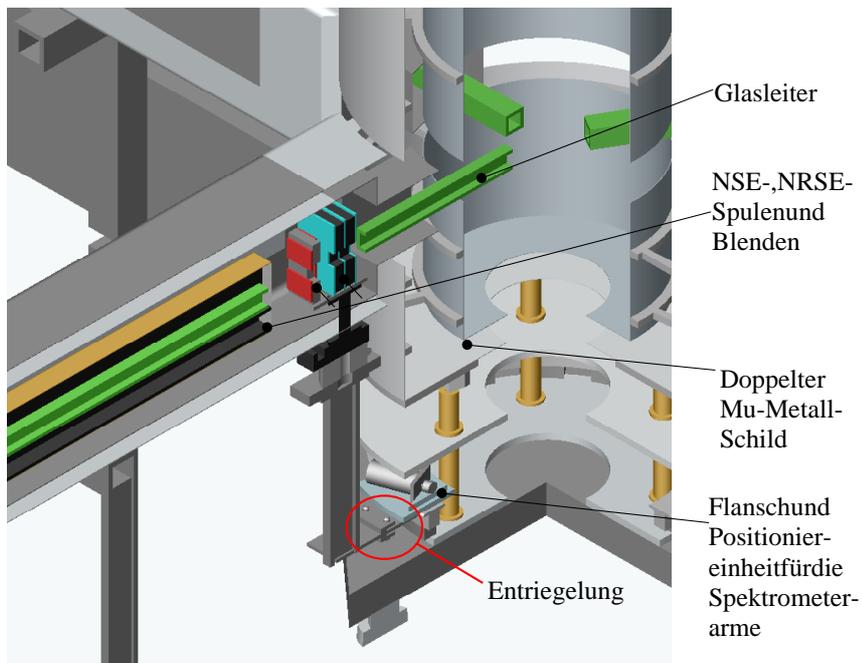


Abbildung 3-15: Die Grundstruktur aus Aluminiumprofilen dient als Träger für die Komponenten des Spektrometers.

## 3.1.5 Magnetischer Schild

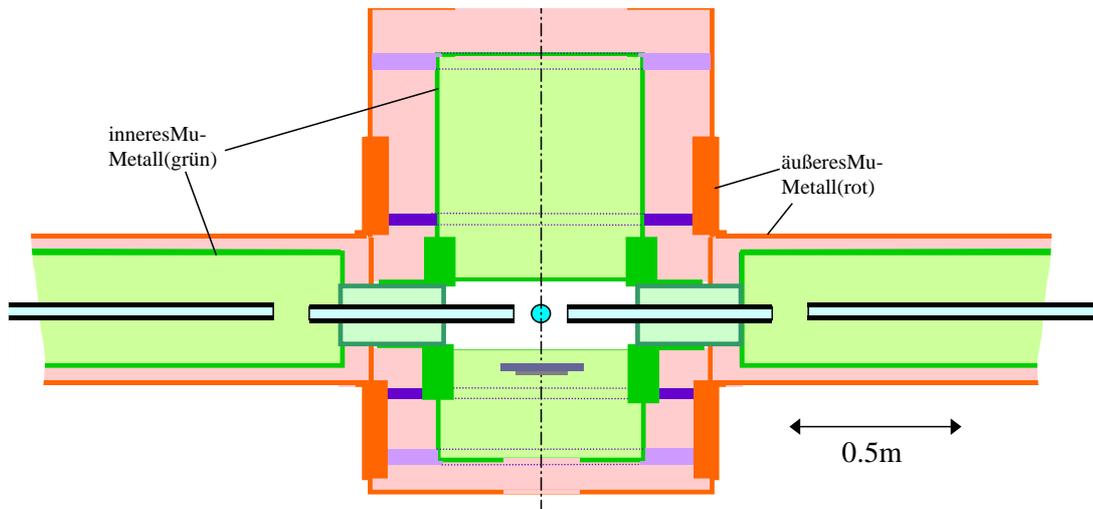


Abbildung 3-16: Doppelte Mu-Metall-Abschirmung von RESEDA (Seitenansicht)

Ein großer Bereich des Spektrometers muß gegen magnetische Felder von außen geschützt werden, da diese die Neutronenpolarisation stören würden. Als einfachste und zuverlässigste Methode hat sich ein passiver Schild aus Mu-Metall erwiesen. Dabei handelt es sich um eine Nickel-Eisen-Legierung (mit 76%Ni, 16%Fe und 8%(Mo + Cu)), welche durch Weichglühen unter einer  $H_2$ -Atmosphäre eine sehr hohe Permeabilität von über  $\mu_{MuM} = 100\,000$  bekommt und sich weichmagnetisch verhält, also fast keine Remanenz besitzt. Wichtig dabei ist, daß die Permeabilität des Schildmaterials vom magnetischen Fluß im Material abhängt. Wird der Fluß im Material zu groß, geht es in Sättigung und die Permeabilität sinkt (Abbildung 3-17).

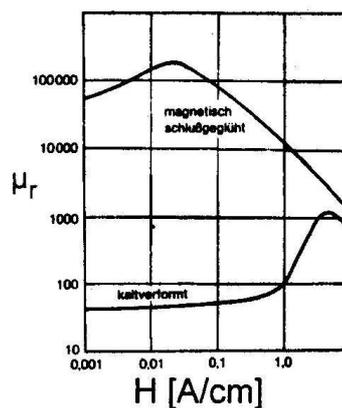


Abbildung 3-17: Die Permeabilität des Mu-Metalls hängt sowohl von der Vorbehandlung, als auch vom magnetischen Fluß im Material ab.

Eine einfache Beschreibung für magnetische Abschirmungen vernachlässigt die komplexe Geometrie des Schildmaterials und betrachtet die Abschirmung näherungsweise als Hohlzylinder, bei welchem man sich das Wandmaterial als Ansammlung kleiner Dipole vorstellen kann, die sich in einem äußeren Magnetfeld entgegengesetzt zum Feld ausrichten und dadurch ein Gegenfeld erzeugen, welches das Feld im abgeschirmten Bereich aufhebt.

Für Abschirmungen, die nicht rund sind, wird ein Entmagnetisierungsfaktor  $N$  eingeführt, der von der Geometrie des Magnetschirms abhängt. Die Werkstoffeigenschaften gehen als weiterer Faktor mit ein. Eine gute Analogie zum magnetischen Flußverlauf ist die Beschreibung des elektrischen Stromes durch material- und geometrieabhängige Widerstände in einem Stromkreis. Der magnetische Fluß spaltet sich in zwei parallele Anteile auf, einmal der Fluß durch das Schildmaterial und der Fluß durch das abgeschirmte Volumen. Es ergibt sich für eine quadratische Abschirmung mit dem Durchmesser  $D$ , der Schirmdicke  $d$  und der Permeabilität des Schirmmaterials  $\mu$  für den Schirmfaktor  $S$  [Mag70, Mag86]:

$$S = N \frac{2\mu \cdot d + D}{D} \simeq N \frac{2\mu \cdot d}{D} \quad (3.3)$$

Für große Permeabilität des Wandmaterials kann man den Fluß im geschirmten Volumen vernachlässigen. Der Entmagnetisierungsfaktor beträgt für eine quadratische Abschirmung  $N = 0.42$  [Mag75].

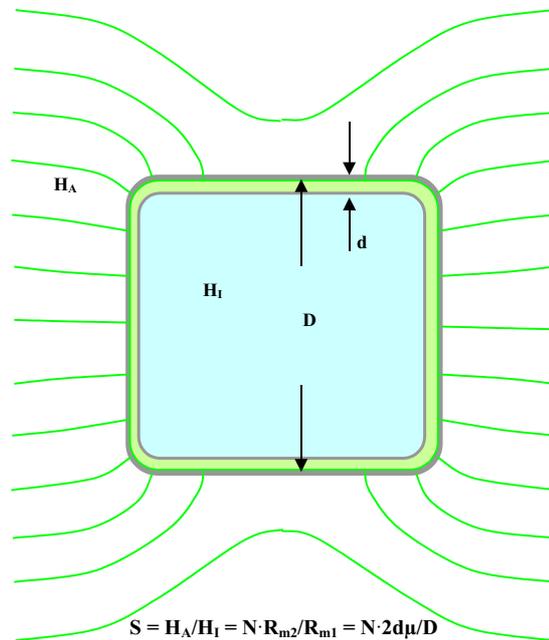


Abbildung 3-18: Der Fluß läuft bei der quadratischen Abschirmung im Wandmaterial, das Magnetfeld im Hohlraum wird um den Schirmfaktor  $S$  verringert.

Bei RESEDA kommt ein doppelter Magnetschild aus je  $2\text{ mm}$  starken Mu-Metall zum Einsatz. Ist der Abstand zwischen den beiden Schichten nicht zu klein, hat ein doppelter Schild gegenüber einem einfachen Schild mit einer Stärke von  $4\text{ mm}$  den Vorteil, daß beide Abschirmungen getrennt, d.h. voneinander magnetisch entkoppelt sind. Dies führt dazu, daß sich ihre Schildwerte multiplizieren, anstatt sich zu addieren, was der Fall ist, wenn man sie nur direkt aufeinander legt. Ein Großteil des magnetischen Flusses eines außen anliegenden Feldes läuft dabei durch den äußeren Schild, der Fluß der durch den äußeren Schirm dringt, „sieht“ den unbelasteten inneren Schirm.

Da bei einem NRSE-Spektrometer außerhalb der Bootstrapsulen keine Magnetfelder erzeugt werden und somit die Streufelder sehr gering sind, sind diesem Spektromertyp große Streuwinkel einfach zugänglich, ohne das man die Magnetfelder im Spektrometer nachjustieren muß, da sich die Felder der einzelnen Spektrometerarme gegenseitig nicht beeinflussen. Außerdem ergibt sich durch die magnetische Abschirmung die Möglichkeit

der Spektroskopie mit besonders niedrigen Feldern. Bei kleinen Magnetfeldern ohne Mu-Metallabschirmung kann unter Einfluß des Erdmagnetfeldes oder anderer Störfelder die Magnetfeldrichtung verkippen und damit die Neutronen depolarisieren.

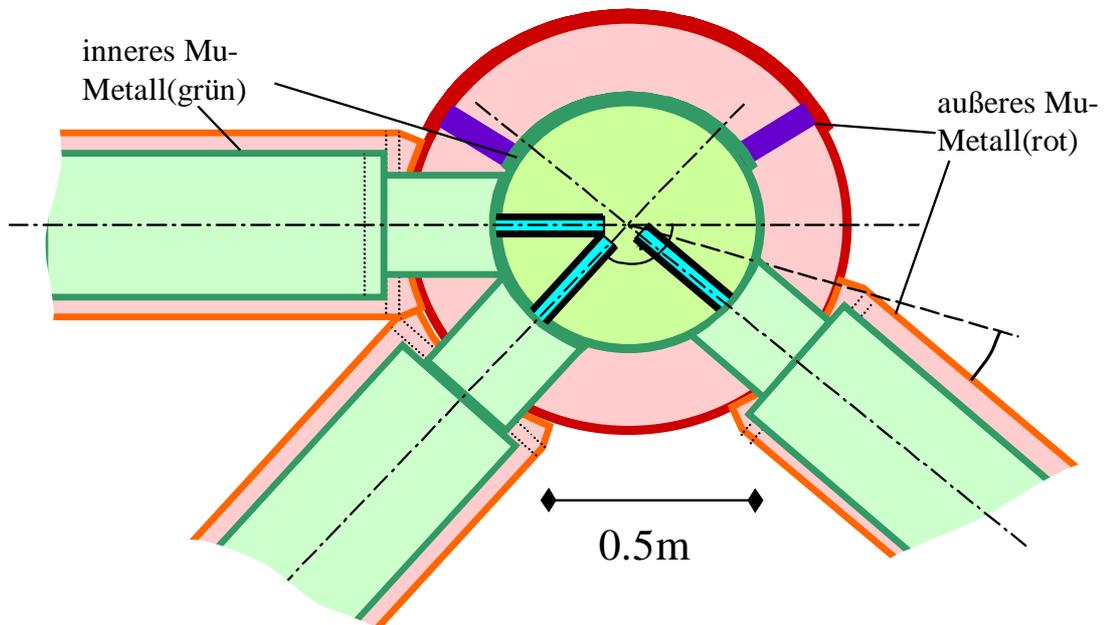


Abbildung 3-19: Doppelte Mu-Metall-Abschirmung in der Probenregion (Schnitt der Aufsicht in Probenhöhe)

### 3.1.5.1 Schirmfaktor

Die Neutronenflugstrecke im geschirmten Bereich des Spektrometers beträgt etwa  $7\text{ m}$ , die Polarisationsminderung durch das Erdmagnetfeld ( $\simeq 0.5\text{ G}$ ) oder andere Felder gleicher Größenordnung soll weniger als 10% betragen. Für Neutronen mit einer Geschwindigkeit von  $670\text{ m/s}$  was einer Neutronenwellenlänge von  $\lambda = 6$  entspricht, damit folgt für die Polarisation  $P$ :

$$P = \cos \varphi = 0.9 \quad (3.4)$$

$$B_{\text{Schirm}} = \frac{v}{\gamma \cdot L} \cdot \arccos(P) = 2.42\text{ mG}$$

$$S = \frac{B_{\text{Erde}}}{B_{\text{Schirm}}} \simeq 210 \quad (3.5)$$

Nähert man den Schildfaktor für eine einfache Zylinderabschirmung [Mag70, Mag86] als  $S_{\perp} = \frac{\mu \cdot d}{D}$ , ist  $S_{\perp}$  der sogenannte Mantelschirmwert, der Schirmfaktor für ein senkrecht auf den Mantel eines unendlich langen Zylinder (das heißt der Geometriefaktor wird  $N = 1$ ) auftreffendes Feld.  $\mu$  ist die Permeabilität des Schirmwerkstoffs, das Verhältnis  $\frac{d}{D}$  ist das Verhältnis zwischen der Wanddicke des Schirms und dem Durchmesser des geschirmten Bereichs.

Für doppelte Abschirmungen ergibt sich der Abschirmfaktor  $S_{\perp}$  für transversale Feldlinien als Produkt der beiden einzelnen Abschirmfaktoren  $S_1$  und  $S_2$ , allerdings mit einer Kopplung, die um so stärker ist, je ungünstiger das Verhältnis vom Abstand der beiden

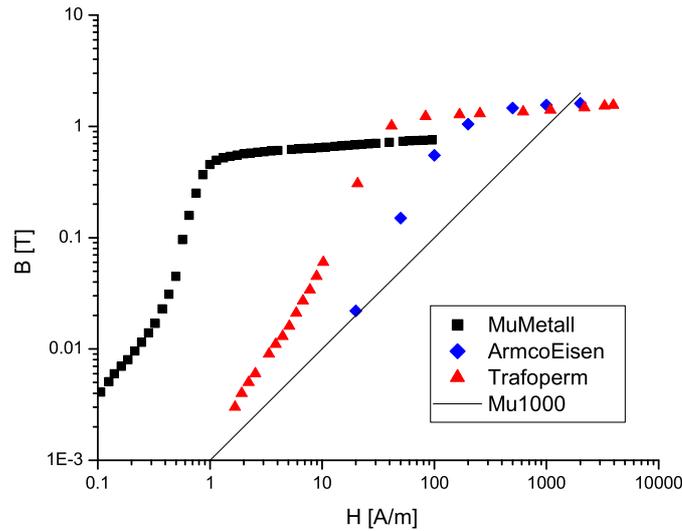


Abbildung 3-20: Magnetischer Fluß  $H$  in verschiedenen Materialien in Abhängigkeit eines äußeren Feldes  $B$ . Die Steigung dieser Kurven ist die Permeabilität der Werkstoffe  $\mu = B/H$ ; die Gerade ergibt sich für idealisiertes Material mit  $\mu = 1000$ . Für große äußere Felder sättigen die Materialien ab, die Permeabilität geht gegen 1 [VAC98].

Schirme zum Durchmesser des äußeren Schirms ( $= \Delta D/D_A$ ) ist:

$$S_{\perp} \simeq 2 S_1 \cdot S_2 \frac{\Delta D}{D_A} \quad (3.6)$$

Setzt man die Maße der doppelten Abschirmung eines RESEDA-Arms ein, erhält man:

$$S_{\perp} \simeq 2 \frac{50\,000 \cdot 0.002}{0.35} \cdot \frac{50\,000 \cdot 0.002}{0.45} \cdot \frac{0.1}{0.45} \simeq 25\,000 \quad (3.7)$$

(Mit der Permeabilität  $\mu_{MuM} = 50\,000$ , der Dicke des Mu-Metalls  $2\,mm$  und dem Durchmesser der beiden quadratischen Abschirmungen von  $D_I = 0.35\,m$  und  $D_A = 0.45\,m$ )

Der gemessene transversale Schildfaktor liegt bei etwa  $S_{\perp, gem} \simeq 5\,000$ . Der Grund für diese Abweichung dürfte neben dem Geometriefaktor vor allem in einer geringeren Permeabilität des Mu-Metalls liegen, die durch das Bearbeiten und Sättigungseffekte des Materials auf etwa  $\mu_{MuM, gem} = 20\,000$  gesunken ist.

Für das longitudinale Feld ist der Abschirmfaktor eines Hohlzylinders kleiner, da jetzt das Verhältnis zwischen Länge und Durchmesser des Zylinders  $p = L/D$  maßgeblich ist und schon kleine Felder entlang der Zylinderachse eine Sättigung des Schildmaterials bewirken können. Dann sinkt die Permeabilität des Abschirmmaterials und sowohl der longitudinale als auch der transversale Abschirmfaktor verschlechtern sich. Um dies zu vermeiden, wird langen Abschirmungen eine axiale Spule aufgewickelt, welche mit einem Gegenfeld den magnetischen Fluß im Mu-Metall durch das äußere Feld kompensiert. Nach [Mag86] ergibt sich der longitudinale Schildfaktor aus dem transversalen Schirmfaktor und dem Längen/ Durchmesser Verhältnis zu:

$$S_L \simeq 4 \cdot S_{\perp} \frac{\ln(2p) - 1}{p^2} \quad (3.8)$$

Bei einem Spektrometerarm (Länge  $3\text{ m}$ , Durchmesser ca.  $0.4\text{ m}$  und Permeabilität  $\mu_{\text{MuM,gem}} = 20\,000$ ) folgt daraus ein longitudinaler Schirmfaktor von  $S_L \simeq 650$  was sich gut mit den gemessenen Wert  $S_{L,\text{gem}} \simeq 500$  in Einklang bringen läßt. Für die Probenregion (doppelter zylinderförmiger Mu-Metallschild,  $L = 2\text{ m}$ ,  $D_I = 0.6\text{ m}$ ,  $D_A = 1\text{ m}$ ,  $d = 2\text{ mm}$  und  $\mu_{\text{MuM}} = 20\,000$ ) berechnet man unter Vernachlässigung der Luftspalte zwischen dem oberen und unteren Abschnitt der Abschirmung in der Probenregion (siehe Abbildung 3-16):  $S_{\perp} \simeq 2000$  und  $S_L \simeq 400$ . Mißt man die Schirmfaktoren, erhält man an der Probenposition ein  $S_{\perp,\text{gem}} \simeq 1000$ , das zur inneren Abschirmung hin radial auf  $S_{\perp,\text{gem}} \simeq 500$  abfällt, da der Feldverlauf durch die Luftspalte gestört wird. Der longitudinale Schirmfaktor ist weitgehend homogen, beträgt aber nur  $S_{L,\text{gem}} \simeq 200$ . Da das longitudinale Feld in der Probenregion in z-Richtung zeigt, präzediert das Neutron durch diese Feldkomponente in der Streuebene. Wenn das Feld konstant und der Laufwegunterschied für kleine Proben und Streuwinkel vernachlässigbar ist, führt dies zwar zu einer zusätzlichen Phase (und somit zu einer Verschiebung des Spinecho-Punktes), aber nicht zu einer Depolarisation der Neutronen und beeinträchtigt daher die Messung nicht, da zur Bestimmung der Polarisation die Phase des Signals nicht relevant ist.

Insgesamt zeigen die Messungen, daß eine Kompensationsspule nicht erforderlich ist, obwohl man dadurch den Schirmfaktor erhöhen könnte.

Die Luftspalte in der Probenregion sind erforderlich, um die innere Abschirmung von der äußeren zu entkoppeln und um den Neutronenstrahl durch die Abschirmung zu führen. Der Schirmfaktor in der Probenregion wird durch sie verschlechtert. Während einer Messung mit Neutronen soll der äußere Schild in der Probenregion durch von außen angebrachte, bewegliche Mu-Metall-Segmente geschlossen sein und damit der Schirmfaktor in der Probenregion verbessert werden. Durch die Beweglichkeit der Segmente in einer Jalousie wird die Mobilität der Spektrometerarme nicht behindert.

### 3.1.5.2 Entmagnetisierung

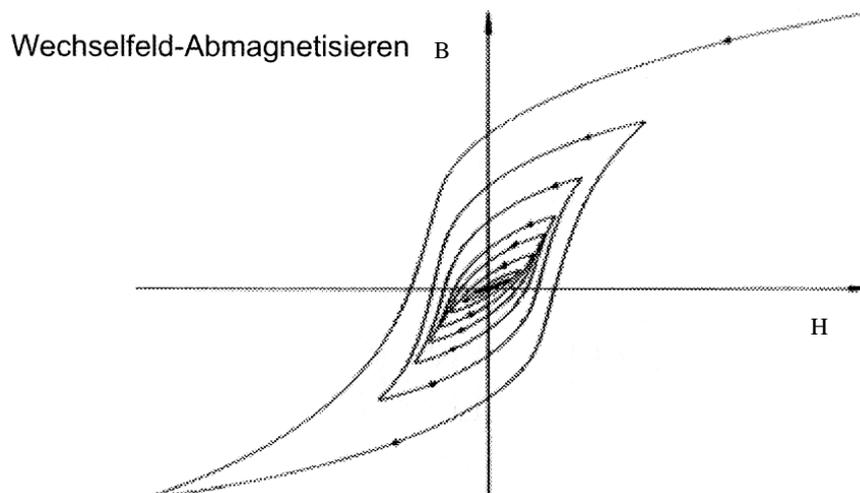


Abbildung 3-21: Um eine Remanenz in einem weichmagnetischen Stoff zu beseitigen, legt man ein Wechselfeld mit abklingender Amplitude an [Bau02].

Nur das frisch entmagnetisierte Mu-Metall zeigt keine Remanenz, das heißt es ist unmagnetisiert, wenn kein äußeres Feld anliegt. Durch Anlegen eines äußeren Feldes wird das Mu-Metall magnetisiert und auch nach Abschalten des äußeren Feldes bleibt ein B-Feld

im Material und damit auch in dem abgeschirmten Bereich erhalten. Obwohl der Mu-Metallschild keinen starken Feldern ausgesetzt werden sollte, und man sich also auf der Neukurve des Materials bewegen müßte, kann es mit der Zeit zu einer spontanen Magnetisierung des Mu-Metalls kommen. Auch mechanische Belastungen können zu einer Magnetisierung des Materials führen. Mechanische Spannungen oder Texturen führen in der Regel zu einer flachen Hysteresekurve, die Permeabilität nimmt ab.

Um einen Mu-Metallschild zu entmagnetisieren, werden Spulen aufgewickelt, mit denen man ein Wechselfeld erzeugt ( $50\text{ Hz}$  sind ausreichend). Dabei ist darauf zu achten, daß die Spulen so aufgewickelt werden, daß sich die Feldlinien im Mu-Metall schließen. Verringert man kontinuierlich die Amplitude dieses Feldes, richten sich die einzelnen Weiß'schen Bezirke statistisch aus, und die Gesamtmagnetisierung verschwindet (Abbildung 3-21). Zusätzlich bewirkt diese Neuorientierung in Anwesenheit eines äußeren Feldes (z.B. des Erdmagnetfeldes), daß die Weiß'schen Bezirke des Abschirmmaterials in die Minima bezüglich dieses Feldes geschüttelt werden und die Hysteresekurve des Materials nicht mehr auf das Feld reagiert. Ändert sich das äußere Feld, muß die Entmagnetisierung neu durchgeführt werden. Die Abnahme der Permeabilität durch mechanische Belastungen kann nur durch ein erneutes Weichglühen beseitigt werden.

Um die Wechselfeld-Abmagnetisierung zu automatisieren, wird bei RESEDA die Amplitude mittels eines Relais, zwei Kaltleiterwiderstände (engl.: PTC Positive Temperature Coefficient) und eines ungerегelten Transformators vermindert. Bei anderen NRSE-Spektrometern wird eine nicht automatisierte Schaltung mit einem handgeregelten Trenntransformator, dessen Nullabgleich in der Regel nur ungenau ist, verwendet.

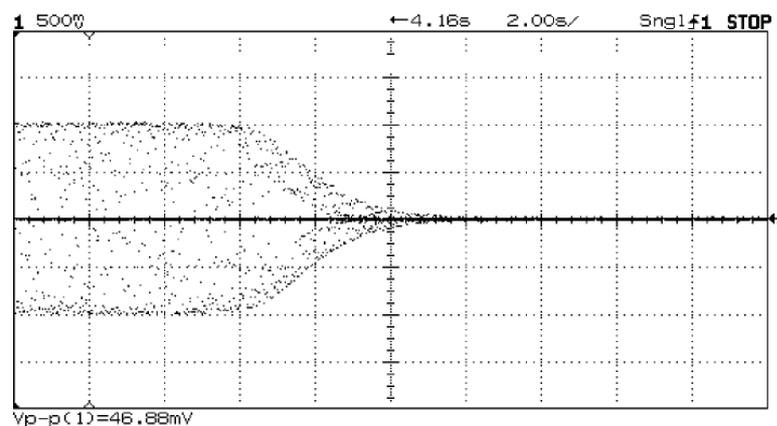
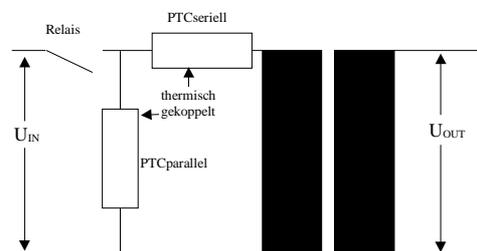


Abbildung 3-22: Amplitudenverminderung durch die Entmagnetisierungsschaltung. Die  $50\text{ Hz}$  Schwingung selbst ist bei der gewählten zeitlichen Auflösung von 2 Sekunden/ Kästchen nicht mehr zu sehen. Man erkennt allerdings die Amplitudenverminderung durch die Entmagnetisierungsschaltung.

Die Funktionsweise der Abmagnetisierungsschaltung: Mit dem Relais kann man die in Abbildung 3-22 gezeigte Schaltung an die Versorgungsspannung ( $U_{IN} = 230\text{ V}$  Wechselspannung,  $f = 50\text{ Hz}$ ) ankoppeln. Durch die anliegende Spannung erwärmt sich der parallele PTC, der serielle PTC steht in thermischen Kontakt zu ihm und erwärmt sich mit einer gewissen Zeitverzögerung ebenfalls, dadurch erhöht sich aber sein Widerstand und die an ihm abfallende Spannung, es steht weniger Spannung für den Transformator und die daran angeschlossenen Entmagnetisierungsspulen zur Verfügung. Innerhalb von etwa 5 Sekunden fällt die Spannung und damit das mit  $50\text{ Hz}$  alternierende Magnetfeld in den Entmagnetisierungsspulen auf weniger als 1% des Ausgangswertes ab. Als Erfahrungswert, um kleine Abschirmungen zu entmagnetisieren, gibt J. Borg [VAC98] für die aufgewickelte Spule  $n = 10$  und einen maximalen Spulenstrom von etwa  $I = 30\text{ A}$  an.

### 3.1.6 Neutronenstrahlführung im Spektrometer

Zur Steigerung der Neutronenintensität wird der Neutronenstrahl auch innerhalb des Spektrometers mit Neutronenleitern geführt. Dabei ist zu beachten, daß der Neutronenstrahl im Querschnitt variabel sein muß, um beispielsweise bei kleineren Proben den Untergrund zu unterdrücken. Deshalb wurde zusätzlich zum Neutronenleiter auch ein Blendensystem im Spektrometer installiert. Außerdem kann bei höchsten Auflösungen nicht die komplette Divergenz des Neutronenleiters genutzt werden, da aufgrund der Laufwegunterschiede das Spinechosignal verschwinden würde. Obwohl der Winkelfehler erst in zweiter Ordnung in die Spinechogleichung eingeht (Anhang A), würde der Phasenfehler durch die Divergenz, welche durch den Leiter transmittiert wird, die Polarisation zum Verschwinden bringen. Schon bei dem Vorläufer-Spektrometer MUSES am LLB in Saclay befindet sich ein Leitersystem im Einsatz, das die Intensität optimiert, aber gleichzeitig die Divergenz einschränkt, so daß Messungen mit größten Spinechozeiten möglich sind. Dabei wird ausgenutzt, daß die Spulenfenster als Blenden wirken (mit dem Abstand zwischen den beiden Spulen pro Arm ergibt sich ein Dreieck-Divergenzprofil). Mit einem geeigneten Neutronenleiter kann man die mittlere Divergenz sogar absenken [Ha99] und gleichzeitig die Intensität an nutzbaren Neutronen erhöhen (Abbildung 3-23).

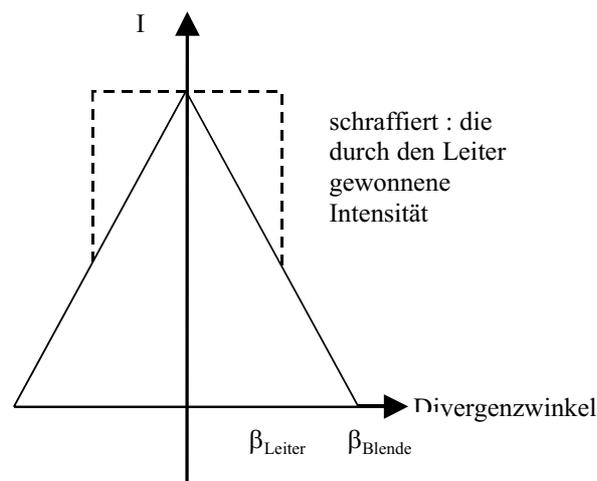


Abbildung 3-23: Die mittlere Divergenz durch ein Blendensystem kann durch einen Glasleiter gesenkt und dabei zusätzliche Intensität gewonnen werden.

Betrachtet man den maximalen Divergenzwinkel, ergibt sich für die NRSE-Spulen bei

RESEDA (also zwei identische Blenden von  $40 \cdot 40 \text{ mm}^2$  im Abstand von  $2.6 \text{ m}$ ):

$$\beta_{\text{Blenden}} = \frac{0.04 \text{ m}}{2.6 \text{ m}} = 15.38 \text{ mrad} \quad (3.9)$$

Wählt man einen Glasleiter ohne Beschichtung mit  $m_L = 0.65$  [Mai63] erhält man für  $\lambda = 6$ :

$$\beta_{\text{Leiter}} = 2 \cdot m_L \cdot 0.0017 \cdot \lambda = 13.26 \text{ mrad} \quad (3.10)$$

( $m_L$  ist auf  $m_{Ni} = 1 \rightarrow \beta_{\text{total}} = 0.0017/\lambda \text{ rad}$  für Nickel normiert)

Ist der totale Reflexionswinkel durch den Glasleiter deutlich kleiner als der maximale Winkel, der durch das Blendensystem bestimmt wird, steigert der Leiter nur die Intensität bei kleinen Divergenzwinkeln (Abbildung 3-23). Also steigt die Intensität und die mittlere Divergenz nimmt ab. Von den Neutronen mit einer Divergenz, die größer ist als der Glanzwinkel des Neutronenleiters, transmittieren nur die, die den Leiter nicht berühren, also durch die Blenden fliegen, als wäre der Leiter nicht vorhanden. Da jedoch der Totalreflexionswinkel des Leiters mit zunehmender Wellenlänge linear ansteigt, verschwindet dieser Effekt für große Wellenlängen, die dann nur noch das Transmissionsprofil des Neutronenleiters zeigen. Bei Messung mit höchster Auflösung wäre die Divergenz des Neutronenleiters dann zu groß. Deshalb sind bei RESEDA zusätzliche Blenden an den Bootstrapspulven angebracht, mit denen man den Strahlquerschnitt reduzieren und damit die mittlere Divergenz verkleinern kann. Die Intensität hinter den Blenden nimmt mit der Querschnittsverkleinerung allerdings ebenfalls ab. Es ergibt sich wieder eine Überlagerung des Dreiecksprofils der Blende und des Rechteckprofils des Neutronenleiters. Allerdings führt die kleinere Blendenöffnung nun zu Abschattungseffekten. Betrachtet man beispielsweise zwei Blenden mit quadratischen Öffnungen von  $28 \cdot 28 \text{ mm}^2$  im Abstand von  $2.6 \text{ m}$ , können die transmittierenden Neutronen mit einer Divergenz  $> 5 \text{ mrad}$  nicht am Neutronenleiter (mit den Innenmaßen  $40 \cdot 40 \text{ mm}^2$ ) reflektiert worden sein, da ihr Winkel zu flach ist, um auf der restlichen Flugstrecke zwischen den Blenden wieder in den Blendenbereich zu kommen. Die in Abbildung 3-23 gezeigte Divergenzverteilung kehrt sich somit für kleine Blendenöffnungen um: Im kleinen Divergenzbereich dominiert das Blendenprofil und nur bei hohen Divergenzen werden Neutronen vom Neutronenleiter reflektiert und können danach trotzdem noch durch die 2. Blende transmittiert werden.

Der Fehler durch die Divergenz geht erst in 2. Ordnung in den Phasenwinkel der Neutronen ein (Anhang A). Der mittlere Laufweg eines divergenten Strahls ist gegenüber einem nichtdivergenten erhöht. Nach P. Hank [Han99] ergibt sich daraus für einen Spektrometerarm ein Polarisationsfehler von:

$$\begin{aligned} P &= \left\langle \cos \left[ \frac{\gamma \cdot B \cdot L}{v} \left( \frac{d\beta^2}{2} \right) - \frac{\gamma \cdot B \cdot L}{v} \frac{\langle d\beta^2 \rangle}{2} \right] \right\rangle \\ &\simeq 1 - \frac{1}{8} \left( \frac{\gamma \cdot B \cdot L}{v} \right)^2 \cdot \langle (\beta^2 - \langle d\beta^2 \rangle)^2 \rangle \\ &= 1 - \frac{1}{8} \left( \frac{mv^2}{\hbar} \tau \right)^2 \cdot \langle (\beta^2 - \langle d\beta^2 \rangle)^2 \rangle \quad (3.11) \end{aligned}$$

Begrenzt man die Polarisationsminderung auf maximal 10%, hat man ein Kriterium, um die maximale Spinechozeit zu berechnen. Für die Polarisation  $P$  gilt:

$$P = 1 - \frac{1}{8} \left( \frac{mv^2}{\hbar} \tau \right)^2 \cdot \langle (\beta^2 - \langle d\beta^2 \rangle)^2 \rangle > 0.9$$

Daraus folgt:

$$\tau < \frac{\hbar}{mv^2} \cdot \sqrt{\frac{1.8}{\langle(\beta^2 - \langle d\beta^2 \rangle)^2\rangle}} \quad (3.12)$$

Für höchste Auflösungen kann man den Beitrag durch den Neutronenleiter vernachlässigen und über die Winkel eines Dreiecksspektrums mitteln:

$$\langle(\beta^2 - \langle d\beta^2 \rangle)^2\rangle = \frac{7}{180} \beta_{Blenden}^4 \quad (3.13)$$

Eingesetzt in Gleichung 3.12 ergibt sich folgende Näherung:

$$\tau_{max} \simeq 3.5 \text{ ns} \cdot \left(\frac{L}{2.6\text{m}}\right)^2 \left(\frac{b}{40\text{mm}}\right)^{-2} \left(\frac{v}{670\text{m/s}}\right)^{-2} \quad (3.14)$$

(mit dem Abstand der Spulen  $L$ , der Breite der Blendenöffnung  $b$  und der Neutronengeschwindigkeit  $v$ )

Um das Spektrometer schnell in den MIEZE-Modus umbauen zu können, wird das Leiterstück in der Probenregion in einen Wechselrahmen eingebaut (Abbildung 3-24). Damit lassen sich dort, neben dem Analysator für MIEZE-Messungen, auch verschiedene andere neutronenoptische Komponenten einsetzen. Vorgesehen sind ein Kollimator für hohe Auflösungen, oder eine Trompeten-Antitrompeten-Kombination vor und nach der Probe, um den Neutronenstrahl bei kleinen Proben fokussieren und so die Intensität an der Probe erhöhen zu können.

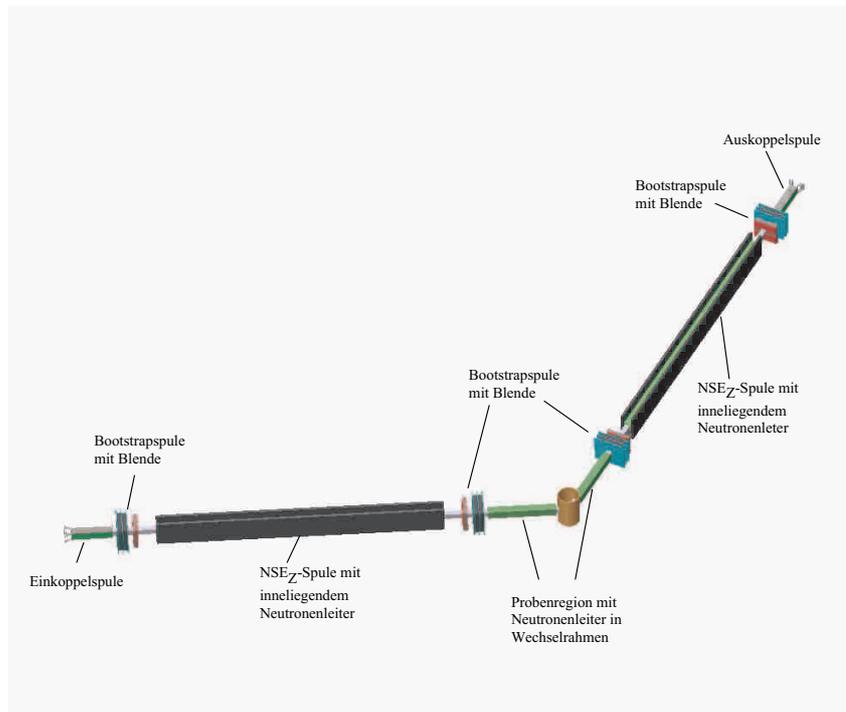


Abbildung 3-24: Schematische Darstellung der Neutronenstrahlführung innerhalb des Spektrometers, in der Probenregion können verschiedene neutronenoptische Komponenten installiert werden.

Um die Divergenz bei großer Auflösung mit langen Wellenlängen einzuschränken oder den Untergrund bei kleinen Proben auszublenden, wurde ein neues Blendensystem entwickelt. Dabei wird an jeder Bootstrapsule eine variable Rechteckblende angebracht. Bei langen Wellenlängen und kleinem Blendendurchmesser tritt dann auch wieder die in diesem Kapitel erwähnte Divergenzreduzierung durch den Neutronenleiter auf.

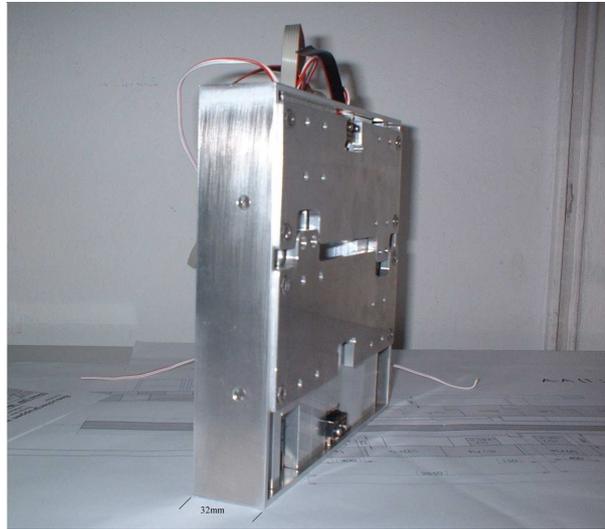


Abbildung 3-25: Die Rechteckblenden aus 4 beweglichen Absorberblechen. Die maximale Öffnung beträgt  $50\text{ mm} \times 50\text{ mm}$  und kann stufenlos verkleinert werden. Die Bleche können unabhängig voneinander bewegt werden, um beliebige Rechtecköffnungen zu ermöglichen. Die Gesamtbreite der Blende in Strahlrichtung beträgt nur  $32\text{ mm}$ .

Eine mit dem Elektroniklabor entwickelte Multiplexerkarte (Schaltplan siehe Anhang C) steuert die 24 Blendenmotoren der insgesamt 6 Blenden. Eine Blende hat eine geringe Gesamtbreite von  $32\text{ mm}$  (siehe Abbildung 3-25). Damit werden die Lücken im Neutronenleiter auch innerhalb des Spektrometers möglichst gering gehalten. Die kleinen Motoren-Encoder-Getriebe-Einheiten (Modell 167087 der Firma Maxon) haben einen Durchmesser von  $10\text{ mm}$ , eine Gesamtlänge von  $35\text{ mm}$  mit einem integrierten 1:256 Untersetzungsgetriebe. Zusammen mit der leistungsarmen Elektronik (z.B. wurde PhotoMOS-Bausteine anstelle von Relais verwendet; siehe Anhang C) sorgen sie innerhalb der Mu-Metall-Abschirmung für minimale Streufelder. Die Encodersignale der Motoren werden nach einer optischen Signaltrennung mittels störungsarmen Twisted-pair Leitungen übertragen. Verwendet man als Blendenmaterial Aluminium oder Kunststoff mit einem isotoopenreinen  $^{10}\text{B}$ -Zuschlag von  $0.05\text{ g/cm}^2$ , erhält man bereits mit  $5\text{ mm}$  dickem Material eine Transmission von  $10^{-5}$  im abgeschirmten Bereich.

### 3.1.7 Spulen

#### 3.1.7.1 Bootstrapspulen

Die Bootstrapspulen sind die wichtigsten Komponenten eines NRSE-Spektrometers. Die Toleranzansprüche an die Fertigungsgenauigkeit sind dementsprechend hoch. Für die statischen Spulen wurde das schon in anderen Spektrometern getestete  $8 \cdot 0.5 \text{ mm}^2$  eloxierte Aluminiumband verwendet. Durch die Verwendung von Aluminium als Wicklungsmaterial ist zwar die Leitfähigkeit im Vergleich zu Kupfer geringer und auch die Kontaktierung aufwendiger, da die Kontaktstellen leicht oxidieren und damit elektrisch nichtleitend werden. Die gute Neutronentransmission ist für das Wicklungsmaterial entscheidend, da bei den 8 Bootstrap- und 2  $NSE_Z$ -Spulen insgesamt  $8 \cdot (2 \text{ mm}_{B_0} + 0.4 \text{ mm}_{HF}) + 2 \cdot 2 \text{ mm}_{NSE_Z} = 21.2 \text{ mm}$  Aluminiumband im Strahl liegen (dazu kommen noch  $2 \cdot 1 \text{ mm}$  eloxierter Aluminiumrunddraht von den Ein/ Auskoppelpulen). Die  $1/e$ -Eindringtiefe in Aluminium liegt für kalte Neutronen bei über  $100 \text{ mm}$ ; die Transmissionsverluste durch die Aluminiumspulen sind dementsprechend im gesamten genutzten Wellenlängenspektrum unter 20%. Auch die etwa  $5 \mu\text{m}$  dicke Eloxalschicht des Aluminiumbandes ist ein sehr dünner und damit nahezu transparenter Isolator. Messungen an einer Spule von N. Arendt am Paul-Scherer-Institut (PSI) in der Schweiz [Are02] ergaben für eine Bootstrapspule eine Transmission von etwa 94% bei 8.

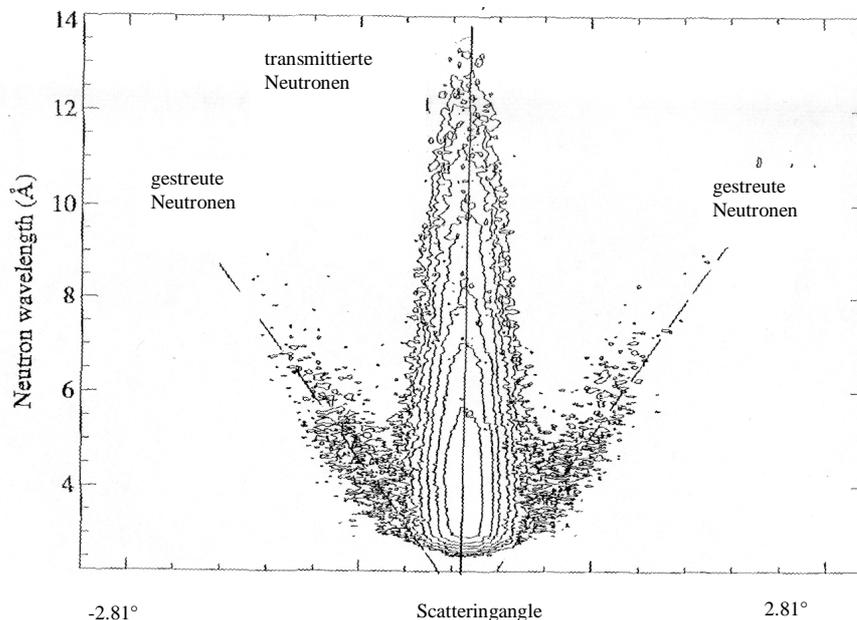


Abbildung 3-26: Kleinwinkelstreuung an eloxiertem aber undeutertem Aluminiumband. Die beiden Seitenäste entsprechen dem Gitterabstand von  $Al_2O_3$ . Diese Messung wurde am Argonne Nat. Lab. von G. Felcher durchgeführt [Fel02].

Das Kristallwasser in der Eloxalschicht wurde durch einstündiges Kochen bei  $200^\circ\text{C}$  in einer Schwerwasseratmosphäre durch  $D_2O$  ersetzt, um die Transmission zu erhöhen. Die Eloxalschicht auf dem Aluminiumband ist etwa  $5 \mu\text{m}$  dick und bildet ein Phasengitter [Kel93] mit  $Al_2O_3$ -Strukturen und eingelagertem Kristallwasser. Vor allem Kleinwinkel-

streuung am Kristallwasser verringert die Transmission (Abbildung 3-26). Durch den geringeren Streuquerschnitt des Deuteriums werden diese Transmissionsverluste nach dem Austausch des Kristallwassers vermieden.

Ein horizontaler Schnitt in der Abbildung 3-26 bei einer Wellenlänge von  $\lambda = 5$  zeigt, daß der Anteil der Kleinwinkelstreuung durch die Deuterierung deutlich abnimmt:

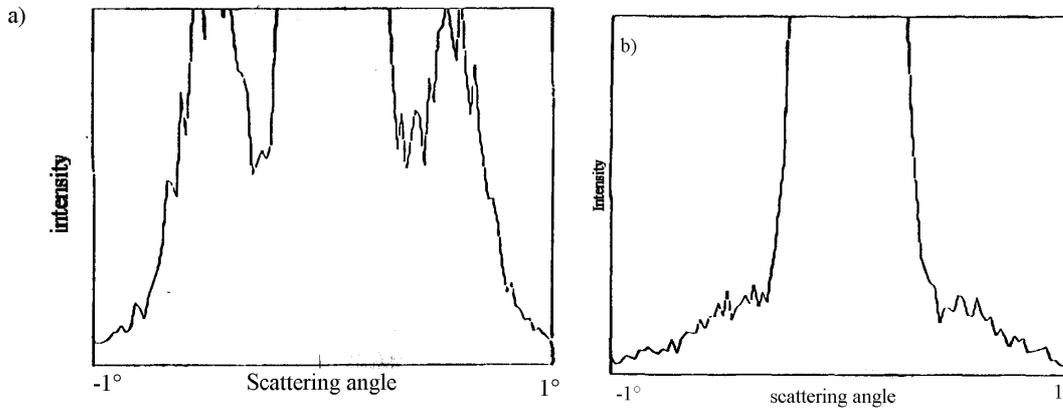


Abbildung 3-27: Vergleich zweier Proben, a) mit  $H_2O$  als Kristallwasser und b) das Kristallwasser wurde mit  $D_2O$  ersetzt. Diese beiden Messungen wurden am Argonne Nat. Lab. von G. Felcher durchgeführt [Fel02].

Mit dem Aluminiumband wurden die Spulenkörper mit je 25 Windungen in Doppellagen bewickelt, so daß sich die Steigung des Bandes relativ zum Spulenkörper aufhebt. Die Spulenkörper und auch die Kühlbleche bestehen aus einer spannungsfrei überfrästen AlMg-Legierung (Fortal STS), welche die Planität der Flächen deutlich erhöht. Auch wurden sämtliche Rundungen an den Spulenkörpern mit einer CNC-Maschine überfräst, was auch hier die Genauigkeit erhöht und vor allem Grate vermeidet, welche sonst leicht beim Übergang Rundung/Fläche stehen bleiben und das Wicklungsband beschädigen können. Die Kühlbleche und Spulenkörper wurden hart eloxiert mit einer Spannungsfestigkeit von mindestens 200 V. Zusätzlich wurde der Spulenkörper und die beiden Bandlagen untereinander mit einer Kaptonfolie isoliert, deren Spannungsfestigkeit über 1 kV liegt. Der Strahlbereich wurde dabei ausgespart, um die Neutronentransmission nicht zu verringern. Als möglicher Schwachpunkt der Isolierung bleibt ein möglicherweise leitender Übergang zwischen den beiden statischen Spulen eines Bootstrap-Paars durch das mittlere Kühlblech. Da dazu allerdings mehrere Eloxalschichten durchlässig werden müßten, wurde hier auf eine Kaptonfolie zugunsten der besseren Haltbarkeit der Verklebung zwischen Spulen und Kühlblechen verzichtet. Spulenkörper und Kühlbleche sind durch PVC-Abstandshalter und GfK-Schrauben von der Masse elektrisch getrennt.

In dieser Arbeit wurde eine Technik weiterentwickelt, bei der die Kühlbleche auf die statischen Spulen mittels Hochtemperaturklebefolien verklebt werden. Herkömmliche Methoden, die Kühlbleche mit Gummiringen oder Elektronenstrahlschweißen abzudichten, führten in der Regel zu Spannungen und einem Verziehen der Kühlbleche. Um eine sichere Verklebung zu gewährleisten, wurde als Kleber eine Polyolifin-Matrix gewählt, welche sehr hydrophob und auch gegen die meisten Lösungsmittel beständig ist. Damit werden zunächst die Kühlbleche mit einer Klebefolie mit sehr hohem Schmelzpunkt (Xiro XAF 2020, Schmelzpunkt etwa  $150^\circ C$ ) verklebt und auf Dichtheit überprüft (bei einem Druck von etwa 5 bar, der Betriebsdruck später beträgt nur 2 bar). Anschließend werden drei Kühlbleche mit zwei statischen Spulen zu einem Bootstrap-Spulen-Sandwich verklebt

(Abbildung 3-28). Bei diesem Schritt wird eine Klebefolie mit niedrigerem Schmelzpunkt verwendet (Xiro XAF 2011; Schmelzpunkt  $120^\circ\text{C}$ ). Damit ist es möglich, das Sandwich wieder zu zerlegen, ohne die Verklebung der Kühlbleche zu gefährden.

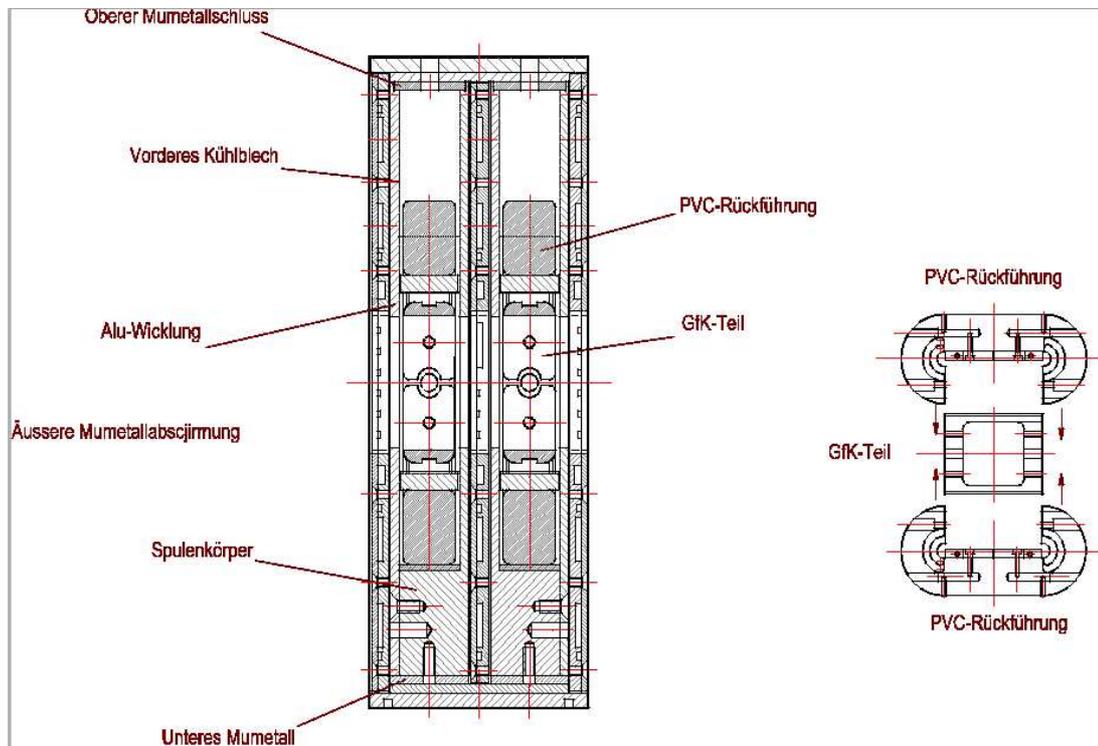


Abbildung 3-28: Schnittdarstellung einer Bootstrapspule: Der von links einfallende Neutronenstrahl durchläuft zwei statische und zwei HF-Spulen. Im Mu-Metall-Schirm und den Kühlblechen befinden sich Aussparungen, um den Neutronenstrahl ungehindert passieren zu lassen. In den Kühlblechen sind Nuten für das Kühlwasser und Druckluft zur Kühlung des Strahlbereichs eingefräst.

Eine Fehlerabschätzung für die statischen Spulen ergibt die Toleranzwerte dieser Spulen: Ein Neutron durchfliegt im Spektrometer 4 Bootstrapspulen, also 8 statische Spulen (im NRSE-Modus). Summiert man Längenfehler  $\Delta l$  und Magnetfeldinhomogenitäten  $\Delta B_z$  der einzelnen Spulen quadratisch zusammen, erhält man [Köppe98]:

$$\Delta\varphi^2 = 8 \cdot \left(\frac{\gamma}{v}\right)^2 (B_z^2 \Delta l^2 + l^2 \Delta B_z^2) \quad (3.15)$$

Der Polarisationsverlust durch die statischen Spulen soll nicht mehr als 10% betragen ( $P = \cos \varphi = 0.9 \rightarrow \varphi = 26^\circ$ ). Gewichtet man die beiden Fehlerquellen gleich, erhält man bei einem maximalen Feld von  $B_z = 300\text{ G}$  und  $l = 30\text{ mm}$  Flugstrecke in der Spule folgende Grenzwerte, welche die Spulen einhalten müssen:

$$\Delta l = 14\ \mu\text{m} \text{ und } \Delta B = 0.17\text{ G}.$$

Gerade die Genauigkeit, mit der die Flugstrecke der Neutronen in den statischen Spulen einzuhalten ist, stellt einen limitierenden Faktor in der Gesamtauflösung eines NRSE-Spektrometers dar, besonders wenn sich die Spule erwärmt und sich das Spulenband im Bereich des Neutronenfensters ausdehnt. Dagegen wirkt der Umstand, daß die Feldgrenze nicht von den einzelnen Windungen abhängt, sondern eine Superposition aller Windungen ist. Fehler einzelner Windungen gleichen sich aus. Trotzdem ist das maximale Auflösungsvermögen unter Anderem durch Erwärmung der Fensterregion begrenzt. Um diesem

Effekt entgegenzuwirken, wird bei größeren Spulenströmen die Fensterregion separat mit Druckluft gekühlt.

Eine Simulation der statischen Magnetfelder innerhalb eines Bootstrap-Spulenpaars mit dem Finite Elemente Programm Ansys 5.4 der Firma CADFEM kann die Wirkung der einzelnen Komponenten auf das Streufeld außerhalb der Spulen quantifizieren. In Abbildung 3-29 sind die magnetischen Potentialflächen in verschiedenen Farben dargestellt. Weiß und Gelb entsprechen dabei Zonen, in denen das Magnetfeld kleiner als  $0.1\text{ G}$  ist, also das Feld die Neutronen nicht mehr nennenswert im Spektrometer depolarisiert. Die beiden Spulen werden mit einem Strom von  $80\text{ A}$  (simuliert) betrieben, das entspricht einem Magnetfeld in den Spulen von etwa  $300\text{ G}$ . Da die Feldrichtung in den Spulen gegensätzlich ist, schließen sich die Feldlinien zum Teil dadurch, daß der magnetische Fluß an einem Pol einer Spule direkt zum benachbarten Pol der entgegen gerichteten zweiten Spule fließt (Abbildung 3-29a). Diesen Effekt kann man durch zwei Mu-Metall-Joche an den Polen der Spulen verstärken (Abbildung 3-29b). Die hohe Permeabilität des Mu-Metalls hat noch einen weiteren nützlichen Effekt. Die Feldlinien treffen fast senkrecht auf das Mu-Metall auf, das bedeutet, die Felder innerhalb der Spulen werden homogener und nähern sich dem Idealfall einer Spule mit unendlicher Länge. Zusätzlich kann man die Streufelder im Umfeld des Spulenpaars durch eine weitere Abschirmung absenken: Schon ein einfacher  $0.1\text{ mm}$  starker Mu-Metallschild im Abstand von etwa  $1\text{ cm}$  senkt das Streufeld im Bereich des Neutronenstrahls um mehr als eine Größenordnung (der zusätzliche Schild ist in Abbildung 3-29c als dünne Linie mit hohem magnetischen Fluß zu erkennen):

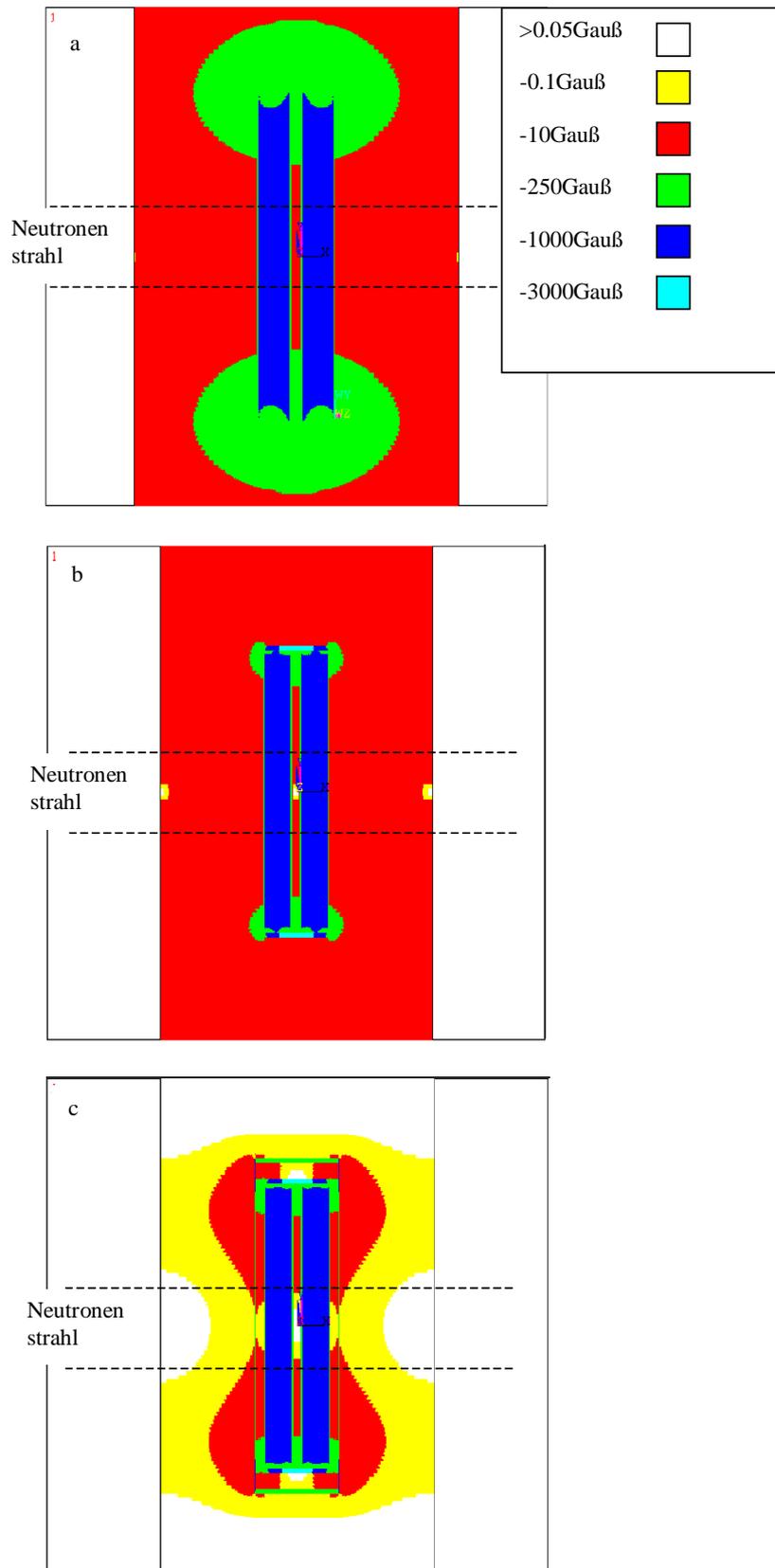


Abbildung 3-29: Simulierte Magnetfelder an den Bootstrapspulen a) ohne Mu-Metall; b) Mu-Metall-Joch; c) Mu-Metall-Joch und zusätzlicher Mu-Metallschild.

### 3.1.7.2 HF-Spulen

Die HF-Spulen befinden sich innerhalb der statischen Spulen. Auch bei ihnen ist die eigentliche Spule aus Aluminiumband mit einem dünneren Querschnitt von  $3 \cdot 0.2 \text{ mm}^2$  gewickelt, dadurch werden Leistungsverluste durch den Skin-Effekt vermieden [Kel93, Köp98]. Zur Vermeidung von Streufeldern und damit Wirbelstromverlusten in den umgebenden Aluminiumstrukturen werden zwei zusätzliche c-förmige Spulen aus Kupferdraht an die Aluminiumspule angeflanscht. Die Windungsdichte in den Kupferspulen ist doppelt so hoch und der Querschnitt der Spule nur halb so groß, wie in der Aluminiumspule. Da die beiden Kupferspulen elektrisch parallel und in Reihe zu der Aluminiumspule geschaltet sind (Abbildung 3-30), fließt durch jede Kupferspule der halbe Fluß der Aluminiumspule.

Außerdem sind die beiden Spulen so geschaltet, daß ihre Flußrichtung der der Aluminiumspule entgegengesetzt ist, also werden die Flußlinien innerhalb der Spulen geschlossen und Streufelder verringert.

Die Spulenkörper der HF-Spulen werden aus einem Material mit niedriger Leitfähigkeit gefertigt, um Wirbelströme in ihnen zu vermeiden. Die Trägerkörper der Aluminiumspule werden, um ein Verbiegen wegen des großen Strahlfensters zu vermeiden, aus GfK (Glasfaser-Kunststoff-Verbundwerkstoff) gefertigt, die Feldrückführungsspulen aus dem leichter zu bearbeitenden PVC (Poly Vinyl Chlorid). Zum leichteren Bewickeln sind in dem gekrümmten Bereich der Rückführungsspulen Kerben eingefräst.

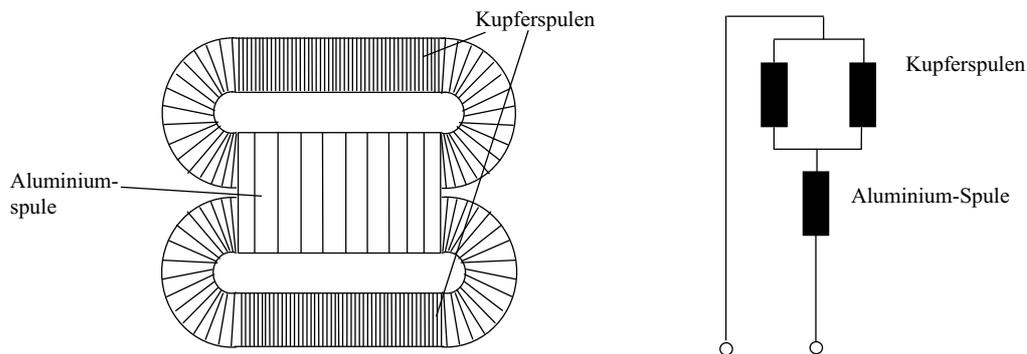


Abbildung 3-30: Skizze und elektrische Verschaltung der HF-Spulen.

Als wesentliche Neuerung wurden die Aluminiumspulen als eine Einheit gefertigt, d.h. das Aluminiumband wird mit dem GfK-Körper verschraubt, die anderen Spulen sind abnehmbar, ohne das Band mechanisch zu belasten. Bei älteren Konstruktionen wurde das Band über mehrere Zentimeter frei zu den Lüsterklemmen geführt, was des Öffern zu Brüchen führte.

Für ein komplettes HF-Spulenset ergibt sich ein Widerstand von  $R = 2 \Omega$  und eine Induktivität von  $L = 28 \mu H$ .

Fehlerbetrachtung HF-Spulen:

Für die HF-Spulen kommt neben der Feldlänge und der Feldstärke noch ein Term dazu, der von der Wellenlängenverteilung der Neutronen abhängig ist, da die  $\pi$ -Flip-Bedingung (Gleichung 2.19) nur für die mittlere Neutronengeschwindigkeit exakt eingehalten wird. Langsamere oder schnellere Neutronen werden aus der Streuebene (nach Definition in Kapitel 2 die xy-Ebene) herausgedreht, die mittlere Polarisation nimmt ab. M. Köppe

[Köp98] trennt diesen unvermeidbaren Fehler durch die Geschwindigkeitsverteilung von der Fertigungstoleranz der HF-Spulen, da der Fehler durch die Geschwindigkeitsverteilung unabhängig von der Spektrometerrauflösung ist, und fordert, daß jede dieser Fehlerquellen für sich unter

$P = \cos \varphi = 0.9$  d.h.  $\Delta \varphi \leq 26^\circ$  bleiben soll, und erhält damit:

$$\Delta \varphi_v^2 = 4 \cdot \left( \frac{\gamma}{v_0} \right)^2 B_{HF}^2 d^2 \left( \frac{\delta v}{v_0} \right) \rightarrow \frac{\Delta v}{v_0} = 0.075 \quad (3.16)$$

Das entspricht genau der mittleren Abweichung eines Selektors mit maximalen  $\frac{\Delta v}{v} = 0.15$  und einem dreieckigen Divergenzprofil. Den maximal zulässigen Fehler für die Feldstärke und Dicke der HF-Spule kann man analog zu Gleichung 3.15 ausrechnen:

$$\Delta \varphi^2 = 8 \cdot \left( \frac{\gamma}{v} \right)^2 \left( B_{HF}^2 \Delta d^2 + d^2 \Delta B_{HF}^2 \right) \quad (3.17)$$

und erhält  $\Delta d = 0.3 \text{ mm}$  und  $\Delta B_{HF} = 0.17 \text{ G}$ . Diese Genauigkeit ist leicht zu erreichen.

### 3.1.7.3 HF-Schwingkreis

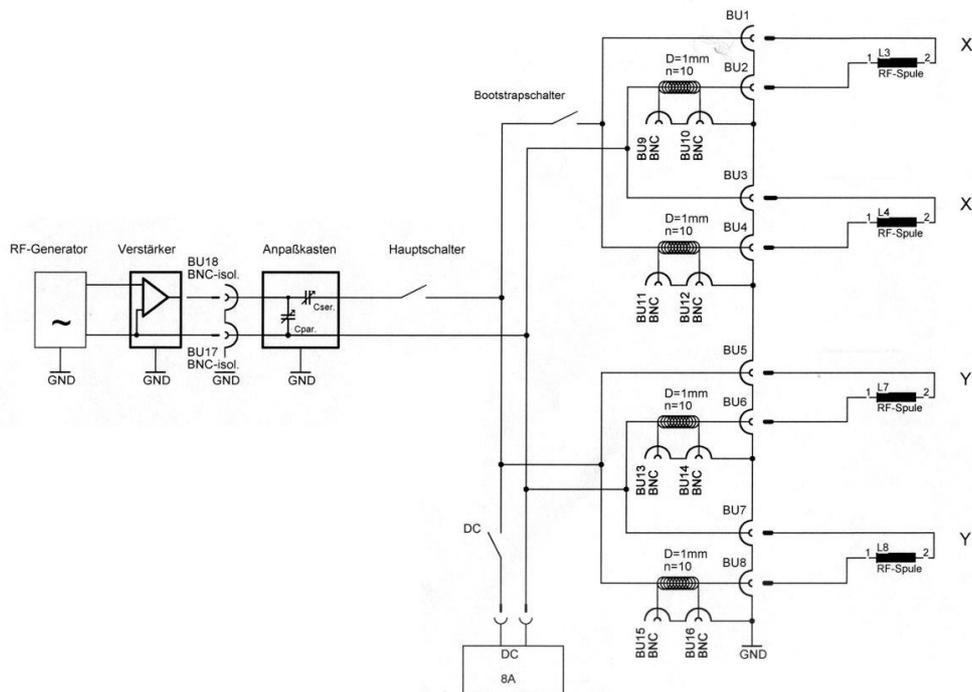


Abbildung 3-31: Abstimmbarer Schwingkreis zur Impedanzanpassung. Mit dem Bootstrapschalter kann man die beiden mit X bezeichneten Spulen zuschalten, um die Auflösung des Spektrometers zu erhöhen.

Um für 6-Neutronen die  $\pi$ -Flipbedingung (Gleichung 2.19) zu erfüllen, benötigt man für das  $3 \text{ mm}$  breite Spulenband einen Strom von etwa  $I = 2.7 \text{ A}$  (der Faktor zwei, weil man nur linear oszillierende Felder erzeugt, ist mit eingerechnet). Bei größeren Frequenzen steigt der induktive Widerstand der Spule an, dies führt zu einer Spitzenspannung von etwa  $U_{ss} = 500 \text{ V}$  bei einer Frequenz von  $f = 1 \text{ MHz}$ . Um die HF-Spulen mit der

benötigten Leistung zu versorgen, werden sie in einem Resonanz-Schwingkreis betrieben. Zwei Reihen von Kondensatoren sind mittels Relais so zuschaltbar, daß der Gesamtwiderstand des Schwingkreises immer den reellen Widerstand von  $Z_0 = 50 \Omega$  beträgt, da der HF-Verstärker (Firma Eni Modell AP400B) sonst die Leistung nicht in den Schwingkreis abstrahlen kann. Die Kapazitäten der Kondensatoren müssen variabel sein, um den frequenzvariablen Widerstand der Spule zu kompensieren. Um die Stabilität des Schwingkreises zu erhöhen, wurden Glimmerkondensatoren (Typ 27130B von Richardson Electronics) verwendet. Aus Kostengründen wurden Kondensatoren mit Toleranzen von 5% bestellt und dann von Hand vermessen. Jeweils zwei Kondensatoren, von denen der eine ein kleiner Korrekturkondensator ist, bilden einen Wert in den binären Reihen (das heißt jeder Wert ist genau doppelt so hoch wie der vorhergehende) der zuschaltbaren Kapazitäten. Die Abweichung der einzelnen Werte liegt dabei unter 1%.

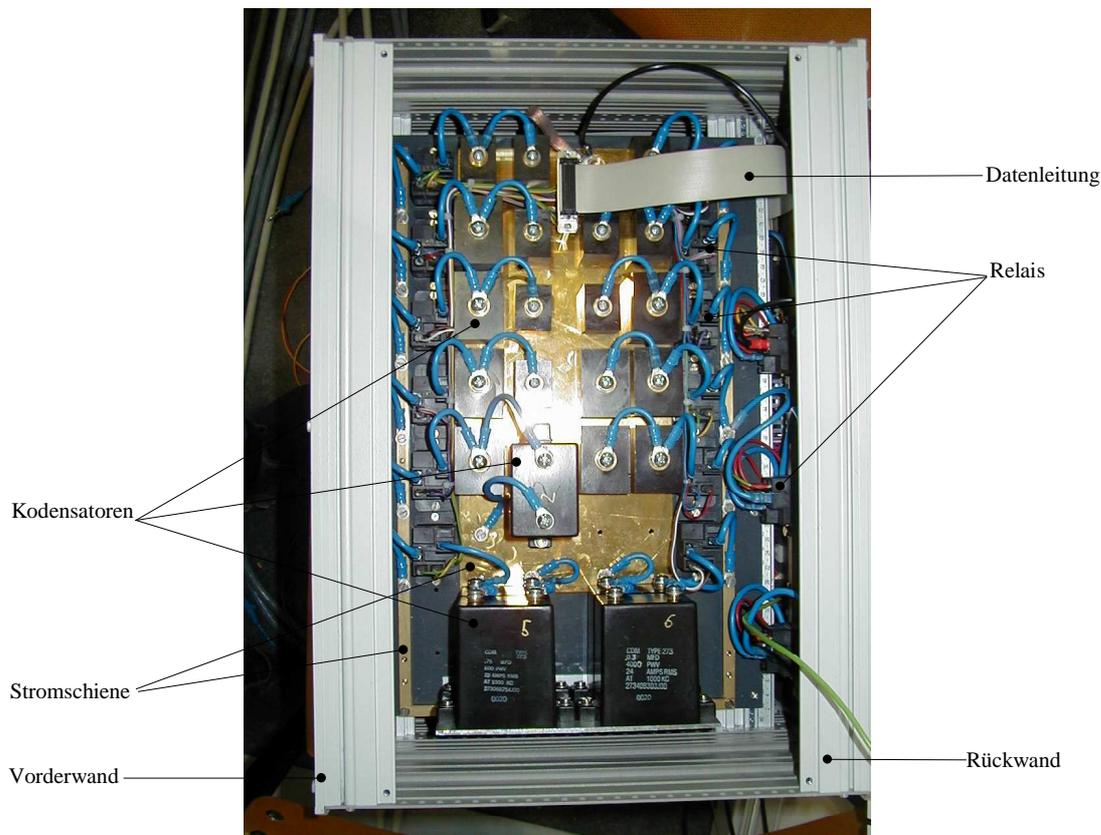


Abbildung 3-32: Die Kondensatoren sind jeweils paarweise mit einem Relais zuschaltbar, der kleinere der beiden Kondensatoren korrigiert den Wert des größeren. In der Rückwand sind die Anschlußbuchsen eingelassen, auf der Vorderseite befinden sich Leuchtdioden, die den aktuellen Status der zugeschalteten Kondensatoren anzeigen (siehe auch Abbildung 4-4)

Faßt man den Widerstand  $R$  und die Induktivität  $L$  der vier HF-Spulen in einem Spektrometerarm (siehe Abbildung 3-32) zusammen, so ergibt sich:

$$\frac{1}{Z} = i\omega C_p + \frac{1}{R + i\omega L + \frac{1}{i\omega C_s}} \quad (3.18)$$

Der Realteil soll  $Z = 50 \Omega$  betragen. Damit keine Leistung vom Schwingkreis reflektiert wird, soll der Imaginärteil verschwinden:

$$\operatorname{Re}\left(\frac{1}{Z}\right) = \frac{1}{Z_0} = \frac{R}{R^2 + \left(\omega L - \frac{1}{\omega C_s}\right)^2} \doteq \frac{1}{50\Omega} \quad (3.19)$$

$$\operatorname{Im}\left(\frac{1}{Z}\right) = \omega C_p - \frac{\omega L - \frac{1}{\omega C_s}}{R^2 + \left(\omega L - \frac{1}{\omega C_s}\right)^2} \doteq 0 \quad (3.20)$$

Vernachlässigt man die quadratischen Ohm'schen Widerstandsterme ( $R^2 = 0$ ), ergibt sich für die beiden Kapazitäten:

$$C_s = \frac{1}{\omega^2 L - \omega \sqrt{Z_0 R}}$$

und

$$C_p = \frac{L - \frac{1}{\omega^2 C_s}}{\left(\omega L - \frac{1}{\omega C_s}\right)^2} \simeq \frac{1}{\omega^2 L - \frac{1}{C_s}}. \quad (3.21)$$

Trägt man  $C_s$  und  $C_p$  graphisch über den Frequenzen auf (für vier parallel geschaltet Spulen ergibt sich mit  $R = 0.5 \Omega$ ,  $L = 8 \mu H$  und  $Z_0 = 50 \Omega$ ):

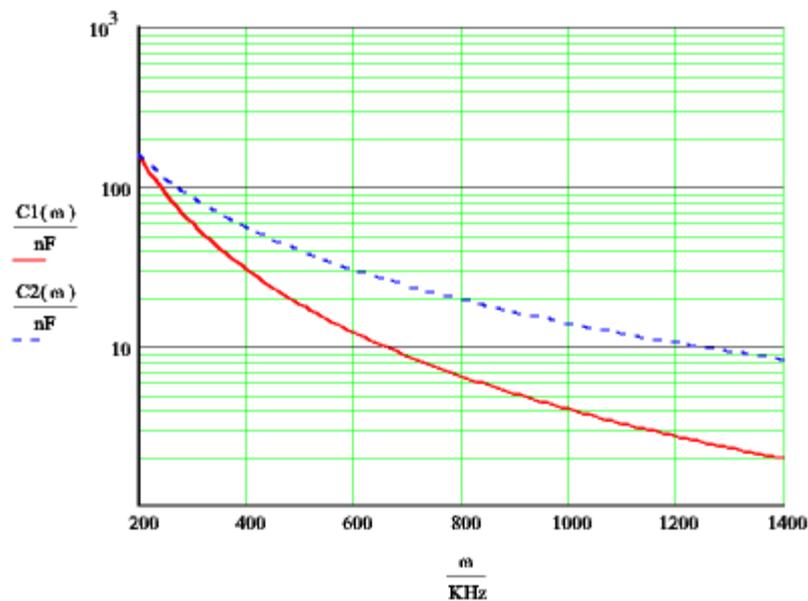


Abbildung 3-33: Parallele ( $C_1$ ) und serielle ( $C_2$ ) Kapazität in Abhängigkeit von der Frequenz

Für die drei Arme von RESEDA wird jeweils eine Kondensatorbox eingesetzt, die zwei Reihen Kondensatoren enthält, eine parallel und eine seriell zu den HF-Spulen. Die parallele Reihe besteht aus 14 Stufen, mit Kondensatoren von  $78 pF$ , ...,  $639 nF$  und die serielle aus 12 Stufen mit  $616 pF$ , ...,  $1.26 \mu F$ .

Da die HF-Verstärker (Eni: Typ AP 400B) erst bei Frequenzen über  $50 kHz$  einsetzbar sind, ist bei RESEDA die NRSE-Auflösung nach unten begrenzt (Ein Betreiben bei kleineren Frequenzen führt zu einem Durchbrennen der Endtransistoren in den Verstärkern). Ein verbesserter HF-Verstärkersatz, der den Betrieb bei tiefen Frequenzen verträgt und mit einem Überlastungsschutz versehen ist, ist bei der Firma Thillosen bestellt. Außerdem steigen die zur Impedanzangleichung erforderlichen Kapazitätswerte zu kleinen Frequenzen hin an (Gleichung 3.21) und auch die falsch rotierende Komponente des HF-Feldes verhindert Messungen bei kleinen Frequenzen. Die obere Frequenz wird durch den maximalen Strom in den statischen Spulen der Bootstrappflipper begrenzt ( $I = 100 A$  entsprechen  $\omega_{Spule} = 2\pi \cdot 1 MHz$  und  $B_z \simeq 300 G$ ).

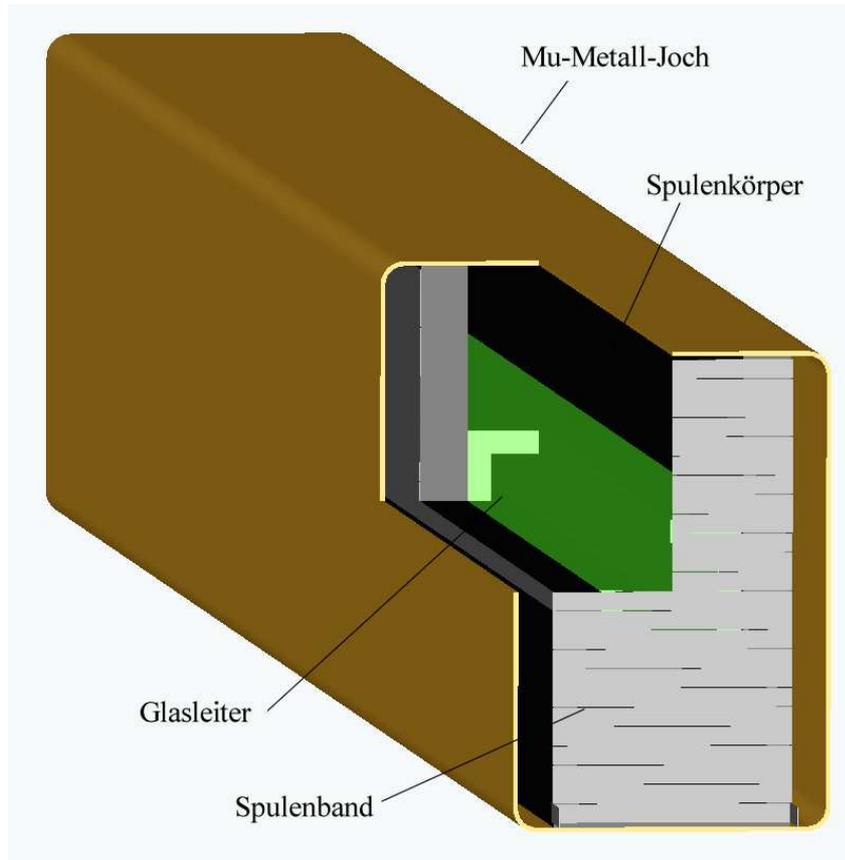


Abbildung 3-34: Die  $NSE_Z$ -Spulen für niedrige Spinechozeiten: Das  $8 \cdot 0.5\text{mm}^2$ -Aluminiumband ist einlagig um den Spulenkörper gewickelt, der innenliegende Glasleiter erhöht die Neutronenintensität, das Mu-Metall-Joch schließt die Feldlinien. Der Index  $Z$  macht die Feldrichtung dieser Spule kenntlich: Sie steht senkrecht zur Flugrichtung der Neutronen und parallel zu den statischen Magnetfeldern in den Bootstrapspulen.

#### 3.1.7.4 $NSE_Z$ -Spulen

Berechnet man die untere Auflösung der Bootstrapspulen bei einer Frequenz von  $f = 50\text{kHz}$  und den Abstand der Bootstrapspulen auf  $L = 2.6\text{m}$ , ist das kleinste simulierte Pfadintegral (mit einem Faktor 2 für simulierte Felder ohne Bootstrapmodus):

$$BL = \frac{2 \cdot \omega \cdot L}{\gamma} = \frac{4\pi \cdot f \cdot L}{\gamma} \simeq 90Gm \quad (3.22)$$

Um den Meßbereich nach unten zu erweitern, werden bei RESEDA deshalb klassische NSE-Spulen für niedrige Auflösung, d.h. Pfadintegrale bis zu  $100Gm$  installiert. Sowohl Messungen an dem Spektrometer MUSES [Han99, Köp98], als auch Simulationen von S. Prokudaylo [Pro01] mit dem Finite-Element-Programm Amperes zeigen, daß Zylinderspulen innerhalb der Mu-Metallabschirmung bei diesen Feldintegralen große Streufelder verursachen würden und eine Messung im NSE-Modus. Um dies zu vermeiden, zeigen die Felder der NSE-Spulen bei RESEDA in  $z$ -Richtung. Allerdings muß der Neutronenstrahl bei diesen  $NSE_Z$ -Spulen durch das Windungsmaterial transmittieren. Deshalb wurde auch hier eloxiertes Aluminiumband (Querschnitt  $8 \cdot 0.5\text{mm}^2$ ) verwendet, das Kristallwasser der Eloxalschicht wurde durch  $D_2O$  ersetzt. Da die Ströme in der einlagig gewickelten Spule bei  $100G$  etwa  $I = 35A$  betragen und damit etwa  $1kW$  thermische Leistung entsteht, ist

an den Spulen eine Druckluftkühlung vorgesehen. Zur Vermeidung von Streufeldern sind die Feldlinien in einem Mu-Metall-Joch geschlossen (siehe Abbildung 3-34).

### 3.1.7.5 Einkoppelspulen

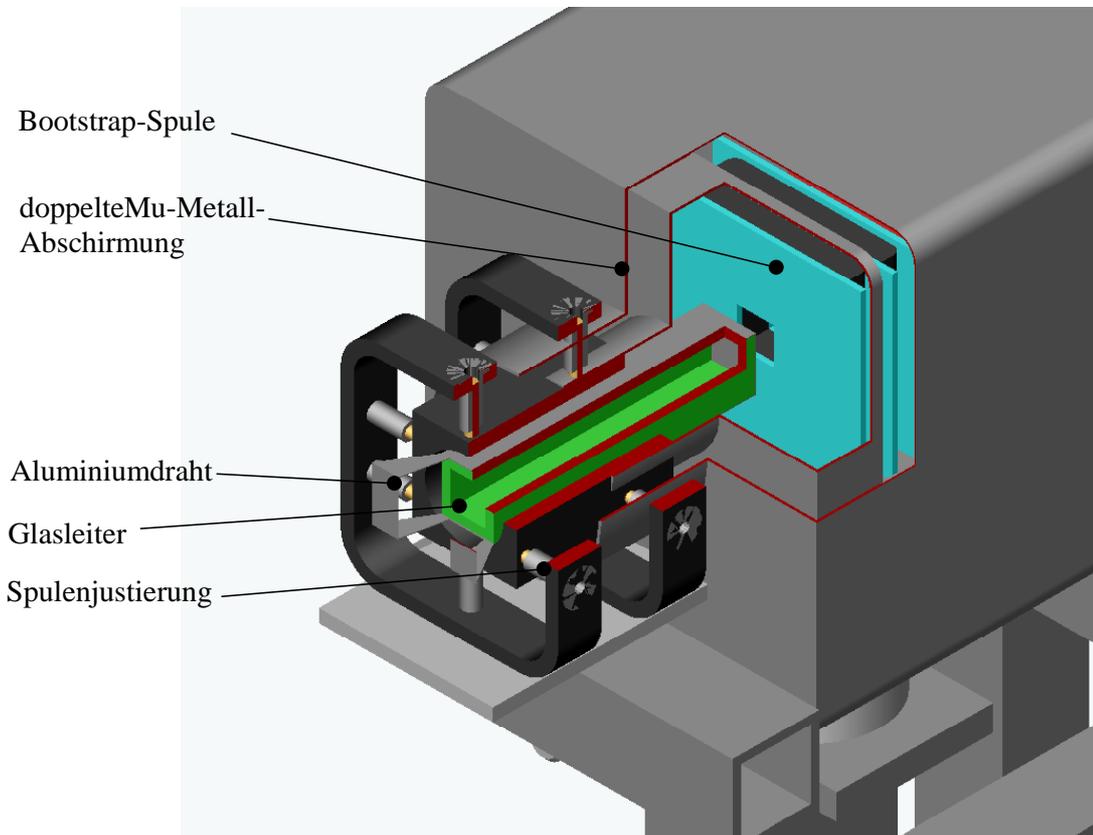


Abbildung 3-35: Beim Eintritt in die Mu-Metall-Abschirmung des Spektrometers werden die polarisierten Neutronen durch eine Einkoppelspule geführt. Der Übergang in den feldfreien Bereich am inneren Ende der Spule erfolgt nichtadiabatisch, so daß die Polarisation erhalten bleibt.

Da der Übergang aus dem Führungsfeld des Neutronenleiters (etwa 20 Gauß in z-Richtung) in den magnetfeldfreien Raum innerhalb des Spektrometers nichtadiabatisch erfolgen muß, ist eine scharfe Feldgrenze erforderlich. Eine um einen Glasleiter gewickelte Spule überführt die Neutronen abrupt in den feldfreien Bereich. Dazu müssen die Neutronen die Spulen durch die Wicklung verlassen. Die Neutronen behalten die durch die Einkoppelspule vorgegebene Polarisationsrichtung. Außerdem soll der Spin in der Spule um  $90^\circ$  relativ zur Feldrichtung des Führungsfeldes im Neutronenleiter gedreht werden, damit die Neutronen dann in x-Richtung polarisiert auf die erste Bootstrapspule zufliegen. Die Erfahrung zeigt, daß das Führungsfeld des Neutronenleiters zur Mu-Metall-Abschirmung langsam abfällt (entlang der Trompete beträgt die Feldstärke sowieso nur noch  $20\text{ G}$ ), so daß der Übergang zu dem um  $90^\circ$  verdrehten Einkoppelfeld adiabatisch geschieht und auch hier keine nennenswerten Polarisationsverluste auftreten. Die Ein/Auskoppelspulen bestehen aus 50 Windungen eloxiertem Aluminiumrunddraht mit einem Querschnitt von  $1\text{ mm}$ , der direkt auf ein kurzes Neutronenleiterstück aufgewickelt ist. Da es zur Justage des Schwingkreises praktisch ist, die Neutronen in z-Richtung polarisiert in das Spektrometer eintreten zu lassen, sind die Koppelspulen in der Halterung um  $90^\circ$  um die

Strahlachse drehbar. Ein Mu-Metall-Joch auf der Koppelpule an dem Ende, an dem die Neutronen in den abgeschirmten Bereich eintreten, schließt die Feldlinien und vermindert Streufelder. Die Koppelpulen werden mit einem Magnetfeld von etwa  $20\text{ G}$ , also einem Strom von etwa  $1\text{ A}$  betrieben.

### 3.1.8 Analysatoren

Die beiden Analysatoren (einer in jedem sekundären Spektrometerarm) befinden sich direkt vor den  $^3\text{He}$ -Detektoren in einer Analysator-Detektoreinheit. Durch den kleinen Abstand zwischen Analysator und Detektor wird vermieden, daß diese beiden Einheiten zueinander justiert werden müssen, da die aus den Analysatoren austretenden Neutronen den Detektor nicht verfehlen können. Die Analysatoren wurden von der Firma CILAS

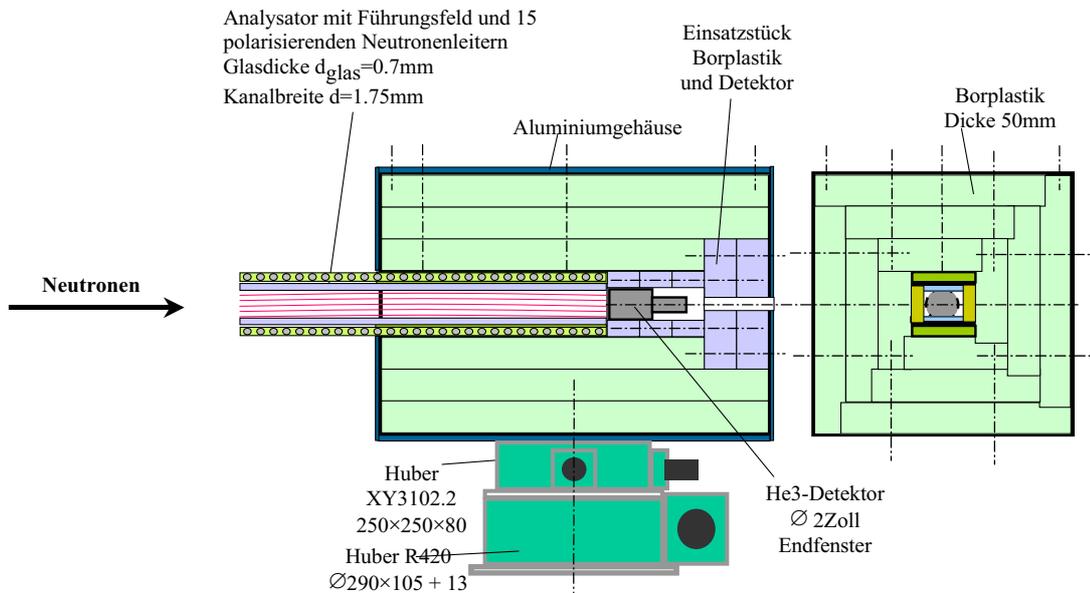


Abbildung 3-36: Die Analysator-Detektor-Einheit kann relativ zum Neutronenstrahl justiert werden. Auf diese Weise kann, bei Messungen mit langer Wellenlänge, die Polarisation verbessert werden. Durch ein Verkippen des Analysators werden kleine Divergenzen unterdrückt. In diesem Bereich hat die falsche Spinkomponente eine große Transmissionswahrscheinlichkeit.

in Grenoble gebaut und bestehen aus 15 beschichteten Gläsern mit einer Stärke von  $0.7\text{mm}$ . Die Gläser sind so angeordnet, daß zwischen ihnen 14 Kanäle für die Neutronen mit einer Breite von  $1.75\text{mm}$  entstehen. Diese Kanäle sind  $40\text{mm}$  hoch,  $568\text{mm}$  lang und gekrümmt (Krümmungsradius  $17\text{m}$ ). Die Beschichtung der Gläser besteht aus polarisierenden Superspiegeln, dabei wurde an der äußeren Wand der Kanäle  $m = 2.5$  und an der inneren Wand  $m = 2$  verwendet. Die Neutronenspiegel befinden sich in einem Rahmen aus borisiertem Glas, die Stärke des Borglases beträgt  $15\text{mm}$ . Um den Glasrahmen herum ist eine zusätzliche Neutronenabschirmung aus Borplastik angebracht, in die das magnetische Führungsfeld eingebettet ist. Analog zu dem Führungsfeld des polarisierenden Neutronenleiters besteht das Analysator-Führungsfeld aus Neodym-Eisen-Bor-Magneten (Durchmesser  $10\text{mm}$ , Höhe  $10\text{mm}$ ), Eisenbolzen (ST37 Durchmesser  $10\text{mm}$ , Höhe  $18\text{mm}$ ) und  $3\text{mm}$ -Eisenplatten (ST37,  $570 \cdot 90\text{mm}^2$ ). Die Feldstärke beträgt  $180\text{G}$ .



### 3.1.9 Detektoren

Bei RESEDA kommen in der ersten Ausbaustufe zwei Detektortypen zum Einsatz: Pro Arm ein Endfenster  ${}^3\text{He}$ -Zählrohr (2 Zoll Eurysis/DEXTRAY Modell 15NH 5/5x, Gasdruck  $p = 3 \text{ bar}$ ) und zwei Beammonitore (Eurysis Modell MNH 10/4.2 S; Nachweiswahrscheinlichkeit der Monitore beträgt  $10^{-5}$ ). Ausgelesen werden die Detektoren über einen Vierkanal-Zähler (Quad Counter 974 der Firma Ortec/EG&G). Das Signal wird dazu zunächst durch einen Vorverstärker am Detektor verstärkt und durch einen Fensterdiskriminator von Gammastrahlung und elektrischem Rauschen getrennt. Diskriminatoren, Vierkanal-Zähler und die Hochspannungsversorgung für das Zählrohr sind zusammengefaßt in einem NIM-Crate. Als weiterer Detektortyp ist ein Szintillationszähler geplant, da für die MIEZE-Anwendung ein Detektor mit hoher Zeitaufösung benötigt wird. Ein Lithiumglas der Stärke  $0.25 \text{ mm}$  gefolgt von einem Photomultiplier wird bereits am MUSES-Spektrometer in Saclay verwendet und könnte einfach adaptiert werden. Eine Vielkanal-Zählerkarte, die entweder in den Steuerrechner oder in die HP-Switch-Unit eingesteckt wird, liest das Signal mit hoher Zeitaufösung aus.

### 3.1.10 Kühlung und Stromversorgung

Die Wasserkühlung (Modell PSA 120 der Firma National Lab.) ist auf eine thermische Leistung von  $3 \text{ kW}$  pro Spule ausgelegt, dabei soll sich das Kühlwasser um nicht mehr als  $5 \text{ K}$  erwärmen, was zu einer Kühlwassermenge von  $10 \text{ l/min}$  pro Spule führt.

Das Wasserkühlsystem besteht aus einem Primärkreislauf mit einem Fassungsvermögen von etwa  $30 \text{ l}$ , welcher über einen Wärmetauscher mit dem Hauskreislauf verbunden ist. Damit wird die Temperaturregelung einfacher. Man kann primärseitig einen konstanten Durchfluß fahren und muß nur den Durchfluß auf der Sekundärseite an die Temperatur des primären Vorratsgefäßes anpassen. Außerdem ist für den Fall, daß eines der Kühlbleche undicht wird, sichergestellt, daß keine große Wassermenge austritt, da die Regelung des Kühlsystems bereits bei etwa  $5 \text{ l}$  Verlust ein Interlock-Signal auslöst und die Pumpe abstellt. Für den Selektor ist ein separater kleiner Kühlkreislauf vorgesehen.

Die Luftversorgung wird direkt aus dem Hauskreislauf (etwa  $8 \text{ bar}$ ) entnommen. Nach einem Druckminderer ( $p = 5 \text{ bar}$ ) folgt ein kleiner Ventilblock (Modell CPA10-VI der Firma Festo). Er sorgt dafür, daß bei den entsprechenden Ereignissen (Spektrometerarm verfahren, Spulen kühlen) die Druckluft mittels eines relaisgesteuerten Ventils zugeschaltet werden kann. Der Ventilblock wird entweder von Hand gesteuert oder über die I/O-Box (Digital E/A 488/80A der Firma Spectra) mittels Computer. Eine selbstgebaute Schaltung versorgt an den Luftfüßen angebrachte Druckfühler mit Spannung, zweifarbige Leuchtdioden zeigen den Betriebsstatus an: Rot für betriebsbereit, Grün für unter Druck stehend, Nichtleuchten (weiß) für einen Defekt, parallel dazu kann man den an dem Fühler anliegenden Druck auch mit der HP-Switch-Unit auslesen.

Eine Ausnahme bildet die obere Mu-Metallabschirmung in der Probenregion. Da sie nur zu Montage- und Reparaturzwecken verfahren wird, wird die Druckluft nur per Hand zugeschaltet (mit einem Kugelhahn).

Luftverbrauch beim Verfahren der Spektrometerarme:

Maximal werden ein Spektrometerarm und die Probenregion gleichzeitig bewegt, das entspricht neun Luftfüßen mit etwa  $200 \text{ l/min}$  pro Fuß, also ca.  $100 \text{ m}^3/\text{h}$ . Der Luftverbrauch

zum Kühlen der Spulen ist kleiner, aber eine Dauerlast und stellt während des Betriebs des Spektrometers den Hauptverbraucher mit etwa  $80\text{ m}^3/h$  dar.

Die Stromversorgung der statischen Bootstrap- und  $NSE_Z$ -Spulen geschieht mittels drei Gleichspannungsnetzgeräten (FUG Modell 14000M-125), die mit  $64\text{ A}$  Starkstrom versorgt werden müssen. Für die Kühlwasserpumpe und die Hebevorrichtung der oberen Mu-Metallabschirmung in der Probenregion ist ebenfalls ein Drehstromanschluß vorgesehen, allerdings reicht dazu eine  $32\text{ A}$ -Absicherung aus.

Die HF-Versorgung der HF-Flipspulen geschieht mittels des in Kapitel 3.1.5 beschriebenen Schwingkreises, allerdings benötigen die Frequenzgeneratoren, die HF-Verstärker und auch die Anpaßkästen eine  $230\text{ V}$ -Spannungsversorgung. Insgesamt wird mit den Geräten, welche zur Steuerung des Spektrometers und ähnlichen Aufgaben nötig sind (Computer, DC-Netzgeräte für Koppel- und Kompensationsspulen, HV-Detektorversorgung, Motortreiber, Meßelektronik wie Oszilloskop oder Temperaturfühler) etwa  $10\text{ kW}$  elektrische Leistung bei  $230\text{ V}$  für den Betrieb von RESEDA benötigt.

## 3.2 Steuerprogramm

Da ein Neutronenspektrometer während eines Reaktorzyklus möglichst ohne Unterbrechung im Betrieb bleiben soll, ist eine weitgehende Automatisierung erforderlich. Die Anzahl an Parametern und auch die verschiedenen Meßanordnungen sind bei einem Resonanzspinecho-Spektrometer besonders vielfältig. Deshalb wurde zunächst eine einfache Programmversion realisiert, welche im Wesentlichen die Justage des Spektrometers und einfache Scans bei verschiedenen Spinechozeiten erlaubt. Allerdings ist eine spätere Erweiterung der Meßmöglichkeiten (MIEZE, Verkippen der Spulen, usw.) vorgesehen.

### 3.2.1 Grundstruktur des Programms

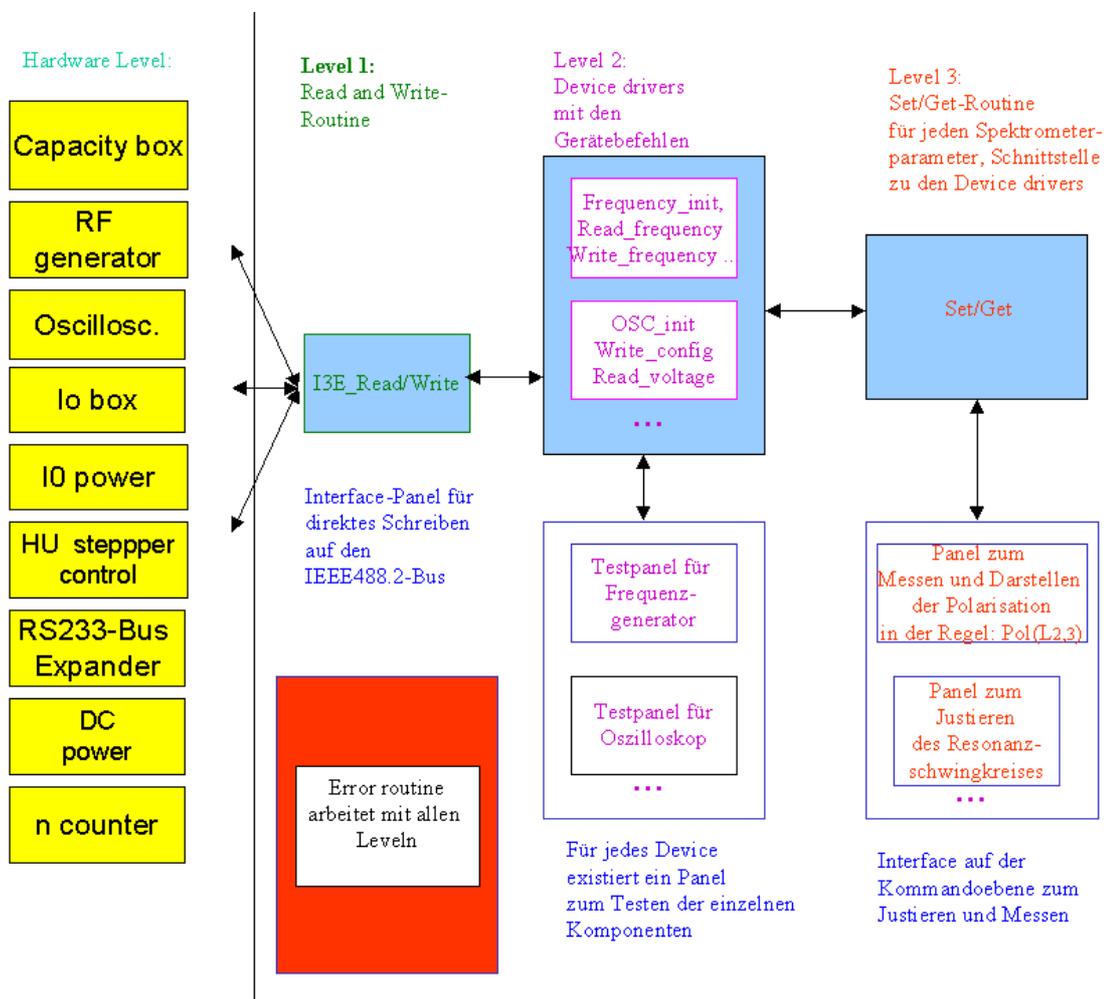


Abbildung 3-37: Das Steuerprogramm ist in verschiedene Ebenen unterteilt. Die Kommunikation mit den einzelnen Hardwarekomponenten läuft über eine standardisierte Read/Write-Routine. Zu jedem Gerätetreiber (Device driver) existiert ein Testpanel zur direkten Kommunikation mit dem einzelnen Gerät. Die Set/Get-Routine setzt die physikalischen Spektrometerparameter von der Kommandoebene (User) in die spezifischen Geräteparameter um.

Eine gute Neuerung gegenüber älteren Programmversionen ist eine Software-Zwischenebene mit den Befehlen set/get, welche die Hardware-Geräte-Treiber vom eigentlichen Steuerprogramm trennt. Der Programmmanwender setzt und fragt physikalische

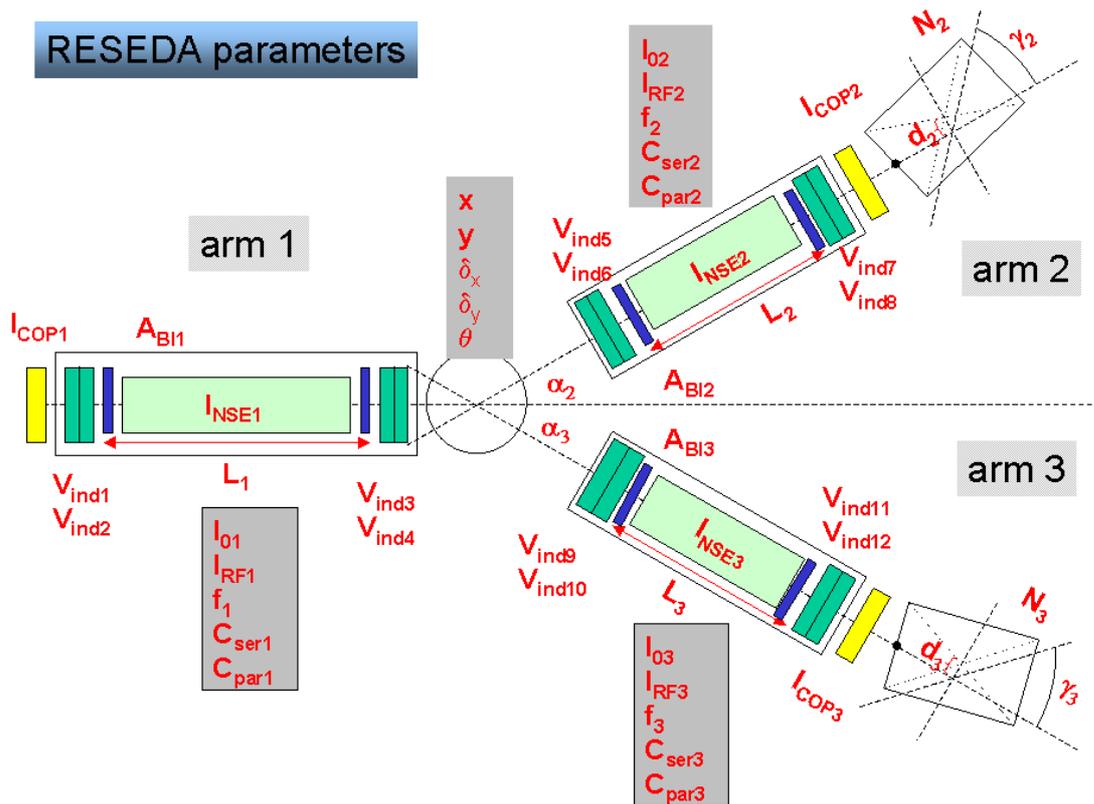


Abbildung 3-38: Übersicht über die zu steuernden physikalischen Parameter: die Einkoppelspulen sind gelb, die  $NSE_Z$ -Spulen hellgrün, die Bootstrapspulen dunkelgrün und die Blenden blau dargestellt. Rot dargestellt sind die Spektrometerparameter, welche für den Betrieb des Spektrometers gesetzt und überwacht werden müssen [Sya02].

Meßgrößen ab, die untergeordneten Ebenen setzen dann die entsprechenden Gerätewerte. So werden beispielsweise nach Vorgabe einer bestimmten Neutronenwellenlänge auf der Geräteebene die Selektordrehzahl und die Verkipfung des Analysators verändert. Die Geräteparameter kann man grob in zwei Gruppen aufteilen: Parameter, die zu Beginn der Messung fest eingestellt werden, wie die Wellenlänge der Neutronen, die Stärke des statischen Feldes, Frequenz, Amplitude und die Kapazitäten des Schwingkreises oder der Strom der Einkoppelspulen. Diese Werte müssen vor allem bei längeren Messungen kontrolliert, protokolliert und konstant gehalten werden. Ergibt eine Abfrage einen gravierenden Fehler, muß das Programm unterbrochen werden. Die zweite Gruppe von Parametern ändert sich während der Messung oder eines Justagescans (z.B. Neutronenzählrate, Temperatur in der Probe). Diese müssen fortlaufend notiert werden. Als Steuerrechner genügt ein handelsüblicher PC, die Steuerung der Geräte erfolgt über einen störungsunempfindlichen IEEE 488.2-Bus, lediglich die Encoder-Karten, welche den Winkel der Spektrometerarme auslesen, werden direkt mit ISA-Einsteckkarten im PC betrieben. Die Gerätetreiber (Device Drivers) sind alle gleich aufgebaut nach einer Struktur, die auf W. Gaubatz [Gau93] zurückgeht.

Jedes Gerät wird durch folgende Grundfunktionen angesteuert:

- Device-init dient der Initialisierung
- Device-close schließt die Kommunikation mit dem Gerät ab
- Device-reset setzt das Gerät in den Grundzustand
- Device-set setzt Geräteparameter
- Device-read liest die Parameter am Ausgang des Geräts aus
- Device-error-query fragt, ob ein Gerätefehler vorliegt

Zusätzlich gibt es für die einzelnen Geräte Sonderfunktionen. So kann man z.B. das Oszilloskop auf verschiedene Auslesemodi konfigurieren.

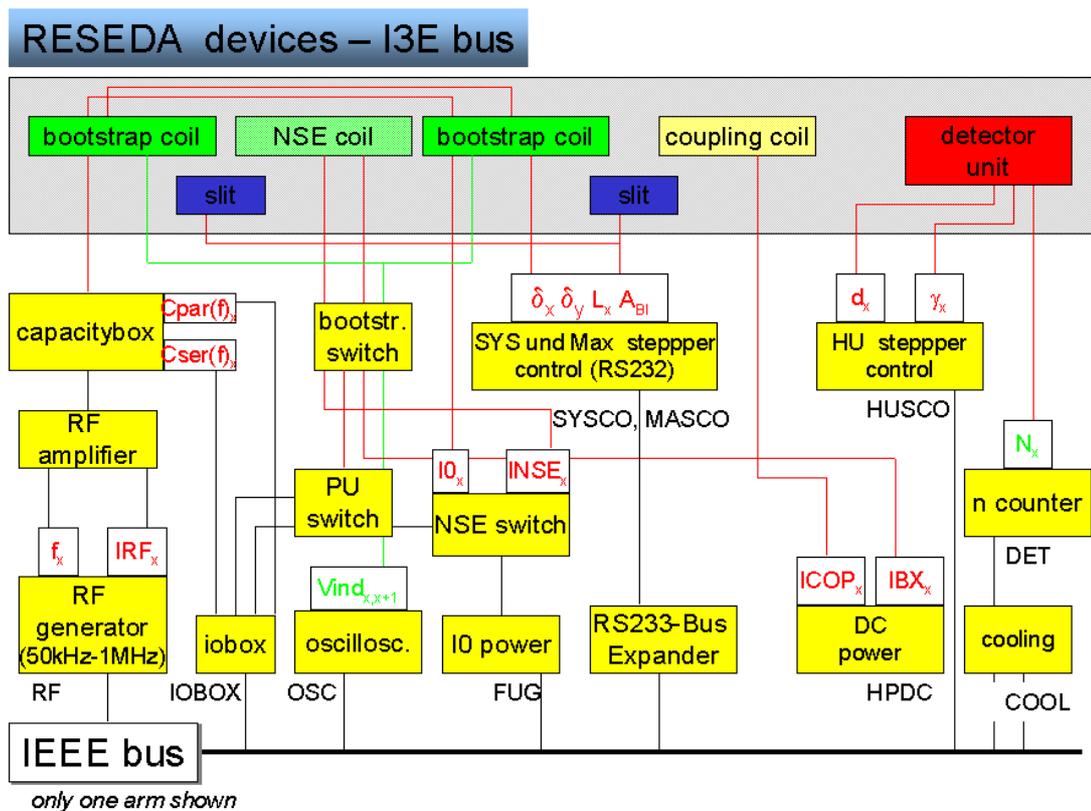


Abbildung 3-39: Übersicht der zu steuernden Geräte am IEEE 488.2-Bus, nur ein Arm ist dargestellt [Sya02].

### 3.2.2 Fehlerübergabe (error-routine)

Grundvoraussetzung, um das Spektrometer optimal im Betrieb halten zu können, ist eine fehlerlos funktionierende Fehlererkennung.

Die Ursache eines aufgetretenden Fehlers muß zurückverfolgt werden können und das Programm muß entscheiden, ob es sich um einen gravierenden Fehler handelt, der einen sofortigen Programmabbruch erfordert, die Fehlerabfrage wiederholt werden soll, weil es sich um eine kurzzeitige Störung handelte, ein Parameter zu korrigieren ist, oder ob der Fehler ignoriert werden kann.

Um die Fehlerbehandlung einfach und übersichtlich zu handhaben, wurde sie von dem übrigen Programm getrennt. Gleichzeitig wird aber jeder Programmaufruf an eine Fehlerbewertung gekoppelt. So erfolgt z.B. das Verfahren eines Motors mittels einer Fehlerabfrage: **err(set(axis, Motorpos))** ⇒ die Routine **set** verfährt den Motor **axis** nach **Motorpos** und meldet das Ergebnis an die Routine **err**, welche einen eventuell aufgetretenen Fehler bewertet.

Wichtig ist dabei, daß die Bewertungskriterien eines Fehlers veränderlich sein sollten, da es für einige Parameter von der Messung abhängt, ob sie kritisch sind oder nicht (so ist beispielsweise für eine Flüssigkeit eine Verdrehung der Probe in der Regel irrelevant, für einen Kristall als Probe fatal).

### 3.2.3 Justageroutinen

Zum Betrieb des Spektrometers müssen sämtliche Parameter in Abbildung 3-38 optimal eingestellt werden. Zu diesem Zweck wurde zu jedem Gerätetyp ein Justagepanel entwickelt, mit dem der Instrumentenbetreiber direkt die Geräte (unter Umgehung der Routinen **set/get**) ansprechen kann. Geplant ist die Erstellung von Eich Tabellen, aus denen die Parameter für verschiedene Neutronenwellenlängen und Spinechozeiten ausgelesen werden und dann direkt mit der Messung begonnen werden kann. Da sich verschiedene Faktoren mit der Zeit ändern (Temperatur in der Halle, Magnetisierung der Mu-Metallschildes, Alterung der Spulen), ist eine gelegentliche Aktualisierung dieser Tabellen erforderlich. Da viele dieser Eichmessungen zeitaufwendig sind (z.B. Abgleich der Schwingkreise der einzelnen Arme aufeinander, Referenzfahrten der Motoren), werden die Justageroutinen automatisiert.

### 3.2.4 Meßroutine

Mit dieser Routine wird der komplette Meßprozeß gesteuert und überwacht. Nach dem Einlesen und der Berechnung aller benötigten Parameter kann diese Routine die einzelnen Meßpunkte selbständig anfahren, die Parameter einstellen, überprüfen und gegebenenfalls nachjustieren. Ist das Spektrometer justiert, beginnt die Messung. Die Daten (sowohl die Neutronenzählraten, als auch kritische Spektrometerparameter) werden gespeichert und das Meßprotokoll weiter durchlaufen. Die Parameter und Daten werden zunächst als ASCII-Zeichen gespeichert, da dies eine einfache und flexible Speicherungs-methode ist und aufgrund der geringen Datenmenge keine weitere Optimierung erforderlich ist. Im Zuge der Standardisierung am FRM II ist geplant, auf das einheitliche Datenprofil NE-XUS überzuwechseln, um die bei RESEDA gewonnenen Meßdaten mit anderen Messungen vergleichen zu können. Da die Meßroutine in der Regel sehr lange läuft, auch ohne daß ein Nutzer permanent anwesend ist, wurden eine Reihe von Abbruch-Kriterien definiert (z.B. ein Interlock-Signal der Wasserkühlung oder ein Ausfallen der Druckluft), welche einen sofortigen Abbruch der Messung und ein Runterfahren des Spektrometers in einen abgesicherten Modus zur Folge haben.

# Kapitel 4

## Messungen

Der Forschungsreaktor München II ist noch nicht in Betrieb. Deshalb konnte im Zuge dieser Arbeit das neu aufgebaute Spektrometer RESEDA noch nicht komplett getestet werden. In diesem Kapitel wird deshalb der erfolgreiche Test zweier wichtiger Komponenten -der Analysator und der Schwingkreis für die HF-Spulen- vorgestellt. Mit einem kurzen Experiment am Spektrometer MUSES in Saclay konnte eine neue Meßmethode zur hochpräzisen Vermessung der Kristallstruktur eines Einkristalls demonstriert werden. Allerdings zeigte sich, daß die Spulen von MUSES für solche Messungen nicht variabel genug sind und diese Technik erst mit RESEDA angewendet werden kann.

### 4.1 Analysator

Erste Messungen an den Analysatoren (siehe Kapitel 3.1.7) wurden am Reflektometer TOPSI am Paul Scherrer Institut (PSI) in der Schweiz zusammen mit J. Stahn durchgeführt. Mit einem polarisierten, dünnen ( $0.6\text{ mm}$ ), kollimierten ( $\Delta q/q \simeq 10^{-3}$ ) Neutronenstrahl mit der Wellenlänge  $\lambda = 4.71$  wurde die Polarisation von Neutronen, welche den Analysator durchquerten bei verschiedenen Streuwinkeln und unterschiedlichen Führungsfeldern untersucht:

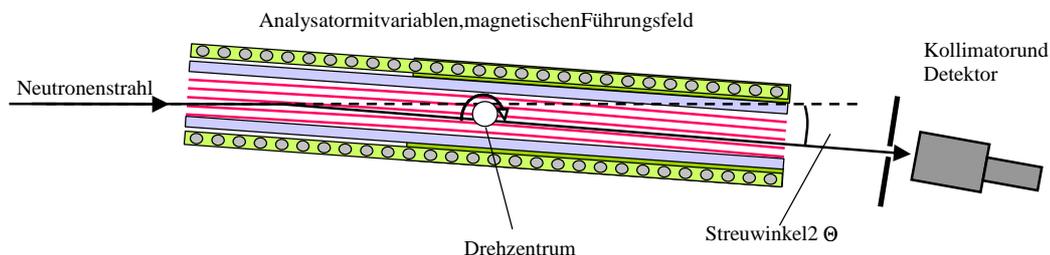


Abbildung 4-1: Meßaufbau: Der Analysator ist drehbar gelagert in einem variablen Magnetfeld. Der kollimierte, polarisierte und sehr feine Neutronenstrahl tastet den Analysator bei verschiedenen Winkeln ab.

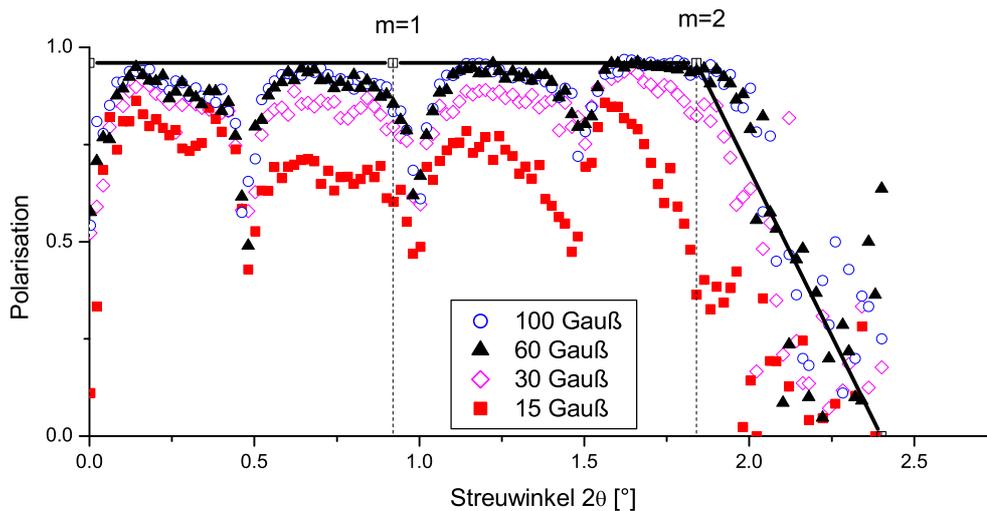


Abbildung 4-2: Die Polarisation der Neutronen hängt von der Stärke des Führungsfeldes ab. Die eingezeichnete durchgezogene Linie entspricht einem polarisierenden Neutronenspiegel, der bis  $m = 2$  eine Polarisation von 96% hat und dessen Polarisation im Bereich zwischen  $m = 2$  und  $m = 2.5$  von 96% auf 0% abfällt. Die scheinbaren Polarisationseinbrüche werden von Stirnseiten der Glasstege des Analysators verursacht.

Man erkennt gut, daß ein zu niedriges Führungsfeld (rote Quadrate und rosa Rauten in Abbildung 4-2) nicht ausreicht, um die Superspiegelschichten zu magnetisieren und deshalb die Polarisation der Neutronen abnimmt. Das Führungsfeld sollte dementsprechend mindestens 60 G betragen. Die Polarisation der Superspiegel beträgt dann über 90%. Die scheinbaren Polarisationseinbrüche in Abbildung 4-2 kommen durch die 0.7 mm breiten Glasstege innerhalb des Analysators (Abbildung 3-34 und 4-1):

Da das Drehzentrum des Probenstisches in der Mitte des Analysators und nicht an dessen Anfang lag, wurden bei den  $\Theta$ - $2\Theta$ -Scans mehrere Kanäle des Analysators während des Verdrehens durchleuchtet. Immer wenn der dünne, polarisierte Neutronenstrahl auf die Stirnseite eines Glassteges trifft, sinkt die Intensität am Detektor ab und die Polarisation sinkt scheinbar ebenfalls, da sich das Signal/Untergrund-Verhältnis verschlechtert. In den Bereichen, in denen dieser Effekt keine Rolle spielt, erreicht man bei den stärkeren Führungsfeldern durchaus Polarisationen im Bereich von 96% (eingezeichnete Linie in Abbildung 4-2).

Versuche mit stärkeren Magnetfeldern zeigen, daß dann die Polarisation der Superspiegelschichten geringfügig ansteigt, aber das  $^3\text{He}$ -Zählrohr durch die Streufelder beeinträchtigt wird [Sol02]. Bei RESEDA wird deshalb ein Magnetfeld von 180 G an den Analysator angelegt.

Um den Analysator unter realen Bedingungen zu testen, wurde im Zuge des Polarisationsmessungs-Projekts (Purgatory) am ILL ein weiteres Experiment zusammen mit T. Soldner durchgeführt. Dabei wurde der Analysator von einem polarisierten Neutronenstrahl mit einem großen Querschnitt komplett ausgeleuchtet und bei verschiedenen Wellenlängen die Polarisation und die Transmission bestimmt (Abbildung 4-3):

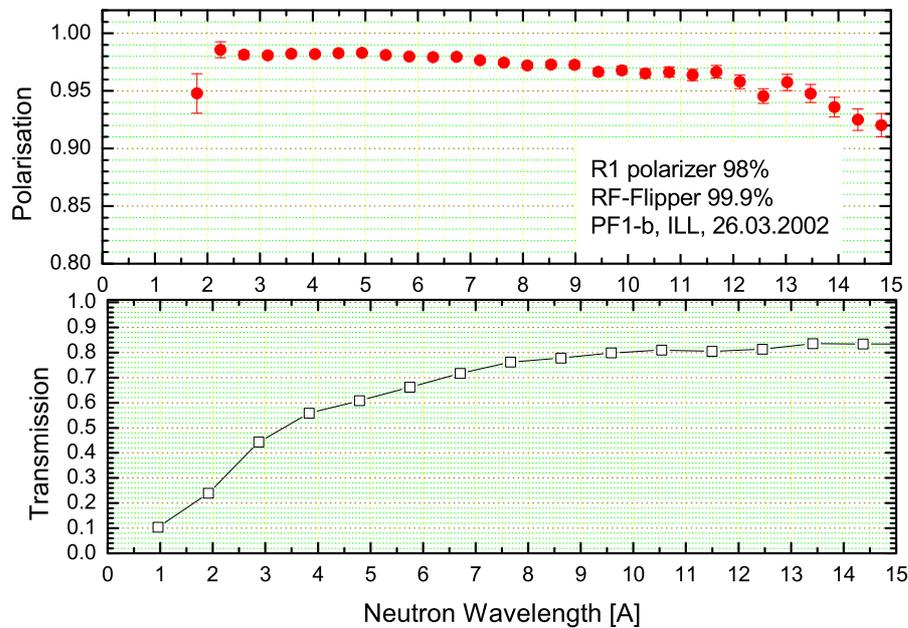


Abbildung 4-3: Die Polarisation und Transmission des vollständig ausgeleuchteten Analysators.

Daß die Transmission mit der Wellenlänge ansteigt, die Polarisation jedoch abfällt, liegt an der transmittierten Divergenz des Analysators. Für kurze Wellenlängen wird der maximale Impulsübertrag auf den Analysator erreicht und zu divergente Neutronen werden herausgefiltert (die Transmission sinkt), bei langen Wellenlängen wird der mittlere Impulsübertrag auf die Superspiegel des Analysators immer kleiner. Für kleine Impulsüberträge hat aber die falsche Spinkomponente eine große Reflektionswahrscheinlichkeit (Abbildung 3-10), die mittlere Polarisation sinkt. Bei RESEDA kann man bei Messungen mit langwelligen Neutronen den Analysator verkippen. Damit läßt sich der mittlere Impulsübertrag der Neutronen auf die Analysatorspiegel anheben und die Polarisationsanalyse verbessern.



## 4.2 Schwingkreis

Die neuentwickelten Schwingkreise, in denen die Impedanzen für die  $\pi$ -Flipspulen angepaßt werden, wurden ausgiebig getestet. Die Güte dieser Schwingkreise darf nicht zu hoch sein, da es sonst nicht möglich ist, die Leistungsaufnahme der Schwingkreise in den einzelnen Spektrometerarmen mit den Kondensatoren aufeinander abzustimmen. Allerdings führt eine zu niedrige Güte der Schwingkreise zu unnötigen Verlusten und Erwärmung der Schaltung. Bewährt haben sich Güten zwischen 10-30, die auch bei RESEDA in einem weiten Frequenzbereich gegeben sind. Bei diesen Güten ist die Abstufung der Kondensatorreihen fein genug abgestuft, um die Leistung der einzelnen Arme abzustimmen.



Abbildung 4-4: Versuchsaufbau: Mit dem Frequenzgenerator und dem HF-Verstärker kann man die Frequenz durchstimmen, mit der Handsteuerung an der Kondensatorbox stellt man die Resonanzfrequenz ein, das Oszilloskop zeigt die Spannung an der Pickupspule an. Diese ist auf die Spule im Schwingkreis aufgewickelt und an ihr gemessene Spannung ist proportional zu dem Strom im Schwingkreis.

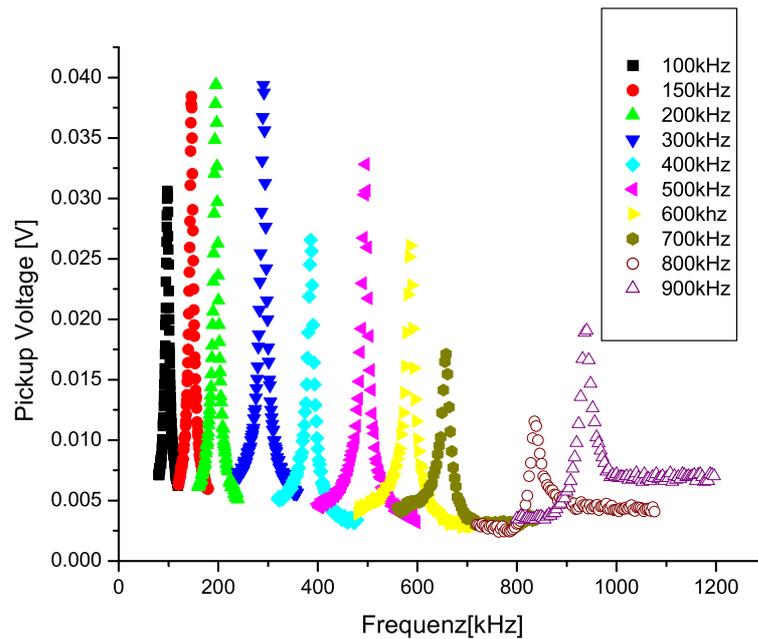


Abbildung 4-5: Verändert man die Kapazität in dem Schwingkreis, kann man die Resonanzfrequenz verändern.

In Abbildung 4-5 sind die Ergebnisse der Vermessung der kapazitiven Anpassung eines Schwingkreises dargestellt. Dabei wurden die Kapazitäten des Schwingkreises (Kapitel 3.1.6.3) für verschiedene Resonanzfrequenzen eingestellt und anschließend das Magnetfeld der HF-Spulen in Abhängigkeit der Frequenz mittels kleiner Pickup-Spulen gemessen. Der Abfall der Pickup-Spannung bei größeren Resonanzfrequenzen liegt daran, daß dieser Versuch ohne HF-Verstärker durchgeführt wurde und die Pickup-Spulen nicht gegen Störungen abgeschirmt waren. Zur Entstörung des Signals werden noch Abschlußwiderstände in den Pickup-Schaltkreis installiert.

Die Kurven wurden mit einer gedämpften Lorentzverteilung angepaßt:

$$\frac{y}{y_{st}} = \frac{\omega_0}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (2\delta\omega)^2}} \quad (4.1)$$

mit der Resonanzfrequenz  $\omega_0$ , der Dämpfungskonstante  $\delta$ , der variablen Frequenz  $\omega$  und dem Normalisierungsparameter  $y_{st}$ , welcher die Fläche unter der Kurve auf 1 normiert.

Aus der Anpassung kann man die Halbwertsbreite (FWHM=engl. full width at half maximum) und die Güte  $g$  der Pickup-Kurven bestimmen (Abbildung 4-6):

$$g = \frac{\omega_0}{FWHM}. \quad (4.2)$$

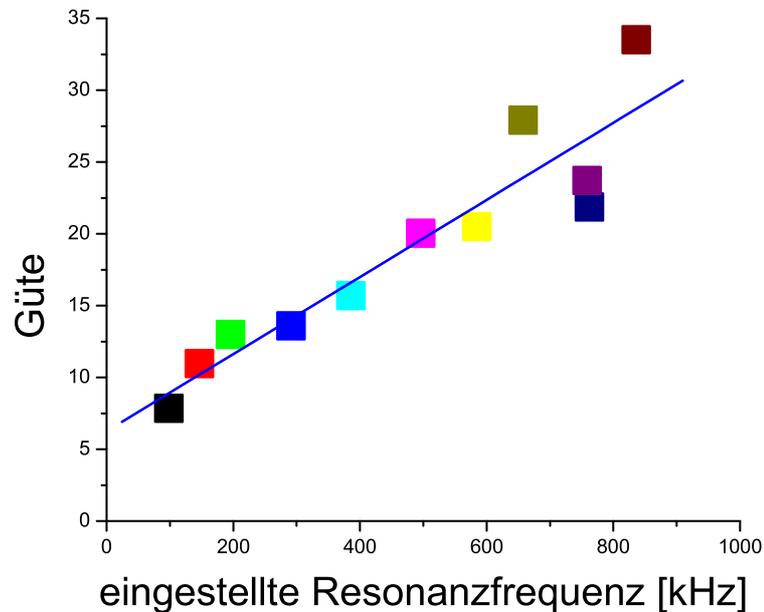


Abbildung 4-6: Die Güte des Schwingkreises steigt mit der Frequenz an, da das Verhältnis Blindleistung/Ohmscher Verlustleistung günstiger wird. Die blaue Gerade ist eine Anpassung an die Meßwerte.

Die für diese Testmessungen entwickelten Programmroutinen können später zur Eichung der Schwingkreise und der Kontrolle der HF-Spulen verwendet werden. Außerdem ist es möglich anstelle der Kapazitäten die Frequenz fest vorzugeben (Spinflip-Bedingung 2.18) und mit der gleichen Anpaßroutine die optimalen Kapazitäten zu bestimmen.



## 4.3 NSE-Messungen

Um die Meßmöglichkeiten von NSE-Spektrometern bei elastischen Streuprozessen zu demonstrieren, wurde ein Chrom-Einkristall am Spektrometer MUSES, das NRSE-Spektrometer am Orphee-Reaktor in Saclay, untersucht. Es zeigte sich, daß ein Durchstimmen der NRSE-Felder über den geplanten großen Bereich für dieses Experiment sehr aufwendig wäre, da die dazu benötigten Kapazitätswerte für die Schwingkreise nicht bekannt sind. Also wurde die Messung mit den ebenfalls an dem Spektrometer vorhandenen NSE-Spulen vorgenommen.

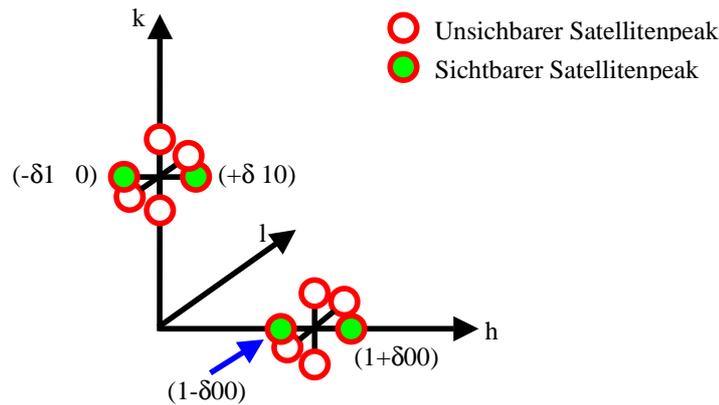


Abbildung 4-7: Durch das angelegte Magnetfeld entlang der  $(h 0 0)$ -Richtung beim Abkühlen unter die Neel-Temperatur entstehen im Chrom die Satellitenpeaks der TSDW-Phase entlang einer Kristallhauptachse ( $h$ -Achse in der Abbildung). Um den bei der bcc-Struktur des Chroms nicht sichtbaren Bragg-Reflexe bilden sich dabei je zwei Satellitenpeaks mit  $\delta = 0.043$  bei  $T = 130 \text{ K}$  [Faw88].

Bei dem Chrom-Einkristall wurde beim Übergang an der Neel-Temperatur (311 K) ein starkes Magnetfeld von  $20 T$  entlang einer Hauptachse des Kristalls angelegt. Beim Abkühlen ging der Kristall in eine polarisierte Kristallstruktur über, welche sich durch transversale Spindichtewellen (TSDW) beschreiben läßt. Wegen des angelegten Magnetfeldes wurden nur die Satellitenpeaks entlang der  $h$ -Achse belegt [Bön98]. Um die nicht sichtbaren  $(0 1 0)$ -Peaks bilden sich dabei, aufgrund der inkommensurablen Spinstruktur in dieser Phase, Satellitenpeaks bei  $(-0.043 1 0)$  und  $(0.043 1 0)$  (siehe Abbildung 4-7).

Durch die geringe  $q$ -Auflösung eines NSE-Spektrometers (siehe Kapitel 2.4) können beide benachbarte Satellitenpeaks in den Auflösungsbereich des Spektrometers fallen. Es ergibt dann eine Überlagerung der beiden elastischen Streufunktionen. Wie im zweiten Teil des Experiments gezeigt wird, läßt sich die Überlagerung der beiden Streufunktionen bei einem festen Streuwinkel nur schwer von einer Messung mit einem breiten ausfallenden Wellenlängenband trennen.

Mißt man zunächst nur an einem der beiden Satellitenpeaks des elastisch streuenden Chromkristalls (mit dem Abstand der Gitterebenen  $d$  unter dem Streuwinkel  $\Theta$ ), unterscheidet sich das Meßergebnis nicht von einem "gewöhnlichen" Einkristall, da aufgrund der Bragg-Bedingung:

$$n\lambda = 2d \sin \Theta \quad (4.3)$$

nur Neutronen der Wellenlänge  $\lambda$  (höhere Ordnungen  $n > 1$  werden durch den Selektor unterdrückt) in Richtung Detektor gestreut werden. Der zweite Satellitenpeak wird durch

Verdrehen der Probe aus dem Auflösungsbereich herausgedreht.

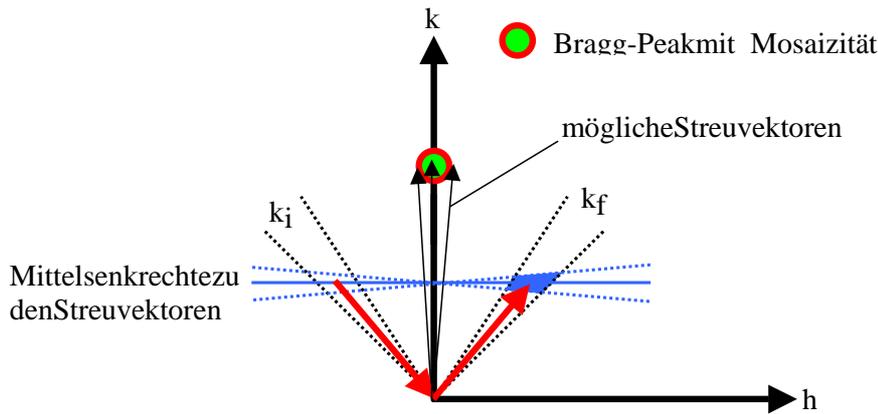


Abbildung 4-8: Bragg-Bedingung im Kristall und divergenten, polychromatischen Eingangsstrahl: Der Ausgangspunkt des einfallenden  $k_i$ -Vektors und der Endpunkt des auslaufenden  $k_f$ -Vektors müssen auf der Mittelsenkrechten (blaue Linie) der möglichen Streuvektoren liegen, alle anderen  $k_i$ -Vektoren werden herausgefiltert. Ist der Streuvektor nicht eindeutig (Mosaizität), ergibt sich durch die Divergenz (schwarze, gestrichelte Linien) und den verkippten Mittelsenkrechten ein Bereich an möglichen  $k_f$ -Vektoren (blaues Viereck)[Bac62].

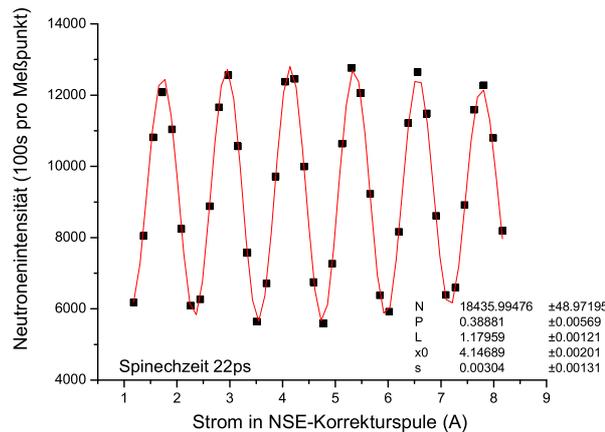


Abbildung 4-9: Die elastisch an einem Bragg-Peak gestreute Neutronenintensität ändert sich cosinusförmig in Abhängigkeit des NSE-Spulenstroms. Dargestellt sind die Meßpunkte und die angefittete Cosinusfunktion.

Der Einkristall als Probe wirkt als Monochromator und die Intensität am Detektor hängt bei dieser Messung nicht nur von der Transmissionsfunktion des Selektors (mit  $d\lambda/\lambda \simeq 15\%$ ), sondern hauptsächlich von der Winkelauflösung des Spektrometers (etwa  $10^{-2} \text{ rad}$ ) und der Mosaizität  $\eta$  der Probe ab (siehe Abbildung 4-8). Die Mosaizität der Probe "weicht" dabei die Bragg-Bedingung auf und bewirkt somit eine Wellenlängenverteilung der in Richtung des zweiten Spektrometerarms gestreuten Neutronen.

Ändert man bei einer NSE-Messung das Pfadintegral durch Änderung des Verhältnisses der beiden Magnetfelder vor und nach der Probe, (siehe Gleichung 2.9), ergibt sich eine fast ungedämpfte Cosinusooszillation, da das Wellenlängenspektrum der gestreuten Neutronen durch den Probeneinkristall sehr schmal geworden ist. Führt man diese Cosinuskurve ab, kann die Einhüllende und damit die maximale Mosaizität der Probe bestimmt werden

(siehe Abbildung 4-9), da die Intensität am Detektor von drei Termen abhängt: Die mittlere Intensität  $N$ , welche man ohne Polarisationsanalyse oder bei  $P = 0$  messen würde, die durch die Spinechospulen erzeugte Cosinuszillation und der Dämpfungsterm, welcher hier als Gaußfunktion angenommen wird, welcher von der Probe und der Spektrometerwinkelauflösung abhängt (Abbildung 4-8).

$$I_{DET} = \frac{N}{2} \left( 1 + P \cdot \cos \left( 2\pi \frac{x - x_0}{L} \right) e^{-\frac{S \cdot (x - x_0)^2}{L^2}} \right) \quad (4.4)$$

( $N$  = mittlere Neutronenintensität,  $P$  = Polarisation,  $x_0$  = Startwert (normalerweise ist das der Spinechopunkt, in diesem Beispiel kann er aber um  $n \cdot 2\pi$  verschoben sein),  $L$  = Periodenlänge, Dämpfungskonstante  $S \simeq \Delta\lambda/\lambda$ )

Bei NRSE-Experimenten handelt es sich bei der Periodenlänge tatsächlich um eine Längeneinheit, sie und gibt die Längenänderung des Pfadintegrals (bei konstantem simulierten B-Feld) an, um den Neutronenspin um  $2\pi$  zu drehen.

Da das gezeigte Experiment eine NSE-Messung war, hat die Periodenlänge  $L$  in diesem Beispiel die Einheit [A] und gibt die Stromstärke in der NSE-Korrekturspule an, welche den Neutronenspin um  $2\pi$  präzedieren läßt. Die Parameter  $x$  und  $x_0$  werden bei NSE-Experimenten ebenfalls in Ampere gemessen.

$$2\pi = \frac{\gamma \cdot \Delta B \cdot L}{v} \quad \Delta B = \mu_0 \cdot N \frac{I}{L} \quad (4.5)$$

$L$  ist die Länge der Korrekturspule (1 m) und  $N$  die Windungsdichte (140).

Da die Periodenlänge durch Anpassen der Daten zu 1.18 A ermittelt wurde, kann man die mittlere Geschwindigkeit der gestreuten Neutronen und daraus deren Wellenlänge bestimmen, welche reziprok zueinander sind:

$$v = \frac{\gamma \cdot \Delta B \cdot L}{2\pi} = 981 \text{ m/s} \quad \lambda [\text{\AA}] \simeq \frac{3956}{v [\text{m/s}]} = 4.03 \quad (4.6)$$

Für quasi-elastische Streuung ergibt sich die mittlere Wellenlänge auch aus der Drehzahl des Selektors. Um aus der Dämpfungskonstante  $S$  eine Aussage über die Mosaizität in der Probe treffen zu können, müssen die Parameter des Experiments in die Bragg-Bedingung eingesetzt werden. In diesem Demonstrationsversuch ist allerdings die Winkelauflösung des Spektrometers zu gering, um die Mosaizität des Probenkristalls tatsächlich zu ermitteln. Die gemessene Winkelverteilung ergibt sich als Faltung der Winkelauflösung  $\alpha$  des Spektrometers (Divergenz) und der Mosaizität  $\eta$  der Probe, es wird in diesem Experiment nur der positive Anteil der Wellenlängenverbreiterung betrachtet, daher ergibt sich ein Faktor 1/2 bei  $\eta$ :

$$(d\Theta)^2 = \left( \frac{\eta}{2} \right)^2 + \alpha^2 \quad (4.7)$$

Zudem ist der Fehler in der Anpassung der Dämpfungskonstante  $S$  sehr groß. Ein Grund für diese große Unsicherheit liegt in der Konstruktion der NSE-Spulen beim MUSES-Spektrometer: Dort werden die beiden NSE-Spulen mit einem Netzgerät betrieben, und nur der Strom in einer kleineren Korrekturspule kann durchgestimmt werden, also ist die maximale Veränderung des Pfadintegrals sehr klein und es können nur wenige Spinpräzessionen aufgenommen werden, was die Anpassung der Daten verschlechtert. Bei RESEDA ist die Versorgung der NSE-Spulen unabhängig voneinander und das gesamte

Pfadintegral der sekundären Spulen kann durchlaufen werden. Außerdem ist es geplant automatisch Eich Tabellen für die Kapazitäten der Schwingkreise zu erstellen, damit dieses Experiment auch mit der höheren NRSE-Auflösung durchgeführt werden kann.

Um den Rechenweg zu zeigen, kann man den Wert aus der Anpassung, welcher für einen Einkristall um mehrere Zehnerpotenzen zu groß ist, von  $S = \Delta\lambda/\lambda = 3.04 \cdot 10^{-3}$  (Textfenster in Abbildung 4-9) annehmen und aus dem Wellenlängenspektrum, dem Streuwinkel (in diesem Experiment war  $2\Theta = 91.3^\circ$ ) und dem Netzebenenabstand  $d = 2.756$  (bei  $130\text{ K}$ ,  $a = 2.88 \text{ \AA}$  mit dem (0.957 0 0)-Peak) für die maximale Mosaizität angeben. Aus der Bragg-Bedingung (Gleichung 4.3) ergibt sich:

$$\frac{d\lambda}{d\Theta} = 2d \cos(\Theta) \Rightarrow \frac{d\lambda}{\lambda} = \cot(\Theta)d\Theta \quad (4.8)$$

Vernachlässigt man die Strahldivergenz, vereinfacht sich Gleichung 4.7 zu  $d\Theta = \frac{\eta}{2}$  und man erhält:

$$\eta = 2 \cdot \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \cdot \tan \Theta \simeq 0.356^\circ \quad (4.9)$$

Es zeigt sich, daß die errechnete Mosaizität in diesem Demonstrationsversuch in der Größenordnung der Divergenz des Neutronenstrahls liegt. Bei Experimenten mit besserer Auflösung muß man entweder den Neutronenstrahl stärker kollimieren oder mit verkippten Spulen messen (Larmor-Diffraktion [Rek99]). Eine Messung mit nicht verkippten Spulen ist grundsätzlich aufwendiger, da anstelle der Polarisation die Einhüllende bestimmt wird, also ein sehr großer Bereich des Pfadintegrals durchfahren werden muß. Der Vorteil bei dieser Technik liegt aber in der höheren möglichen Auflösung. Bei den verkippten Spulen schränkt der Kippwinkel die Auflösung ein. Außerdem kann man bei nicht verkippten Spulen das Pfadintegral in dem sekundären Spektrometerarm umkehren und dadurch die Auflösung verdoppeln.

Mit dieser Technik lassen sich außerdem benachbarte Kristallpeaks interferometrisch vermessen: Um dies zu zeigen wurde der zweite Satellitenpeak ebenfalls in den Auflösungsbereich des Spektrometers gedreht (Abbildung 4-10).

Befinden sich zwei Bragg-Peaks in dem Auflösungsbereich des Spektrometers, überlagern

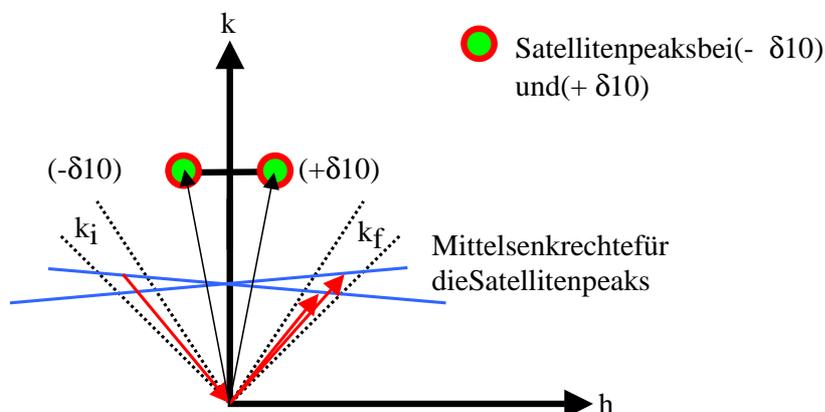


Abbildung 4-10: Für die beiden Satellitenpeaks ergeben sich benachbarte, aber verschiedene, ausfallende  $k_f$ -Vektoren, deren Endpunkt auf der Mittelsenkrechte des zugehörigen Satellitenpeaks liegt.

sich die Streufunktionen und es kommt zu einer Schwebung (Abbildung 4-11 und 4-12), die sich wie folgt beschreiben läßt:

$$I_{DET} = \frac{N}{2} \left( 1 + P \cdot \cos \left( 2\pi \frac{x - x_0}{L} \right) \cdot \cos \left( 2\pi \frac{x - x_0}{L_1} \right) \cdot e^{-\frac{S \cdot (x - x_0)^2}{L^2}} \right) \quad (4.10)$$

(Diese Gleichung ähnelt der Gleichung 4.6, allerdings wurde die eine Cosinusooszillation durch die Faltung zweier Cosinusooszillationen mit den Periodenlängen  $L$  und  $L_1$  ersetzt. Der Dämpfungsterm wurde unverändert beibehalten, da es sich zeigte, daß eine zweite Dämpfung die Anpassung nicht verbessert, da für beide Oszillationen keine meßbare Dämpfung auftritt.)

Da das Pfadintegrals der Korrekturspule nicht ausreichend variiert werden konnte, konnte keine volle Schwebung aufgenommen werden bei einer festen Einstellung der NSE-Spulen. Bei größeren Strömen in den NSE-Spulen ist die Korrekturspule zudem zu schwach, um den Spinechopunkt zu erreichen, der in Abbildung 4-11 bei einem Strom in der Korrekturspule von  $11.6 A$  liegen würde. Deshalb zeigen Abbildung 4-11 und 4-12 zwei Abschnitte der gleichen Schwebung, welche durch die Überlagerung der beiden Satellitenpeaks  $[(-0.043 \ 1 \ 0)$  und  $(0.043 \ 1 \ 0)]$  des Chrom-Einkristalls in der TSDW-Phase bei einer Temperatur von  $130 K$  entstand.

Aus den beiden Strömen, die der Periodenlänge der aus der Schwebung ermittelten Cosinusooszillationen entsprechen ( $L = 1.28 A$  und  $L_1 = 1.178 A$  aus der in Abbildung 4-12 dargestellten Schwebung) kann man die zugehörigen Wellenlängen analog zu Gleichung 4.6 errechnen und erhält  $\lambda = 4.4$  und  $\lambda_1 = 4.03$ .

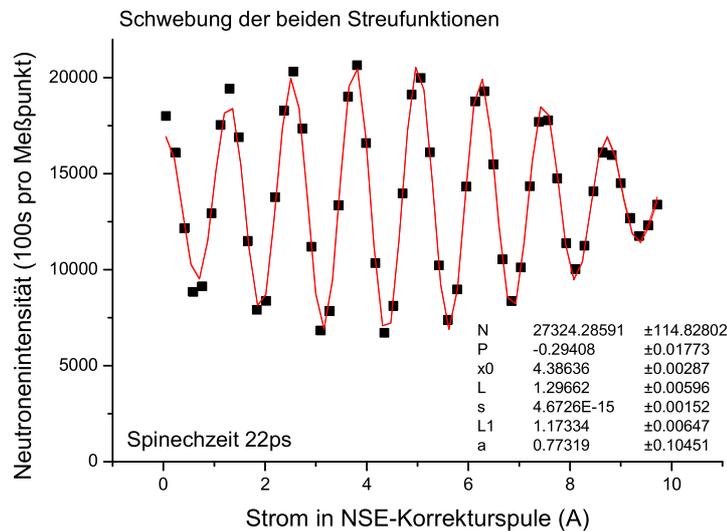


Abbildung 4-11: Schwebung zweier Cosinusfunktionen nachdem der Chrom-Einkristalls so gedreht wurde, daß beide Satellitenpeaks in Richtung Detektor streuen.

Nimmt man den Literaturwert für die Gitterkonstante  $a = 2.88$  ergibt sich daraus für die Positionen der Satellitenpeaks:  $(-0.022 \ 1 \ 0)$  und  $(0.068 \ 1 \ 0)$ . Um die Satellitenpeaks symmetrisch um  $(0 \ 1 \ 0)$  auszurichten, muß man die Gitterkonstante auf  $a_{gem} = 2.94$  anheben und erhält dann für  $\delta_{gem} = \pm 0.044$  (in guter Übereinstimmung mit dem Literaturwert von  $\delta_{gem} = \pm 0.043$ ). Ein möglicher Grund für den systematischen Fehler von etwa

2% bei der Gitterkonstante könnte in der Wechselwirkung der NSE-Spulen mit der Mu-Metall-Abschirmung der Spektrometers liegen. Fließt ein Teil des in den Spulen erzeugten Flusses durch das Mu-Metall zurück, ist das Pfadintegral für die Neutronen kleiner, als man nach Gleichung 4.5 ausrechnen würde. Daraus ergeben sich dann kleinere gestreute Wellenlängen und die Positionen der Satellitenpeaks verschieben sich zu größeren Werten.

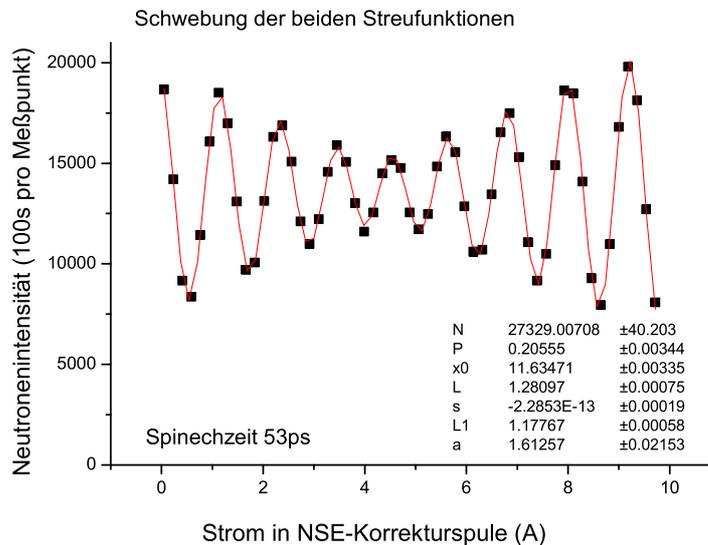


Abbildung 4-12: Schwebung zweier Cosinusfunktionen nach Drehung des Chrom-Einkristalls bei einer größeren Spinechozeit, der Spinechopunkt befindet sich rechts außerhalb des Diagramms bei einem Strom in der Korrekturspule von  $x_0 = 11.6 \text{ A}$ .

Das erstaunliche Resultat dieser Messung ist, daß man auch mit zwei rein elastischen Bragg-Reflexen (mit zwei festen Wellenlängen) eine Spinechokurve erhalten kann, die auf den ersten Blick (Abbildung 4-11) nicht von einem Streuprozeß zu unterscheiden ist, der ein breites Wellenlängenband emittiert.

Erst weit entfernt von dem Spinechopunkt (Abbildung 4-12), erkennt man einen Unterschied: Durch die aus der rein elastischen Streuung resultierenden festen Wellenlängen bewirken feste Frequenzen in den Cosinusfunktionen. Dadurch kommt es auch in an anderen Positionen neben dem Spinechopunkt zu konstruktiver Interferenz, man erhält eine Schwebung der beiden Frequenzen.

Ist man in der Lage die Überlagerung der beiden Satellitenpeaks über eine große Zahl von Intervallen zu messen, kann man die Mosaizität bestimmen, die Lage des Kristalls sehr genau justieren (da beide Peaks in das Auflösungsellipsoid des Spektrometers fallen müssen) und auch die relative Streulänge der beiden Peaks zueinander bestimmen, da sich die Streuintensitäten der einzelnen Peaks im Maximum addieren und um Minimum subtrahieren. Das Interferenzmuster reagiert sehr empfindlich auf Änderungen des Abstands der Peaks zueinander, zum Beispiel bei einem Phasenübergang, es ist also möglich daraus den Verlauf eines Phasenübergangs sehr genau zu beobachten.

# Kapitel 5

## Zusammenfassung

Die neue Hochfluß-Neutronenquelle FRM-II bietet unter anderem die Möglichkeit neue Neutronenspektrometer zu entwerfen und aufzubauen. Das neuentwickelte Spektrometer RESEDA ist ein NRSE-Spektrometer mit einzigartigen Möglichkeiten. Der hohe Neutronenfluß an der Probe von ca.  $10^9$  Neutronen/s über einen weiten Wellenlängenbereich bei hoher Polarisation und gutem Signal/Untergrund-Verhältnis ermöglicht kurze Meßzeiten. Die verbesserte Energieauflösung im Vergleich zu bisherigen Vorgängermodellen (etwa 50% höher als bei MUSES) und der größere maximal meßbare Impulsübertrag (etwa 30% höher als bei MUSES) an der Probe eröffnen neue Meßmöglichkeiten.

In folgender Tabelle werden verschiedene Spinechospektrometer miteinander verglichen. Bei RESEDA und MUSES handelt es sich um NRSE-Spektrometer, welche sich besonders durch die große Energieauflösung bei hohen Impulsüberträgen auszeichnen, die anderen Spektrometer sind konventionelle NSE-Spektrometer:

| Spektrometer  | typische Wellenlänge | Impulsübertrag $q$  | Spinechozeit $\tau$ | Referenz |
|---------------|----------------------|---------------------|---------------------|----------|
| RESEDA FRM-II | 5                    | $0.05 - 3.5^{-1}$   | 30 ns               |          |
| MUSES LLB     | 5                    | $0.05 - 2.75^{-1}$  | 20 ns               | [Lon99]  |
| IN11 ILL      | 4.5                  | $0.03 - 2.7^{-1}$   | 2 ns                | [Ibe94]  |
|               | 12                   | $0.015 - 1.35^{-1}$ | 45 ns               |          |
| IN15 ILL      | 15                   | $0.115^{-1}$        | 180 ns              | [Bue97]  |
| NSE Jülich    | 8                    | $0.136^{-1}$        | 22 ns               | [Mon97]  |
| MESS LLB      | 8                    | $0.016^{-1}$        | 40 ns               | [Bru96]  |

Tabelle 1.1: Kenndaten von RESEDA

Bei RESEDA sind neben quasielastischen Experimenten auch weitere Meßmöglichkeiten, wie MIEZE, Kleinwinkelstreuung durch verkippte Spulen und in gewissen Grenzen auch inelastische Messungen, möglich. Zusätzliche Komponenten an dem Spektrometer optimieren es für die einzelnen Meßanordnungen:

- Die Spulenjustierung wurde außerhalb der magnetischen Abschirmung angebracht. Somit lassen sich die NRSE-Spulen justieren oder für Kleinwinkelstreuexperimente verkippen, ohne den magnetischen Schild zu öffnen und ohne einen Störeinfluß durch die magnetischen Felder der Justiermotoren auf die Neutronenpolarisation zu bekommen.

- Zusätzliche Blenden beschränken bei großen Spinechozeiten die Divergenz des Neutronenstrahls und verengen den Strahl bei kleinen Proben, um den Untergrund zu minimieren.
- Der Neutronenleiterabschnitt in der Probenregion ist modular, das heißt, man kann dort verschiedene neutronenoptische Komponenten einsetzen. Der Leiter kann beispielsweise durch einen Kollimator für höchste Auflösung ersetzt werden, durch ein Set aus Trompete und Antitrompete, um die Neutronenflußdichte an der Probe zu maximieren oder es kann ein Analysator für MIEZE-Messungen installiert werden.
- Es besteht die Option, den Detektor mit einem Monochromatorkristall zu versehen, um damit die Impulsauflösung zu verbessern und inelastische Messungen zu ermöglichen. Aus Platzgründen ist es nicht möglich auch den Selektor zu ersetzen, was eine deutlich bessere Impulsauflösung zur Folge hätte. Außerdem kann der Detektor durch einen Szintillator für zeitaufgelöste Messungen, zum Beispiel im MIEZE-Modus ersetzt werden.
- Die Unabhängigkeit der simulierten Magnetfelder in den einzelnen Spektrometerarmen voneinander ermöglicht es, das Verhältnis der Pfadintegrale in einem weiten Bereich durchzustimmen und so die Mosaizität einer Probe zu bestimmen.

Die vorliegende Arbeit beschreibt das Spektrometer RESEDA zunächst theoretisch, um dann auf die technische Realisierung und die Meßmöglichkeiten des Spektrometers einzugehen.

Das theoretische Grundlagenkapitel gibt einen kurzen Überblick über den heutigen Stand in der Beschreibung von NRSE-Spektrometern. Im ersten Abschnitt wird dazu ein Neutronen-Spinecho(NSE)-Spektrometer klassisch beschrieben und die Spinechogleichung eingeführt, welche von zentraler Bedeutung für diese Meßmethode und der Abschätzung von Imperfektionen ist. Anschließend wird auf die Bootstrap-Methode eingegangen, welche dann zu einer quantenmechanischen Beschreibung der NRSE-Technik führt und die Funktionsweise der Flipspulen anschaulich erklärt. Zum Abschluß des Theorieteils werden zwei Umbaumöglichkeiten diskutiert:

- Der Umbau zu einem MIEZE(Modulation of Intensity with Zero Effort)-Spektrometer, eine Technik, die bei inkohärent streuenden Proben und starken Magnetfeldern in der Probenregion Vorteile bringt, da das Signal durch diese beiden Effekte bei MIEZE nicht beeinträchtigt wird.
- Die Machbarkeit inelastischer Messungen besteht. Aufgrund der verwendeten kalten Neutronen und des Selektors ist sowohl der maximale Energieübertrag, etwa  $10\text{ meV}$ , als auch die Impulsauflösung gering, aber die Energieauflösung sehr gut.

Als eine interessante Anwendung für inelastische Messungen mit RESEDA bieten sich hochkorrelierte Elektronensysteme und dabei besonders Anregungen in HTC-Supraleitern nahe der Sprungtemperatur an [Hew97], da bei diesen Proben die Impulsauflösung häufig keine große Rolle spielt. Außerdem liegen viele der Anregungen im Bereich einiger  $\text{meV}$  und man kann sie mit RESEDA sehr gut vermessen. Es besteht Hoffnung mit dem einmaligen Auflösungsbereich von RESEDA neue Einblicke in den Korrelationsmechanismus, der zu der Cooperpaarbildung von Elektronen und damit letztendlich zur Supraleitung führt, zu gewinnen.

Der instrumentelle Teil dieser Arbeit beschreibt die neuen und im Vergleich zu Vorgängermodellen verbesserten Komponenten des Spektrometers. Der polarisierende kalte Neutronenleiter wurde detailliert in dem Simulationsprogramm Mcstas-1.6 abgebildet. Die Auswirkungen der Leiterkrümmung, der Lücke durch den Selektor und der polarisierenden Superspiegel auf die Divergenz und Intensitätsverteilung der Neutronen in diesem Leiter wurden simuliert und werden in dieser Arbeit diskutiert. Der lange polarisierende Abschnitt des Neutronenleiters erzielt eine Polarisation von über 95% in weiten Teilen des Spektrums, ohne Verwendung eines Benders, was die Intensität an der Probe erhöht.

Die neutronenoptische Führung des Neutronenstrahls in dem Spektrometer mittels unbeschichteten Glasleitern und Blenden wird beschrieben. Legt man einen Grenzwert für die Depolarisation der Neutronen durch die Magnetfelder fest, besteht ein Zusammenhang zwischen der maximalen Spinechozeit und der dafür maximal möglichen Divergenz bei einer bestimmten Wellenlänge. Für eine dreieckige Divergenzverteilung, wie sie für zwei Blenden entsteht, kann man eine optimale Blendenöffnung errechnen und dann mit dem in dieser Arbeit entwickelten Blendensystem einstellen. Dadurch läßt sich das Signal/Untergrund-Verhältnis optimieren.

Um die Energieauflösung zu verbessern, war es nötig, die Spektrometerarme zu verlängern und die magnetische Abschirmung zu verbessern. Der Aufbau der neuentwickelten doppelten Mu-Metall-Abschirmung wird detailliert beschrieben. Vor allem in der Probenregion bedarf es einer ausgefeilten Konstruktion, da die Spektrometerarme beweglich sein müssen, die Luftspalte in der Abschirmung hingegen möglichst gering sein sollten. Außerdem ist bei der doppelten Abschirmung eine räumliche Trennung der beiden Schilde erforderlich, da eine magnetische Kopplung zwischen ihnen den Schirmfaktor drastisch senkt.

Die wichtigsten Komponenten von RESEDA, die Bootstrapspulven, werden ausführlich beschrieben und auch Verbesserungen gegenüber Vorgängermodellen (neue Legierungen, HT-Klebefolien, bessere Kondensatoren in dem Schwingkreis für die HF-Spinflipspulen) werden vorgestellt. Die für RESEDA neuentwickelten  $NSE_Z$ -Spulen werden beschrieben. Sind diese nicht in Betrieb, wirkt ihr Mu-Metall-Joch als zusätzlicher dritter magnetischer Schild. Außerdem sind aufgrund der Feldanordnung keine weiteren Spinflipspulen erforderlich. Bei MUSES müssen  $\pi/2$ -Flipper für den NSE-Betrieb zugeschaltet werden, um den Spin in die Ebene senkrecht zur Spulenachse zu kippen.

Die Analysator-Detektor-Einheit besorgt das Auszählen der Neutronen in Abhängigkeit ihrer Spinrichtung. Das dünne Glas und die hohe Reflektivität der Superspiegel sorgen für ein sehr gutes Polarisations/Transmissions-Verhältnis. Die kompakte Bauweise erleichtert die Justage, da der Detektor nicht separat justiert werden muß.

Auch die Computersteuerung des Spektrometers wurde verbessert. Die verschiedenen Programmabläufe werden in Ebenen strukturiert. Der Nutzer (User) greift nicht auf die eigentlichen Hardware-Prozesse zu, sondern formuliert seine Meßparameter in physikalischen Einheiten. Die Meßroutine erzeugt daraus sämtliche für die Messung benötigten Programmaufrufe und führt sie aus. Parallel dazu reagiert eine Fehlerüberwachung auf allen Ebenen auf auftretende Alarme.

Im Kapitel Messungen werden zwei wichtige Komponenten des Spektrometers getestet. Der Schwingkreis der HF-Spinflipper arbeitet optimal nach den Vorgaben. Für die Polarisatoren konnte eine Abhängigkeit der Polarisation von der Stärke des Führungsfeldes gemessen werden. Damit steht auch fest, daß das geplante Führungsfeld von 180 G für die Polarisatoren stark genug ist, um die Spiegelschichten zu magnetisieren. Eine weitere

Messung bestimmte die Polarisation zu 98% und die Transmission zu etwa 80% in dem von RESEDA genutzten Wellenlängenspektrum.

Eine Messung an einem Chrom-Einkristall am Spektrometer MUSES in Saclay deutet auf ein neues Anwendungsgebiet für RESEDA hin: Die Vermessung von benachbarten Kristallpeaks und deren Dynamik. Vor allem bei kleinen Abständen der Streuvektore ist die Meßmethode durchaus mit Diffraktometern konkurrenzfähig. Es konnte gezeigt werden, daß auch rein elastische Streuprozesse eine Spinechokurve, die einem breiten Wellenlängenband entspricht, simulieren können, bei genauerem Hinschauen jedoch Unterschiede deutlich werden.

Die deutlich verbesserte Auflösung von RESEDA im Vergleich zu älteren NRSE-Spektrometern in Zusammenhang mit der optimalen Position am Neutronenleiter 5b des neuen Forschungsreaktor FRM-II bewirkt eine einzigartige Performanz des Spektrometers. Die Messungen von dynamischen Vorgängen in Flüssigkeiten und fester Materie profitieren in erster Linie von der größeren Intensität. Bei spezielleren Anwendungen, wie neutronenoptischen Versuchen oder inelastischen Messungen, führt die größere Energieauflösung zu neuen Meßmöglichkeiten. Zusätzlich installierte Komponenten, wie Blenden zur Divergenzreduzierung bei höchster Auflösung, ermöglichen eine weitere Optimierung auf das gegebene Meßproblem und tragen damit wesentlich zur Reduzierung der Meßzeit bei.

# Anhang A

## Entwicklung der Spinechogleichung

### A.1 Entwicklung nach $dv$ in zweiter Ordnung

Eine Entwicklung der Spinechogleichung in zweiter Ordnung nach  $dv$  zeigt Grenzen eines Spinecho-Spektrometers auf:

$$\varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \left( 1 - \frac{1}{v_1} dv_1 + \frac{1}{v_1^2} dv_1^2 \right) - \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \left( 1 - \frac{1}{v_2} dv_2 + \frac{1}{v_2^2} dv_2^2 \right) + O(d(v_1, v_2)^3) \quad (\text{A.1})$$

Versucht man analog zu Gleichung 2.6 eine Unabhängigkeit in zweiter Ordnung von der Geschwindigkeit zu erzwingen:

$$\varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \left( \frac{1}{v_1^2} dv_1^2 \right) = \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \left( 1 - \frac{1}{v_2^2} dv_2^2 \right) \quad (\text{A.2})$$

findet man:

$$\varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1^5} = \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2^5} \quad (\text{A.3})$$

Dies läßt sich aber nur für elastische Streuung mit der Spinechobedingung (Gleichung 2.6) in Einklang bringen. Nimmt man aber beispielsweise einen Energieübertrag von  $0.1 mv^2$  in der Probe an, so beträgt bereits bei einer niedrigen Auflösung von 1000 Präzessionen der Phasenfehler  $360^\circ$ , wenn man eine Wellenverteilung von  $d\lambda/\lambda = 10\%$  zuläßt. Deshalb muß der Wellenlängenbereich eingeschränkt werden, um bei inelastischer Streuung messen zu können. Das läßt sich relativ einfach mit einem Kristall (z.B. pyrolitischer Graphit) erreichen.

## A.2 Entwicklung nach $dv$ und $d\beta$

Wenn man die Magnetfelder relativ zur Strahlachse verkippt, spalten sich die Spineigenfunktionen des Neutrons nicht nur zeitlich, sondern auch räumlich auf, was zu zusätzlichen Meßmöglichkeiten führt (hochauflösende Kleinwinkelstreuung [Pyn80], Phononenfokussierung [Mez77]).

Wieder ist es am einfachsten, die Spinechogleichung in erster Ordnung zu entwickeln, jetzt aber nach  $dv$  und  $d\beta$ , um einen Einblick in das Meßprinzip zu bekommen, eine Entwicklung in zweiter Ordnung zeigt die Grenzen dieser Methode. Die Spinechogleichung enthält in diesem Fall zwei zusätzliche Parameter, den Verkipfungswinkel des Magnetfeldes  $\alpha$  und den Flugwinkel  $d\beta$  des Neutrons relativ zu einem nichtdivergenten Strahl:

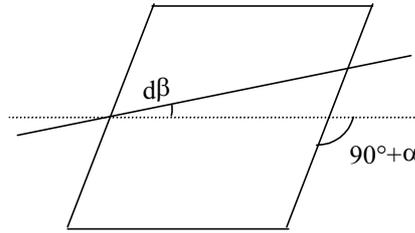


Abbildung A-1: gekipptes Magnetfeld

Für den Grenzfall, daß die Spulen genau senkrecht zu einem parallel einfallenden Strahl stehen, erhält man den in Gl. 2.4 diskutierten Fall.

$$\varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1 \cdot \cos(\alpha_1)}{v_1 \cdot \cos(\alpha_1 + d\beta_1)} - \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2 \cdot \cos(\alpha_2)}{v_2 \cdot \cos(\alpha_2 + d\beta_2)} \quad (\text{A.4})$$

Entwicklung in erster Ordnung:

$$\begin{aligned} \varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \left( 1 - \frac{1}{v_1} dv_1 + \tan(\alpha_1) \cdot d\beta_1 \right) - \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \left( 1 - \frac{1}{v_2} dv_2 + \tan(\alpha_2) \cdot d\beta_2 \right) \\ + O(d(v, \beta)^2) \end{aligned} \quad (\text{A.5})$$

Geht man nun von elastischer Streuung aus ( $v_1 = v_2$ ), ergibt sich als zusätzliche Bedingung für ein Spinecho, daß die von dem gekipptem Magnetfeld erzeugten Terme ebenfalls verschwinden:

$$\frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} (\tan(\alpha_1) \cdot d\beta_1) = \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} (\tan(\alpha_2) \cdot d\beta_2) \quad \Rightarrow \quad \alpha_1 = \alpha_2 \quad (\text{A.6})$$

Ändert sich in der Probe der Winkel, unter dem das Neutron die beiden Magnetfelder durchfliegt, ergibt sich folgende Auflösung (mit  $2\Theta = d\beta_2 - d\beta_1$ ):

$$d\varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \tan(\alpha_1) \cdot (d\beta_2 - d\beta_1) = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \tan(\alpha_2) \cdot 2\Theta = z \cdot 2\Theta \quad (\text{A.7})$$

(dabei wurden die Spektrometerparameter zur Spinechozahl  $z = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \tan(\alpha_2)$  zusammengefaßt)

Polarisationsminderungen von 2% lassen sich mit üblichen Meßzeiten gerade noch detektieren, also folgt mit

$$\begin{aligned} \cos(d\varphi) &> 1 - 0.02 \\ d\varphi &= z \cdot 2\Theta > 0.2 \end{aligned} \quad (\text{A.8})$$

und den Spektrometerparametern  $\alpha = 45^\circ$ ,  $B = 1.2 \text{ kG}$ ,  $L = 2.6 \text{ m}$  und  $v = 670 \text{ m/s}$  eine maximale Winkelauflösung von weniger als einer Winkelsekunde. Dies erlaubt, ein Resonanzspinecho-Spektrometer auch für Kleinwinkelstreu-Experimente zu verwenden.

Die Idee von F. Mezei [Mez77], mit einem Spinechospektrometer mit gekippten Magnetfeldern Phononenlinienbreiten zu vermessen, läßt sich ebenfalls mit einer Reihenentwicklung nach  $dv$  und  $d\beta$  verstehen. Durch die Dispersionsrelation wird eine der vier möglichen Variablen, zum Beispiel  $dv_2$ , festgelegt:

$$E(Q) = \frac{1}{2}m(v_1 + dv_1)^2 - \frac{1}{2}m(v_2 + dv_2)^2 \quad (\text{A.9})$$

Für den Energieübertrag folgt somit:

$$E(Q) = E_0 + a_1 \cdot dv_1 + a_2 \cdot d\beta_1 + a_3 \cdot d\beta_2 \quad (\text{A.10})$$

Die a-Faktoren hängen von der zu untersuchenden Dispersionsrelation ab.

Und in Analogie zu (Gleichung 2.5) gilt für die Geschwindigkeit im 2.Arm:

$$dv_2 = \frac{v_1}{v_2} dv_1 - \frac{a_1 \cdot dv_1 + a_2 \cdot d\beta_1 + a_3 \cdot d\beta_2}{mv_2} \quad (\text{A.11})$$

Setzt man diese Beziehung in (Gleichung A.5) ein, kann man die Terme separieren und fordern, daß sie sich für jede Variable einzeln aufheben. Man erhält nach Berücksichtigung der Spinechobedingung (Gleichung 2.6) für die einzelnen Parameter folgende Abhängigkeiten:

$dv_1$ :

$$\frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} dv_1 = \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \cdot \frac{mv_1 - a_1}{mv_2} dv_2 \quad \Rightarrow \quad \frac{B_1 \cdot L_1}{B_2 \cdot L_2} = \frac{v_1^3}{v_2^3} \left( 1 - \frac{mv_1 - a_1}{mv_2} \right) \quad (\text{A.12})$$

$d\beta_1$ :

$$\frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \tan(\alpha_1) \cdot d\beta_1 = \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \cdot \frac{-1}{v_2} \cdot \frac{a_2}{mv_2} d\beta_1 \quad \Rightarrow \quad \tan(\alpha_1) = \frac{-a_2}{mv_2^2 - a_1 \cdot v_1} \quad (\text{A.13})$$

(dabei wurde zur Vereinfachung Gleichung A.12 verwendet)

$d\beta_2$ :

$$\frac{-1}{v_2} \cdot \frac{a_3}{mv_2} + \tan(\alpha_2) = 0 \quad \Rightarrow \quad \tan(\alpha_2) = \frac{-a_3}{mv_2^2} \quad (\text{A.14})$$

Beachtet man diese Bedingungen, hängt die Phase in der Spinechogleichung (Gleichung 2.4) in erster Ordnung nur von der Probe ab, wobei jetzt aber die zeitliche und räumliche Ausbreitung der Schwingung zu der Phasenänderung beiträgt.

### A.3 Entwicklung nach $dv$ und $d\beta$ in zweiter Ordnung:

$$\begin{aligned} \varphi = & \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \left( 1 - \frac{1}{v_1} dv_1 + \tan(\alpha_1) \cdot d\beta_1 + \frac{1}{v_1^2} dv_1^2 + \frac{1 + 2 \tan^2(\alpha_1)}{2} \cdot d\beta_1^2 + \frac{\tan(\alpha_1)}{v_1} \cdot dv_1 d\beta_1 \right) \\ & - \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \left( 1 - \frac{1}{v_2} dv_2 + \tan(\alpha_2) \cdot d\beta_2 + \frac{1}{v_2^2} dv_2^2 + \frac{1 + 2 \tan^2(\alpha_2)}{2} \cdot d\beta_2^2 + \frac{\tan(\alpha_2)}{v_2} \cdot dv_2 d\beta_2 \right) \\ & + O(d(v, \beta)^3) \end{aligned} \quad (\text{A.15})$$

P. Hank zeigt in seiner Dissertation [Han99], ausgehend von dieser Gleichung, daß man auch Divergenzeffekte in zweiter Ordnung korrigieren kann, allerdings sind dann zwei zur Strahlachse verkippte Felder pro Spektrometerarm erforderlich. Aus Gleichung A.15 folgt auch, daß in quadratischer Näherung die Neutronendivergenz auch bei nicht verkippte Spulen ( $\alpha_1 = \alpha_2 = 0$ ) berücksichtigt werden muß. Betrachtet man nur die Abweichung des Divergenzwinkels, vereinfacht sich die Gleichung zu:

$$\varphi = \frac{\gamma \cdot B_1 \cdot L_1}{v_1} \left( \frac{1}{2} \cdot d\beta_1^2 \right) - \frac{\gamma \cdot B_2 \cdot L_2}{v_2} \left( \frac{1}{2} \cdot d\beta_2^2 \right) + O(d(v, \beta)^3) \quad (\text{A.16})$$

# Anhang B

## Eingabefile des RESEDA-Neutronenleiters für McsTas

```
DEFINE INSTRUMENT Reseda() DECLARE
%{
double m1 = 2.0; /* m-Werte der Supersiegel*/
double m2 = 2.5;
double alp = 6.49; /* Steigung im Bereich  $1 < m < m1$  */
double CW = 0.003333; /* Auslauf im Bereich  $m > m1$  */
%}
TRACE
COMPONENT a1 = Arm() /* Ursprung definieren*/
AT (0,0,0) ABSOLUTE

COMPONENT source = Source-flat-lambda( /* runde Quelle 2.595m vor dem NL*/
radius = 0.15, dist = 2.595, xw = 0.11, yh = 0.17,
lambda-0 = 7.0, d-lambda = 6.0) /* Lambda 1-13 Ang.*/
AT (0,0,0) RELATIVE a1 ROTATED (0,0,0) RELATIVE a1

COMPONENT adapt = Flux-adapter( /* Flussanpassung an kalte Quelle FRM2*/
xmin = -0.055, xmax = 0.055, ymin = -0.085, ymax = 0.085,
file = "./source.flux", options = "[ lambda p ]")
AT (0,0,0.002) RELATIVE a1 ROTATED (0,0,0) RELATIVE a1

/* Lücke zwischen Quelle und NL im Strahlrohr: 2596mm */
/* NL im Strahlrohr (m=2, gerade, 121.0 mm · 61.0 mm, 2125mm)*/
COMPONENT segment-1 = Guide(
w1 = 0.061, h1 = 0.121, w2 = 0.061, h2 = 0.121, l = 2.125,
R0 = 1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = m1, W = CW)
AT (0, 0, 2.596) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

/* Shutterlücke: 86.5mm */
/* NL zw. Strahlrohr und Kasematte (m=2, gerade, 120.5 mm · 60.5 mm, 800mm)*/
COMPONENT segment-2 = Guide(
w1 = 0.0605, h1 = 0.1205, w2 = 0.0605, h2 = 0.1205, l = 0.80,
R0 = 1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = m1, W = CW)
AT (0, 0, 4.8075) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1
```

```

/* NL zw. Strahlrohr und Kasematte (m=2, gerade, 120.0 mm · 60.0 mm, 390mm)*/
COMPONENT segment-3 = Guide(
w1 = 0.06, h1 = 0.12, w2 = 0.06, h2 = 0.12, l = 0.39,
R0 = 1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = m1, W = CW)
AT (0, 0, 5.6115) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

```

```

/* Lücke vor Kasematte 3.5mm*/
/* NL in Kasematte (m=2, gerade, 120.0 mm · 60.0 mm, 4500mm)*/
COMPONENT segment-4 = Guide(
w1 = 0.06, h1 = 0.12, w2 = 0.06, h2 = 0.12, l = 4.5,
R0 = 1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = m1, W = CW)
AT (0, 0, 6.005) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

```

```

/* Lücke 1mm */
/* NL in Kasematte (m=2, gekr, r=1640m, 120.0 mm · 60.0 mm, 30000mm)*/
COMPONENT segment-5 = Bender( /* l= r* Win !! */
w = 0.06, h = 0.12, r = 1640.0, d = 0.001, Win = 0.0182926, k = 1,
R0a = 1.0, Qca = 0.0217, alphaa = alp, ma = m1, Wa = CW,
R0i = 1.0, Qci = 0.0217, alphai = alp, mi = m1, Wi = CW,
R0s = 1.0, Qcs = 0.0217, alphas = alp, ms = m1, Ws = CW)
AT (0, 0, 10.506) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

```

```

/* polarisierender NL (m=2, gekr, r=1640m, 120.0 mm · 29.0 mm, 35000mm)*/
COMPONENT segment-6 = Bender( /*!! Spin down arrangement !!*/
w = 0.03, h = 0.12, r = 1640.0, d = 0.001, Win = 0.02134, k = 1,
R0a = 0.15, Qca = 0.0117, alphaa = alp, ma = m1, Wa = CW,
R0i = 0.15, Qci = 0.0117, alphai = alp, mi = m1, Wi = CW,
R0s = 0.995, Qcs = 0.0217, alphas = alp, ms = m1, Ws = CW)
AT (0.040, 0, 40.516) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

```

```

/* Selektorlücke 350mm*/
/* Nur oberes Drittel des NL wird von RESEDA genutzt */
/* Antitrompete (m=2, gerade, 34mm · 34mm ⇒ 38mm · 38mm, 8000mm)*/
COMPONENT segment-7 = Guide(
w1 = 0.034, h1 = 0.034, w2 = 0.038, h2 = 0.038, l = 8.0,
R0 = 1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = m1, W = CW)
AT (0.040, 0, 76.017) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

```

```

/* Glasleiter Einkoppelspule(!m=0.65!, gerade, 40mm · 40mm, 300mm)*/
COMPONENT Einkoppelspule = Guide(
w1 = 0.04, h1 = 0.04, w2 = 0.04, h2 = 0.04, l = 0.3,
R0 = 1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = 0.65, W = CW)
AT (0.040, 0, 84.076) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

```

```

/* NRSE-Spulen als Blende und Lücke 100mm */
COMPONENT spule1 = Slit(
xmin = -0.021, xmax = 0.021, ymin = -0.021, ymax = 0.021)
AT (0.040, 0, 84.427) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

```

```

/* Glasleiter in NSE-Spule (!m=0.65!, gerade, 40mm · 40mm 2080mm)*/
COMPONENT NSE1spule = Guide(
w1 = 0.04, h1 = 0.04, w2 = 0.04, h2 = 0.04, l = 2.08,
R0 = 1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = 0.65, W = CW)
AT (0.040, 0, 84.478) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

```

```

/* NRSE-Spulen als Blende und Lücke 100mm */
COMPONENT spule2 = Slit(
xmin = -0.021, xmax = 0.021, ymin = -0.021, ymax = 0.021)
AT (0.040, 0, 86.609) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

/* Glasleiter in Probenregion(!m=0.65!, gerade, 40mm · 40mm 500mm)*/
COMPONENT Probe1 = Guide(
w1 = 0.04, h1 = 0.04, w2 = 0.04, h2 = 0.04, l = 0.5,
R0 =1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = 0.65, W = CW)
AT (0.040, 0, 86.660) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

/* 100mm Lücke für Probe*/
COMPONENT sumsam = Monitor(
xmin = -0.04, xmax = 0.04, ymin = -0.04, ymax = 0.04)
AT(0.040, 0, 87.210) RELATIVE a1 ROTATED (0,0,0) RELATIVE a1

/* Glasleiter in Probenregion(!m=0.65!, gerade, 40mm · 40mm 500mm)*/
COMPONENT Probe2 = Guide(
w1 = 0.04, h1 = 0.04, w2 = 0.04, h2 = 0.04, l = 0.5,
R0 =1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = 0.65, W = CW)
AT (0.040, 0, 87.261) RELATIVE a1 ROTATED (0,0, 0) RELATIVE a1

/* NRSE-Spulen als Blende und Lücke 100mm */
COMPONENT spule3 = Slit(
xmin = -0.021, xmax = 0.021, ymin = -0.021, ymax = 0.021)
AT (0.040, 0, 87.812) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

/* Glasleiter in NSE-Spule (!m=0.65!, gerade, 40mm · 40mm 2080mm)*/
COMPONENT NSE2spule = Guide(
w1 = 0.04, h1 = 0.04, w2 = 0.04, h2 = 0.04, l = 2.08,
R0 =1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = 0.65, W = CW)
AT (0.040, 0, 87.863) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

/* NRSE-Spulen als Blende und Lücke 100mm */
COMPONENT spule4 = Slit(
xmin = -0.021, xmax = 0.021, ymin = -0.021, ymax = 0.021)
AT (0.040, 0, 89.994) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

/* Glasleiter Auskoppelspule(!m=0.65!, gerade, 40mm · 40mm, 300mm)*/
COMPONENT Auskoppelspule = Guide(
w1 = 0.04, h1 = 0.04, w2 = 0.04, h2 = 0.04, l = 0.3,
R0 =1.0, Qc = 0.0217, alpha = alp, m = 0.65, W = CW)
AT (0.040, 0, 90.045) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

COMPONENT lmona = L-monitor(
xmin = -0.04, xmax = 0.04, ymin = -0.04, ymax = 0.04,
Lmin = 1.0, Lmax = 13.0, nchan = 27, filename = Resanybevlam.dat")
AT(0.040, 0, 90.3465) RELATIVE a1 ROTATED (0,0,0) RELATIVE a1

COMPONENT Analysator = Bender(
w = 0.04, h = 0.04, r = 1640.0, d = 0.0007, Win = 0.00036585, k = 13,
R0a = 0.995, Qca = 0.0217, alphaa = alp, ma = m2, Wa = CW,
R0i = 0.995, Qci = 0.0217, alphai = alp, mi = m1, Wi = CW,
R0s = 0.995, Qcs = 0.0217, alphas = alp, ms = 0.65, Ws = CW)

```

AT (0.040, 0, 90.347) RELATIVE a1 ROTATED (0, 0, 0) RELATIVE a1

COMPONENT psddet = PSD-monitor(  
xmin = -0.04, xmax = 0.04, ymin = -0.04, ymax = 0.04,  
nx = 21, ny = 21, filename = resanypsd.dat")  
AT(0.040, 0, 90.948) RELATIVE a1 ROTATED (0,0,0) RELATIVE a1

COMPONENT divdet = Divergence-monitor(  
xmin = -0.04, xmax = 0.04, ymin = -0.04, ymax = 0.04,  
nh = 16, nv = 16, h-maxdiv = 1.5, v-maxdiv = 1.5, filename = resadiv.dat")  
AT(0.040, 0, 90.949) RELATIVE a1 ROTATED (0,0,0) RELATIVE a1

COMPONENT lmondet = L-monitor(  
xmin = -0.04, xmax = 0.04, ymin = -0.04, ymax = 0.04,  
Lmin = 1.0, Lmax = 13.0, nchan = 27, filename = resanylam.dat")  
AT(0.040, 0, 90.950) RELATIVE a1 ROTATED (0,0,0) RELATIVE a1

END

# Anhang C

## Schaltpläne für den Blenden-Multiplexer

In diesem Anhang werden die Schaltpläne der Multiplexer-Platinen für die Blendensteuerung aufgeführt. Sie wurden entwickelt, da einerseits die Herstellerfirma (Maxon) keine 24-fachen Multiplexer-Karten anbietet und dementsprechend der RS232-Bus auf 24 Ausgänge erweitert werden müßte. Zum Anderen ist selbst bei der einfachen Motoransteuerung (Maxon MIP-10) die Kabellänge auf etwa 2 m begrenzt, für die Blendenmotoren werden Kabellängen von etwa 10 m benötigt. In den beiden Skizzen kann man das Prinzip der Ansteuerung erkennen:

Abbildung C-1 zeigt, wie die vier Motoren einer Blende zusammengeführt werden. Vierfach auf der Platine vorhanden ist der Stecker für eine Motor-Enkoder-Einheit, ein IC, welches die Enkoder-Signale in Twisted-Pair-Signale umwandelt und ein Photo-Mos-IC zur galvanischen Trennung der Motorleistungsleitungen von dem Datenbus. Das Enable für einen Motor kommt von der Hauptplatine. Bei einem nicht aktiven Motor ist somit der IC zur Erzeugung des Twisted-Pair-Signals ausgeschaltet.

Im Kopf der Platine befinden sich die Stecker für die Leitungen zur Hauptplatine und eine kleine Logikschaltung zur Auswertung der Referenz- und Endschalter.

Auf der Hauptplatine (Abbildung C-2) werden die Signale der sechs Blenden zusammengeführt. Für jede Blende gibt es auf der Hauptplatine eine Logikauswertung, von welcher Blende der Motor bewegt und die Enkodersignale ausgelesen werden sollen (nicht aktive Enkoder werden auf der Hauptplatine nochmals unterdrückt.) Sechsfach vorhanden sind auch die Stecker zu den einzelnen Blendenplatinen (15-Sub-D-Stecker für die Spannungsversorgung und die Motorleitungen, Western-Stecker für die Twisted-Pair-Leitungen).

Im Kopf der Platine befinden sich die Stecker zu der eigentlichen Motorsteuerung (MIP-10 von der Firma Maxon) und zu der Relaisbox (Digital E/A 488/80A der Firma Spectra), mit welcher man die einzelnen Motoren über den IEEE-Bus aktivieren kann. Sämtliche Schaltvorgänge auf den Platinen werden durch Photo-MOS-Relais geregelt, also sind Signal- und Datenleitungen optisch voneinander getrennt.

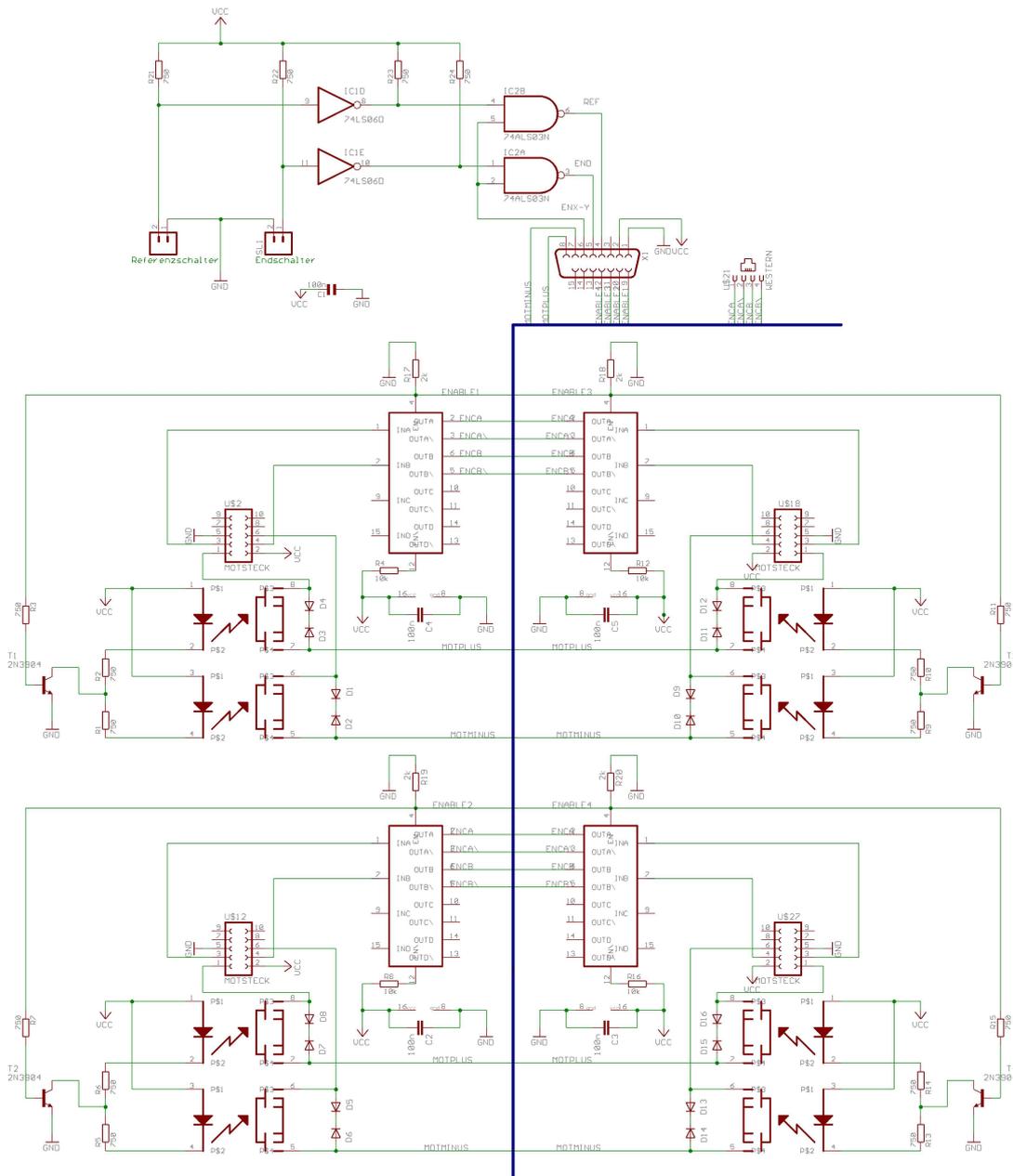


Abbildung C-1: Schaltplan für die Motorplatine, welche die vier Motoren an einer Blende steuert und die Enkodersignale des aktiven Motor als Twisted-Pair-Signal an die Multiplexer-Platine zurücksendet.

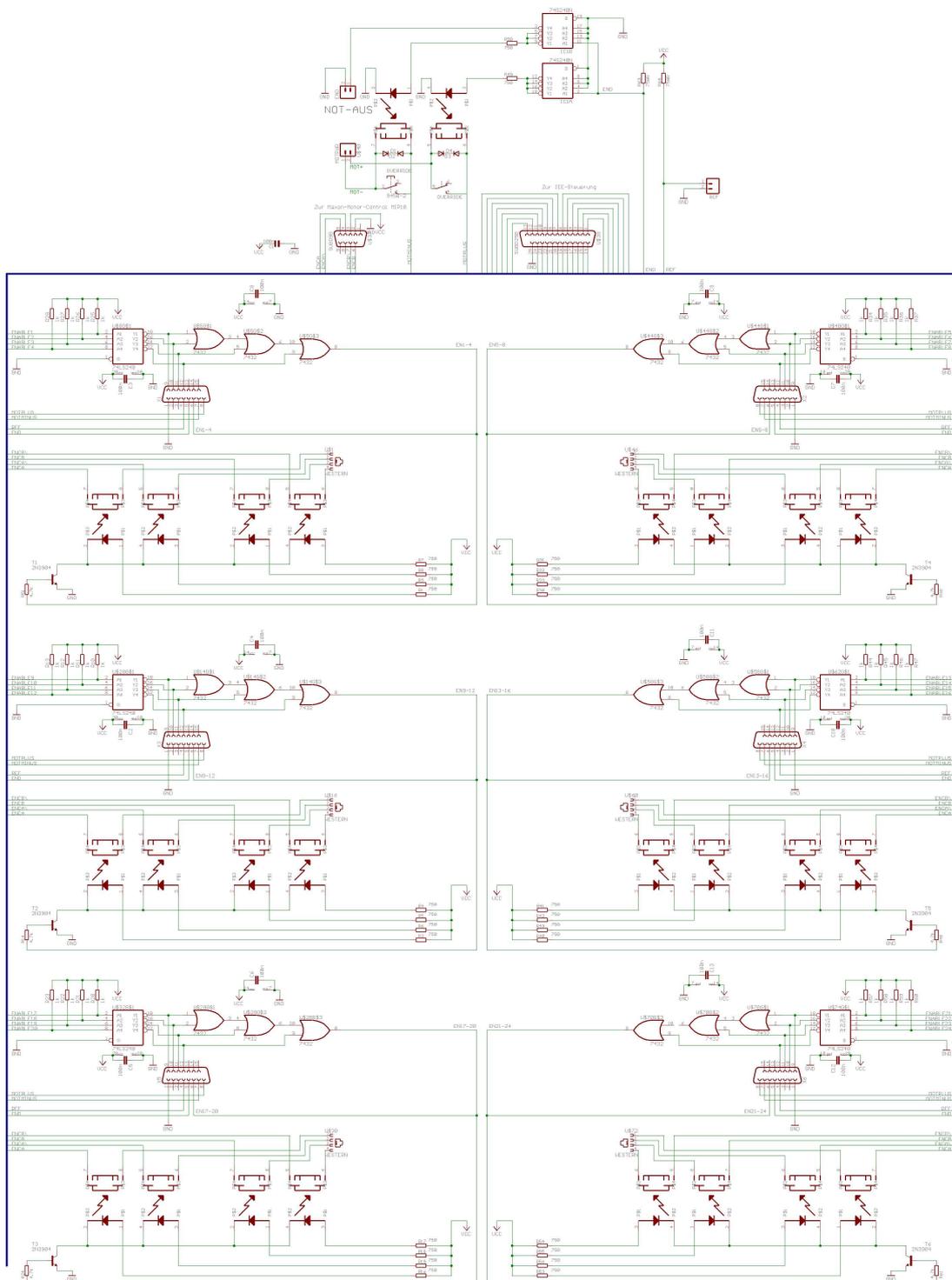


Abbildung C-2: Schaltplan für die Multiplexer-Platine, welche die insgesamt 24 Motoren der sechs Blenden ansteuert und die Encodersignale auswertet.



# Anhang D

## Literatur

- [ Alu98] K. Al Usta et al., *Physica B* 241-243 (1998) 77
- [ Are02] N. Arend, mündliche Mitteilung (2002)
- [ Bac62] G. E. Bacon, *Neutron Diffraction*, Oxford, Clarendon Press (1962)
- [ Bau02] W. Bauhofer Internetscript der TUHH, *Werkstoffe der ElektrotechnikII*(2002)
- [ Bes96] W. Besenboeck, Diplomarbeit, TU München(1996)
- [ Bes98] W. Besenboeck et al., *J. Neutron Research*, 7 (1998), 65
- [ Blo40] F. Bloch, S. Siegert, *Phys. Rev.*, 57 (1940) 527
- [ Bön97] P. Böni, *Physica B*, 234-236 (1997) 1038
- [ Bön98] P. Böni et al., *Physica B*, 241-243, 616-618 (1998)
- [ Bor70] M. Born, E. Wolf, *Principles of optics*, Pergamon (1970)
- [ Bru97] A. Brulet, private Mitteilung (1997)
- [ Bue96] H. G. Büttner, *Neutron News* 8, 21 (1996)
- [ Co067] M. Cooper, R. Nathans, *Acta Cryst.* 23(1967)357
- [ Dor00] Firma Dornier, *Handbuch zum Selektor* (2000)
- [ Deb09] P. Debye, *Ann. Phys.*, 30(1900) 755
- [ Far01] B. Farago *J. Chem. Phys.*, 114 (2001) 10105
- [ Far01a] E. Farhi ILL Annual report und [HTTP://WWW.ILL.FR/TAS/MCSTAS/](http://WWW.ILL.FR/TAS/MCSTAS/) (2001)
- [ Faw88] E. Fawcett, *Rev. Mod. Phys.* 60, 209 (1988)
- [ Fel02] G. Felcher, persönliche Mitteilung (2002)
- [ Fur96] A. Furrer (chairman), *Lecture Notes for ECNS96*, PSI (1996)
- [ Gäh87] R. Gähler, R. Golub, *Phys. Lett. A* 123(1987) 43
- [ Gäh88] R. Gähler, R. Golub, *J. Phys France*, 49(1988) 1195
- [ Gäh89] R. Gähler, R. Golub, T. Keller *Physica B* 156(1989) 653
- [ Gäh96] R. Gähler, R. Golub, *Physics Lett. A*, 213(1996) 239
- [ Gau93] W. Gaubatz, Diplomarbeit, TU München(1993)
- [ Gau99] W. Gaubatz, *Dissertation*, TU München(1999)
- [ Gol87] R. Golub, R. Gaehler, *Phys. Rev. Lett. A*, 123(1987) 43
- [ Gol94] R. Golub, R. Gaehler, T. Keller *Am. J. Phys.*,62(1994) 9
- [ Gou90] C. R. Gouy, *Acad. Sci. Paris*, 110 (1890) 1251
- [ Han95] P. Hank et al., *Magnetic Neutron Scattering*, Zuoz(1995)228
- [ Han97] P. Hank et al., *Physica B* 234-236(1997)1130
- [ Han99] P. Hank, *Dissertation*, TU München (1999)
- [ Hei98] R. Heigl, Diplomarbeit, TU München(1998)
- [ Hew97] A. C. Hewson *The Kondo Problem to Heavy Fermions*, Cambr. Uni. Press (1997)
- [ Ibe94] K. Ibel (Editor), *Guide to neutron research facilities at the ILL*, Grenoble

- [ Kel89] T. Keller, Diplomarbeit, TU München(1989)
- [ Kel93] T. Keller, Dissertation, TU München(1993)
- [ Köp95] M. Köppe, Diplomarbeit, TU München(1995)
- [ Köp96] M. Köppe et al., J. Neutron Research, 4(1996) 261
- [ Köp98] M. Köppe, Dissertation, TU Muenchen(1998)
- [ Kol54] R. Kohlrausch, Pogg. Ann. Phys., 91 (1854) 56,179
- [ Kun95] H. Kunze, Diplomarbeit, TU Muenchen(1995)
- [ Li85] Y. Li, Optics Comm., 53 (1985) 359
- [ Lin56] E. Linfoot, E. Wolf, Proc. Phys. Soc., 69 (1956) 823
- [ Lun75] P. Lunkenheimer, A. Pimenov, A. Loidl, Phys. Rev. Lett., 78(1997) 2995
- [ Lon99] S. Longeville et al., Webseite <http://www-llb.cea.fr/tr/news99.html>
- [ Mag70] A. Mager, IEEE Trans on Mag. MAG-6 (1970) 67
- [ Mag75] A. Mager, Physica B, 80 (1975) 451
- [ Mag86] A. Mager, J. Appl. Phys 39(1986) 1914
- [ Mai63] C. Maier-Leibnitz, T. Springer J. of Nuc Energy 217-225(1963) Vol17
- [ Mon97] M. Monkenbusch, Neutron News 8, 25 (1997)
- [Mez72] F. Mezei, Z. Phys. 255(1972) 146
- [ Mez79] F. Mezei, Neutron Inelastic Scattering, Vienna (1979) 125
- [ Mez80] F. Mezei, Neutron Spin Echo, Lecture notes in physics 128 (1980)
- [ Nil71] G. Nilson, G. Nelin, Phys. Rev. B 3 1971] 364
- [ Pro01] S. Prokudaylo, münd. Mitteilung zu seinen Simulationen (2001)
- [ Pyn80] R. Pynn, Neutron Spin Echo, Lecture notes in physics 128 (1980)159
- [ Rab54] I. Rabi, N. Ramsey, J. Schwinger, Rev. Mod. Phys. 26(1954)167
- [ Rau98] U. Rauch, Diplomarbeit, TU München(1998)
- [ Rek99] T. M. Rekveldt and W. Kraan, J. of Neutron Research 8, 53 (1999)
- [ Rig86] J. Rigden, Rev. Mod. Phys. 58, 2 (1986) 433
- [ Rot01] S. Roth, Dissertation, TU München (2001)
- [ SEA92] V. Sears, Neutron News 3, 3 (1992) 26
- [Sol02] T. Soldner, mündliche Mitteilung
- [ Squ96] G. Squires, Intro. to the Theo. of Th. Neutron Scat., Dover Pub., New York 46 (1996)
- [ Sta02] C. Stadler, Diplomarbeit, TU München (2002)
- [ Ste68] R. Stedman, Rev. Sc. Instr. 39(1968)878
- [ Sya02] N. Syassen, Abschlussbericht seiner Werkstudententätigkeit (2002)
- [ VAC96] Weichmagnetische Werkstoffe und Halbzeuge, Firmenschrift Vacuumschmelze Hanau (1996)
- [ VAC96a] Konzeptstudie für magnet. Abschirmung, Vacuumschmelze Hanau (1998)
- [ Vor95] P. Vorderwisch et al., Physica B 213-214(1995)866
- [ Wil70] G. Williams, D. Watts, Trans. Faraday Soc.,66 (1970) 80
- [ Wil02] U. Wildgruber, pers. Mitteilung
- [ Wra65] L. Wraight, Nucl. Inst. And Meth., 33(1965) 181
- [ Wut96] J. Wuttke, S. Pouget, W. Petry, J. Chem. Phys., 106(1996)5177
- [ Wut96a] J. Wuttke et al., Phys. Rev., E55(1996) 5364
- [ Wut98] J. Wuttke et al., 4th Workshop on Quasi-Elastic Neutron Scattering, Nykoeping(1998)
- [ Zim93] P. Zimmermann, Diplomarbeit, TU Muenchen(1993)

# Danksagung

Am Schluß bleibt mir die angenehme Aufgabe, all denjenigen zu danken, die am Gelingen dieser Arbeit beteiligt waren.

An erster Stelle möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mir das Studium ermöglicht und mir die ganze Zeit über zur Seite gestanden haben.

Univ. Prof. Dr. W. Gläser danke ich für die freundliche Aufnahme an seinem Institut und für die Überlassung des sehr interessanten Themas. Univ. Prof. Dr. P. Böni hat mein Spektrometer und mich adoptiert und immer unterstützt, ohne ihn wäre diese Arbeit nie zu einem Abschluß gekommen. Auch Univ. Prof. Dr. Petry trägt das Projekt RESEDA mit und förderte mich in einem besonderen Maße.

Mein besonderer Dank gilt meinem Betreuer Dr. habil R. Gähler, der durch seine unermüdliche Unterstützung und sein Vorbild mich sehr inspiriert hat.

Großartig war Dr. P. Hank, der mich in das spannende Gebiet der NRSE-Spektroskopie eingearbeitet hat und immer zu Diskussionen bereit war. Ihm und auch den anderen Lektoren gilt mein Dank für das „konstruktive Durchlesen“ meiner Arbeit.

Meine Werkstudenten haben unendlich viel zu dieser Arbeit beigetragen; deshalb gilt Euch, C. Carbogno, J. Dreiser, B. Gohla-Neudecker, M. Janoschek, J. Handke, K. Rottler, A. Stefanescu, N. Syassen, J. Siegmeier, M. Schulz, E. Wischomersky mein besonderer Dank.

Besonders hervorheben möchte ich dabei M. Axtner, der jahrelang mehrere Tage pro Woche an dem Projekt RESEDA seine Studien und Freizeit verbracht hat und mit seinen Ideen, Zeichnungen und Konstruktionen von dem Projekt nicht wegzudenken ist.

Des Weiteren geht mein Dank an die Herren J. Brunner, Dr. E. Clementiev, Dr. J. Felber, F. Grünauer, N. Kardilov, Dr. T. Keller, G. Langenstück, K. Lorenz, Dr. A. Mirlmstein, S. Prokudaylo, Dr. B. Schillinger und alle anderen Kollegen, sowohl am Institut E21, als auch am FRM II, die mir mit Rat und Tat zur Seite gestanden haben und mit denen ich in den unvergeßlichen Kaffeerunden viele wertvolle Diskussionen geführt habe. S. Klimko, Dr. T. Soldner und C. Stadler am ILL waren ebenfalls eine hilfsbereite Anlaufstelle für alle Diskussionen rund um die Physik. Ich bedanke mich besonders herzlich bei N. Franz vom Elektroniklabor, C. Herzog von der Reaktorwerkstatt, M. Pfaller von der Zentralwerkstatt und N. Heimerl von der Feinmechanik und ihren Mitarbeitern, besonders A. Braunschädel, die unzählige Teile für das neue Spektrometer fertigten und auch sonst sehr viele konstruktive Ratschläge beisteuerten.

Bedanken möchte ich mich auch bei meinen Freunden, die mich in dieser Zeit lieb und treu umsorgten und damit viel mehr zu dieser Arbeit beigetragen haben, als ihnen klar ist :)



# Abstrakt

In dieser Arbeit wird das Konzept und der Aufbau des neuen Neutronen-Resonanz-Spinespektrometers RESEDA am FRM-II, der neuen Neutronenquelle in Garching, beschrieben. Das Hauptaugenmerk dieser Arbeit ist die Verbesserung der einzelnen Komponenten im Vergleich zu dem bereits existierenden Spektrometer MUSES am Orphee-Reaktor in Saclay. Die wesentlichen Neuentwicklungen in dieser Arbeit sind der doppelte magnetische Schild aus Mu-Metall, die verbesserten Bootstrap- und NSE-Spulen, das Blendensystem und die Analysator-Detektoreinheit. Der zugängliche Streuwinkelbereich konnte dadurch um etwa 20% vergrößert werden. Die maximale Energieauflösung wurde durch die Verlängerung der Spektrometerarme um 50% vergrößert. Mit dem Monte-Carlo-Simulationsprogramm Mcstas wurde der zum Spektrometer führende Neutronenleiter untersucht. Simulationen mit dem Programm Ansys 5.4, einem Finite-Element-Programm, trugen dazu bei, die Streufelder an den Bootstrapspulen zu verringern.

In this dissertation the concept and the construction of the new neutron-resonance-spinecho-spectrometer RESEDA at the FRM-II, the new neutron source in Garching, is described. The main focus of this work was the advancement of the different components in comparison to the already existing spectrometer MUSES at the Orphee-reactor in Saclay. The major redevelopments were the double magnetic Mu-metall-shielding, the enhanced Bootstrap and NSE-coils, the diaphragm-system and the analyser-detector unit. The accessible scattering angle was increased by 20%. The maximum energy resolution was extended 50% due to the increased length of the spectrometer arms. With the monte-carlo-programm Mcstas the neutron guide to the spectrometer was simulated. Simulations with the programm Ansys 5.4, a finit-element-programm, helped to minimize leaking magnetic fields in the region of the Bootstrap-coils.