

**Weiterentwicklung einer Produktionsanlage  
und der  
Speicherungs- bzw. Transportkonzepte  
für hochpolarisiertes  $^3\text{He}$**   
-  
**Anwendungen in Kernspintomographie  
und  
physikalischer Grundlagenforschung**

Dissertation  
zur Erlangung des Grades  
„Doktor der Naturwissenschaften“  
am Fachbereich Physik  
der Johannes Gutenberg-Universität in Mainz

Jörg Schmiedeskamp  
geb. in Wiesbaden

Mainz, den 22. November 2004

D77

Datum der mündlichen Prüfung: 31. Januar 2005

# Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung .....	1
2.	Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$ .....	4
2.1.1	Polarisation durch Spinaustauschpumpen .....	5
2.1.2	Polarisation durch metastabiles Austauschpumpen .....	6
3.	Relaxationsmechanismen .....	15
3.1	Relaxation durch Magnetfeldgradienten .....	15
3.2	Wandrelaxation .....	16
3.3	Relaxation in der Gasentladung .....	17
3.4	Weitere Relaxationsmechanismen .....	17
4.	Polarimetrie .....	19
4.1	Polarimetrie bei niedrigem Druck .....	19
4.1.1	Optischer Polarisations-Nachweis (OPN) .....	19
4.1.2	Polarimetrie mittels eines Monomode Laserstrahls .....	23
4.2	Polarimetrie bei hohem Druck .....	25
4.2.1	Polarimetrie durch Magnetfeldmessung .....	25
4.2.2	Induktionsstoßpolarimetrie .....	28
4.2.3	Transmissionspolarimetrie am Neutronenstrahl .....	31
5.	Der Polarisator .....	32
5.1	Das Führungsfeld .....	34
5.2	Das Vorbereitungs- und das Optische Pumpvolumen .....	37
5.3	Laser und optische Elemente .....	41
5.4	Die Kompressionseinheit und der Zwischenspeicher .....	43
5.4.1	Technische Realisierung der Kompressionseinheit .....	43
5.4.2	Polarisationstransfer .....	48
5.5	Leistungsdaten des Polarisators .....	54
5.6	Zusammenfassung der Polarisatordaten .....	57
6.	Speicherung und Transport .....	58
6.1	Transportgefäße .....	58
6.1.1	Die „Medizinzellen“ .....	60
6.1.2	Veränderungen von $T_1$ durch hohe magnetische Felder .....	64
6.1.3	Quantifizierung der magnetischen Momente .....	66
6.1.4	Bestimmung der Hysteresekurve .....	72
6.1.5	Druckabhängigkeit der Relaxationszeit bei magnetisierten Zellen .....	74
6.1.6	Zusammenfassung und Diskussion der Beobachtungen .....	77
6.2	Transportbehälter „Spinkoffer“ .....	79
6.2.1	Konstruktion und Leistungsdaten .....	80
7.	Abschließende Tests des Polarisations- und Transportkonzeptes .....	86
7.1	$^3\text{He}$ Polarimetrie am Neutronenstrahl des TRIGA- Reaktors in Mainz .....	86
7.2	Polarisationsmessung in Sheffield .....	90
8.	Anwendungen von polarisiertem $^3\text{He}$ .....	92
8.1	$^3\text{He}$ in der Kernspintomographie .....	96
8.1.1	Kurze Einführung in die Konzepte der Kernspintomographie .....	96
8.1.2	Klinische Studien .....	102
8.1.3	Der Applikator .....	105

8.1.4	Polarised Helium to Image the Lung.....	107
8.2	Untersuchungen zu Grundlagen der MR mit hyperpolarisierten Gasen.....	111
8.2.1	Parallele MRI an einem Gasgemisch aus polarisiertem $^3\text{He}$ und $^{129}\text{Xe}$ ...	112
8.2.2	Mischungen von $^3\text{He}$ mit Puffergasen als strukturelle Kontrastmittel für die MRT der Lunge .....	115
8.2.3	DFG Forschergruppe 474/1: „Bildgestützte zeitliche und regionale Analyse der Ventilations- Perfusionsverhältnisse in der Lunge“ .....	117
8.3	Physikalische Grundlagenforschung .....	118
8.3.1	Messung des elektrischen Formfaktors des Neutron $G_{e,n}$ .....	119
9.	Zusammenfassung und Ausblick.....	124
A.	Anhang .....	126
A.1	Verbesserungen am Nachbau des Polarisators „Helios“ für das FRM-II in München .....	126
A.2	Das auf der Konferenz der „International Society for Magnetic Resonance in Medicine“ (ISMRM) 2003 in Toronto vorgestellte Poster.....	128
B	Literaturverzeichnis .....	130

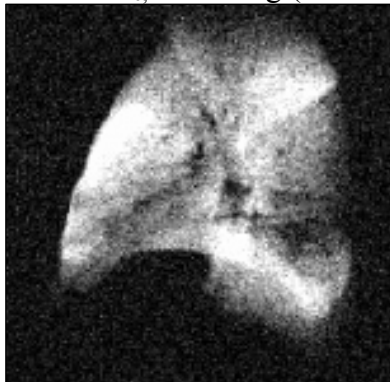


## 1. Einleitung

Bereits seit den 50er Jahren des letzten Jahrhunderts sind Untersuchungen zu den Mechanismen des optischen Pumpens von  $^3\text{He}$  und vielen anderen Atomen gemacht worden [Hap72]. Die Möglichkeit, Drehimpuls nicht nur auf die Elektronenhülle zu übertragen, sondern tatsächlich durch das Einstrahlen von resonantem Licht eine Ungleichbesetzung der Kernspinpopulationen im Grundzustand weit oberhalb der Boltzmannpolarisation zu erreichen, führte bereits 1962 zu ersten Anwendungen von polarisiertem  $^3\text{He}$  in Streuexperimenten an einem Tandem Van de Graaff Beschleuniger [Phi62].

Neben dem prinzipiellen Erforschen von atomaren Eigenschaften, was zu weiteren Untersuchungen des Polarisationsprozesses führte, war und ist polarisiertes  $^3\text{He}$  in der Beschleunigerphysik von großem Interesse. So ist z.B. der elektrische Formfaktor des Neutrons  $G_{e,n}$  mehrfach an polarisiertem  $^3\text{He}$  im  $e^-$ -Beschleuniger MAMI der Universität Mainz gemessen worden ([Mey94],[Roh99],[Ber01], Kapitel 8.3.1), und es findet immer größeren Einsatz als Neutronen Spinfilter ([Sur95], [Mue04], [ILL04]). Des Weiteren kann durch Bestimmen der spinabhängigen Neutronenstreulänge von  $^3\text{He}$  das Verständnis der theoretisch noch nicht befriedigend beschriebenen Vier-Nukleonen-Modelle verbessert und insbesondere ein direkter Zugang zur Spinabhängigkeit der starken Wechselwirkung gefunden werden. Experimentell wird dabei die  $^3\text{He}$ -Streulänge sowohl in Interferenzexperimenten [Ket04], als auch durch Spinecho-Spektrometrie [Zim02] gemessen.

Im Laufe dieser Arbeit wurde mit der in Kapitel 5 beschriebenen Apparatur sowohl eine weitere  $G_{e,n}$  Messung (Sommer 2003), als auch mehrere Messungen am Neutronenstrahl des TRIGA Reaktors (Universität Mainz) durchgeführt.



*Abbildung 1.1: Erste in vivo  $^3\text{He}$ -MRT einer menschlichen Lunge [Ebe96].*

Ein neues weites Feld an Anwendungen für hyperpolarisierte Gase wurde Anfang der 90er Jahre erschlossen. M.S. Albert et al. veröffentlichten 1994 als Erste eine Kernspintomographieaufnahme einer Mäuselunge, bei der als „Kontrastmittel“ polarisiertes  $^{129}\text{Xe}$  in die Lunge eingebracht wurde [Alb94]. Bereits 1995 folgten erste in vivo Lungenbilder mit hyperpolarisiertem  $^3\text{He}$  eines Meerschweinchens [Mid95] und Ebert et al. [Ebe96] gelangen 1995 die erste  $^3\text{He}$  Kernspintomographieaufnahme einer menschlichen Lunge in vivo (Abbildung 1.1).

Es zeigte sich, daß die Lungenbildgebung mit polarisiertem  $^3\text{He}$  ein großes diagnostisches Potential für die Humanmedizin und Pharmaindustrie besitzt, so daß es

lohnenswert erschien, größere Anstrengungen zu unternehmen, um dieses Verfahren zu einer allgemein anerkannten Diagnosemethode auszubauen.

Die größte medizinische Studie mit über 100 eingebundenen Patienten bzw. Probanden wurde zwischen 2001 und 2004 in Rahmen des europäischen Forschungsprojektes „PHIL“ (Polarised Helium to Image the Lung) erfolgreich durchgeführt (vgl. Kapitel

## Kapitel 1: Einleitung

8.1.2). Eine weitere DFG finanzierte interdisziplinäre Studie „Forschergruppe FOR 474“ verbindet verschiedene klinische und methodische Untersuchungen an der Universitätsklinik (Mainz), dem Institut für Physik (Mainz) und dem Max Planck Institut für Polymerforschung (Mainz). Bei letzterem werden sowohl die Techniken für  $^3\text{He}$  Bildgebung vorangetrieben, als auch die Diffusionseigenschaften des polarisierten Heliums in Gegenwart anderer Gase, wie z.B.  $\text{SF}_6$  untersucht. Im Rahmen dieser Studie gelang es außerdem in einem Gemisch von polarisiertem  $^3\text{He}$  und  $^{129}\text{Xe}$  gleichzeitig Kernspintomographieaufnahmen beider Elemente zu machen (Kapitel 8.1, [Blu04a,b]).

Ziel dieser Arbeit war es, ein Gesamtkonzept zu vervollkommen, das durch die Erzeugung ausreichend großer Mengen von hochpolarisiertem  $^3\text{He}$  und der weitgehend polarisationserhaltenden Speicherung den Transport an die jeweiligen Experimente bzw. an die Kliniken ermöglicht und dessen Einsatz in zahlreichen interdisziplinären Messungen.

Zur Bereitstellung von hochpolarisiertem  $^3\text{He}$  (HP  $^3\text{He}$ ) gibt es zwei prinzipielle Konzepte. Zum einen die Produktion des Gases direkt vor Ort und zeitnah zur Anwendung, zum anderen die Herstellung in einem Zentrallabor mit anschließendem Transport zum jeweiligen Anwender. Für beide Vorgehensweisen lassen sich verschiedene Vor- und Nachteile finden, deren Abwägung dann zur Wahl des entsprechenden Konzeptes führen. Die beiden stärksten Argumente, die für eine zentrale Herstellung sprechen und für alle unten aufgeführten Anwendungen gültig sind, sind folgende:

1. Das Fachgebiet des eigentlichen Anwenders ist im allgemeinen weit entfernt von dem des optischen Pumpens, sodaß er weder in der Lage noch willens ist, große Anstrengungen zu unternehmen bzw. große finanzielle Lasten zu tragen, um polarisiertes  $^3\text{He}$  selbst herzustellen.

2. Trotz des technischen und logistischen Mehraufwandes und der mitunter langen Transportwege sind der Polarisationsgrad und die verfügbaren Mengen deutlich größer bei zentraler Produktion, als im Falle der z.Zt. verfügbaren On-Site-Polarisatoren. Es sind also auf diese Weise auch bessere experimentelle Ergebnisse zu erwarten.

Die Ansprüche an die Logistik und technischen Lösungen sind je nach Anwendung unterschiedlich hoch. Die in Kapitel 8.3 vorgestellten Experimente in der physikalischen Grundlagenforschung verlangen höchste Polarisation bei moderaten Mengen. Das Gas selbst wird dabei nicht verbraucht, sondern vollständig im depolarisierten Zustand zur Füllstation zurück gebracht. Die Anwendungen im klinischen Bereich sind dagegen im Bezug auf den Polarisationsgrad deutlich unkritischer, benötigen aber weit größere Mengen und erschweren die Wiedergewinnung des teuren Edelgases dadurch, daß es vom Probanden oder Patienten über viele Atemzüge wieder ausgeatmet und stark verdünnt in einem Luftsack aufgesammelt werden muß. Allen Anwendungen ist dabei aber gemein, daß  $^3\text{He}$  polarisationserhaltend zum Experiment gebracht werden muß.

Die bei weitem anspruchsvollste Anwendung im Bezug auf die hier angesprochene Problematik ist die Kernspintomographie der menschlichen Lunge an weit entfernten Kliniken. Daß dies sogar im Routinebetrieb möglich ist, wurde im Rahmen der PHIL-Studie, auf die in Kapitel 8.1.2 näher eingegangen wird, und in dieser Arbeit gezeigt. Dabei wurde HP  $^3\text{He}$  aus dem Institut für Physik der Universität Mainz 19 mal nach Sheffield (England) und 13 mal nach Kopenhagen (Dänemark) per Flugzeug transpor-

## Kapitel 1: Einleitung

tiert und dort bei der Lungenbildgebung zum Einsatz gebracht. Die Ergebnisse der ersten Transporte nach Sheffield sind in [Wil02] veröffentlicht.

Die Logistik dieses Projektes verdeutlicht Abbildung 1.2. Es ist gelungen, den  $^3\text{He}$ -Kreislauf auch bei der klinischen Anwendung zu schließen. D.h., man kann hochpolarisiertes  $^3\text{He}$  aus einer Produktionsanlage weltweit zum Einsatz bringen und das zurückgewonnene Helium wieder in den Polarisationsprozeß einfügen. Die im Rahmen von PHIL getestete längste Transportzeit für polarisiertes Gas lag bei ca. 36 h. Damit stellen auch Überseetransporte kein Hindernis mehr dar.

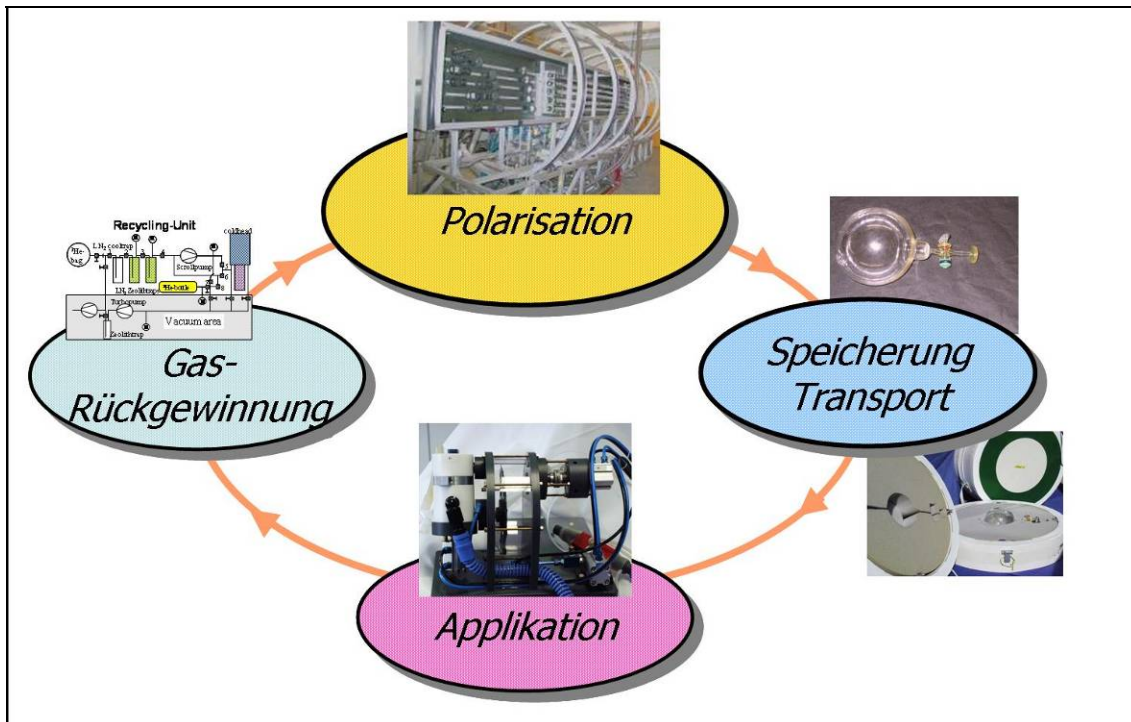


Abbildung 1.2:  $^3\text{He}$ -Kreislauf für die klinische Anwendung in der Lungenbildgebung. Die entscheidenden Komponenten sind: Der Polarisator, die Möglichkeit der Speicherung und des Transportes, die Applikation des Gases in den Atemstrom des Patienten und die Rückgewinnung des  $^3\text{He}$ .

In den Kapiteln 2-4 wird ein Überblick über die Erzeugung, das Relaxationsverhalten und die Polarimetrie für kernspinpolarisiertes  $^3\text{He}$  gegeben, um dann in den Kapiteln 5 und 6 im Detail die technische Realisierungen der Erzeugung, Speicherung und den Transport von polarisiertem  $^3\text{He}$  zu beschreiben. In Kapitel 7 werden zwei das Gesamtkonzept charakterisierende Messungen vorgestellt. Auf die Anwendungen in der Grundlagenforschung und in klinischen Studien mit eigener Beteiligung wird in Kapitel 8 eingegangen. Kapitel 9 schließt mit einer Zusammenfassung und gibt einen Ausblick auf mögliche weitergehende Anwendungen der vorgestellten Entwicklungen.

## 2. Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$

Die im allgemeinen Polarisation des Kernspins  $P$  genannte Ungleichbesetzung der  $m_F$ -Quantenzustände im Grundzustand eines 2-Niveau Systems wie hier  $^3\text{He}$  ist definiert als:

$$P = \frac{N_+ - N_-}{N_+ + N_-} \quad (2.1).$$

Hierbei sind  $N_{+(-)}$  die Besetzungszahlen des  $^3\text{He}$ -Kernspins ( $I=1/2$ ) mit paralleler (anti-paralleler) Projektion auf die quantisierende Magnetfeldachse.

Zur Erzeugung von hohen Kernspinpolarisationen in  $^3\text{He}$  sind z.Zt. drei Techniken bekannt. Die beiden meistbenutzten sind Anwendungen des optischen Pumpens zum indirekten Transfer des Drehimpulses auf den Kernspin. Dabei wird der Drehimpuls von resonant eingestrahlt Laserlicht zur Verfügung gestellt. Beim Spinaustauschpumpen (Spin Exchange Optical Pumping, SEOP) wird zunächst in einem  $^3\text{He}$ -Alkali Gasgemisch das Alkaliatom polarisiert. Dieses überträgt dann durch Spinaustauschstöße den Drehimpuls auf das  $^3\text{He}$ . Die direktere Methode ist das Austauschpumpen über metastabile  $^3\text{He}$ -Zustände (Metastable Exchange Optical Pumping, MEOP). Dabei wird in reinem  $^3\text{He}$  bei niedrigem Druck von ca. 1mbar durch eine Gasentladung ein metastabiler Zustand angeregt, von wo aus zirkular polarisiertes Laserlicht zwecks Umbesetzung der Zeeman-Niveaus absorbiert werden kann. Austauschstöße übertragen dann die Polarisation auf die Grundzustandsatome. Bei beiden Verfahren verhindern verschiedene Relaxationsmechanismen das Erreichen der vollständigen Polarisation, so daß der Gesamtprozeß als Ratengleichung beschrieben werden muß, bei der der pumpende Term zu maximieren und die relaxierenden Terme entsprechend zu minimieren sind. Dies gelingt in Abhängigkeit des gewählten Verfahrens und des Standes der jeweiligen Technik unterschiedlich gut und erklärt die großen Diskrepanzen in maximaler Polarisation und Menge des polarisierten  $^3\text{He}$ , die bei den unterschiedlichen Arbeitsgruppen weltweit erreicht werden.

SEOP wird im nächsten Kapitel weiter erläutert und MEOP, als die in dieser Arbeit benutzte Methode, in Kapitel 2.1.2 ausführlicher diskutiert.

Das dritte bisher kaum benutzte und technisch sehr aufwendige Verfahren nutzt die Abhängigkeit der Boltzmann Polarisation  $P_{\text{Boltz}}$  von der Temperatur  $T$  und dem äußeren Magnetfeld  $B$

$$P_{\text{Boltz}} = \frac{\exp\left(\frac{2\mu B}{kT}\right) - 1}{\exp\left(\frac{2\mu B}{kT}\right) + 1} \quad (2.2)$$

mit  $\mu$  = magnetisches Kerndipolmoment,  $k$  = Boltzmannkonstante. Dabei wird bei extrem niedrigen Temperaturen ( $T=O(\text{mK})$ ) und sehr hohen Magnetfeldern  $B=O(15\text{ T})$  eine Kernspinpolarisation im  $^3\text{He}$  nahe 1 erreicht. Durch adiabatisches, polarisationserhaltendes Erwärmen könnten im Prinzip sehr große Chargen von bis zu 1000 Standardlitern am Tag an hochpolarisiertem Gas produziert werden [Fro98]. Im Folgenden wird

auf diese Methode nicht weiter eingegangen, da ihre Anwendbarkeit bis heute noch nicht klar demonstriert wurde.

### 2.1.1 Polarisation durch Spinaustauschpumpen

Wie auch beim MEOP wird beim SEOP der Drehimpuls nicht direkt auf den Kernspin übertragen, sondern der Elektronenspin als Zwischenspeicher benutzt. Obwohl das Verfahren prinzipiell mit jedem Alkalimetall funktioniert, hat sich das Rubidiumpumpen aufgrund einiger technischer Vorteile durchgesetzt. Zum einen stehen Laser der entsprechenden Wellenlänge (795 nm) mit hohen Leistungen als Laserdiodenbatterien preiswert zur Verfügung und zum anderen erlaubt der hohe Dampfdruck des Rb ein Arbeiten bei moderaten Temperaturen (80°C bis 150°C). Zur Polarisation wird ein Glasgefäß in einem entsprechenden magnetischen Haltefeld mit einigen Bar  $^3\text{He}$  und einer kleinen Menge Rubidium mit einem Rb-Dampfdruck in der Größenordnung  $10^{-3}$  mbar gefüllt.

Durch Einstrahlen von resonantem zirkular polarisiertem 795 nm Licht kann das  $5^2\text{S}_{1/2}$  ( $m_j = -1/2$ ) Niveau selektiv in das  $5^2\text{P}_{1/2}$  ( $m_j = 1/2$ ) gepumpt werden. Die Besetzung der oberen Zeeman-Niveaus gleicht sich zwar über „Collisional Mixing“ aus, doch da die Reemission von hier aus gleichmäßig in die unteren Niveaus geschieht, kommt es zu einer Populationszunahme im nichtabsorbierenden  $m_j = +1/2$  Niveau. Dieser Elektronenspin des Rubidiums wird dann durch Spinaustauschstöße auf den  $^3\text{He}$ -Kern übertragen (vgl. Abbildung 2.1).

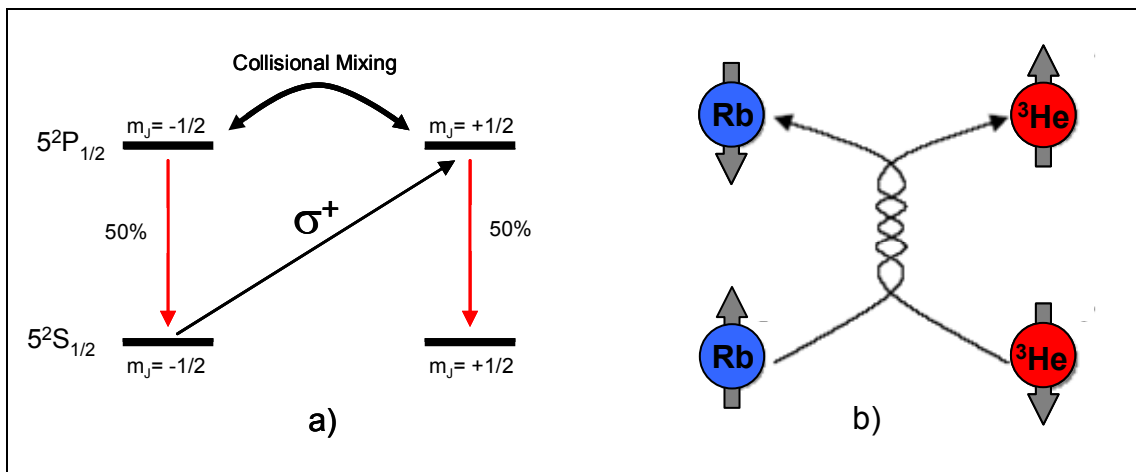


Abbildung 2.1 a) Schematische Darstellung der beim optischen Pumpen mit  $\sigma^+$  Licht maßgeblichen Energieniveaus des Rubidiums. b) Bei einem Stoß zwischen einem Rb- und einem  $^3\text{He}$ -Atom können beide ihre Spinpolarisation über die Dipol-Dipol Wechselwirkung austauschen, wodurch die Kernspinpolarisation des  $^3\text{He}$  aufgebaut wird.

Ein großer Nachteil des SEOP ist der ineffiziente Übertrag des Rubidiumspins auf das  $^3\text{He}$  mit einem Wirkungsquerschnitt von nur  $\sigma_{\text{ex}} \approx 10^{-24} \text{ cm}^2$ . So sind selbst unter guten Bedingungen nur Produktionsraten von  $10^{17}$  Atome/s erreichbar [Chu01], obwohl die Elektronenhülle des Rb bereits nach Millisekunden fast vollständig polarisiert ist. Mit-

## Kapitel 2: Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$

telt man die Relativgeschwindigkeit zwischen Rb-Dampf und  $^3\text{He}$  Atom bei einem Rb-Sättigungsdampfdruck vom  $10^{-3}$  mbar so ergibt sich etwa ein Spinflip alle 5 Stunden pro  $^3\text{He}$  Atom. Durch diese langen Aufpolarisationszeiten wird das Verfahren sehr empfindlich auf Depolarisationsprozesse, die durch Wandrelaxation u.ä. hervorgerufen werden (siehe Kapitel 3). Diese müßten zum Erreichen hoher Polarisation dann in der Größenordnung einiger Tage liegen. Dennoch wurden bereits 70% - 75% Polarisation in einer  $100\text{cm}^3$  Zelle bei Drücken von ca. einem Bar erreicht [Cha03].

Diese Ineffizienz entkräftet gleichzeitig den scheinbaren Vorteil des SEOP gegenüber MEOP, daß durch Polarisieren bei hohen Drücken eine nachträgliche Komprimierung des Gases nicht mehr notwendig ist. Wie später gezeigt, ist das nahezu verlustfreie Verdichten des mittels MEOP polarisierten  $^3\text{He}$  Gas von einem mbar auf mehrere Bar möglich.

Ein Vorteil des SEOP ist allerdings, daß ohne Aufwand derartige Polarisatoren auch auf  $^{129}\text{Xe}$  umgestellt werden können, das dann prinzipiell mit derselben Methode polarisiert werden kann. MEOP ist dagegen auf  $^3\text{He}$  limitiert.

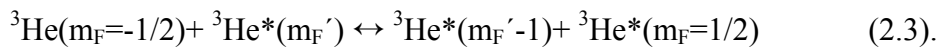
### **2.1.2 Polarisation durch metastabiles Austauschpumpen**

Im Rahmen dieser Arbeit kam ausschließlich das im folgenden diskutierte metastabile Austauschpumpen zum Einsatz. Die technische Realisierung und die Leistungsfähigkeit des entwickelten Polarisators werden in Kapitel 5 vorgestellt.

Da direktes Polarisieren des Kernspins nicht möglich ist, benutzt man beim MEOP den metastabilen  $2^3\text{S}_1$  Zustand als Zwischenmedium für den vom eingestrahnten Laserlicht zu Verfügung gestellten Drehimpuls. Im Gegensatz zu SEOP ist hier ausschließlich reines  $^3\text{He}$  am Pumpprozeß beteiligt von dem ein Anteil von ca.  $10^{-6}$  durch eine Wechselfeldgasentladung (2-4 MHz) in den metastabilen Zustand  $^3\text{He}^*$  angeregt werden. Der Prozeß findet in einem richtungsquantisierenden homogenen Magnetfeld der Größenordnung  $B \approx 10$  G und bei Drücken um 1mbar statt. Ein Teil der metastabilen Atome wird dann durch entlang des Magnetfeldes eingestrahlt, resonantem, zirkular polarisiertem 1083nm Laserlicht in den  $2^3\text{P}_0$  Zustand gepumpt, wobei entsprechend der Zirkularpolarisation (z.B.  $\sigma^+$ ) des Lichtes eine Drehimpulskomponente  $\Delta L_z = +1$  übertragen wird. Aus den zwei Hyperfeinniveaus des  $2^3\text{S}_1$  Zustandes sind neun Übergänge in die fünf Hyperfeinniveaus des  $2^3\text{P}_j$  Multipletts möglich. Sie werden mit steigender Energie von C1 bis C9 durchnummeriert. In [Nac85] wird gezeigt, daß das Pumpen auf den C1 und C3 Linien eine den anderen Übergängen entgegengesetzte Kernspinpolarisation erzeugt. Faltet man das Profil eines typischen Lasers (Gaußprofil mit 2-3 GHz) mit dem Dopplerprofil des  $^3\text{He}$  bei Zimmertemperatur, so zeigt sich, daß die C1 bis C7 so eng beieinander liegen, daß unerwünschte Beimischungen der C1 und C3 in die anderen Linien kaum zu vermeiden sind [Kro02]. Da die beiden Übergänge C8 und C9 dagegen klar von den anderen Linien zu trennen sind und auch ihre Maxima 6,7 GHz auseinander liegen, ohne daß sich ihre Profile überlappen, werden diese i. allg. beim MEOP genutzt. Durch gaskinetische Stöße mischen sich die  $2^3\text{P}_j$  während einer Lebensdauer von  $\tau \approx 10^{-7}\text{s}$  vollständig. Dies wird als Collisional Mixing bezeichnet. Sie reemittieren dann isotrop in die  $2^3\text{S}_1$ -Hyperfeinzustände. Daraus resultiert dort gleichzeitig eine Verschie-

## Kapitel 2: Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$

bung der Besetzungszahlen der einzelnen Niveaus zugunsten der höheren  $m_F$  Quantenzahlen (vgl. Abbildung 2.2). Die durch Hyperfeinwechselwirkung zustande kommende Kopplung zwischen Kernspin und Hülle führt zu einer Kernspinpolarisation, da deren charakteristische Wechselwirkungszeit mit  $\tau_{\text{HF}} = 2,23 \cdot 10^{-10} \text{ s}$  [Ros70] sehr viel kleiner ist als die Lebensdauer  $\tau$  der  $2^3\text{P}_J$  Zustände. Die Atome im metastabilen Zustand stoßen mit Grundzustandsatomen. Bei einem Teil dieser Stöße kommt es zum Austausch der Anregungsenergie der Stoßpartner, sogenannten metastabilen Austauschstößen. Dabei bildet sich ein  $2^3\Sigma_u^+$ -Molekül mit einer Lebensdauer von ca. 1 ps. Da diese um zwei Größenordnungen kleiner ist als die Hyperfein-Wechselwirkungszeit, bleibt die Orientierung des Kernspins beim Stoß erhalten und es kommt zu einer Verschiebung der Besetzungszahlen zugunsten eines Grundzustandsniveaus (hier:  $m_F = +1/2$ ). Diese Austauschstöße können folgender Maßen dargestellt werden [Eck92]:



Betrachtet man wieder den Austauschwirkungsquerschnitt  $\sigma_{\text{ME}} \approx 7 \cdot 10^{-16} \text{ cm}^2$ , die Dichte der metastabilen Atome von ca.  $10^{10} \text{ cm}^{-3}$  und die Relativgeschwindigkeiten der Stoßparameter, so erhält man ca. alle 3,3 s einen mit Spinflip verbundenen Austauschstoß pro Grundzustandsatom [Ebe00].

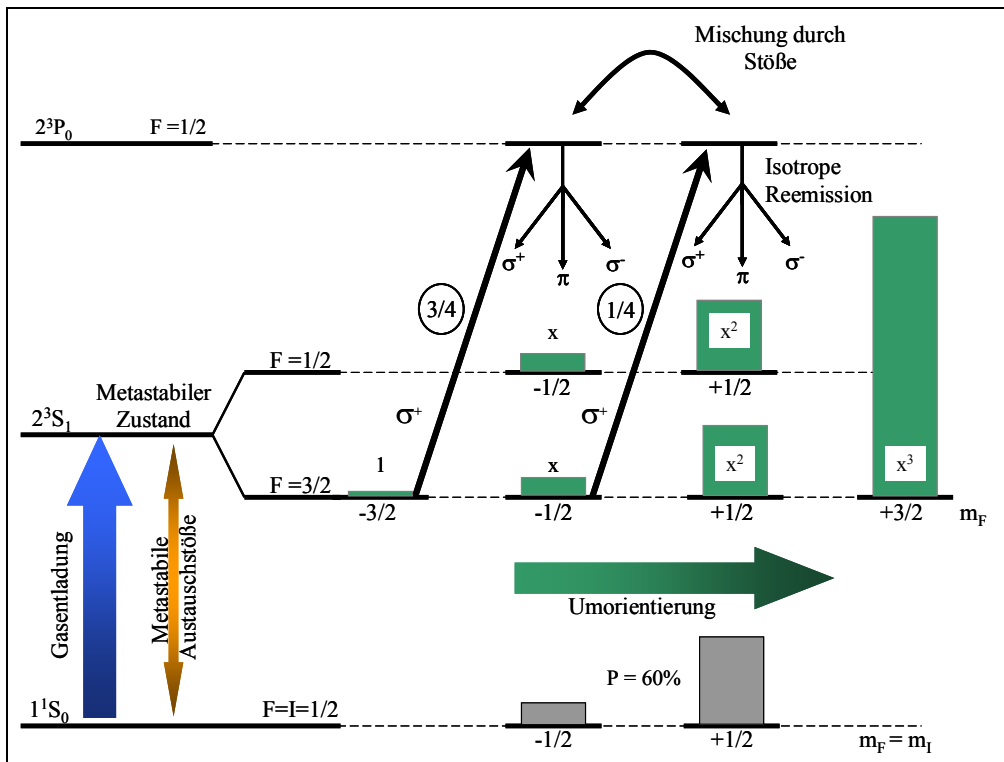


Abbildung 2.2: Optisches Pumpen metastabiler  $^3\text{He}$ -Atome ( $^3\text{He}^*$ ). Eingezeichnet sind die  $\sigma^+$ -Übergänge ( $\Delta m_F = +1$ ) im Falle des C9 Pumpens. Die eingekreisten Zahlen geben die relativen Übergangswahrscheinlichkeiten an. Die Verhältnisse der Balkenhöhen im  $2^3S_1$  Zustand entsprechen den Besetzungszahlen im Spintemperaturgleichgewicht bei einer Polarisation von  $P = 60\%$ , also  $x = 4$  (siehe Text).

## Kapitel 2: Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$

Durch Einstrahlen von  $\sigma^-$ -Licht, bzw. Umpolen des Magnetfeldes können auch die Zustände der kleineren  $m_F$  Quantenzahlen bevölkert werden, die Pumprichtung wird also umgekehrt. Entsprechend kann sich ein negativer Pumpterm durch nicht vollständig polarisiertes Laserlicht, bzw. Verkippung der Laser- gegen die Magnetfeldachse ergeben. Kleine Beimischungen der falschen Komponente sind unter Laborbedingungen nicht zu vermeiden und müssen bei der Interpretation der experimentellen Ergebnisse berücksichtigt werden.

Durch Optimieren aller Pumpparameter und Minimieren der Relaxationsmechanismen, wurden mit dieser Methode bereits Gleichgewichtspolarisationen von über 90% erreicht [Wol04]. Die Aufpolarisationskurve einer solchen Messung an einer hochreinen, versiegelten Pumpzelle ist in Abbildung 2.3 dargestellt.

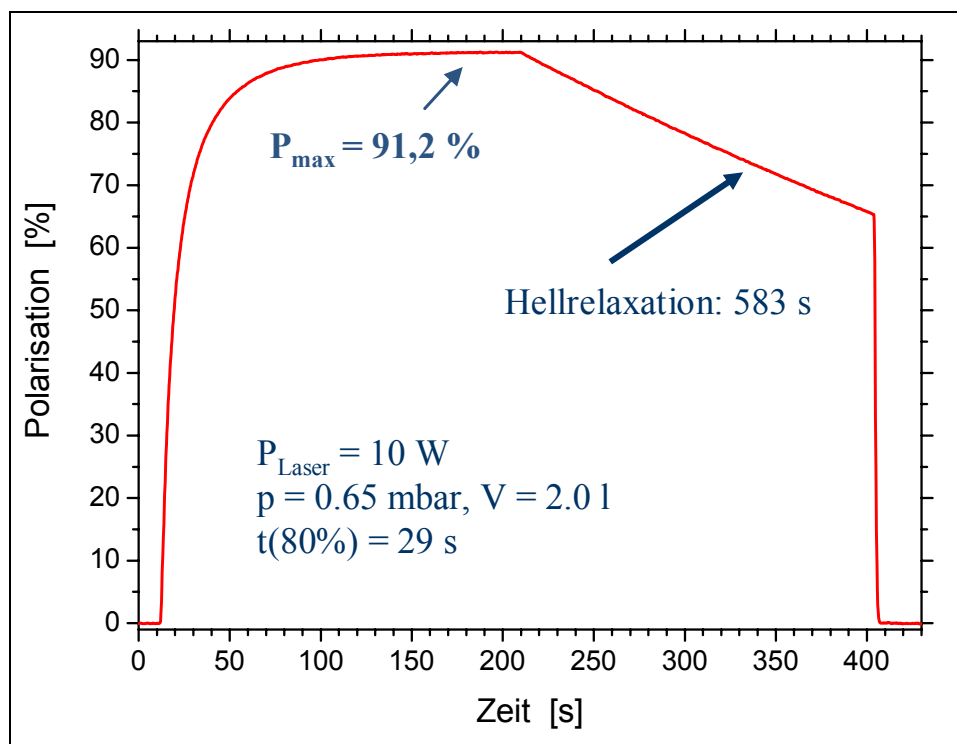


Abbildung 2.3: Aufpolarisationskurve an einer versiegelten Pumpzelle. Dabei wurde eine Maximalpolarisation von  $P_{\max} = 91,2 \pm 2\%$  erreicht. Die Gasentladung zerstört nach Abschalten des Lasers die erzeugte Polarisation. Dieses wird als Hellrelaxation bezeichnet (vgl. Kapitel 3.3).

Für den speziellen Fall, daß die metastabile Austauschrate sehr viel größer als die optische Pumprate ist, also für niedrige Laser-Leistungsdichten, stellt sich in den Besetzungszahlen der  $m_F$ -Zeeman-Niveaus ein dynamisches Gleichgewicht ein, bei dem die  $2^3\text{P}$ -Niveaus näherungsweise unbesetzt sind. Man spricht dann von Spintemperatur-Gleichgewicht. Es kann gezeigt werden (vgl. z.B. [Wol04], [Kro02]), daß unter diesen Bedingungen die Verhältnisse der Besetzungszahlen  $n(m_F)$  der einzelnen Zeeman-Niveaus und damit die Polarisation  $P$  mit nur einem Parameter  $x$  beschrieben werden können:



## Kapitel 2: Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$

$$x \equiv \frac{n(m_F + 1)}{n(m_F)} = \frac{1 + P}{1 - P} \quad (2.4)$$

In Abbildung 2.2 sind die relativen Besetzungszahlen der Niveaus bei C9-Pumpen für eine Polarisation  $P=60\%$ , also  $x=4$ , durch die Höhe der eingezeichneten Balken dargestellt.

Unter diesen Bedingungen kann die zeitliche Entwicklung der Polarisation durch Ratengleichungen beschrieben werden, die nur von der Photonenabsorptionsrate bei  $P=0$  ( $R_{a0}$ ) und der Anzahl  $N$  der  $^3\text{He}$  Atome im optischen Pumpvolumen abhängen. Berücksichtigt man noch den Verlust der Polarisation durch eine Relaxationszeit  $T_1$  und eine mögliche  $\sigma^-$  Komponente im eingestrahlenen Laserlicht der Intensität  $I_0$  mit  $\varepsilon = I(\sigma^-)/I_0$ , so erhält man die Ratengleichungen für den jeweiligen Übergang.

Für C9:

$$\frac{1}{2} \dot{P}N = -\frac{1}{2} \frac{PN}{T_1} + \frac{3}{4} \frac{9+x}{1+2x+3x^2+x^3} R_{a0} - \frac{3}{4} \varepsilon \frac{x^2+9x^3}{1+2x+3x^2+x^3} R_{a0} \quad (2.5)$$

Für C8:

$$\frac{1}{2} \dot{P}N = -\frac{1}{2} \frac{PN}{T_1} + \frac{3x}{1+2x+3x^2+x^3} R_{a0} - \varepsilon \frac{3x^2}{1+2x+3x^2+x^3} R_{a0} \quad (2.6)$$

Es läßt sich ein Pumpparameter  $A = R_{a0}T_1/N$  definieren, mit dem sich die Gleichgewichtspolarisation ( $\dot{P} = 0$ ) für C9-Pumpen mit

$$\frac{3}{2} A(9+x) - (x^3 - 1) = 0 \quad (2.7)$$

und für den C8-Übergang mit

$$6Ax - x^3 + 1 = 0 \quad (2.8)$$

ergibt. Die Formeln zeigen, daß für große Polarisationen  $x \rightarrow \infty$  geht, die Steigung immer weiter abnimmt und  $P$  einem Sättigungswert zustrebt. Den zeitlichen Verlauf der Polarisation gibt Abbildung 2.4 wieder. Man erkennt deutlich das unterschiedliche Verhalten der beiden Übergänge im Bezug auf die Anfangssteigung der zeitlichen Entwicklung der Polarisation und das erreichte Maximum.

Bei der in Kapitel 4.1.2 vorgestellten Polarimetrie mittels eines Monomode-Laserstrahls sind die Voraussetzungen des Spintemperaturgleichgewichts erfüllt und es wird mit Hilfe von Absorptionmessungen zur Bestimmung der Polarisation herangezogen.

Aufgrund der seit einigen Jahren verfügbaren Laser mit Leistungen bis zu 15W polarisiert man mittlerweile in Bereichen knapp unterhalb bzw. in der Sättigung. Diese tritt ein, wenn die Laserpumprate  $R_p$  gleich der natürlichen Linienbreite  $1/\tau$  des  $2^3P$ -Niveaus ist. Derartige Polarisationsprozesse können durch das Spintemperaturgleichgewicht nicht mehr beschrieben werden und es bedarf einer Erweiterung der Theorie.

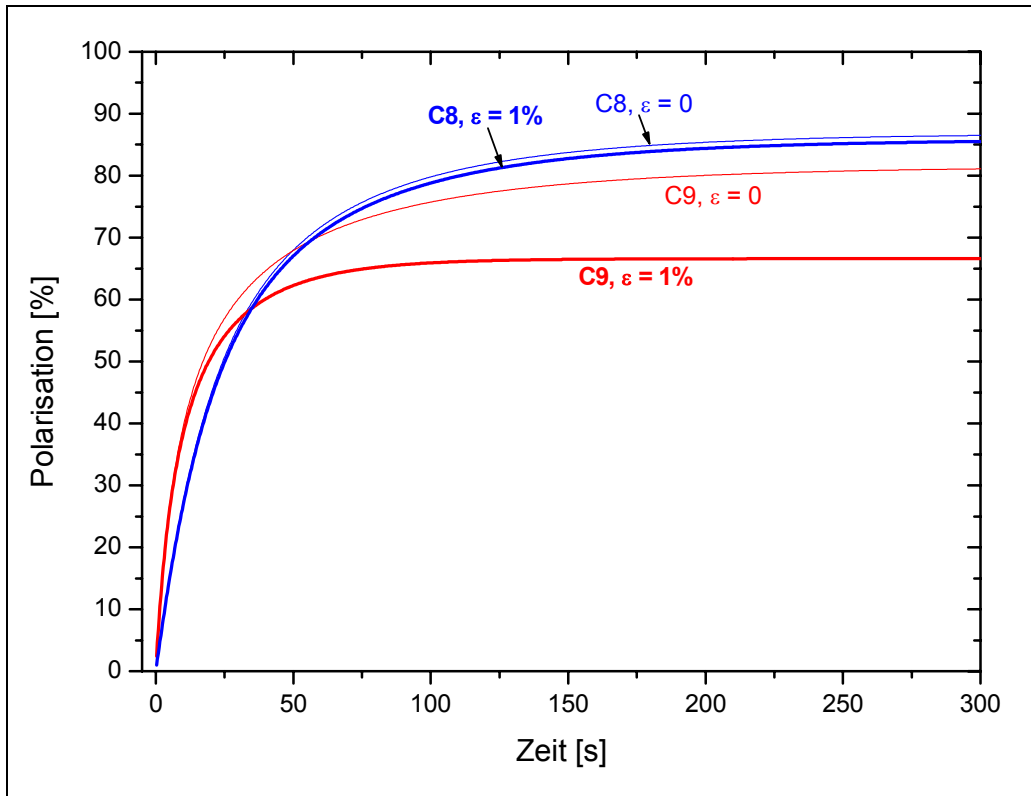


Abbildung 2.4: Zeitlicher Verlauf der Polarisation auf der C8- und C9-Linie bei zwei unterschiedlichen  $\sigma^-$  Intensitäten ( $\varepsilon=0$  bzw.  $\varepsilon=1\%$ ). Als Parameter gehen die Laserleistung mit  $500\text{mW}$ , die Relaxationszeit  $T_1=1000\text{s}$  und die Gasmenge  $pV=3,3\text{ mbarl}$  ein.

Die Kinetik des optischen Pumpens ist bereits in mehreren Arbeiten beschrieben worden. In [Nac85] wird eine numerische Kalkulation der Entwicklung der Polarisation unter Berücksichtigung der eingestrahlten Laserleistung, der Dichten der  $^3\text{He}$  und  $^3\text{He}^*$ , Sättigungseffekten, der Relaxationsmechanismen etc. vorgestellt. Diese Arbeit wird in [Rud02] noch um geschwindigkeitsverändernde Stöße erweitert. Zusätzlich wird hier in starker Vereinfachung ein Zweiniveausystem betrachtet. Die theoretischen Voraussagen beider Arbeiten können die jeweils durchgeführten Absorptionsmessungen aber nur unzureichend beschreiben.

In [Wol04] konnte nun zum ersten Mal eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Daten aus [Nac01] und [Rud01] bei Absorptionsmessungen mit Monomode-Lasern erreicht werden. Dies wurde durch eine präzisere Beschreibung der Photonenabsorptionsrate und der Erweiterung des Modells des optischen Pumpens um die geschwindigkeitsverändernden Stöße unter Berücksichtigung *aller* Niveaus erreicht. Die Betrachtungen führten zu den folgenden vier grundlegenden Ratengleichungen (die Bezeichnungen der Niveaus ergeben sich aus Abbildung 2.5, eine  $^0$  bezeichnet die Klasse der nicht mit dem Laserlicht wechselwirkenden Atome, entsprechend werden mit  $*$  die vom Laserlicht beeinflusste Klasse bezeichnet. Es sei  $\beta \equiv \frac{n_m^*}{n_m} = \frac{n_m^*}{n_m^* + n_m^0}$ . Die ausführliche Herleitung findet man in [Wol04].):

## Kapitel 2: Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$

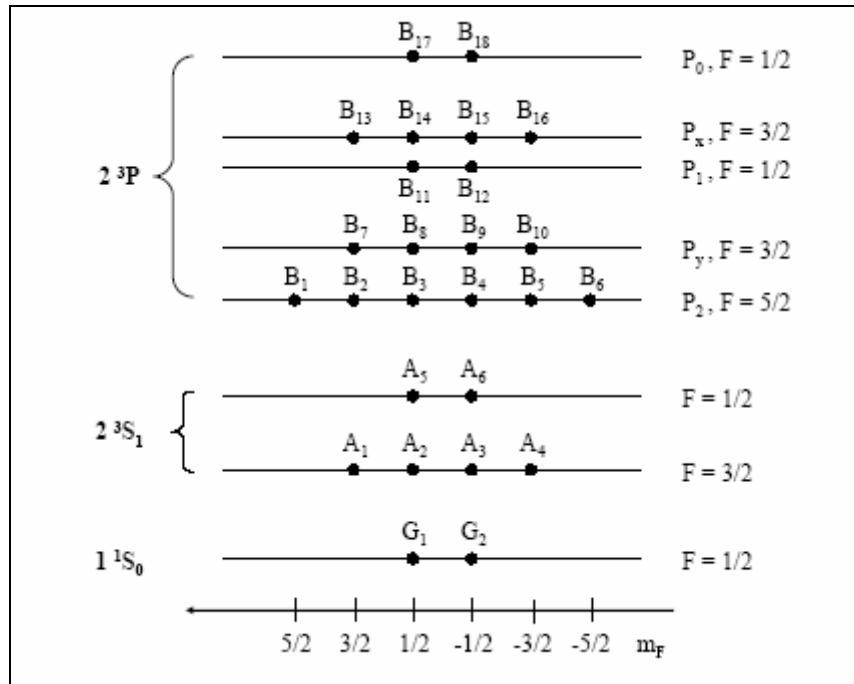


Abbildung 2.5: Darstellung der Zeeman-Unterniveaus von  $^3\text{He}$  zur Verdeutlichung der benutzten Notation. Entsprechende kleine Buchstaben bezeichnen die Besetzungszahlen der Niveaus.

Die Entwicklung der Besetzungszahlen  $a_i^0$  der nicht mit dem Laserlicht wirkenden metastabilen Atomen  $A_i$  wird beschrieben mit:

$$\dot{a}_i^o = \frac{1}{\tau_r} \left[ \sum_{j=1}^6 \frac{a_j^o}{6} - a_i^o \right] + \frac{1}{\tau_c} [(1 - \beta) a_i^* - \beta a_i^o] + \frac{1}{\tau_e} \sum_{l=1}^6 [E_{il} + F_{il} P] a_l^o \quad (2.9)$$

mit der Austauschrate zwischen den metastabilen Niveaus  $1/\tau_r$ , der Stoßrate für geschwindigkeitsverändernde Stöße  $1/\tau_c$  und der metastabilen Stoßrate der Atome im  $2^3\text{S}_1$  Niveau  $1/\tau_e$ .  $E_{il}$  und  $F_{il}$  sind die Matrixelemente der Ratengleichung für den metastabilen Austauschstoß.

Unter Berücksichtigung der Absorption der Photonen und der spontanen und induzierten Emission aus den  $2^3\text{P}$ -Zuständen ergibt sich für die durch den Laser gepumpten metastabilen Atome:

$$\begin{aligned} \dot{a}_i^* = & \frac{1}{\tau_r} \left[ \sum_{j=1}^6 \frac{a_j^*}{6} - a_i^* \right] + \frac{1}{\tau_c} [\beta a_i^o - (1 - \beta) a_i^*] + \frac{1}{\tau_e} \sum_{l=1}^6 [E_{il} + F_{il} P] a_l^* \\ & + \sum_{j=1}^{18} T_{ij} \left[ \left( \langle \gamma_{ij} \rangle_{\beta} + \frac{1}{\tau} \right) b_j - \langle \gamma_{ij} \rangle_{\beta} a_i^* \right] \end{aligned} \quad (2.10)$$

hier ist  $\langle \gamma_{ij} \rangle_{\beta}$  die Absorptionsrate in der mit dem Laserlicht wechselwirkenden Gruppe.

## Kapitel 2: Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$

Die zeitliche Entwicklung der Besetzungszahlen in den  $2^3\text{P}$  Zuständen ergibt sich aus der Absorption und Emission der Lichtquanten und des collisional mixing:

$$\dot{b}_j = \sum_{i=1}^6 T_{ij} \left[ \langle \gamma_{ij} \rangle_{\beta} a_i^* - \left( \langle \gamma_{ij} \rangle_{\beta} + \frac{1}{\tau} \right) b_j \right] + \frac{1}{\tau_{dep}} \left[ \sum_{l=1}^{18} \frac{b_l}{18} - b_j \right] \quad (2.11)$$

mit der Zeitkonstante des collisional mixing  $\tau_{dep}$  und den Übergangsmatrixelementen  $T_{ij}$  für die  $2^3\text{S} - 2^3\text{P}$  Hyperfeinübergänge.

Die Zeitentwicklung der Polarisation ist gegeben durch

$$\dot{P} = -\frac{P}{T_r} + \frac{1}{T_e} \left[ -P + \frac{1}{n_m^* + n_m^o} \sum_i \lambda_i (a_i^o + a_i^*) \right] \quad (2.12)$$

mit der metastabilen Stoßrate der Grundzustandsatome  $1/T_e$  der Gesamtrelaxationszeit  $T_r$ .

Die sehr gute Übereinstimmung der auf der Basis der Ratengleichungen ((2.9) - (2.12)) gemachten Voraussagen mit dem Experiment wurde durch eine Neuauswertung der Daten aus [Nac01] und [Rud01] gezeigt (siehe Abbildung 2.6).

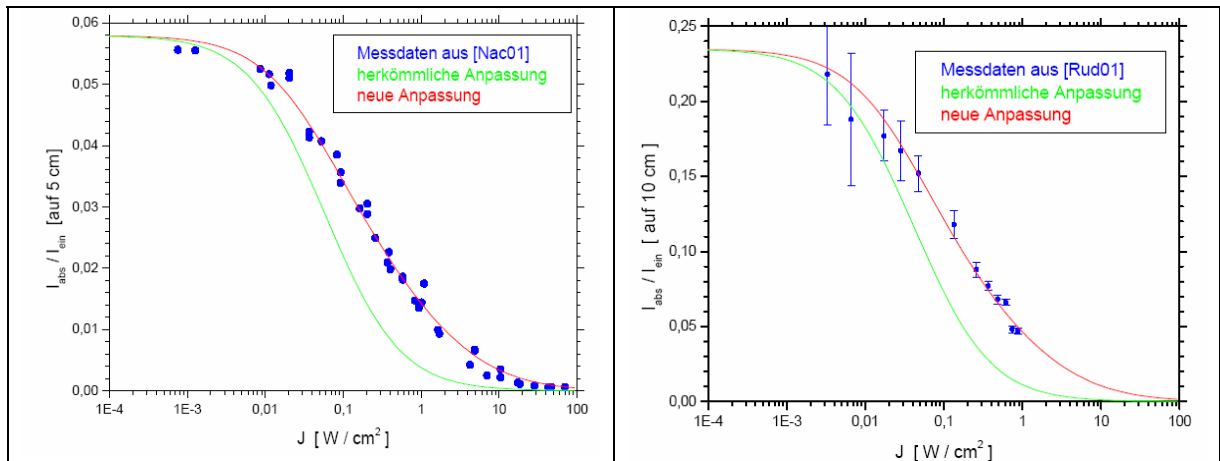


Abbildung 2.6: Erneute Auswertung der Absorptionskurven von [Nac01] (links) und [Rud01] (rechts). Aufgetragen ist der Quotient aus absorbierter und eingestrahelter Leistung in einer 5cm bzw. 10cm langen Fluoreszenzzelle gegen die Leistungsdichte  $J$ . Bei beiden Messungen wurde ein single-frequency-Laser auf der C9 Linie benutzt. Es sind die theoretischen Voraussagen von [Nac01] (hier sind keine Fehlerangaben bekannt) bzw. [Rud01] grün und die neuen Ergebnisse aus [Wol04] rot eingezeichnet.

Es konnte in [Wol04] neben der Beschreibung eines single-frequency-Lasers auch das Absorptionsverhalten von Lasern anderer spektraler Profile simuliert werden. Dies eröffnet zum einen die Möglichkeit den Bereich der Gültigkeit der Spintemperaturgleichgewichtsbeschreibung in Abhängigkeit der Leistungsdichte bei unterschiedlichen Lasern abzuschätzen, als auch Aussagen über die benötigten Lasereigenschaften für ein optimiertes optisches Pumpen zu treffen (vgl. Abbildung 2.7).

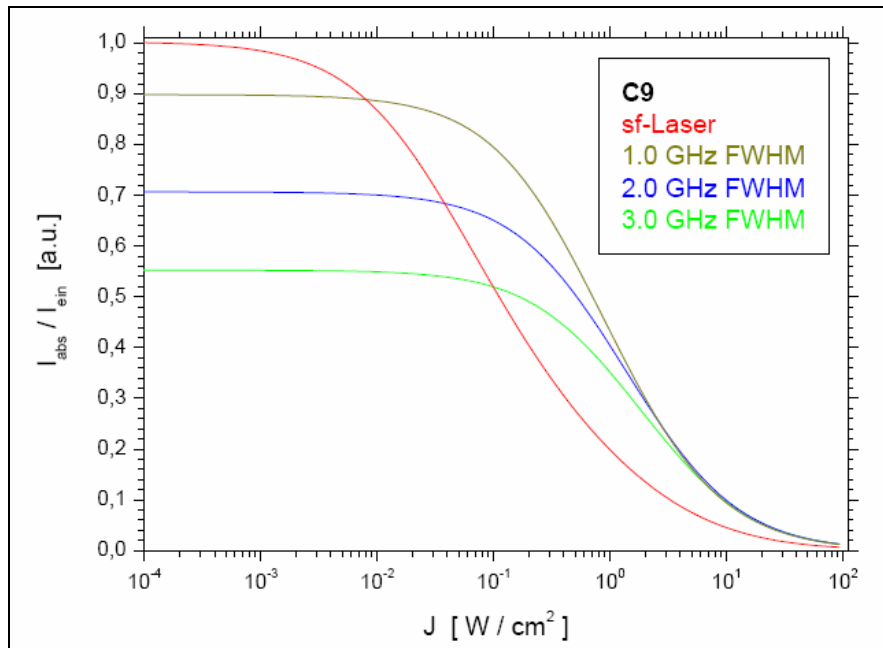


Abbildung 2.7: Darstellung des Absorptionsverhalten von Lasern mit verschiedenen spektralen Profilen beim optischen Pumpen auf der C9 Linie ( $p=1,3\text{mbar}$ ). In rot ist das Verhalten eines single-frequency-Lasers dargestellt. Für die anderen Linien wurde ein gaußförmiges Profil mit den angegebenen FWHM-Breiten angenommen.

Typische, heute verfügbare Systeme arbeiten mit 5 – 15W bei Strahldurchmessern von 3 - 5cm. Also in Bereichen von 0,25 – 2,14  $\text{W}/\text{cm}^2$ . Man erkennt in Abbildung 2.7 zum einen, daß in diesem Bereich bereits die Bedingungen des Spintemperaturgleichgewichtes nicht mehr gegeben sind. Zum anderen zeigt sich, daß spätestens ab einer Leistungsdichte von  $1 \text{ W}/\text{cm}^2$  die spektrale Breite des Lasers unerheblich ist. Das widerspricht der bisherigen Annahme, daß das Laserprofil dem Dopplerprofil des  $^3\text{He}$  (1,98 GHz) anzupassen sei, um optimale Ergebnisse zu erzielen. Wie sich zeigt, ist diese Annahme auch nicht bei geringen Leistungsdichten  $< 10^{-2} \text{ W}/\text{cm}^2$  zutreffend. Vielmehr wäre dort ein schmalbandiger Laser zu bevorzugen.

Eine weitere experimentelle Bestätigung der Rechnungen ergibt sich aus Messungen in [Kro02]. Hier wurden Aufpolarisationskurven in Abhängigkeit der eingestrahelten Laserleistung aufgenommen (Abbildung 2.8). Da der Strahldurchmesser und der Gasdruck bei allen Messungen konstant gehalten wurde ( $A=1,5\text{cm}^2$ ), erhält man sofort eine Abhängigkeit von der Leistungsdichte. Man erkennt, daß die erreichte Polarisation bis zu einer Leistungsdichte von  $1,5 \text{ W}/\text{cm}^2$  ( $I=1,5 \text{ W}$ ) stetig zunimmt. Bei höheren Dichten steigt die Anfangssteigung der Kurve zwar weiter, die Maximalpolarisation reduziert sich aber mit zunehmender Leistung, da bei Eintreten der Sättigung eine weitere Erhöhung der angebotenen pumpenden Laserlichtkomponente ( $\sigma^+$ ) keinen Effekt ergibt. Gleichzeitig erhöht man aber die Intensität der falschen Komponente ( $\sigma^-$ ) und diese fällt mit zunehmender Leistung verstärkt ins Gewicht. Die so abgeschätzte Sättigungleistungsdichte von etwa  $1,5 \text{ W}/\text{cm}^2$  stimmt mit dem aus Abbildung 2.7 erwarteten Wert sehr gut überein.

## Kapitel 2: Erzeugung von kernspinpolarisiertem $^3\text{He}$

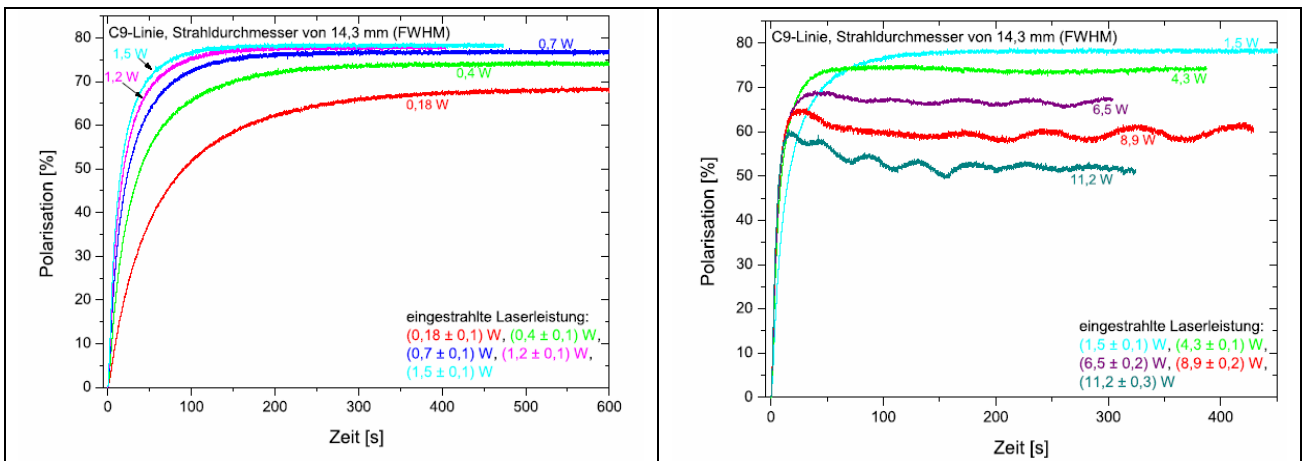


Abbildung 2.8: Aufpolarisationsmessungen an einer abgezogenen ein Meter langen Pumpzelle ( $p=1,3\text{mbar}$ ) in Abhängigkeit der eingestrahnten Laserleistung (spektrale Laserbreite  $\text{FWHM} = 2,8\text{GHz}$ ) bei konstantem Strahldurchmesser von  $1,5\text{cm}^2$ . Gepumpt wurde der C9 Übergang. Links:  $I = 0,18 - 1,5\text{W}$ . Rechts:  $I = 1,5 - 11,2\text{W}$ . Die Wellenstrukturen der Kurven bei höheren Leistungen ergeben sich durch Schwankungen der Polarisationssebene des Laserlichtes. Diese entstehen aufgrund eines Warmlaufeffektes in der Regelungselektronik des Lasers.

### 3. Relaxationsmechanismen

Die erzeugte Kernspinpolarisation  $P_0$  zerfällt mit einer Zeitkonstanten  $T_1$ , wobei die Zeitabhängigkeit mit

$$P(t) = P_0 \exp\left\{-\frac{t}{T_1}\right\} \quad (3.1)$$

beschrieben wird. Die Gesamtrelaxationszeit  $T_1$  bzw. deren Rate  $\Gamma_1$  setzt sich aus einzelnen, im folgenden diskutierten, Relaxationsmechanismen wie folgt zusammen:

$$\Gamma_1 := \frac{1}{T_1} = \frac{1}{T_1^a} + \frac{1}{T_1^b} + \frac{1}{T_1^c} + \dots \quad (3.2).$$

Die Minimierung dieser Relaxationsmechanismen ist aus zwei Gründen notwendig. Zum einen liegt auf der Hand, daß die Polarisation so lange wie möglich erhalten werden soll, zum anderen limitieren die der Polarisation entgegen wirkenden negativen Terme in der Rategleichung der Polarisationsentwicklung sowohl die maximal erreichbare Polarisation, als auch die Aufpolarisationsgeschwindigkeit.

#### 3.1 Relaxation durch Magnetfeldgradienten

Ein wichtiger, weil immer zu beachtender, Relaxationsterm ist die Magnetfeldgradientenrelaxation mit der Zeitkonstanten  $T_1^{grad}$ .

Bei Anwesenheit eines Magnetfeldgradienten "sieht" das bewegte Atom in seinem Ruhesystem ein zeitlich veränderliches Feld in Amplitude und Richtung. Diese Feldfluktuationen induzieren magnetische Dipol-Übergänge und es kommt zu Spinklapps, welche zur Verringerung der Polarisation führen.

Die Magnetfeldgradientenrelaxationsrate  $\Gamma_1^{grad} = (T_1^{grad})^{-1}$  wird beschrieben durch [Sch65]:

$$\Gamma_1^{grad} = \alpha \left( \frac{\partial B_r / \partial r}{B_0} \right)^2 \cdot \frac{1}{p} \quad (3.3).$$

Dabei ist  $(\partial B_r / \partial r) / B_0$  der relative transversale Gradient des statischen Magnetfeldes,  $p$  der Druck des Gases und  $\alpha$  eine Proportionalitätskonstante, deren Wert je nach Druck und Diffusionsregime über eine Größenordnung variiert.

Diese  $1/p$ -Abhängigkeit gilt nur, wenn das Verhältnis aus charakteristischer Diffusionszeit  $\tau_d = R^2/D$  und Präzessionsperiode  $\tau_1 = 1/\omega_0$  der Spins sehr viel größer als 1 ist [Cat88]. Dabei ist  $R$  die charakteristische Längsdimension des Gasbehälters,  $D$  die Dif-

## Kapitel 3: Relaxationsmechanismen

fusionskonstante und  $\omega_0 = \gamma B_0$  die Larmorfrequenz des  $^3\text{He}$ -Spins in einem Magnetfeld  $B_0$  mit  $\gamma(^3\text{He}) = 2\pi \cdot 3,24 \text{ kHz/Gau\ss}$ .

Ist das Verhältnis  $\tau_d/\tau_1 \ll 1$ , dann ist  $\Gamma_1^{\text{grad}}$  proportional zu  $p$ .

Bei Zimmertemperatur, Drücken von etwa 1 mbar und einem Feld von  $B_0 \approx 8 \text{ Gau\ss}$  gilt  $\tau_d/\tau_1 < 1$  erst für  $p/R^2 > 2,6 \cdot 10^4 \text{ bar/m}^2$ . Dies ist in keinem Teil des Polarisators gegeben und damit gilt obige Gleichung (3.3).

Aus [Sch65] läßt sich  $\alpha = 1,7 \cdot 10^4 \text{ cm}^2 \text{ bar h}^{-1}$  berechnen. Bei Bestimmung dieses Wertes wurde die zufällige Brownsche Bewegung der He-Atome berücksichtigt. Er deckt sich mit experimentellen Ergebnissen.

Je nach Druck und Verweildauer des Gases in den entsprechenden Volumina des Polarisators ergibt sich die benötigte Homogenität des Führungsfeldes (Kapitel 5.1). Für die in der Speicherzelle des Polarisators typischen Drücke von ca. 100 mbar und gewünschter Relaxationszeit von  $T_1 \approx 40\text{h}$  ergibt sich für den relativen transversalen Magnetfeldgradienten die Bedingung  $(\partial B_r/\partial r)/B_0 \leq 3,8 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^{-1}$ . Des weiteren ergeben sich aus diesem Relaxationsmechanismus die Anforderungen an die bei der Speicherung bzw. dem Transport von polarisiertem  $^3\text{He}$  über längere Zeiträume bzw. Distanzen (vgl. Kapitel 6.2) eingesetzten Haltefeldern.

### **3.2 Wandrelaxation**

Bei hinreichend homogenem Magnetfeld ist die Relaxation der Polarisation in Speichergefäßen im wesentlichen von den Eigenschaften der Containerwand dominiert. Untersuchungen ([Wol00], [Den97], [Tim71], [Fit69]) haben gezeigt, daß Adsorption der  $^3\text{He}$  Atome an der Wand, Diffusion in die Wand und somit das Verhältnis aus Oberfläche zu Volumen sensible Parameter für die Optimierung der Speicherzeiten darstellen.

Dennoch wurde ein Großteil der beobachtbaren Phänomene bisher noch nicht vollständig beschrieben. Ein Schritt zur Herstellung und Präparation von nicht beschichteten Aluminosilikatgläser mit Relaxationszeiten von über 200h und dem Verständnis dieser Eigenschaften gelang im Rahmen dieser Arbeit. Es konnte gezeigt werden, daß kleine Mengen ferromagnetischen Materials auf dem Glas durch Aufmagnetisierung im starken magnetischen Feld z.B. eines Tomographen den Relaxationsprozeß dominieren und Speicherzeiten von über 200h auf kleiner 10h zusammenbrechen lassen. Die ferromagnetischen Partikel konnten mittels Messungen an SQUIDS lokalisiert werden. Man beobachtete dabei das typische Verhalten ferromagnetischen Materials wie Entmagnetisierbarkeit und Hystereseeffekte. Im Ergebnis zeigt sich, daß oben erwähnte Relaxationsmechanismen in weiten Bereichen im Vergleich zu der durch Ferromagnetismus hervorgerufenen Relaxation vernachlässigbar sind. Messungen und Ergebnisse sind im Detail in Kapitel 6.1 diskutiert.



### 3.3 Relaxation in der Gasentladung

Wie in Kapitel 2.1.2 dargestellt, ist die Anregung mittels Gasentladung von metastabilem  $^3\text{He}$  zur Erzeugung von Kernspinpolarisation durch MEOP erforderlich. Auf diese Weise erzeugt man eine Metastabilendichte im Bereich von  $10^{10} \text{ cm}^{-3}$ , die für effektives optisches Pumpen ausreicht. Unterbricht man den Aufpolarisationsprozeß durch Abschalten des Lasers und beobachtet den zeitlichen Verlauf der Polarisation bei brennender Gasentladung, so fällt auf, daß sie den dominierenden Relaxationsprozeß mit einer Zeitkonstanten in der Größenordnung einiger 100s liefert (vgl. Abbildung 2.3). Diese sogenannte „Hellrelaxation“ wächst ( $T_1^{\text{Hell}}$  nimmt ab) mit der Stärke der Gasentladung. Sie wird durch Anregung der Atome in höhere Energieniveaus verursacht, in denen die Kernspinpolarisation an das Bahndrehmoment koppelt und dort durch Fluoreszenzprozesse und kinetische Stöße depolarisiert. Entsprechend versucht man, ein Optimum zu finden, bei welchem dem Pumpprozeß eine ausreichende Anzahl von  $^3\text{He}^*$  zur Verfügung gestellt wird und gleichzeitig die Depolarisation in Grenzen bleibt [Ott97].

### 3.4 Weitere Relaxationsmechanismen

Einige weitere, beim Aufpolarisationsprozeß nicht dominante, Relaxationsmechanismen sollen der Vollständigkeit halber noch erwähnt werden:

Die magnetische Dipol-Dipol Wechselwirkung zwischen zwei  $^3\text{He}$  Kernen stellt eine druckabhängige, prinzipielle Grenze für die erreichbare Speicherzeit des polarisierten Gases dar. Numerische Berechnungen von Newbury et al. [New93] ergeben eine Abschätzung der Relaxationsrate bei 23 °C von:

$$\Gamma_1^{\text{dipol}} = \frac{p}{\text{bar}} \cdot \frac{1}{817\text{h}} \quad (3.4).$$

Aufgrund der Proportionalität zum Druck  $p$  macht sich dieser Effekt erst bei hohen Drücken und langen Speicherzeiten bemerkbar. Dennoch ist selbst bei 8 bar die Relaxationszeit noch größer als 100h und somit im Polarisationsprozeß vernachlässigbar. Allerdings wurden inzwischen die Relaxationszeiten in Speicherzellen (vgl. Kapitel 6.1) erreicht, bei denen diese Limitierung mit berücksichtigt werden muß.

Weitere Relaxationseffekte treten durch Verunreinigungen des Gases auf [Has00]; so findet sich z.B. in [Saa95] der Zusammenhang für die Depolarisation durch den paramagnetischen, molekularen Sauerstoff  $\text{O}_2$  bei Zimmertemperatur ( $T \approx 295\text{K}$ )

$$\Gamma_1^{\text{O}_2} = \frac{0,45}{\text{s}} \cdot \frac{p_{\text{O}_2}}{\text{amagat}}, \quad (3.5)$$

oder umgerechnet in gebräuchlicheren Einheiten [Den00]:

### Kapitel 3: Relaxationsmechanismen

$$\Gamma_1^{O_2} = 0,406 \frac{p_{O_2}}{1.013\text{bar}} \frac{273K}{T} \left( \frac{299K}{T} \right)^{0,42} \frac{1}{s} \quad (3.6).$$

Diesen zunächst unerwünschten Effekt hat man sich in [Den00] zunutze gemacht und durch Messungen der  $^3\text{He}$  Polarisationsabnahme in der Lunge (vgl. Kapitel 8.1) Zugang zu einem funktionellen Parameter der Lungendiagnostik, der Sauerstoffaufnahme durch Diffusion ins Blut, gewonnen.

Ein weiterer, sehr spezieller Relaxationsterm ist die Relaxation im  $e^-$ -Strahl einer Beschleunigeranlage. Diese wird in Kapitel 8.3.1 noch einmal aufgegriffen und ist im Detail in [Ber01] diskutiert.

## 4. Polarimetrie

Sowohl experimentelle Untersuchungen zum optischen Pumpprozeß, als auch alle Anwendungen und die Produktion selbst erfordern verlässliche Methoden zur Bestimmung des Grades der Kernspinpolarisation. Dabei ist, je nach Anwendung, der Anspruch an das Meßsystem stark unterschiedlich. Es gibt allerdings keine Methode, die alle Bereiche abdecken kann.

Entsprechend werden im folgenden Kapitel die in dieser Arbeit zum Einsatz gekommenen Polarimetriemethoden diskutiert. Eine grobe Einteilung ergibt sich durch den Druckbereich, in dem jeweils gearbeitet werden kann, wobei sich die Methode des optischen Polarisationsnachweises als universellste herausgestellt hat. Obwohl diese nur bei gezündeter Gasentladung und damit bei Drücken um 1mbar anwendbar ist, gelingt es im allgemeinen immer, bereits komprimiertes Gas in das optische Pumpvolumen zurück expandieren zu lassen, um dort bei niedrigem Druck die Polarisation zu bestimmen. Da somit die meisten Messungen mit nur einem Meßgerät durchgeführt wurden, konnte im allgemeinen die Polarisation mit sehr großer relativer Genauigkeit angegeben werden. Dies ist für die in Kapitel 5 vorgestellten Polarisationstransfermessungen von größter Wichtigkeit. Die absolute Genauigkeit von 2% dieser optischen Messung konnte durch Kalibration gegen die genaueste uns zur Verfügung stehende Methode, der Transmissionsmessung am Neutronenstrahl (Kapitel 4.2.3), untermauert werden. Bei dieser in Kapitel 7.1 diskutierten Messung, wurden neben der Polarimetrie auch die Eigenschaften der Transportgefäße und -behälter getestet, sowie der Polarisationstransfer von der Erzeugung der Kernspinpolarisation bis nach dem Transport bestimmt.

### 4.1 Polarimetrie bei niedrigem Druck

#### 4.1.1 Optischer Polarisations-Nachweis (OPN)

Da die Elektronenstoßanregung nicht selektiv ist, wird bei Zünden der Gasentladung unter anderem auch das  $3^1D_2$  Niveau angeregt. Die Lebensdauer dieses Zustandes ist kurz gegen die Ausgleichszeit der Unterniveaus, so daß bei Reemission in den  $2^1P_1$ , die durch Hyperfeinwechselwirkung hervorgerufene, in der Elektronenhülle enthaltene Information über den Kernspin noch transportiert wird. Die Zirkularpolarisation des 668 nm Fluoreszenzlichtes steht im direkten Zusammenhang mit der Kernspinpolarisation und ein Nachweis erfolgt über Messung der Polarisationsseigenschaften des emittierten Lichtes (vgl. Abbildung 4.1). Zu beachten sind in diesem Zusammenhang die depolarisierenden, druckabhängigen Stöße der  $^3He$  Atome. Diese Druckabhängigkeit ist auf 2% genau bekannt und in [Big92] und [Lor93] veröffentlicht. Sie stellt z.Zt. die obere Grenze für die erreichbare Genauigkeit dieser Methode dar.

## Kapitel 4: Polarimetrie

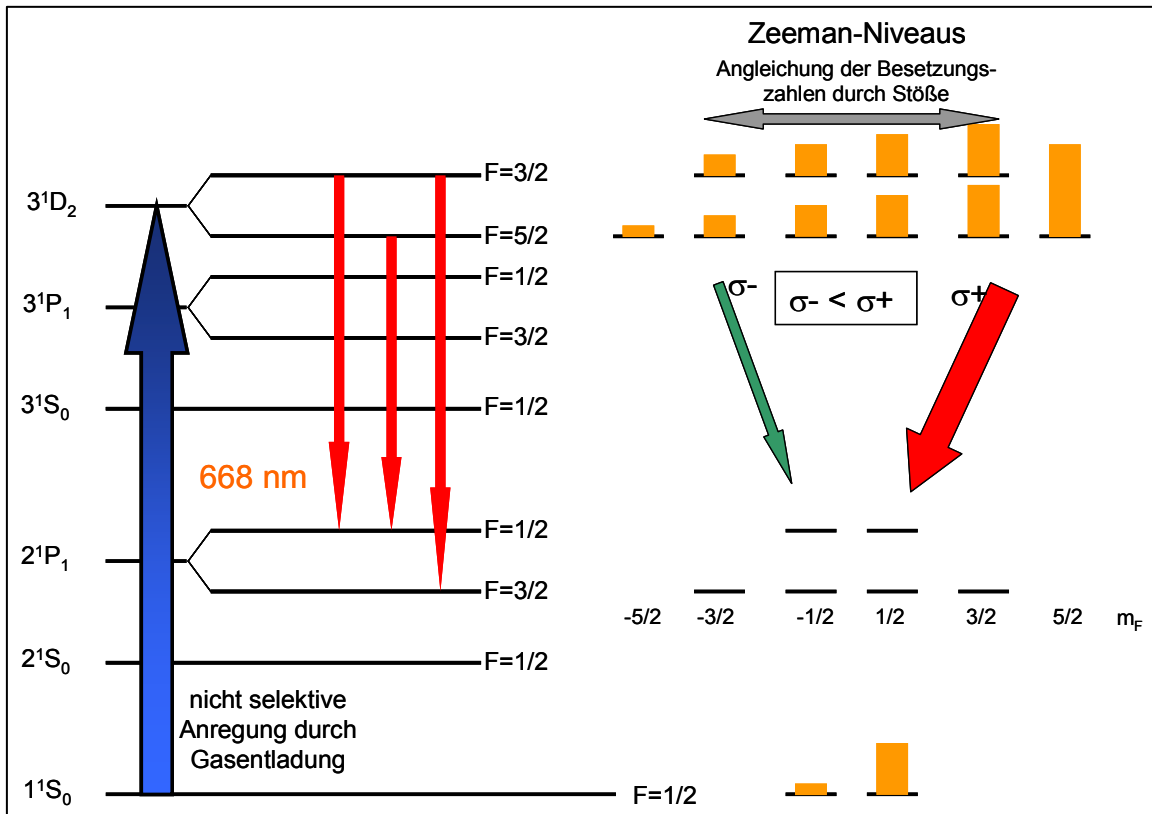


Abbildung 4.1: Niveauschema des  $3^1D_2$  nach  $2^1P_1$  Überganges. Rechts: Die Besetzungszahlen der  $m_F$ -Niveaus ist im  $3^1D_2$  Zustand abhängig von der Kernspinpolarisation des Grundzustandes. Entsprechend des Polarisationsgrades ist die  $\sigma^+$  Komponente des emittierten Fluoreszenzlichtes stärker als die  $\sigma^-$  Komponente.

Entsprechend ergibt sich die Kernspinpolarisation  $P$  aus der Zirkularpolarisation des Fluoreszenzlichtes  $P_L$  mit dem Druckeichfaktor  $\alpha(p)$  aus

$$P = \alpha(p) \cdot P_L \quad (4.1)$$

mit der Parametrisierung ( $p$  in mbar)

$$\alpha(p) = \frac{31,74 \cdot (1 + 2,219p)}{(1 + 2,219p)(1 + 1,843p)^2 + \frac{(1 + 1,843p)(1 + 1,1722p)}{1 + 0,729p} + 7,073 \cdot (1 + 2,594p)} \quad (4.2)$$

Prinzipiell geschieht die Messung der zirkularen Lichtpolarisation durch Umformen in lineare Polarisation mit Hilfe einer ( $\lambda/4$ )-Platte und Bestimmung des linearen Polarisationsgrads mittels eines Analysators. Aus dem Vergleich der Ebene maximaler Intensität  $I_+$  zu der der minimalen  $I_-$ , normiert auf die Gesamtintensität, ergibt sich die Zirkularpolarisation zu

## Kapitel 4: Polarimetrie

$$P_L = \frac{I_+ - I_-}{I_+ + I_-} \quad (4.3).$$

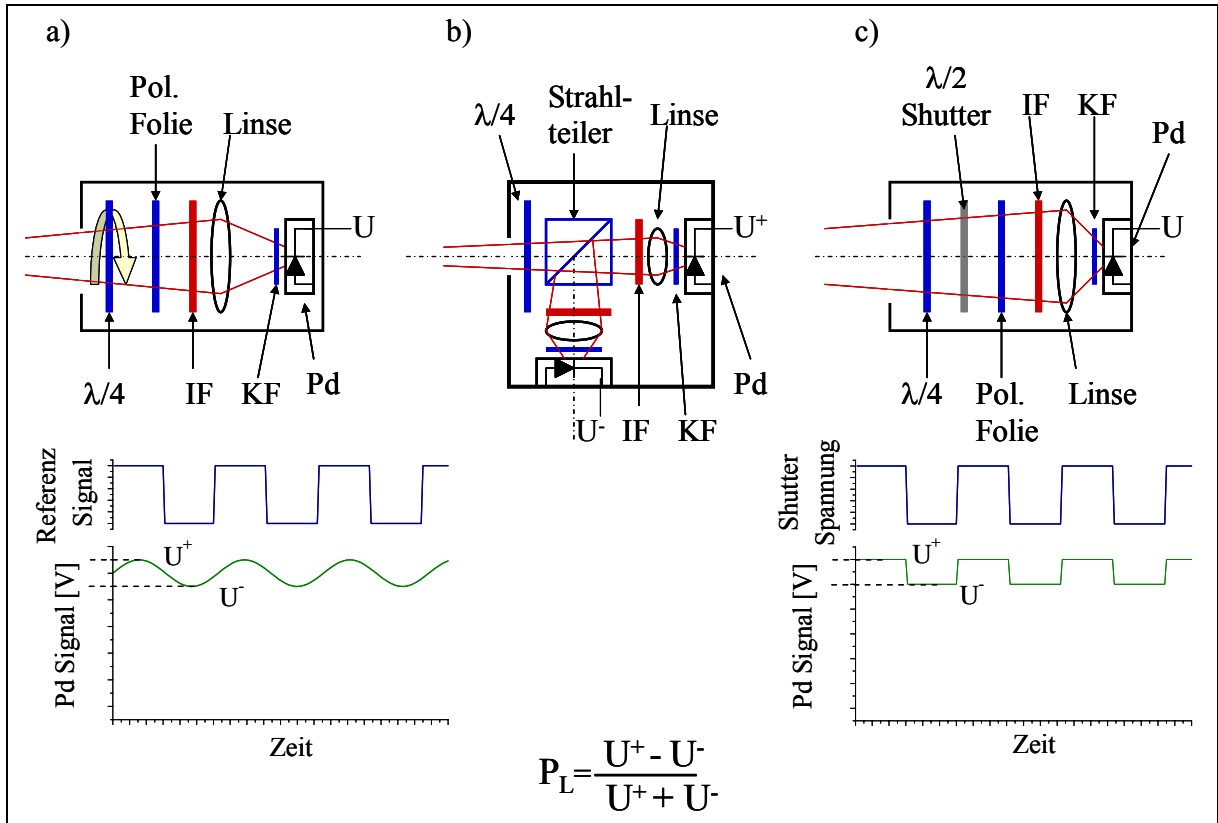


Abbildung 4.2: a) OPN mit rotierender  $\lambda/4$  Folie. b) Aufspalten in linear polarisierte Anteile mit Strahlteiler-Würfel. c) Einsatz eines elektrisch geschalteten Flüssigkeitskristalls als  $\lambda/2$  Platte. Die Intensitäten werden über Photodioden gemessen und liegen dann als Spannung  $U^{\pm}$  vor. (IF: Infrarotfilter, KF: Kantenfilter, Pd: Photodiode).

Die drei von uns verwendeten technischen Realisierungen dieses Meßprinzips, sind in Abbildung 4.2 dargestellt und in [Has00], [Kro02] und [Wol04] diskutiert. Alle Messungen in dieser Arbeit sind mit einem optischen Polarisationsnachweis (OPN) des Prinzips a) durchgeführt worden. Bei diesem geschieht die Transformation in linear polarisiertes Licht mit Hilfe einer rotierenden  $\lambda/4$  Folie. Entsprechend mißt die hinter einer feststehenden Polarisationsfolie angeordnete Photodiode ein mit der doppelten Rotationsfrequenz der  $\lambda/4$  Folie moduliertes Signal, aus dessen Extremwerten dann die Zirkularpolarisation bestimmt werden kann. Um Streulicht zu minimieren und die Intensität des 668 nm Fluoreszenzlichtes zu erhöhen, sind der Photodiode noch Filter und eine Linse vorgeschaltet. Die Analysierstärke des Gerätes wird durch Einstrahlen von 100% zirkularpolarisiertem Licht bestimmt und geht dann in die Messung zusätzlich zum Druckeichfaktor als weiterer Korrekturfaktor ein.

Die Version a) hat sich über 10 Jahre als verlässliches und reproduzierbares System herausgestellt. Dennoch versuchte man von dieser geräuschintensiven, weil pressluftbetriebenen Version wegzukommen und den Einsatz kompakterer und leiserer OPNs zu er-

## Kapitel 4: Polarimetrie

möglichen. Leider zeigte sich, daß Version b) in Abbildung 4.2 sehr sensitiv auf Verkippen reagiert und durch Einsatz von zwei Photodioden, die gegeneinander driften, Probleme in der Langzeitstabilität aufweist. Version c) wiederum wurde durch die optische Güte der verwendeten  $\lambda/2$  Schalter limitiert und kam nicht über den Prototypstatus hinaus (vgl. [Wol04]). Durch Neukonstruktion der Lagerung der rotierenden ( $\lambda/4$ )-Folie im OPN konnte dessen Bauweise mittlerweile kompakter und geräuscharmer realisiert werden. Bei dem in Anhang diskutierten Nachbau des Polarisators kommen fünf derartige Polarimeter zum Einsatz.

In vorangegangenen Arbeiten ([Sur95], [Ebe00]) wird der Fehler der OPN Messung mit  $\Delta P/P = 7\%$  angegeben. Diese hohe Fehlerabschätzung begründete sich zum einen in der in [Big92] berichteten Beobachtung, daß die gemessene Polarisation um ca. 5% reduziert wird, wenn das 668 nm Lichtes nicht ausschließlich aus dem Zentrum der dort verwendeten kurzen ( $l = 5\text{cm}$ ,  $r = 2,5\text{cm}$ ) Pumpzelle kommt und zum anderen aus in [Mie92] diskutierten Untersuchung über die Veränderung des Polarisationsgrades des Lichts durch Reflexion an den Wänden der Glasgefäße.

Diese Effekte sind mit Sicherheit abhängig vom jeweiligen Versuchsaufbau, so daß der Einfluß auf die OPN Polarisationsmessung an dem in Kapitel 5 beschriebenen System gesondert untersucht wurde.

Dazu wurde das gesamte optische Pumpvolumen (OPV) aufpolarisiert und an der 240 cm langen Pumpzelle #5 des in Kapitel 5 beschriebenen Polarisators (vgl. Abbildung 5.8) eine Polarisation von  $P = 75,5\%$  gemessen. Als nächstes wurden die dem OPN am nächsten liegenden etwa 25 cm der Gasentladung ausgeschaltet. Dabei sank das Lichtintensitätssignal von 0,376V auf 0,288V. Die Polarisation änderte sich jedoch nicht. Nach Abschalten der letzten 50 cm Gasentladung verminderte sich die gemessene Polarisation auf  $P = 74,5\%$  ( $U = 0,217\text{V}$ ). Diese Verminderung kann der realen Depolarisation des Gases in dem, dann nicht mehr gepumpten, Volumen ohne Gasentladung zugeschrieben werden. Sie ist also nicht durch Verfälschen der Lichtpolarisation hervorgerufen, wie aus Raumwinkelgründen zu erwarten.

Ausschalten eines mittleren Teils der Gasentladung mit ca. 20 cm Länge ergab keinen Effekt in der Polarisation und nach Abschalten von 100cm Gasentladung auf der OPN Seite war die ankommende Lichtintensität im Bereich von 60 mV und somit nicht mehr auswertbar. Dies zeigt, daß in diesem Aufbau im wesentlichen nur Fluoreszenzlicht aus OPN nahen Teilen der Pumpzelle nachgewiesen wird, während mindestens 60% des gepumpten Volumens nicht zu Polarisationsmessung beitragen und diese damit auch nicht durch Spiegelung verfälschen.

Damit ist in diesem System die absolute Unsicherheit der Polarimetrie mit dem in Abbildung 4.2 a) skizzierten OPN im wesentlichen durch die Unsicherheit im Druckeichfaktor mit 2% bestimmt. Fehler durch Dejustagen, Kurz- und Langzeitdrifts sind vernachlässigbar.

Verschiedene Vergleichsmessungen mit weiteren unabhängigen Polarimetriemethoden (siehe Kapitel 4.1.2, 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3, 7) bestätigen dies.

#### 4.1.2 Polarimetrie mittels eines Monomode Laserstrahls

Da es bei Kernspinpolarisation zu Veränderungen in den Besetzungszahlen der entsprechenden Zeeman-Zustände kommt, ändert das polarisierte Gas auch seine Absorptions- bzw. Transmissionseigenschaften für eingestrahltres resonantes Licht in Abhängigkeit des Polarisationsgrades. So wird z.B. bei 100% Polarisation kein  $\sigma^+$ -Licht mehr absorbiert. Die Absorption von  $\sigma^-$ -Licht erreicht dagegen ein Maximum. Wesentliche Voraussetzung für eine Polarimetrie mittels dieser Methode ist allerdings die genaue Kenntnis der relevanten Parameter, wie z.B. die optische Dichte der absorbierenden metastabilen Atome im  $^3S_1$ -Zustand und die Strahleigenschaften des Testlasers. Von Vorteil ist dabei die Monochromanie der benutzten Laserdiode, die nur im Zentrum einer einzigen Hyperfeinkomponente (C8 oder C9) anregt und mit einer Intensität von weniger als  $100 \mu\text{W}/\text{cm}^2$  kaum einen Pumpeffekt erzeugt. Man kann daher von einem vollkommenen Spintemperaturgleichgewicht (vgl. Kapitel 2.1.2) zwischen den Besetzungszahlen des metastabilen und des Grundzustandes bei der Berechnung der Polarisation ausgehen. Ebenso essentiell ist eine gleichmäßig brennende Gasentladung, da anderenfalls eine schwankende Metastabilendichte die Ergebnisse verfälscht. Theorie und Fehleranalyse sind in [Big92], [Roh94] und [Wol04] näher ausgeführt. Hier soll noch kurz auf eine Vergleichsmessung mit dem oben vorgestellten OPN eingegangen werden. Abbildung 4.3 zeigt den prinzipiellen Aufbau der Messung.

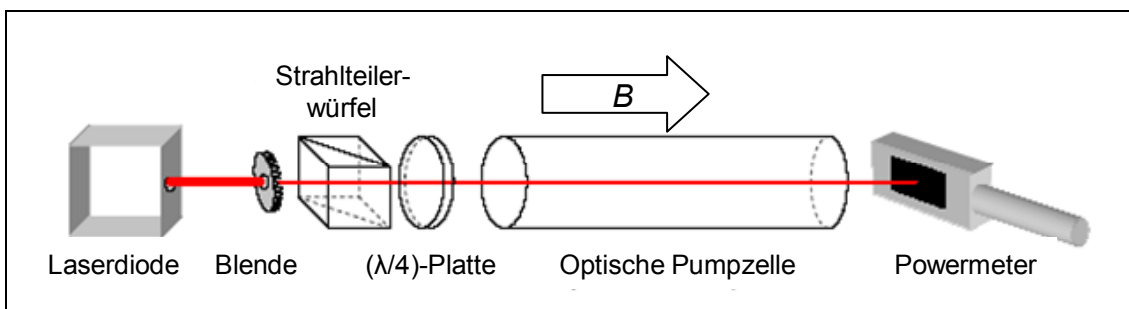


Abbildung 4.3: Schematischer Aufbau zur Polarisationsmessung durch Absorption. Ein resonanter monomode Laserstrahl wird teilweise ausgeblendet und mittels Strahlteilerwürfel und  $\lambda/4$  Platte hochgradig zirkular polarisiert. Ein Powermeter bestimmt die durch die optische Pumpzelle transmittierte Leistung. Durch Drehen der  $\lambda/4$  Platte können  $\sigma^-$  und  $\sigma^+$  Licht eingestrahlt werden.

Bei verschiedenen Gleichgewichtspolarisationen im System konnte die Polarisation zunächst durch die Absorptionsmethode gemessen und unmittelbar danach, durch Austauschen des Powermeters durch den OPN, auch optisch bestimmt werden.

Aufgrund der niedrigen Leistungsdichte des Probestrahls von  $100 \mu\text{W}/\text{cm}^2$  sind die Voraussetzungen des Spintemperaturgleichgewichtes (vgl. Kapitel 2.1.2) erfüllt und es gelten für die Absorptionskoeffizienten für den C9 Übergang [Roh94]

$$A^+ = \frac{3+x}{1+2x+2x^2+x^3} \quad (4.4)$$

## Kapitel 4: Polarimetrie

$$A^- = \frac{x^2 + 3x^3}{1 + 2x + 2x^2 + x^3} \quad (4.5).$$

Die transmittierte Intensität  $T^\pm$  ergibt sich dann aus dem Beerschen Absorptionsgesetz mit

$$T^\pm = I_0 \exp\left\{\frac{3}{2} \ln\left[\frac{T}{T_0}\right] A^\pm\right\} \quad (4.6).$$

Ein vollständiger Satz an Daten für eine Absorptionsmessung besteht dabei aus Intensität des Laserstrahls  $I_0$ , der Transmission bei unpolarisiertem Gas  $T_0$  und der polarisationsabhängigen Transmission bei zirkularpolarisiertem Licht, wobei zunächst unerheblich ist, ob man  $\sigma^+$ - oder  $\sigma^-$ - Licht betrachtet.

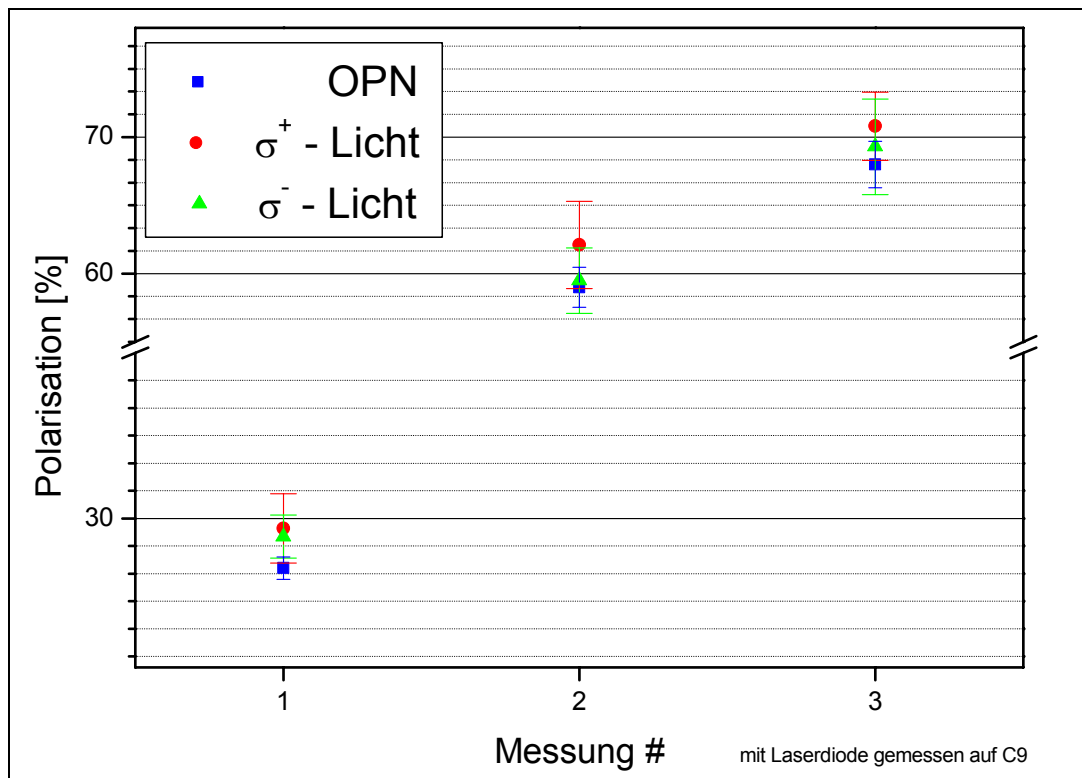


Abbildung 4.4: Vergleich der Absorptionsmessung mit Monomode-Laser und OPN. Die Ergebnisse der Absorptionsmessung mittels Monomode-Laserstrahl sind mit roten Punkten (für  $\sigma^+$ -Licht) und grünen Dreiecken (für  $\sigma^-$ -Licht) dargestellt. Blaue Quadrate kennzeichnen die Ergebnisse der OPN-Messung. In diesem speziellen Fall der Messung am Polarisator wurden die 4 unteren Pumpzellen der OPV gepumpt, während der Probestrahl durch die obere OPZ 3 geführt wurde (vgl. Abbildung 5.8).

Durch entsprechendes Drehen des  $\lambda/4$  Plättchens wurden in hier vorgestellter Messung (Abbildung 4.4) zeitnah beide Zirkularpolarisationsrichtungen gemessen und dadurch pro Messung zwei Polarisationswerte gewonnen. In einem weiten Polarisationsbereich stimmen die Meßpunkte im Rahmen ihrer Fehler sehr gut überein.



## Kapitel 4: Polarimetrie

Der systematisch zu tiefe Wert der OPN-Messung kann dabei auf Fehler bei der Bestimmung der OPN Effizienz hinweisen. Diese können durch Ungenauigkeiten des zum Einstrahlen von 100% polarisierten Lichtes benutzten Eichstandards auftreten.

### 4.2 Polarimetrie bei hohem Druck

#### 4.2.1 Polarimetrie durch Magnetfeldmessung

Das magnetische Moment  $\mu_{3\text{He}} = 1,074642 \cdot 10^{-26} \text{ Am}^2$  eines  $^3\text{He}$ -Kerns richtet sich in einem äußeren Führungsfeld entlang der Hauptachse aus, wobei die Richtung (parallel oder antiparallel) abhängig von seinem Spinzustand ist. Bei unpolarisierten Gasproben (Boltzmannpolarisation  $P_{\text{Boltz}} \approx 10^{-6}$ ; vgl. (2.2)) ist deshalb nur der äußerst schwache paramagnetische Kernmagnetismus (z.B. als Kernresonanz) beobachtbar. Das ändert sich bei Kernspinpolarisationen nahe Eins. Eine typische sphärische Probe mit  $P = 60\%$  Polarisation, einem Volumen  $V = 1 \text{ l}$ , einem Druck  $p$  von 1 bar bei Zimmertemperatur erzeugt an ihrer Oberfläche ( $r = 6,2 \text{ cm}$ ) nach der Formel

$$B_{3\text{He}} = \frac{2\mu_{3\text{He}}}{r^3} \cdot \frac{p \cdot V}{kT} \cdot P \quad (4.7)$$

ein Feld von  $B_{3\text{He}} = 1,3 \text{ mG}$  (mit Boltzmannkonstante  $k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$  und allen Parametern in SI Einheiten).

Cohen-Tannoudji führte bereits 1969 [Co69] eine entsprechende Polarisationsbestimmung mittels Magnetfeldmessung durch. Aufgrund der damals sehr niedrigen Polarisation von ca. 5% und einem Druck von nur 3 Torr mußten Magnetfelder von nur  $B \approx 6 \cdot 10^{-5} \text{ mG}$  gemessen werden. Dies gelang mit Hilfe eines  $^{87}\text{Rb}$ -Magnetometers mit einer Sensitivität von  $10^{-9} \text{ G}$ . Sowohl die Polarisation, als auch die Relaxationszeit  $T_1$  konnten mit dieser Methode bestimmt werden.

Aufgrund des heute sehr viel höheren erwarteten Magnetfeldes im mG-Bereich stellen derartige Messungen einen sehr viel kleineren technischen Aufwand dar.

Im Rahmen der hier vorgestellten Messungen kamen Sättigungskernmagnetometer (Förstersonden) der Firma Bartington Instruments zum Einsatz. Eine ausführliche Diskussion dieser Sonden findet sich in [Wil95].

Im Gegensatz zu den Nullfeldmessungen von Cohen-Tannoudji befinden sich die Proben hier in einem Haltefeld von einigen Gauß. Es ist also notwendig das zu messende mG-Signal aufzulösen. Dazu können zwei Methoden verwendet werden. Die erste klappt während der Messung mittels AFP (Adiabatic Fast Passage) die  $^3\text{He}$ -Spins um  $180^\circ$ . Entsprechend ändert sich das gemessene Gesamtfeld gerade um  $2B_{3\text{He}}$ , da einmal das  $^3\text{He}$ -Feld zum Gesamtfeld addiert und einmal subtrahiert wird.

Bei der zweiten, sogenannten „Wedelmethode“ wird der Feldsprung aufgenommen, der auftritt, wenn die polarisierte Probe an die Sonde gebracht, bzw. von ihr entfernt wird (Abbildung 4.5). Bei einer leicht abgeänderten Messung wird die Änderung des Feldes im Moment der Füllung des Behälters mit polarisiertem  $^3\text{He}$  gemessen (Abbildung 4.6). Dies kann allerdings nur entweder direkt an der Füllstation durchgeführt werden oder benötigt einen relativ aufwendigen zusätzlichen Aufbau, um sicher zu stellen, daß beim

## Kapitel 4: Polarimetrie

Ein- bzw. Umfüllen des Gases keine Verunreinigungen auftreten und der Druck mit ausreichender Genauigkeit bestimmt werden kann.

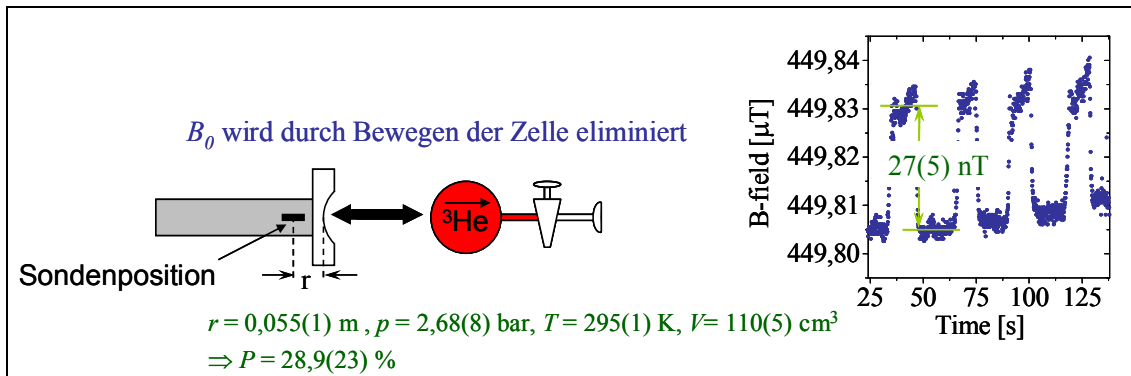


Abbildung 4.5: Polarimetrie mit der „Wedelmethode“, die Meßkurve zeigt die erwarteten Sprünge und eine deutliche Drift des äußeren Feldes.

Da der Spinklapp bei der AFP innerhalb 100 – 200 ms durchgeführt werden kann, ist diese Methode relativ unsensitiv auf eine langsame Drift des äußeren Magnetfeldes. Die Meßzeit bei der Wedelmethode hingegen liegt im Bereich 5-30 s. Abbildung 4.5 zeigt deutliche Felddrift zwischen den Feldsprüngen. Entsprechend schwer ist es die tatsächliche Felddifferenz genau zu bestimmen. Um diese Problematik zu minimieren kommen z.Zt. zwei Sonden zum Einsatz. Dabei wird eine der Förstersonden an einem magnetischen Pol der Zelle positioniert, während die andere am Äquator angebracht wird. Dadurch sind die Feldrichtungen, die vom  $^3\text{He}$  in den Sonden induziert werden entgegengesetzt ausgerichtet, mit dem Vorteil, daß man nun durch Subtrahieren der Feldern in einer Gradientenschaltung der beiden Sonden das umgebende Haltefeld eliminieren kann, vorausgesetzt, daß dessen Drift an den jeweiligen Sondenpositionen gleich ist bzw. externe Störungen auch zu simultanen Änderungen über diesen Bereich führen. Im Detail ergibt sich unter Berücksichtigung, daß das durch das  $^3\text{He}$  erzeugte Feld am Äquator gerade halb so groß ist, wie das an den Polen, folgende Meßvorschrift:

- i) Bestimmung des Offsets durch Differenzbildung der Sondenmeßwerte  $B^1$  und  $B^2$  ohne polarisiertes Gas:

$$B_{\text{off}} = B_0^1 - B_0^2 \quad (4.8).$$

- ii) Messung der Felder mit polarisiertem Gas und Differenzbildung:

$$\Delta B = B^1 - B^2 = \frac{3}{2} B_{3\text{He}} + B_{\text{off}} \quad (4.9).$$

- iii) Entsprechend ergibt sich das  $^3\text{He}$ -Feld zu

$$B_{3\text{He}} = \frac{2}{3} (\Delta B - B_{\text{off}}) \quad (4.10).$$

Der Vergleich der in Abbildung 4.5 und Abbildung 4.6 gezeigten Meßgraphen dokumentiert das weitgehende Unterdrücken der externen Drift. Auch macht sich die Unterdrückung globaler höherfrequenter Feldfluktuationen in dieser Differenzmessung durch ein viel besseres Signalrauschverhältnis bemerkbar. Dadurch werden mit dieser Methode auch Langzeitmessungen wie z.B. die Bestimmung der Relaxationszeit prinzipiell möglich. Bei dem Versuch einer technischen Realisierung zeigte sich allerdings, daß

## Kapitel 4: Polarimetrie

aufgrund der wegen der Zellengröße notwendigen großen räumlichen Trennung der beiden Sonden, selbst innerhalb von geschirmten  $\mu$ -Metallbehältern, deren Magnetfeld im Inneren von Permanentmagneten erzeugt wurde (vgl. Kapitel 6.1.3), keine hinreichend stabile Feldkompensation über diese lange Zeit möglich war. Um derartige Messungen erfolgreich durchzuführen, wären entsprechend größere Anstrengungen zur Schirmung und Kompensation notwendig.

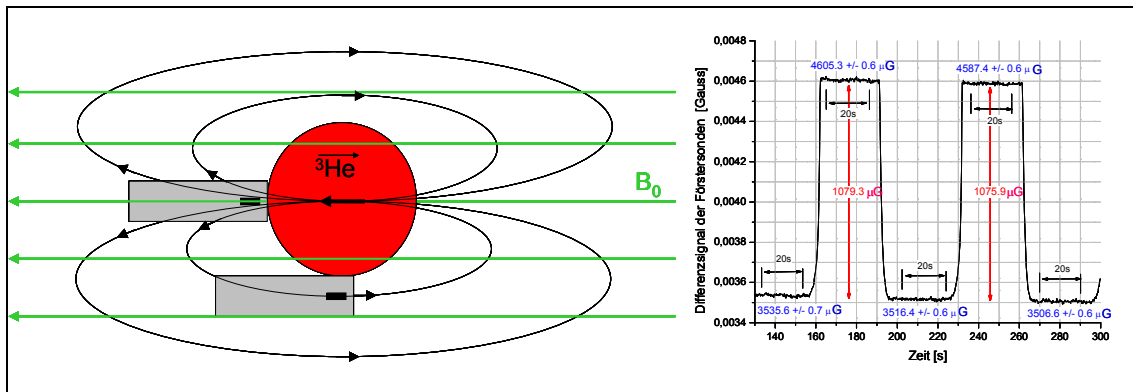


Abbildung 4.6: Polarimetrie mit zwei Förstersonden. Links: Die Lage der Sonden innerhalb des ummantelnden Kunststoffgehäuses (grau) ist durch schwarze Rechtecke angedeutet. Sie konnte durch Messungen nur auf  $\pm 0,5\text{mm}$  bestimmt werden und limitiert somit die Genauigkeit der Absolutpolarisationsmessung. Relative Messungen werden dadurch nicht beschränkt. Rechts: Differenzsignal, gemessen während zweimaligen Ein- und Auslassen von 2 bar polarisiertem  $^3\text{He}$ s in eine 1 l Zelle bei einem Polarisationsgrad von ca. 60%.

Die absolute Genauigkeit dieser Messung ist allerdings aufgrund der Vielzahl von benötigten und selbst fehlerbehafteten Größen beschränkt. Schätzt man, unter Berücksichtigung der Ungenauigkeiten der Druckmessung, der Sondenpositionen und deren Ausrichtung zum äußeren Feld, der Form und des Volumens der Zelle, der Variationen der Zellenwanddicke und der Temperatur, die Absolutgenauigkeit ab, so erwartet man einen relativen Fehler der Größenordnung 10%. Eine exemplarische Messung vom Dezember 2003 [BatD] ergab eine Polarisation von  $P_{\text{mag}} = (53 \pm 4)\%$ . Das so gemessene  $^3\text{He}$  wurde zeitnah in die OPV zurückgeschleust und dort die Polarisation mit der in Kapitel 4.1.1 beschriebenen Methode des optischen Nachweises auf  $P_{\text{OPV}} = (52 \pm 1)\%$  bestätigt. Mittels derartiger Kalibrationsmessungen kann die Genauigkeit der Polarimetrie durch Magnetfeldmessung entsprechend verbessert werden. Eine Kalibration ist aber nur in einem fest montierten Aufbau sinnvoll, da Auf- und Abbauen bzw. der Betrieb als mobile Polarimetrieinheit die oben aufgezählten sensiblen Parameter verändern würde. Nichtsdestotrotz ist der Einsatz dieser Methode als mobile Einheit in vielen Fällen, bei denen diese Genauigkeit ausreicht, durchaus sinnvoll.

### 4.2.2 Induktionsstoßpolarimetrie

Wie in 4.2.1 bereits eingeführt wurde, erzeugt eine Probe von polarisiertem  $^3\text{He}$  ein makroskopisches Magnetfeld in Abhängigkeit der Gasmenge und des Polarisationsgrades. Beim Durchgang durch eine Spule kommt es deshalb zu einem Induktionsspannungstoß

$$\int_{t_0}^{t_1} U_{\text{ind}} dt = - \int_{t_0}^{t_1} \dot{\Phi} dt = - \int_{A t_0}^{t_1} n \cos \varphi \mu_0 \dot{M} dA = -nA\mu_0(M_1 - M_0) \quad (4.11)$$

mit der Querschnittsfläche des gasführenden Rohres  $A$ , der Windungszahl  $n$  und dem Winkel  $\varphi$  zwischen Spulennachse und der Magnetisierung  $M$  (s. Abbildung 4.7).

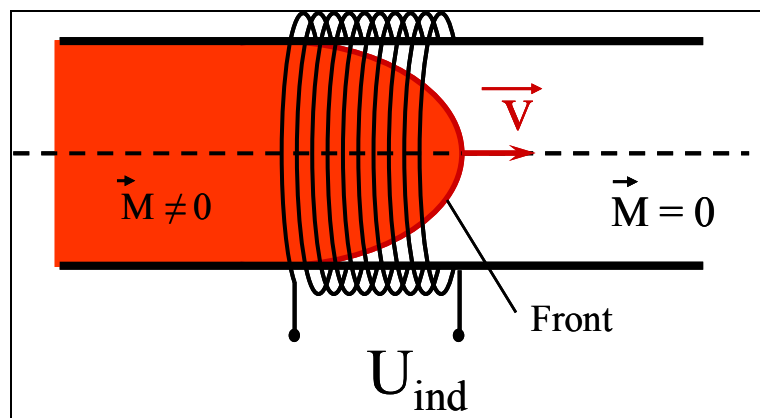


Abbildung 4.7: Prinzip der Bestimmung der Magnetisierung eines strömenden Mediums durch Messung des Induktionsspannungstoßes beim Durchgang der Front durch eine Spule.

Man sieht hier direkt, daß dieses Verfahren für alle magnetisierten Gase und Flüssigkeiten anwendbar ist. Für  $^3\text{He}$  ergibt sich die Polarisation daraus unter der Annahme  $M_0=0$  (d.h. das vorgelagerte Gas habe keine nennenswerte Magnetisierung) zu

$$P = - \frac{1}{\left(\frac{dN}{dV}\right)\mu_0\mu_N} \frac{1}{nA\cos\varphi} \int_{t_0}^{t_1} U_{\text{ind}} dt \quad (4.12).$$

Dabei ist  $\mu_0 = 1,257 \cdot 10^{-6}$  Vs/Am die magnetische Feldkonstante,  $\mu_N$  das magnetische Dipolmoment des Teilchens und  $(dN/dV)$  die Teilchendichte.

Die in [Fil01] durchgeführten Simulationen zeigen, daß für eine Induktionsspannung von  $\sim 10\mu\text{V}$  eine Windungszahl von  $n = 7500$  benötigt wird. Die daraus resultierenden hohen Ansprüche an Verstärkerelektronik und Meßaufbau wurden für Messungen in Haltefeldern der Größenordnung weniger Gauß in [Fil01] gelöst und erste Messungen diskutiert. Dabei ist der gasführenden Induktionsspule eine zweite, baugleiche aber entgegengesetzt geschaltete hinzugefügt, um die durch Vibrationen der Spule im Magnetfeld

## Kapitel 4: Polarimetrie

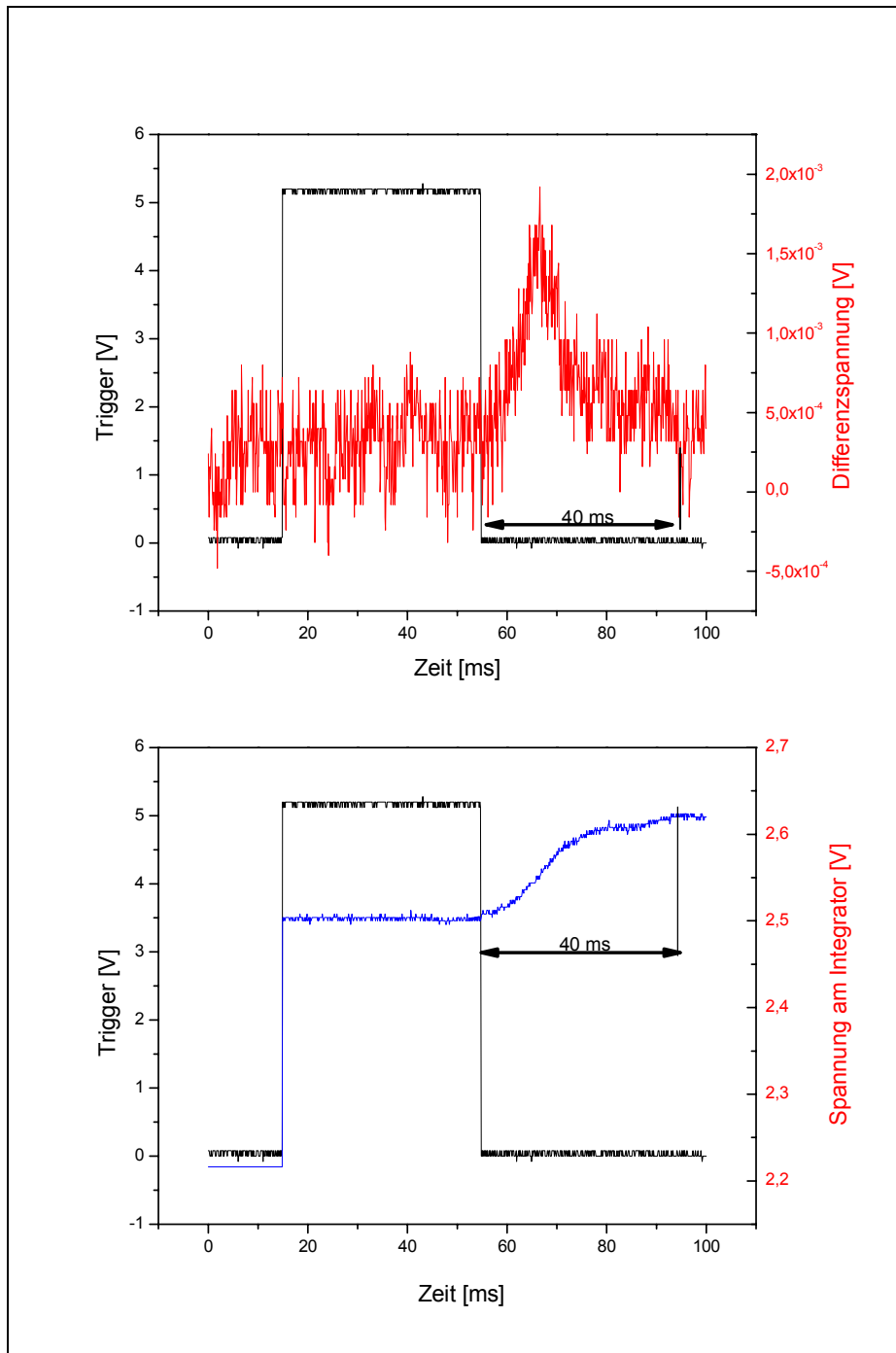


Abbildung 4.8: Oben: Signalverlauf (rot) der verstärkten Induktionsspannung beim Durchgang der  $^3\text{He}$  Front durch die Induktionsspule in einem Haltefeld von 8 Gauß. Unten: Zeitintegral der Spannung (blau). In beiden Bildern ist zusätzlich das Triggersignal (schwarz) dargestellt. Es wird in über ein Zeitintervall von 40ms nach der abfallenden Flanke des Triggers integriert.

## Kapitel 4: Polarimetrie

erzeugten Störsignale (sog. Mikrophonie) zu minimieren. Aus diesem exakt parallel montierten Spulenpaar resultiert eine ausreichende Rauschunterdrückung, die die Polarisationsbestimmung im 8 Gauß Haltefeld erlaubt (siehe Abbildung 4.8).

Das in Abbildung 4.8 gezeigte Spannungsintegral entspricht einer Polarisation von  $P = 25,6 \pm 1,6\%$ .

Bei Tests im supraleitenden 1,5T Tomographenmagneten [Bor04] zeigte sich allerdings, daß Vibrationen, seitens des integrierten Heliumverflüssigers leider bereits zu Mikrophonieeffekten führten, die deutlich größer als das zu erwartende Signal sind (Abbildung 4.9). Deshalb wird zunächst die Optimierung dieser Methode in moderaten Feldern um 10 Gauß außerhalb des Tomographen vorangetrieben (vgl. 8.1.3). Dies ist Gegenstand einer laufenden Diplomarbeit [Bor04], die im Rahmen dieser Dissertation betreut wurde.

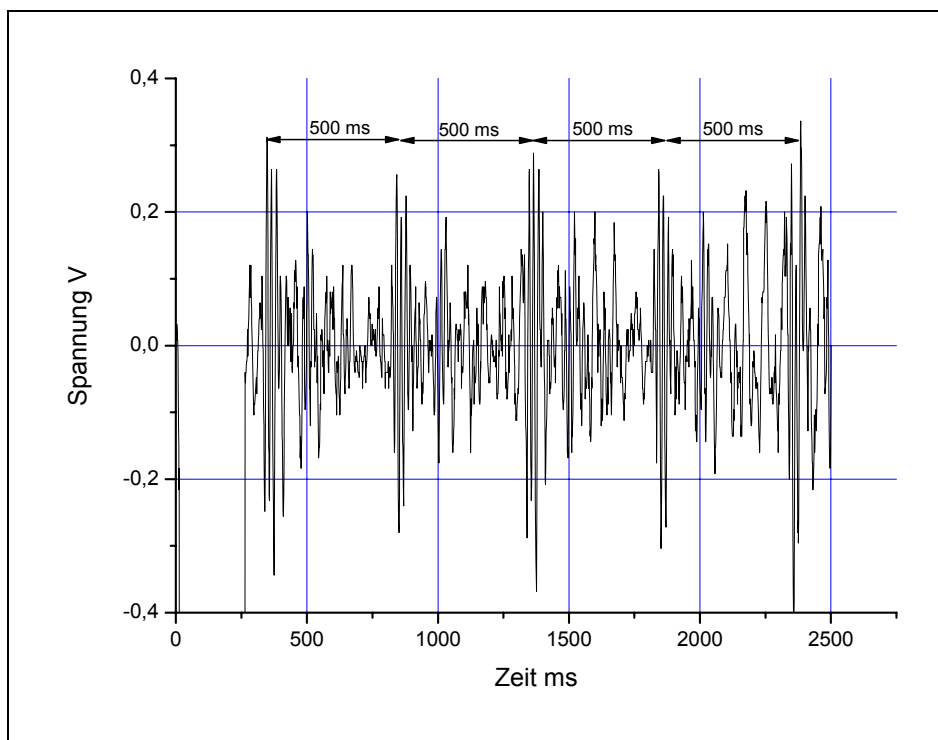


Abbildung 4.9: Mikrophonieeffekte der Induktionsspulen im 1,5T MR-Feld. Die durch die Pumpen für das flüssige Helium des supraleitenden Magneten erzeugten Störspitzen im Abstand von 500ms sind um etwa einen Faktor 10 höher, als das erwartete  $^3\text{He}$  Signal.

### 4.2.3 Transmissionspolarimetrie am Neutronenstrahl

Die spinabhängigen Transmissionseigenschaften von polarisiertem  $^3\text{He}$  für Neutronen ermöglichen den Einsatz als Neutronenspinfilter (NSF). Da Transmission und Analyserstärke abhängig vom Kernspinpolarisationsgrad des  $^3\text{He}$  sind, kann man durch Bestimmung der Neutronentransmission umgekehrt auch die Polarisation des  $^3\text{He}$  ermitteln. Dabei ist es möglich den Neutronenspinfilter als Analysator der dann vollständig antiparallel polarisierten Neutronen einzusetzen oder, wie in unserem Fall, einen „weißen“ Neutronenstrahl mit dem NSF zu polarisieren und den Polarisationsgrad der aus tretenden Neutronen zu bestimmen. Die transmittierte Intensität der Neutronen ergibt sich mit

$$T_N = I_0 \cdot e^{-x} \cosh(xP) \quad (4.13).$$

Dabei gehen in die Opazität  $x$  der Gasdruck  $p$ , die Länge der Zelle  $L$ , die DeBroglie-Wellenlänge der Neutronen  $\lambda$  und der Absorptionsquerschnitt ein [Sur97]:

$$x = 0,0733 \cdot p[\text{bar}] \cdot L[\text{cm}] \cdot \lambda[\text{Å}] \quad (\text{bei } T=20^\circ \text{ C}) \quad (4.14).$$

Alle Parameter sind durch Messung der Transmissionen ohne Zelle  $I_0$ , mit polarisiertem Gas  $T_N(P)$  und mit unpolarisiertem Gas  $T_N(0)$  bestimmt. Aus  $I_0$  und  $T_N(0)$  ergibt sich dann die Opazität  $x$  und mit (4.13) die Polarisation. Ein entscheidender Vorteil dieser Messung ist, daß alle fehlerbehafteten Parameter wie Druck, Temperatur und Volumen nicht benötigt werden. Da die Neutronenstrahleigenschaften sehr gut bekannt sind, gelingt die Messung mit einem relativen Fehler kleiner 1%. Aufgrund dieser Genauigkeit bietet sich eine Vergleichsmessung, bzw. Kalibrierungen anderer Methoden an.

In unserem Fall wurde der in 4.1.1 besprochene OPN gegen die Transmissionsmethode geeicht. Diese Messung und ihre Ergebnisse werden in Kapitel 7.1 diskutiert.

## 5. Der Polarisator

Zunächst soll ein Überblick des Polarisators und seiner prinzipiellen Funktionsweise gegeben werden. Die folgenden Unterkapitel beschreiben dann im Detail die einzelnen Teilbereiche.

Abbildung 5.1 zeigt schematisch die Polarisierungseinheit (Stand 2004) mit den wesentlichen Baugruppen: Gasvorhalte- und Reinigungseinheiten, dem optischen Pumpvolumen (OPV), der Optik samt Lasern, dem Kompressor und dem Zwischenspeicher. Die Spulenkonstruktion zur Erzeugung des homogenen Führungsfeldes ist nicht zu sehen, wird aber im Folgenden besprochen. Das Konzept wurde in [Ebe00] entwickelt und vorgestellt, sowie die Leistungsfähigkeit des Polarisators in seiner ersten Entwicklungsstufe diskutiert. Obwohl die damals gewünschte Leistung erreicht wurde, zeigte diese Arbeit, daß in diesem Polarisationskonzept ein weit größeres Potential steckt, das es zu nutzen galt.

Durch Neubau bzw. Modifizierungen an den meisten der oben aufgezählten Baugruppen wurden in den letzten Jahren erhebliche Verbesserungen in Produktionsrate, maximaler Polarisation, Polarisationstransfer, Gasreinheit und Handhabung erreicht (vgl. Abbildung 5.9).

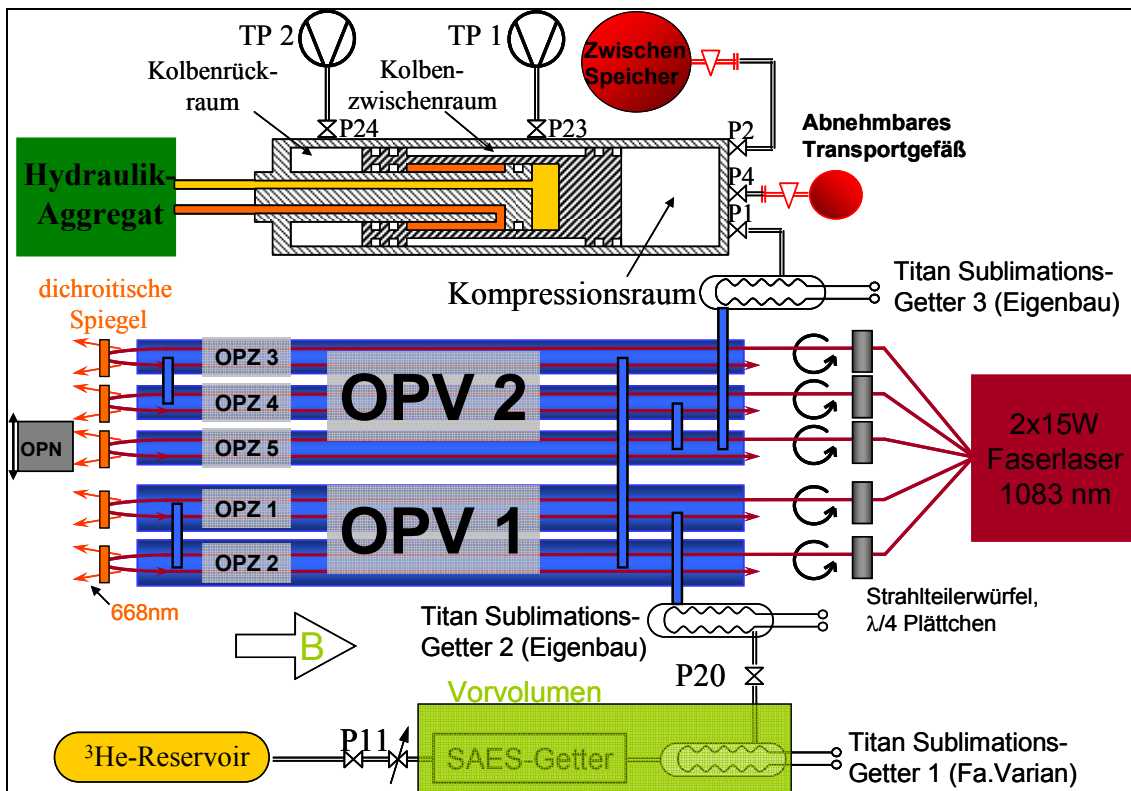


Abbildung 5.1: Schematische Darstellung des Polarisators; Stand 2004

In Kapitel 2 wurde ausgeführt, daß neben dem vom Pumplicht abhängigen aufbauendem Term auch einige Relaxationsterme in der Polarisationsratengleichung zu berücksichtigen sind.



## Kapitel 5: Der Polarisator

sichtigen sind, die gemeinsam die Gleichgewichtspolarisation festlegen. Diese fanden in die Konstruktion des Polarisators Eingang, indem versucht wurde, ihren Einfluß durch entsprechende Wahl des Materials und Anordnung der Baugruppen im homogenen Führungsfeld zu minimieren. Um die Relaxation durch magnetische Feldgradienten herabzusetzen sind alle innerhalb des Führungsfeldes platzierten Teile, insbesondere solche, die im direktem Kontakt mit polarisiertem  $^3\text{He}$  stehen, Eigenkonstruktionen. So sind z.B. alle im Einsatz befindlichen Ventile und der Kompressorkopf aus Reintitan gefertigt und pressluftgetrieben. Die unterschiedlichen Ansprüche der einzelnen Baugruppen werden in den folgenden Unterkapiteln vertieft.

Der eigentliche Produktionsprozeß ist PC-gesteuert und automatisiert. Prinzipiell wiederholt der Polarisator einen zeitgesteuerten Zyklus so lange, bis die gewünschte Menge an hochpolarisiertem  $^3\text{He}$  erzeugt ist. Dabei ist auf möglichst hohes Ausnutzen der angebotenen Laserleistung, sowie durch entsprechende Materialwahl auf maximalen Polarisationstransfer geachtet worden.

Um effizienter zu polarisieren, wurde das gesamte optische Pumpvolumen (OPV) in zwei gleich große Volumina aufgeteilt und das Kompressionsvolumen entsprechend angepaßt. Diese drei jeweils ca. 15l großen Bereiche ermöglichen ein „fraktioniertes optisches Pumpen“, bei dem das  $^3\text{He}$  immer die doppelte Zykluszeit dem Laserlicht ausgesetzt wird.

Aus den variablen Reservoirien wird exakt die Menge  $^3\text{He}$  in das Vorvolumen eingebracht, die auch in den Kompressionsraum fließen wird. So wird der Druck in der OPV konstant gehalten. Gleichzeitig wird das Gas in einer Reihe von Gettern vorgereinigt. Das parallele Öffnen der Ventile P20 und P11 (Abbildung 5.1) läßt das hochpolarisierte  $^3\text{He}$  aus OPV2 in den Kompressor fließen, während das vorpolarisierte Gas aus OPV1 nach OPV2 strömt, um dort im nächsten Zyklus auf maximale Polarisation gepumpt zu werden. Unpolarisiertes  $^3\text{He}$  ersetzt das Gas in OPV 1.

Der Fluß des Gases durch den Polarisator und damit auch die Produktionsrate kann durch Variation der Zyklusdauer und des  $^3\text{He}$ -Druckes in der OPV beeinflußt werden. Von diesen Größen ist auch die erreichte Endpolarisation abhängig. Sie werden den jeweiligen Anforderungen angepaßt.

Das vom Kompressor angesaugte polarisierte  $^3\text{He}$  wird zunächst in den Zwischenspeicher verdichtet bis die gewünschte Menge polarisiert ist, um von dort in den Kompressor zurück geleitet und in die Transportzelle (Target) komprimiert zu werden. Die Kompressionseinheit ist dabei so ausgelegt, daß Targetdrücke bis zu 10 bar realisiert werden können.

### **5.1 Das Führungsfeld**

In Kapitel 3.1 wird die Relaxation durch Magnetfeldgradienten beschrieben. Gleichung (3.3) zeigt deren Proportionalität zum relativen radialen Magnetfeldgradienten und dem reziproken Gasdruck. Um maximale Polarisation im Zwischenspeicher zu erhalten, ist es notwendig, die polarisationsführenden Baugruppen des Polarisators in einem Magnetfeld ausreichender Homogenität zu plazieren. Die gradientenbedingte Relaxationsrate  $1/T_1^{\text{grad}}$  soll vernachlässigbar klein gegenüber anderen relaxierenden Prozessen sein. Aufgrund der im Vergleich zur angestrebten  $T_1^{\text{grad}}$  Zeit schnellen Diffusion der Gasmoleküle in abgeschlossenen Volumina, ist der über das Volumen quadratisch gemittelte Gradient die zu betrachtende Größe. Davon betroffen sind die Baugruppen OPV, der Kompressor und der Zwischenspeicher, sowie die entsprechenden Verbindungsleitungen. Da sich der Gasdruck und die Verweildauer in den einzelnen Teilbereichen unterscheiden, sind auch die Anforderungen an die Homogenität des Führungsfeldes unterschiedlich.

Im OPV ist der dominierende Relaxationsprozeß die Gasentladung, die Relaxation innerhalb weniger Minuten bewirkt. Da aber der Druck nur ca. 1mbar beträgt, benötigt man dennoch einen kleinen relativen radialen Gradienten von  $G_{\text{rel}} \approx 2,4 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$ , um mit einem  $T_1^{\text{grad}} \approx 1\text{h}$  einen vernachlässigbaren Effekt zu erhalten. In den Transportzellen ist die gradientenbedingte Relaxation aufgrund hoher Drücke von über einem bar und moderaten Verweildauern von nicht mehr als 2h deutlich unkritischer. Der dominante Effekt ist hier die für die jeweilige Transportzelle charakteristische Wandrelaxationszeit  $T_1^{\text{wand}}$  von typischer Weise 100-200 h. Die durchschnittlichen Drücke des Zwischenspeichers liegen im Bereich von 0 bis 0,5 bar bei typischen Aufpolarisationszeiten von ein bis zwei Stunden. Strebt man hier eine vernachlässigbare gradientenbedingte Relaxationszeit im Bereich von beispielsweise  $T_1^{\text{grad}} > 100\text{ h}$  bei 100 mbar an, so genügt auch hier eine obere Grenze von  $G_{\text{rel}} < 2,4 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$ .

Um technisch bedingte Ungenauigkeiten abzufangen wurde ein Magnetfeld geplant, dessen theoretischer mittlerer relativer radialer Magnetfeldgradient  $G_{\text{rel}} < 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$  in einem zylinderförmigen Volumen von ca. 270 cm Länge und einem Durchmesser von ca. 40 cm sein sollte. Die äußeren Abmessungen der magnetfelderzeugenden Spulen durften die Gesamtlänge des Polarisators von 4m nicht überschreiten. Außerdem sollten die Spulendurchmesser aus Gründen der Handlichkeit kleiner als 200 cm sein. Die homogenste Lösung wäre ein Solenoid. Da aber der Polarisator von allen Seiten zugänglich sein soll, wurde versucht ein ausreichend homogenes Feld mit sieben, 5 cm breiten Spulenringen zu erreichen. Die numerische Optimierung der entsprechenden Parameter ergab die in Abbildung 5.2 gezeigte Konfiguration.

Der in Abbildung 5.3 dargestellte theoretische Verlauf des Gradienten zeigt, daß maximale Gradientenbeträge von ca.  $7 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$  erreicht werden. Der Mittelwert der quadratisch gemittelten radialen Gradienten in dem gewünschten homogenen Bereich der Länge 2,7m und Durchmesser 40cm ist aber mit  $1,2 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$  deutlich besser als gefordert.

## Kapitel 5: Der Polarisator

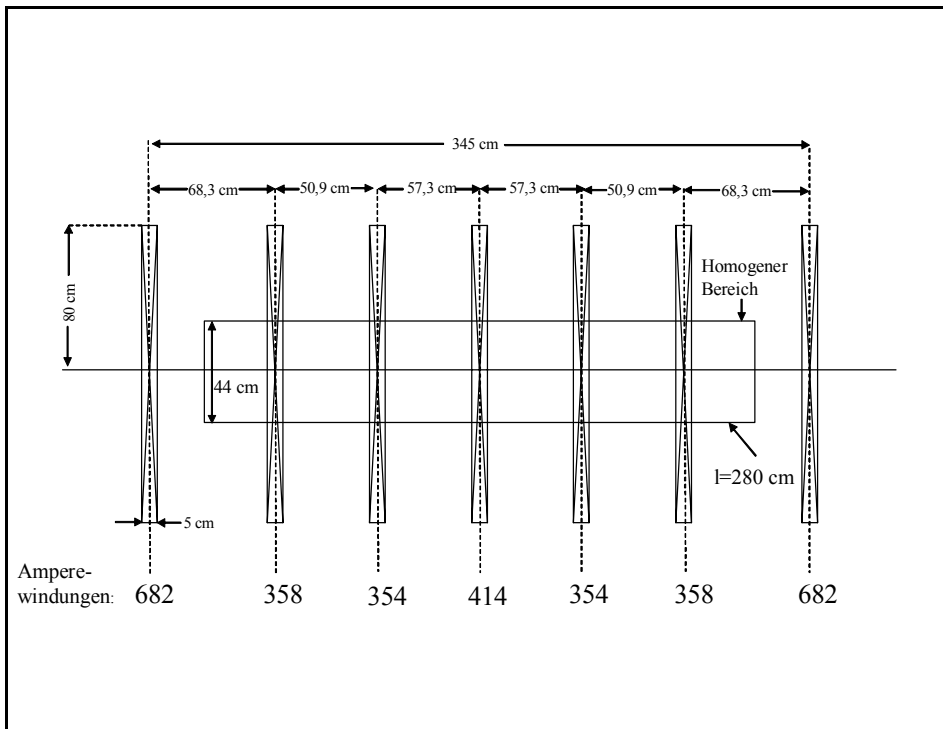


Abbildung 5.2: Skizze der Magnetfeldspulen-Konfiguration des Polarisators für einen Feldwert von ca. 8 Gauß mit einem quadratisch gemittelten relativen Gradienten  $G_{rel} < 2,5 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$  im angedeuteten zentralen homogenen Bereich mit einem Radius von 22cm und einer Länge von 280cm.

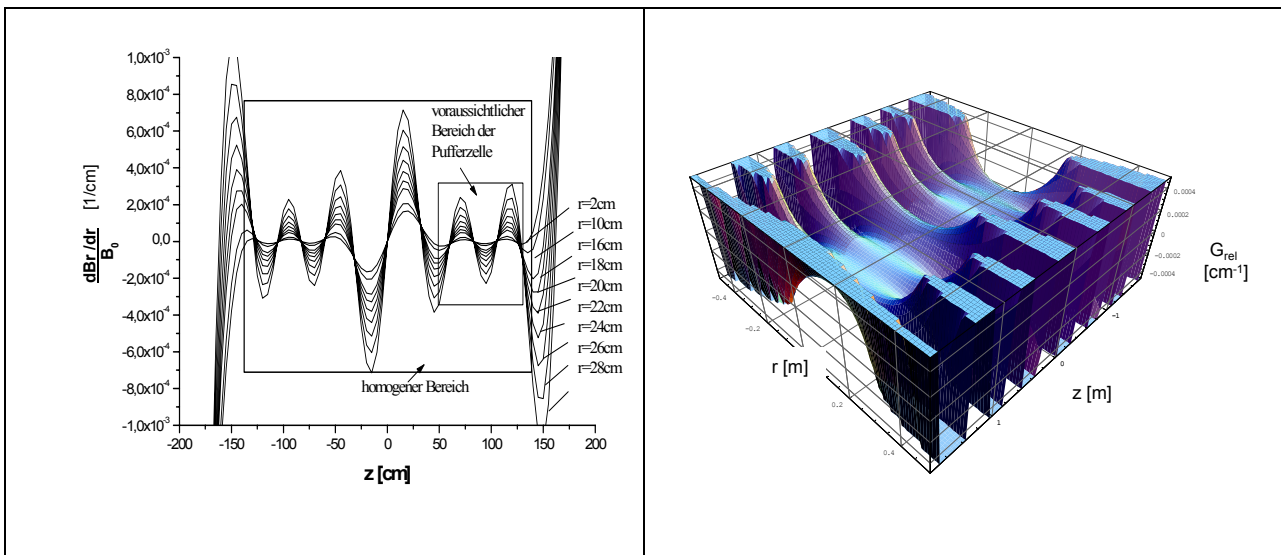


Abbildung 5.3: Berechneter relativer radialer Gradient bei verschiedenen Abständen zur Magnetfeldachse des Führungsfeldes in 2D (links) und in 3D Darstellung (rechts).

In dem in Abbildung 5.3 angedeuteten Teil des Magnetfeldes, in dem sich der Zwischenspeicher befindet, ergibt sich ein noch besserer quadratischer Mittelwert des Gra-

## Kapitel 5: Der Polarisator

dienten von  $6,6 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^{-1}$  innerhalb eines maximalen Abstandes  $r = 20 \text{ cm}$  von der Achse. Die gefundene Spulenkonfiguration läßt somit eine bessere Homogenität erwarten, als anfänglich gefordert.

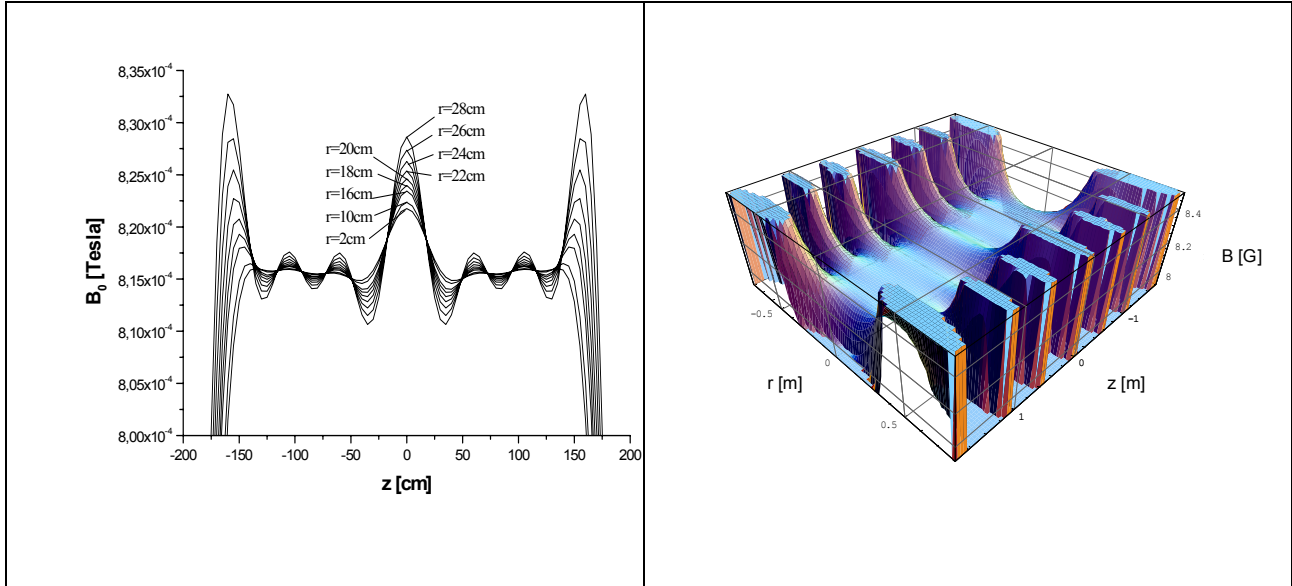


Abbildung 5.4: Berechnete Feldstärke des Führungsfeldes in 2D (links) und 3D Darstellung (rechts).

Diese berechneten Feldwerte wurden durch die in Abbildung 5.5 dargestellten Messungen im wesentlichen bestätigt [Sch98], [Ebe00]. Allerdings treten Feldverzerrungen aufgrund externer Störfelder auf, ohne dabei die prinzipielle Leistungsfähigkeit zu beeinträchtigen (Abbildung 5.5).

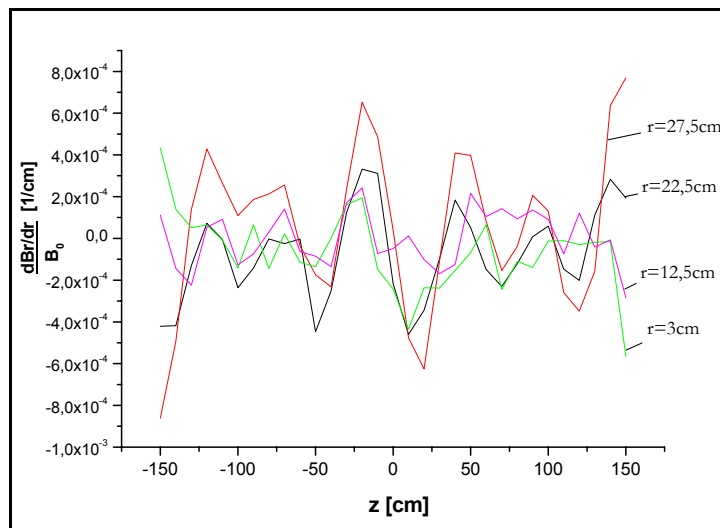


Abbildung 5.5: Messung des relativen radialen Gradienten des durch die beschriebene Spulenkonfiguration erzeugten Magnetfeldes. Es wird die erwartete Homogenität bestätigt.

## 5.2 Das Vorbereitungs- und das Optische Pumpvolumen

Die hier beschriebenen Baugruppen sind für das *Erreichen* hoher Kernspinpolarisationen ausgelegt, während der Hauptanspruch an die nachfolgenden Einheiten (Kompressor und Zwischenspeicher) die Polarisations*erhaltung* ist.

Voraussetzungen für das Erreichen von Polarisationsgraden über 50% sind, wie später diskutiert, eine hohe Gasreinheit, hohe resonante Laserleistung und eine möglichst effiziente Nutzung des angebotenen Lichtes durch eine hohe optische Dichte des zu pumpenden Mediums. Die Gasreinheit wird durch ausschließliches Verwenden von reinem Ausgangsgas ( $^3\text{He}$ -Anreicherung > 99,98 %, He total >99,995% oder besser) und durch drei Titan-Sublimations- und einen Ganzmetall-Getter<sup>1</sup> gewährleistet. Obwohl die Reinigungswirkung der Titan-Sublimationsgetter schon gute Ergebnisse lieferte [Ebe00], brachte der Einbau des Ganzmetall-Getters Anfang 2004 noch eine weitere Verbesserung sowohl in der Leistung, als auch in der Reproduzierbarkeit und Verlässlichkeit. Die in den folgenden Kapiteln aufgelisteten Leistungsdaten sind nach Einbau dieses Getters aufgenommen. Es handelt sich hierbei um einen hochporösen nicht evaporisierenden Getter (NEG), der praktisch alle Gase außer Edelgase bindet, auch gesättigte Kohlenwasserstoffe, die in einer vorgeschalteten Heißstufe katalytisch gecrackt werden. Laut Herstellerangaben (SAES, Milano), liegt der Reinheitsgrad des Gases am Ausgang im unteren ppb ( $10^{-9}$ ) Bereich.

Wie in Kapitel 2 dargelegt, ist die optische Dichte allein schon dadurch limitiert, daß MEOP nur bei Drücken bis ein mbar hohe Polarisationen erreicht. Bei zunehmender Polarisation bleicht das  $^3\text{He}$  zusätzlich immer weiter aus, da die Besetzungszahl der zu pumpenden Zeeman-Niveaus im metastabilen Zustand gegen Null geht. Entsprechend läuft die erreichte Polarisation in einen Sättigungswert, der durch die schon mehrfach erwähnten Ratengleichungen bestimmt wird.

Eine exemplarische Aufpolarisationskurve zeigt Abbildung 5.6 und Tabelle 5.1 listet die erreichten Sättigungspolarisationen in den verschiedenen OPZ (vgl. Abbildung 5.1) bei einem OPV-Druck von  $p(\text{OPV}) = 0,65\text{mbar}$  auf.

Tabelle 5.1: Sättigungspolarisationen  $P_{\text{STST}}$  bei  $p(\text{OPV})=0,65\text{mbar}$

	$P_{\text{STST}}$ [%]	$\Delta P_{\text{STST}}$ [%]
OPZ 5	83	$\pm 1,6$
OPZ 4	82	$\pm 1,6$
OPZ 3	81	$\pm 1,6$
OPZ 2	73	$\pm 1,5$
OPZ 1	72	$\pm 1,5$

<sup>1</sup> PS2-GC50-R-1, Pure Gas Products

## Kapitel 5: Der Polarisator

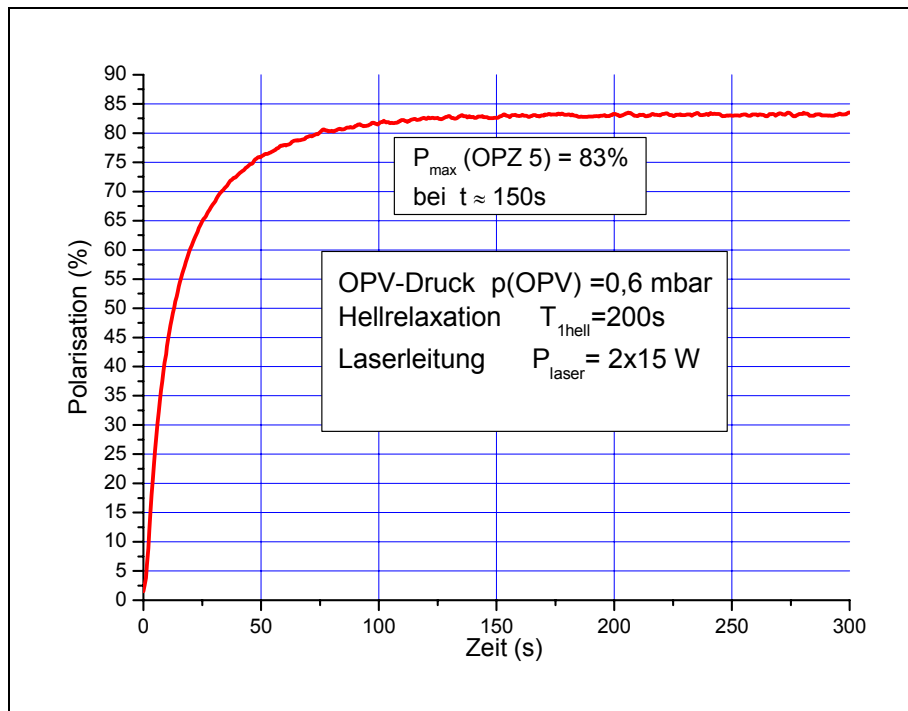


Abbildung 5.6: Aufpolarisationskurve, gemessen an der letzten optischen Pumpzelle 5.

Die Steigung der Aufpolarisationkurve ist ein Maß für die optische Dichte des  $^3\text{He}$ , bzw. der Effizienz des Pumpprozesses. In [Sch98] wurden an dem damals zur Verfügung stehenden „kleinen Polarisator“ für Grundlagenexperimente Voruntersuchungen betrieben, die zu einem optimierten Design des OPV, und damit zu einer effizienten Ausnutzung des Laserlichtes führen sollten. Gemessen wurde die durch die OPV transmittierte Laserleistung ( $I_{\text{Trans}}$ ) in Abhängigkeit von der Polarisation. Als zu optimierender Parameter wurde die Absorptionslänge  $l_0$  durch die Gleichung

$$I_{\text{Trans}} = I_{\text{res}} \cdot T^{\text{opt}} \cdot \exp\left(-\frac{l}{l_0}\right) + T^{\text{opt}} \cdot I_{\text{off}} \quad 5.1$$

eingeführt. Dabei bezeichnen  $I_{\text{res}}$  die eingestrahelte resonante und  $I_{\text{off}}$  die nichtresonante (Offset) Laserleistung. Das Transmissionsverhalten der Optiken  $T^{\text{opt}}$  wurde experimentell bestimmt und ebenso wie die Länge  $l$  der OPZ berücksichtigt.

Abbildung 5.7 zeigt die Abhängigkeit der Absorptionslänge von der Kernspinpolarisation. Es wird klar, daß die Transparenz des Gases mit zunehmender Polarisation stark zunimmt, da die Anzahl der unpolarisierten absorbierenden angeregten  $^3\text{He}^*$  Atome entsprechend sinkt (vgl. Kapitel 2). Wollte man der Abnahme der Absorption durch höhere Dichten der metastabilen Atome mittels stärkerer Gasentladung oder höheren Gasdruckes entgegenwirken, so begrenzt die Zunahme der hiermit verbundenen sogenannten Hellrelaxation die maximal erreichbare Polarisation. Diese Abhängigkeit der Polarisation von der Anzahl der zur Verfügung stehenden  $^3\text{He}^*$  zeigt gleichzeitig die Notwendigkeit höchster Gasreinheit in der OPV. Die Anregungsenergie der Gasentladung wird nämlich bei Anwesenheit von Fremdatomen durch deren niedrigere Anre-

## Kapitel 5: Der Polarisator

gungsenergie absorbiert und steht deshalb nur noch zum Teil den  $^3\text{He}$  Atomen zur Verfügung.

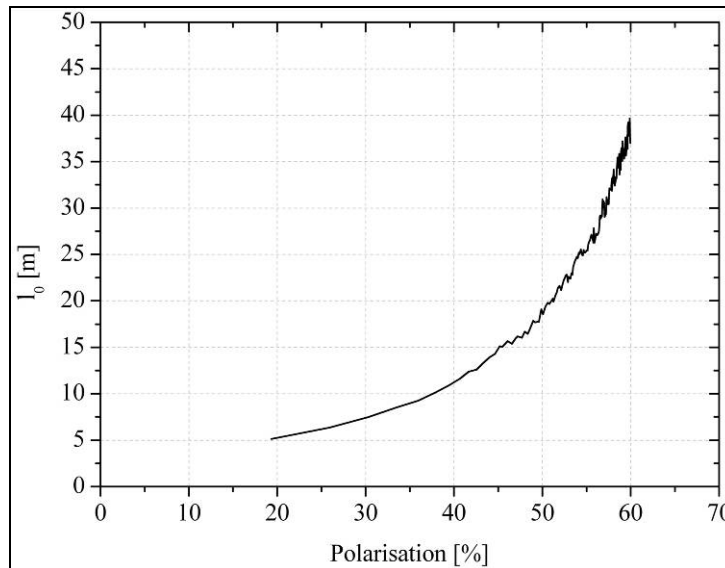


Abbildung 5.7: Absorptionslänge gegen Polarisation bei  $p(\text{OPV})=0,98\text{mbar}$  (gemessen am „alten Polarisator“,  $l=1\text{m}$  [Sch98]).

Es bleibt also als einziger freier Parameter die Länge  $l$  der optischen Pumpzelle. Diese limitiert sich dann zunächst nur aufgrund technischer Gegebenheiten. Damit ist klar unter welchen Voraussetzungen die Abmessungen der neuen OPV gewählt wurden. Durch lange Pumpzellen und ein dem Laser angepaßter Durchmesser soll möglichst viel Laserleistung absorbiert werden, ohne dabei den Rahmen sinnvoller Dimensionen zu sprengen. Insbesondere mußte auf die maximal erreichbare Ausdehnung des homogenen Führungsfeldes Rücksicht genommen werden. Es sind durch entsprechende Optiken bzw. deren Beschichtungen die Laserverluste möglichst gering zu halten, wobei hier auch der Zirkularpolarisationsgrad des Laserlichtes ein enorm sensibler Parameter des Pumpprozesses ist [Wol04].

Diese und weitere in [Ebe00] diskutierten Randbedingungen führten zu folgender Realisierung:

Das OPV besteht aus insgesamt 5 Pumpzellen der Länge  $l_{\text{OPZ}}=240\text{cm}$ . Dabei bilden die beiden unteren mit Innendurchmesser  $\varnothing_i=6,8\text{cm}$  und einem Gesamtvolumen von  $V_{\text{OPV1}}=17,4\text{ l}$  das OPV 1, in dem der erste Polarisierungsschritt erfolgt. OPV 2 besteht aus 3 Zellen mit Innendurchmesser  $\varnothing_i=5,4\text{ cm}$  und einem Volumen von  $16,5\text{ l}$ . Die Absorptionslänge beträgt insgesamt  $24\text{ m}$  (vgl. Abbildung 5.8). Die einzelnen OPZ sind durch Glasröhren miteinander verbunden ( vgl. Abbildung 5.1), wobei die diffusive Trennung zwischen OPV 1 und OPV 2, die das oben erwähnte „fraktionierte Pumpen“ ermöglicht, durch eine  $l=50\text{cm}$  lange und mit einer Querschnittsfläche von  $A=3\text{cm}^2$  so ausgelegte Verbindungsrohre realisiert ist, daß die Diffusionszeit [Bar74], [Ebe00] mit

$$\tau_{\text{diff}} = \frac{V \cdot l}{D \cdot A} \approx 75\text{s} \quad 5.2$$

## Kapitel 5: Der Polarisator

(Diffusionskonstante  $D=1920\text{cm}^2/\text{s}$ , bei  $p=1\text{mbar}$  und  $T=300\text{K}$ ;  $V=V(\text{OPZ2})+V(\text{OPZ3})$ ) weit über den Zykluszeiten von 20s – 40s liegt.

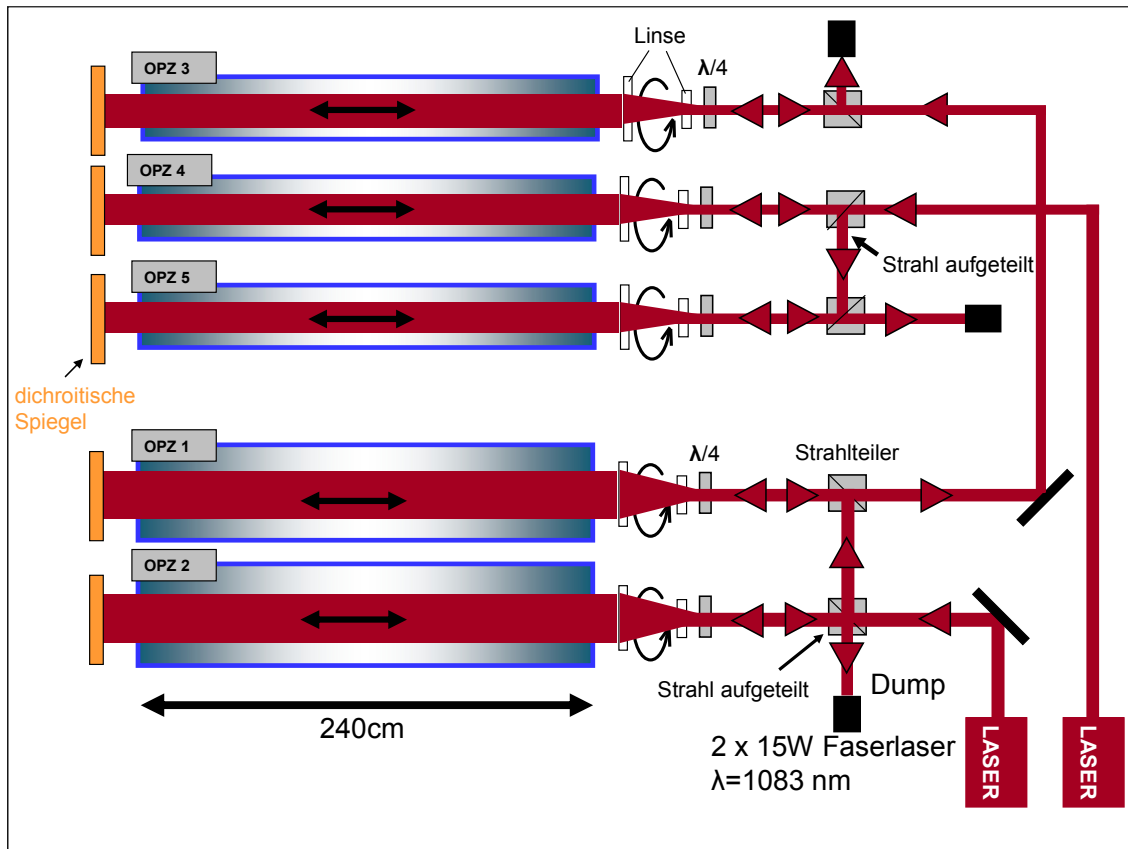


Abbildung 5.8: Schematische Darstellung der Strahlführung durch das OPV des Polarisators. Die Numerierung deutet die Richtung des Gasdurchflusses an.

Das linear polarisierte 1083 nm Licht der beiden 15 Watt Faserlaser<sup>2</sup> wird in dem jeweils ersten Strahlteilerwürfel in zwei etwa gleichstarke Teilstrahlen aufgespalten und linear nachpolarisiert. Die Teilstrahlen durchlaufen dann ein  $\lambda/4$  Plättchen hoher Güte, um maximale Zirkularpolarisation zu erhalten. In einem Teleskop wird der ca. 5 mm starke Laserstrahl auf einen Durchmesser von 3-4 cm aufgeweitet und somit dem Pumpzellendurchmesser in etwa angepaßt und durch das <sup>3</sup>He geführt. Eine Reflexion an hinter den Zellen angebrachten dichroitischen Spiegeln verdoppelt die Absorptionslänge. Die rücklaufenden Strahlen werden danach entweder in einem Strahlfänger (Dump) absorbiert, oder (hier für die obere Zelle) durch eine weitere OPZ geschickt. Detaillierte Beschreibungen der Laser und Optiken finden sich in [Kro02], [Wol04] und [Sch98].

<sup>2</sup> IPGroup, Model YLD-15-1083, Ytterbium dotierte Faser



### 5.3 Laser und optische Elemente

Die für diese Anwendung erforderlichen Lasereigenschaften sind:

- Wellenlängen im Bereich des C8 und C9 Übergangs ( $\lambda \approx 1083 \text{ nm}$ )
- cw-Laserleistung in von mindestens  $2 \times 10 \text{ W}$
- Frequenzstabilität über mehrere Stunden.

Die Hauptproblematik ergibt sich dabei aus der benötigten Wellenlänge. Diese liegt in einem Bereich, indem es keine weiteren technischen Anwendungen gibt. Aus diesem Grund war man von Anfang an darauf angewiesen eigenständige Lösungen zu entwickeln. In [Sur91] wurde nach Vorgabe der Gruppe um Michele Leduc an der E.N.S. in Paris [Sch86] ein mit Bogenlampen gepumpter LNA Festkörperlaser entwickelt, der zusammen mit einem fast baugleichen in [Roh94] beschriebenen über 10 Jahre das Maß der Dinge im MEOP darstellte. Die Stabilität und die erzeugte resonante Leistung (5–8 Watt) pro Laser waren für den gelegentlichen Einsatz im Experiment ausreichend. Problematisch wurde dann der Einsatz an dem hier beschriebenen Polarisator zur Herstellung großer Mengen hyperpolarisierten Gases. Zum einen konnte damit das Potential dieser Apparatur nicht ausgeschöpft werden, zum anderen war der Justage- und Wartungsaufwand im Vergleich zum Rest der Maschine unverhältnismäßig groß.

Aus diesem Grund wurden in Kooperation mit dem Laserzentrum Hannover verschiedene Studien zur Entwicklung eines 30W Faserlasersystems angestrengt. In diese Untersuchungen hinein kam ein 15W Faserlaser auf den Markt (IPG Laser GmbH), der alle Spezifikationen erfüllte und sowohl zeitlich als auch finanziell Vorteile gegenüber einer Eigenentwicklung bot.

Dieses neue System empfängt eine Eingangsleistung von 50mW aus einer hochfrequent modulierten und temperaturstabilisierten Laserdiode, welche dann in zwei Stufen auf bis zu 15W verstärkt wird. Letztere werden mit Hochleistungsdioden transversal gepumpt. In [Kro02] wurde dieser Laser im Hinblick auf verschiedene Fragestellungen eingehend untersucht.

Die spektrale Breite wird in [Kro02] mit 2,8 GHz angegeben. Bei Messungen im Frühling 2004 mit einem von der Firma Highfinesse zur Verfügung gestellten „Wavelengthmeter“ der „WS“-Reihe wurde für die beiden uns zur Verfügung stehenden Laser Breiten von 2,5GHz (Laser1) bzw. 3,7GHz (Laser2) gemessen. Trotz dieser Breitenunterschiede ist das Polarisationsverhalten beider Laser vergleichbar (vgl. Kapitel 2.1.2). Abbildung 5.9 zeigt eine massive Steigerung der Polarisation um ca. 10% (abs.) bei gleichem Fluß nach Einbau dieses kommerziellen Systems.

Die angebotene Laserleistung von insgesamt  $2 \times 15 \text{ W}$  wird auf  $4 \times 7,5 \text{ Watt}$  aufgeteilt (Abbildung 5.8). Variationen der Leistung zwischen 10 und 15W pro Laser zeigen weder in der maximal erreichbaren Gleichgewichtspolarisation (steady state), noch im Flußbetrieb signifikante Unterschiede. Eine weitere Leistungserhöhung läßt deshalb keine weitere Verbesserung des Polarisators erwarten. Das optische Pumpen befindet sich bereits im Bereich der Sättigung.

Dies zeigt sich deutlich bei Absorptionsmessungen in Abhängigkeit der Polarisation. Dazu wurde die Laserleistung nach zweimaligem Durchgang durch die OPZ 1 gemessen. Bei ausgeschalteter Gasentladung, also ohne Absorption, war die Laserleistung ( $I_L = 3,4 \text{ W}$ ) nur um 0,2 Watt höher als bei eingeschalteter Gasentladung und einer Polarisat-

## Kapitel 5: Der Polarisator

tion von  $P = 65\%$ . Bei  $P = 0$  wird dagegen etwa ein Drittel der angebotenen Laserleistung absorbiert.

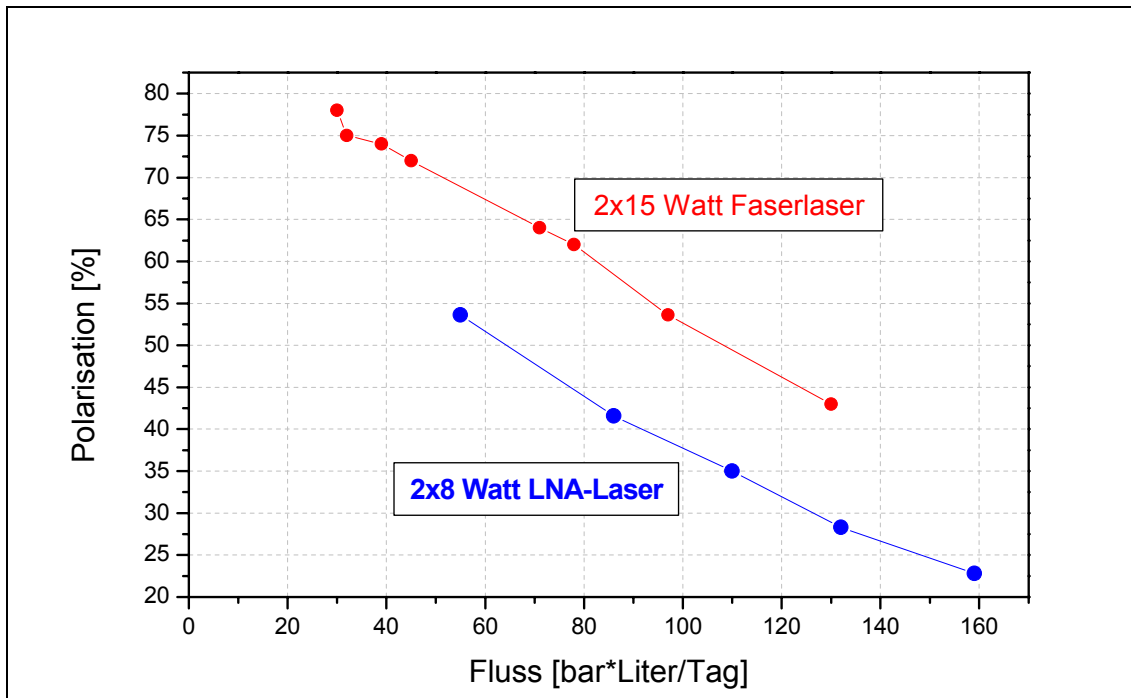


Abbildung 5.9: Vergleich der Leistungsdaten des Polarisators mit LNA-Laser und Faserlasersystem

Die optischen Elemente wie Umlenkspiegel, Linsen, dichroitische Spiegel und Zellenfenster sind aus BK7 gefertigt und entsprechend ihrem Einsatz mit Reflex- bzw. Antireflexbeschichtungen im Bereich von 1083nm bzw. 668nm versehen. Ihre Oberflächenwelligkeit ist mit „ $\lambda/4$ “ ausreichend niedrig. An die entspiegelten Strahlteilerwürfel aus PSK3, mit einer Kantenlänge von 20mm, wurden optimal ausgerichtete  $\lambda/4$  Platten angekittet, um auf diese Weise einen Justageparameter zu vermeiden. Damit sind in diesem Bereich die bestmöglichen Bauteile im Einsatz. Der letzte mögliche Verbesserungsparameter wäre in der Konstruktion der Zellenfenster zu finden: Aufgrund des Anschmelzens an die Pumpzellen konnten die Innenseiten nicht beschichtet werden. Möglicherweise entstehen hier durch Mehrfachreflexionen noch kleine Anteile an falsch polarisiertem Licht. Bei dem in Kapitel 8 beschriebenen verbesserten Nachbau des Polarisators wurden deshalb beidseitig beschichtete Fenster an mit Hochvakuumfett gedichteten Flanschen angebracht. Eine detaillierte Untersuchung der veränderten Eigenschaften an dem neuen Instrument steht zur Zeit noch aus.

### **5.4 Die Kompressionseinheit und der Zwischenspeicher**

#### **5.4.1 Technische Realisierung der Kompressionseinheit**

Bei der Konstruktion der Kompressionseinheit waren folgende Bedingungen zu erfüllen. Die Kompression muß polarisationserhaltend und der OPV-Größe angepaßt sein; weder das Gas im Kompressor noch das im OPV dürfen durch den Kompressor verunreinigt werden. Es sollte ein maximaler Targetdruck von 10bar erreicht werden und die Standzeit sollte viele 1000 Hübe erreichen, um eine störungsfreie  $^3\text{He}$ -Versorgung für physikalische Messungen bzw. klinische Studien zu garantieren.

Daraus resultieren direkt die technischen Vorgaben. Für diese Drücke und Kompressionsräume der Größenordnung O(15 l) empfiehlt sich ein hydraulischer Antrieb<sup>3</sup>. Aus Gründen der Gasreinheit verbietet sich der Einsatz von Schmiermitteln und nichtvakuumtauglichen Verbindungen im Gasraum. Wie in Kapitel 3 diskutiert, sind in der gesamten Maschine keine ferromagnetischen Materialien verwendbar. Die OPV sollte durch Einsatz eines nichtrelaxierenden Getters vor Rückdiffusion von Verschmutzungen aus dem Kompressor geschützt werden.

Die polarisationserhaltenden Eigenschaften sind im wesentlichen von der Wahl des Oberflächenmaterials, der Ausbildung der Oberfläche, dem Oberflächen-zu-Volumenverhältnis O/V und der Verweildauer des Gases abhängig. Der Geometriefaktor O/V ist im Kompressionsraum bei gegebenem Maximalvolumen abhängig von der Kolbenstellung und dem gewählten Durchmesser. Außerdem ist selbstverständlich, daß Rauigkeit und Porosität massiv zur Oberfläche beitragen und zu vermeiden sind. Ein möglichst langhubiger Kompressor optimiert dabei die Relaxationseigenschaften, da der aufgebaute Druck relativ zur Verschlechterung des O/V schneller ansteigt (vgl. [Ebe00]). Deshalb wurde die Geometrie des Kompressionsraumes mit dem Durchmesser  $\varnothing_i = 14\text{cm}$  und Hub  $h = 998\text{cm}$  ( $V_K = 15,3\text{ l}$ ) gewählt. Die Polarisationserhaltung wird in Kapitel 5.4.2.2 diskutiert.

Der Hydraulikantrieb wurde platzsparend im Inneren des insgesamt 2m langen Kompressors untergebracht. Dabei bleibt die Kolbenstange am Zylinder fixiert, während sich der Kolben auf ihr, je nach Druckbeaufschlagung der entsprechenden Hydraulikkammer, vor bzw. zurück bewegt. Diese Art der Realisierung ermöglicht einen doppelten, ständig vakuumbepumpten Rückraum, der hohe Reinheit im Kompressionsvolumen garantiert (vgl. Abbildung 5.10).

Aufgrund der relativ guten Erfahrungen bei den kurzhubigen Kompressoren des vorangegangenen kleinen Polarisators [Sch98] wurde zunächst als Wand- und Kolbenmaterial Reintitan benutzt. Wie in [Ebe00] diskutiert, wurde mit dieser Konstruktion ein Polarisationstransfer nahe 1 erreicht. Es zeigte sich allerdings, daß aufgrund des langen Hubes Titan zu technischen Problemen führte und die Standzeiten auf wenige hundert Hübe begrenzt war. Die Reibungskräfte auf die Zylinderinnenfläche führten zu einem Abrieb der Titanoxidschicht, die sich nicht nachbilden konnte, da wegen der Vakuumbedingungen kein Sauerstoff für die Oxidation zur Verfügung steht. Die dadurch erhöhte

---

<sup>3</sup> Neuentwicklungen auf dem Bereich linearer Elektroantriebe erlauben jetzt das Ersetzen von Hydrauliken.

## Kapitel 5: Der Polarisator

Rauhigkeit zerstörte innerhalb kurzer Zeit die damals benutzten X-sel Quadringe, die außerdem nur bedingt zum Trockenlauf geeignet sind.

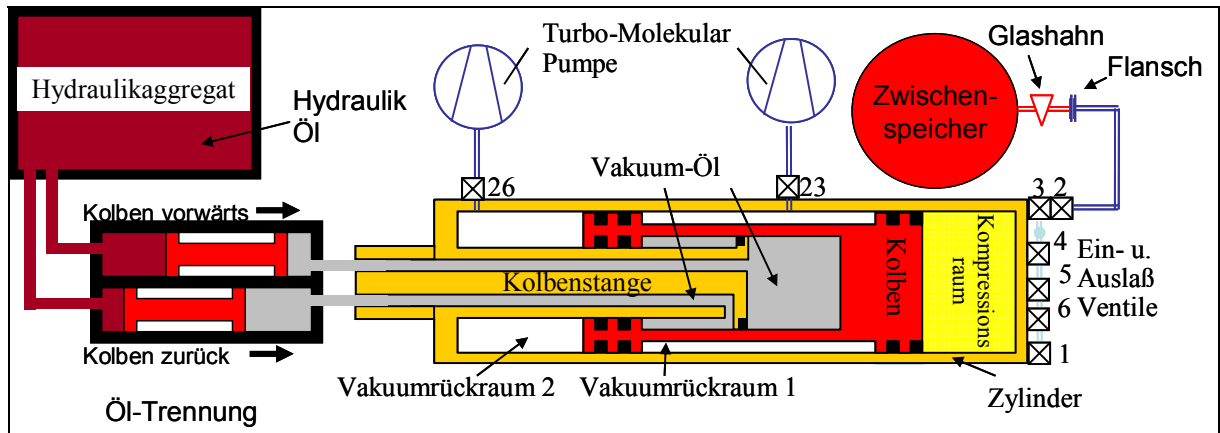


Abbildung 5.10: Schematische Darstellung der Kompressionseinheit mit Zwischenspeicher (Stand 2004).

Aus diesem Grund war ein Komplettneubau der Kompressionseinheit notwendig. Dabei konnte die bewährte Geometrie und die prinzipielle Antriebslösung beibehalten werden, während die Material- und Dichtungsproblematik neu gelöst werden mußte.

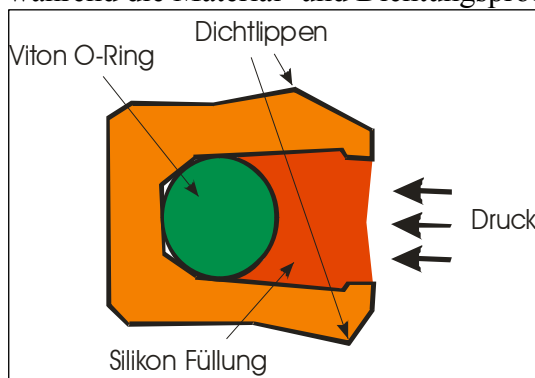


Abbildung 5.11: Modifizierte Dichtung für den Kompressionsraum.

Im Vergleich zu vorherigen Konstruktionen wurde diesmal nicht die physikalisch beste Möglichkeit so variiert bis sie technisch realisierbar wurde; vielmehr konnte nun aufgrund der langjährigen Erfahrung im Umgang mit polarisiertem  $^3\text{He}$  von bereits existierenden Ingenieurösungen in Dichtungs- und Hydrauliktechnik ausgegangen, und diese den physikalischen Gegebenheiten angepaßt werden.

Der Materialwahl gingen einige Testreihen voraus, die Abschätzungen auf die Relaxationseigenschaften zuließen.

Die statische Abdichtung des Kompressors

## Kapitel 5: Der Polarisator

gegen die Umgebungsluft erfolgt mittels Viton O-Ringen. Bei der Hydraulik kommen aus Dicht- und Laufringkombinationen bestehende Standardlösungen zum Einsatz. Sehr großen Wert wurde auf die Wahl der Kolbendichtungen gelegt. Diese sollen neben Dichtigkeit, Langlebigkeit und Polarisationserhaltung auch unbedenklich beim Einsatz des Gases am Menschen sein, da sie in direktem Kontakt mit dem komprimierten  $^3\text{He}$  stehen. Bei Untersuchungen zur Dichtigkeit unserer Lösung im eingebauten Zustand wurden Leckraten  $LR < 10^{-4}$  mbarl/s gegen ein Bar  $^4\text{He}$  sowohl stehend, als auch im Fahrbetrieb gemessen. Die Verluste durch Undichtigkeiten bei der Gaskompression sind also zu vernachlässigen.

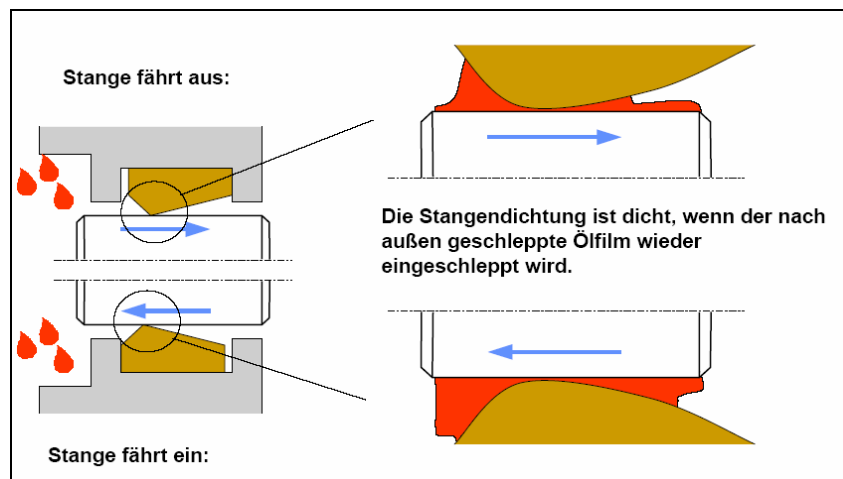


Abbildung 5.12: Der physikalische Dichtmechanismus der Stangendichtung

Im Bereich der Hydraulikdichtungen kam es zu einer weiteren Komplikation, die dadurch auftrat, daß in dieser Antriebslösung die Dichtungen Öl von Vakuum zu trennen haben, obwohl sie für Öl/Luft, bzw. Öl/Öl konstruiert sind. Eine Öldichtung verhindert, im Gegensatz zu Vakuumdichtungen, nicht, daß die zu trennenden Medien über die Dichtung in den Bereich des anderen Medium gelangt, vielmehr gilt sie schon dann als dicht, wenn bei der Rückbewegung der Dichtung der nach außen geschleppte Ölfilm wieder eingeschleppt wird. Auf diese Weise wirkt zwar das Öl als Schmierung und erhöht die Lebensdauer des Systems (Abbildung 5.12), [Boc00], dennoch bleibt ein mikroskopisch dicker Ölfilm auf der Oberfläche zurück, aus dem die flüchtigen Bestandteile ins Vakuum ausgasen können.

Insbesondere konnten die leicht flüchtigen, als eigenschaftsverbessernde Additive eingesetzten, Aromate in unserem Fall in den Vakuumrückraum 2 entweichen. Trotz der Doppelvakuumkammer-Anordnung, gelangten Spuren dieser Additive bis in den Kompressionsraum und akkumulierten sich im Zwischenspeicher soweit auf, daß sie im komprimierten  $^3\text{He}$  deutlich zu riechen waren, was beim Einsatz am Patienten zur MRT der Lunge (vgl. Kapitel 8) nicht tolerabel ist. Diese Verunreinigung hatte keinerlei Einfluß auf Polarisationsgrad und Relaxationsverhalten des Gases. Ebenso war bei der spektroskopischen Untersuchung von zurück in die OPV geschleustem Gas keine zusätzliche Verunreinigung im  $^3\text{He}$  Spektrum zu erkennen. Der Versuch durch eine GC/MS (GasChromatographie / MassenSpektrometrie) Untersuchung Rückschlüsse auf die Konzentration der Verunreinigung zu ziehen blieb erfolglos, da die Verschmutzung

## Kapitel 5: Der Polarisator

unterhalb der Nachweisempfindlichkeit war<sup>4</sup>. Es ist anzunehmen, daß eine derartig geringe Belastungen des Gases kaum zu Schädigungen der zu untersuchenden Person führt, dennoch ist eine Geruchsbelästigung des Patienten unzumutbar.

Um den Bildgebungsbetrieb aufrecht zu erhalten, wurde zunächst das polarisierte <sup>3</sup>He bei der Kompression in die Transportzelle durch eine in flüssigem N<sub>2</sub> gekühlte Glasfritte<sup>5</sup> gepreßt. Die Aromate wurden dabei ausgefroren und blieben in der Fritte zurück. Nach Durchgang durch diese Reinigungseinheit war kein Geruch mehr wahrnehmbar. Die Versuche nur mit Fritte bzw. nur mit flüssigem N<sub>2</sub> zu reinigen waren nicht erfolgreich. Der Polarisationsverlust beim Durchgang durch die Fritte wurde mit der in Kapitel 5.4.2.2 diskutierten Methode auf < 2% abgeschätzt und war damit für Anwendung im medizinischen Bereich vernachlässigbar.

Diese Prozedur war zwar wirksam, erhöhte aber den Arbeitsaufwand und die Gesamtpolarisationzeit aufgrund des Eigenvolumens der Fritte von ca. 200ml so erheblich, daß eine Lösung gefunden werden mußte, die nicht erst die Verschmutzung beseitigt, sondern vielmehr ihre Entstehung verhindert.

Dies wurde erreicht, indem das Hydrauliköl im sensiblen Bereich durch additivfreies Öl mit niedrigem Dampfdruck ausgetauscht wurde. Das Öl mußte eine passende kinetische Viskosität um 100 mm<sup>2</sup>/s aufweisen und verträglich mit den bei Hydraulikdichtungen eingesetzten Werkstoffen sein. Alle diese Eigenschaften wurden bei dem Hochvakuumöl „Diffelen normal“<sup>6</sup> gefunden. Aufgrund des hohen Preises von ca. 100 €/l war es aber nicht möglich die gesamten 140 l des Hydrauliksystems zu ersetzen. Vielmehr wurde nur der Teil ersetzt, der sich im Inneren des Kompressors befindet. Der Hydraulikdruck wird hierbei über eine, die beiden Öle trennende Zweikolbeneinheit auf das Vakuumöl übertragen, wodurch ausgeschlossen ist, daß es zu einer Mischung der Öle kommt (vgl. Abbildung 5.10).

---

<sup>4</sup> Es ist nicht auszuschließen, daß die Gasverschmutzung während des Transportes von Containermaterialien gegettert wurde, so daß das Auflösungsvermögen der GC/MS von einigen ppb nicht ohne weiteres als obere Grenze anzusetzen ist.

<sup>5</sup> Porosität: NW der Poren 10 – 16 µm

<sup>6</sup> Diffelen normal (Fa. Leybold Vacuum): Mineralöl, Dampfdruck bei 20 °C  $p_D=4 \cdot 10^{-9}$  mbar, Kin. Viskosität bei 40 °C = 100 mm<sup>2</sup>/s



## Kapitel 5: Der Polarisator

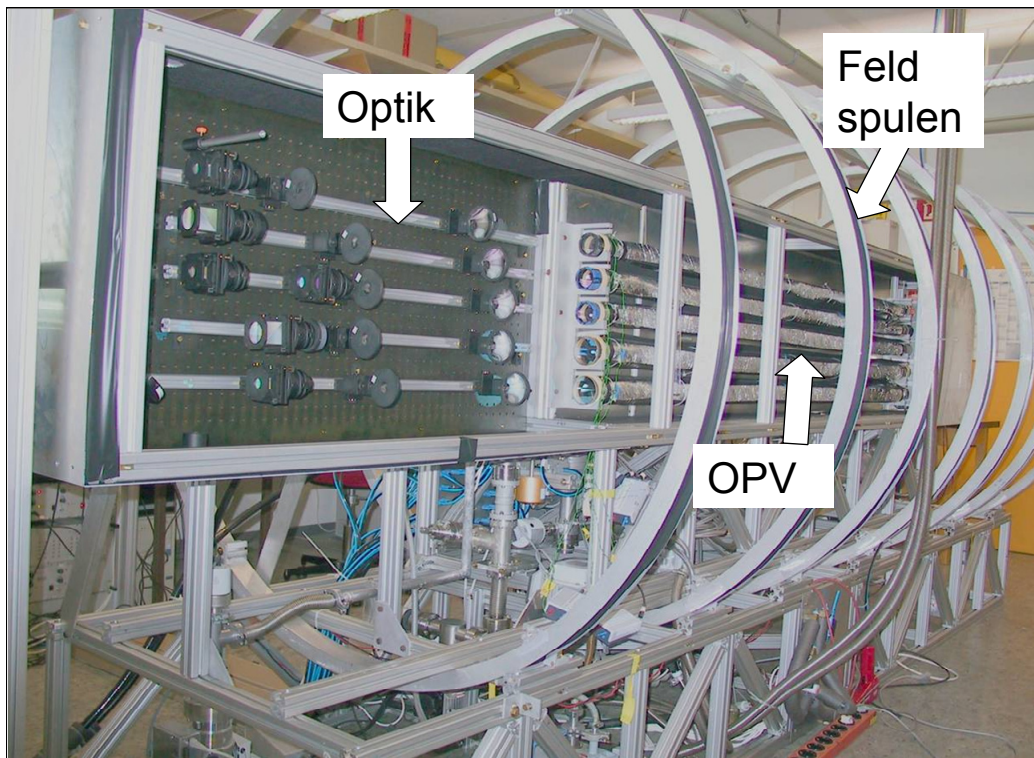


Abbildung 5.13: Seitenansicht des Polarisators mit OPV, Optik und Magnetfeldspulen.

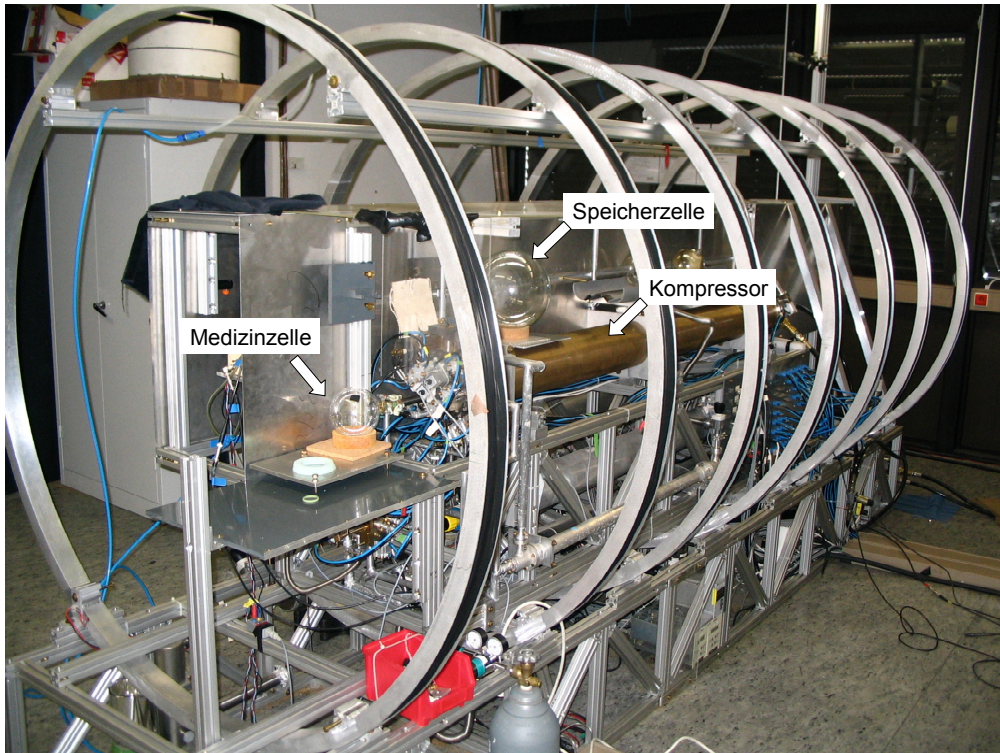


Abbildung 5.14: Kompressionsseite des Polarisators mit angeflanschter Medizinzelle, Speicherzelle und Kompressor

## Kapitel 5: Der Polarisator

Seit der Neukonstruktion des Kompressors im Sommer 2001 hat die Einheit bereits über 130.000 Hübe geleistet. Die Öltrennung läuft seit Mai 2003 und ca. 75.000 Hüben ohne Komplikationen (Stand: Frühjahr 2004). Die Apparatur ist in den Abbildung 5.13 und Abbildung 5.14 zu sehen.

### 5.4.2 Polarisationstransfer

#### 5.4.2.1 Der Zwischenspeicher

Der Zwischenspeicher ist neben dem Kompressor das entscheidende Bauteil für den Polarisationstransfer. Dabei gehen zwei wesentliche Parameter ein. Zum einen ist die wand- und gradientenbedingte Relaxation ausschlaggebend für die Polarisationsverluste, zum anderen erhöht ein großer Zwischenspeicherdruck die Menge des in den Totvolumina des Kompressors und der Zuleitungen zurück bleibenden Gases, was dann entweder durch Abpumpen des relaxierten Totraumgases den integralen Gasfluß verkleinert und dadurch zu längeren Aufpolarisationszeiten führt, oder durch Mischung im Zwischenspeicher die dortige Polarisierung verringert.

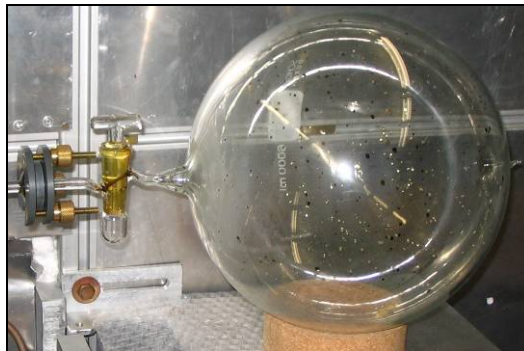


Abbildung 5.15: Einer der verwendeten Zwischenspeicher aus cäsiumbeschichteten Duranglas mit einem Volumen von  $V=4,3\text{l}$ .

Aus diesen Gründen ist z.Zt. eine cäsiumgecoatete Duranzelle im Einsatz mit einem Volumen von  $V_{\text{zwischen}}=4,3 \pm 0,07\text{ l}$ . Die Bestimmung der Wandrelaxation wurde in einem NMR-Feld hoher Homogenität ( $(\text{grad}B)/B \approx 10^{-5}\text{ cm}^{-1}$ ) durchgeführt und ergab  $T_1^{\text{Wand}} = 145 \pm 14\text{h}$ . Nach Einbau wurde durch zweimaliges Rückschleusen von polarisiertem  $^3\text{He}$  in die OPV eine integrale Relaxationszeit  $T_1^{\text{int}} = 47 \pm 0,5\text{h}$  bei einem Speicherdruck  $p(\text{Speicher}) = 95 \pm 10\text{mbar}$  ermittelt. Daraus berechnet sich ein mittlerer relativer radialer Gradient des Führungsfeldes über den Bereich der Speicherzelle von  $(\text{grad}B)/B = 2,8 \cdot 10^{-4} \pm 1,5 \cdot 10^{-5}\text{ cm}^{-1}$  ( $T_1^{\text{grad}} = 70 \pm 0,5\text{h}$ ). Der sphärische Zwischenspeicher hat einen Radius von  $R=10 \pm 0,5\text{cm}$  und der Mittelpunkt befindet sich mit  $r=11 \pm 2\text{ cm}$  und  $z=60 \pm 2\text{ cm}$  (vgl. Kapitel 5.1) im vorgesehenen Bereich des Führungsfeldes. Die gemessene Relaxationszeit bestätigt die erwartete Homogenität des Feldes (vgl. Kapitel 5.1). Während des Aufpolarisationsprozesses wächst aufgrund des steigenden Drucks kontinuierlich die Relaxationszeit. Außerdem ist die Verweildauer der „Gasportionen“,



## Kapitel 5: Der Polarisator

die mit jedem Hub in den Zwischenspeicher geschoben werden, stark unterschiedlich. Entsprechend ergibt sich eine Polarisationstransferentwicklung in Abhängigkeit von Druckzunahme pro Hub, Enddruck und Gesamt- bzw. Zykluszeit.

Dabei zeigt sich, daß wie erwartet, die Gradientenrelaxation im Bereich von wenigen mbar dominierend ist. Zur Minimierung des Totraumverlustes kann nach der Kompression in den Zwischenspeicher durch Öffnen entsprechender Ventile eine Verbindung zum Getter hergestellt werden, so daß ein Druckausgleich des Totraumvolumens auf das Niveau des Getterdruckes stattfinden kann. Dieser variiert je nach Reservoirvordruck zwischen 10 und 50 mbar. Dies ist sinnvoll, da der Zwischenspeicherdruck im allgemeinen höher ist, dennoch bleibt eine Restmenge im Kompressor zurück, die durch Mischung zu einer Verminderung des Polarisationstransfers führt. Zum Erreichen höchster Endpolarisationen wird das Kompressionsvolumen zwischen dem Komprimieren in den Zwischenspeicher und dem nächsten Ansaugen des  $^3\text{He}$  aus dem OPV evakuiert.

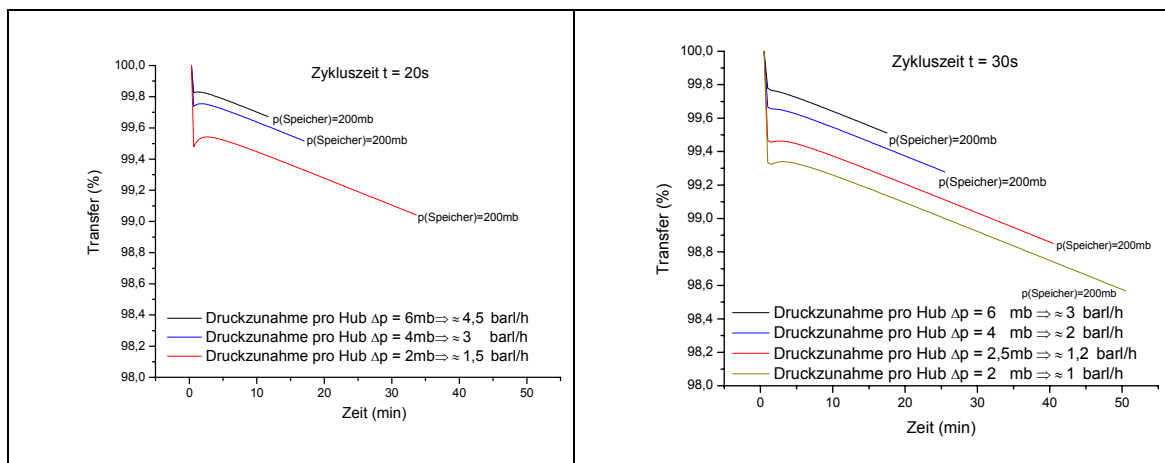


Abbildung 5.16: Numerisch berechnete Entwicklung der Polarisationstransfers im Zwischenspeicher exemplarisch für 2 Zykluszeiten und jeweils 3 bzw. 4 Flüsse. Die Transferkurven sind jeweils bis zum Erreichen von 200mbar eingezeichnet.

Im Folgenden sind die Messungen zur Untersuchung dieser Effekte dargestellt (Abbildung 5.16).

Das Prinzip der Transferbestimmung beruht auf der Messung der Polarisation innerhalb des Zwischenspeichers durch Rückführen eines kleinen Teils des  $^3\text{He}$  in das OPV. Dort kann dann die Polarisation mittels des OPN (vgl. Kapitel 4.1.1) bestimmt werden.

Zunächst wird der Zwischenspeicher evakuiert, um Verluste durch Mischung mit unpolarisiertem Restgas zu vermeiden. Das Füllen mit polarisiertem Gas erfolgt bis zu einem vorgegebenen Zwischenspeicherdruck, wobei durch konstanten OPV-Druck das angesaugte Gas bei möglichst konstanter Polarisation gehalten wird. Diese wird durch Mittelwertbildung der Polarisationswerte der OPZ 5,4 und 3 bestimmt. Der OPN muß dazu vor die jeweils zu messende Pumpzelle geschoben werden. Durch diese zeitverzögerte Polarisationsbestimmung ergibt sich ein abgeschätzter Fehler von  $\pm 2\%$  absolut für die im Mittel in den Zwischenspeicher transferierte Polarisation.

Nach dem Erreichen des Zwischenspeicherdrucks wird die OPV für 10-20 min evakuiert und anschließend die Polarisation des in die OPV rückgeführten Gases gemessen.

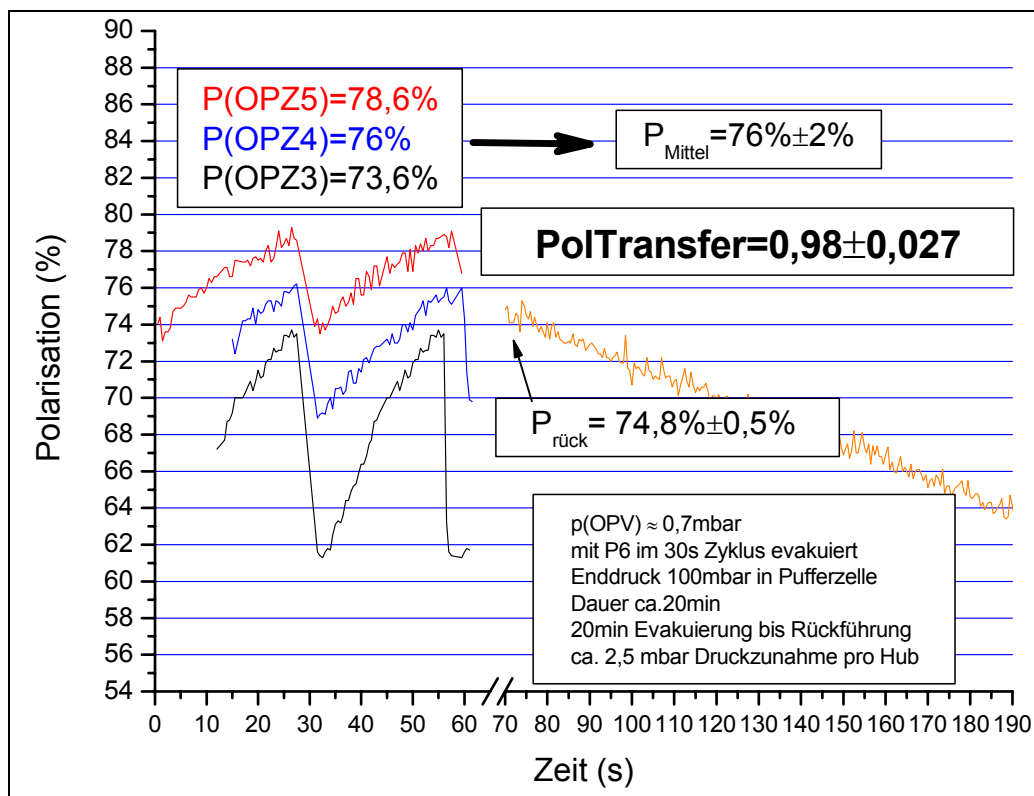
## Kapitel 5: Der Polarisator

Da alle Messungen mit demselben OPN durchgeführt werden, ist die relative Genauigkeit der Messung besser als 1%.

Exemplarisch zeigt Abbildung 5.17 die Messung vom 16.03.2004, bei welcher der Totraum zwischen den Zyklen evakuiert wurde. Der ermittelte Wert ist sehr nahe am erwarteten und ist im Rahmen der Fehler sogar mit 1 verträglich. Aufgrund der unvermeidbaren Verluste während der Speicherzeit ist  $T = 1$  aber unrealistisch.

*Tabelle 5.2: Unterschiedliche Transferwerte in Abhängigkeit des Totraumgases.*

	Kein Totraum-evakuieren	Druckausgleich mit Getter	Totraum-evakuieren
$P_{\text{mittel}}$	$76,0 \pm 2 \%$	$76,6 \pm 2 \%$	$76,0 \pm 2 \%$
$P_{\text{rück}}$	$71,0 \pm 0,5 \%$	$74,0 \pm 0,5 \%$	$74,4 \pm 0,5 \%$
Zeit bis Rückführung	$15 \pm 5 \text{ min}$	$15 \pm 5 \text{ min}$	$10 \pm 5 \text{ min}$
$P_{\text{rück}}^{\text{kor}}$	$71,37 \pm 0,54 \%$	$74,39 \pm 0,54 \%$	$74,66 \pm 0,54$
Transfer	$0,939 \pm 0,026$	$0,971 \pm 0,026$	$0,982 \pm 0,027$



*Abbildung 5.17: Messung des Polarisationstrfers durch Rückführung in das OPV. Es sind die Polarisationskurven von drei Zyklen der OPZ 3,4,5 und die der Rückführung zu sehen.*

## Kapitel 5: Der Polarisator

Nichtsdestotrotz zeigt diese Messung, daß die Verluste während der Kompression im Aufpolarisationszyklus vernachlässigbar sind.

In

Tabelle 5.2 werden die Einflüsse des im Totraum zurückbleibenden Gases aufgelistet. Bei allen Messungen wurde mit 30s Zyklen und OPV Drücken von  $p(\text{OPV}) \approx 0,7\text{mbar}$  aufpolarisiert. Das ergab eine Druckzunahme im Zwischenspeicher pro Hub von  $\Delta p \approx 2,5\text{mbar}$ . Die Rückführung wurde nach Erreichen des Zwischenspeicherdruckes vom 100mbar gemacht. Die Polarisationsabnahme durch  $T_1^{\text{int}}$  im Zwischenspeicher während des Evakuierens der OPV wurde bei  $P_{\text{rück}}^{\text{korrr}}$  berücksichtigt. Es zeigt sich eine deutliche Abhängigkeit von der im Totvolumen zurückbleibenden Menge  ${}^3\text{He}$ .

Rechnerisch wurde für die dritte Spalte unter ausschließlicher Berücksichtigung der Zwischenspeicherverluste (Abbildung 5.16) ein Transfer von 0,992 erwartet.

Aufgrund der niedrigen Verluste zeigt sich, daß nicht nur die Kompression im Rahmen der Meßfehler verlustfrei ist, vielmehr läßt sich auch schließen, daß das Rückschleusen des Gases in die OPV keinen merklichen Einfluß auf die Polarisation hat. Dieses Ergebnis geht direkt in die Messung der nächsten Kapitel ein.

Bei höheren Zwischenspeicherdrücken bleibt entsprechend eine größere Menge an  ${}^3\text{He}$  im Totraum, so daß der Transferwert in den Spalten 1 und 2 nach unten zu korrigieren wäre. Zusätzlich stellte sich für die Spalten 1,2 und 3 ein niedrigerer Fluß ein. Dieser Umstand verschlechtert aber keinesfalls die Leistungsfähigkeit des Polarisators, da die gewünscht Menge an polarisiertem Gas auch dadurch erreicht werden kann, daß entsprechend oft die Speicherzelle auf z.B. 200 mbar aufgefüllt werden kann, um nach Komprimieren des Gases in die Transportzelle wieder bei niedrigen Speicherzellendrücken fortzufahren. Eine Füllung bei ca. 200mbar entspricht dabei bei einem Zwischenspeichervolumen von 4,3l etwa einer Menge von 0,86 barl.

### **5.4.2.2 Polarisationstransfer bei Kompression in die Transportzelle**

Die Verluste bei der Kompression des Gases aus dem Zwischenspeicher auf mehrere bar in die Transportzelle wurden mittels Messung des vom polarisierten  ${}^3\text{He}$  erzeugten Magnetfeldes bestimmt (vgl. Kapitel 4.2.1).

Abbildung 5.19 zeigt den Verlauf der Magnetfeldmessung. Den einzelnen Stufen überlagert ist eine Langzeitdrift des äußeren Feldes. Um deren Einfluß zu minimieren werden die durch Komprimieren und Evakuieren erzeugten Stufen einzeln ausgewertet und die Abnahme der Magnetisierung nur auf die jeweils nächste berücksichtigt. Wie in Abbildung 5.18 gezeigt, wurde während der Mittelung der Daten über einen Zeitraum von ca. 20s keine signifikante Abnahme des Signals beobachtet, so daß Einflüsse einer Drift des Feldes oder Depolarisation durch  $T_1^{\text{wand}}$  zu vernachlässigen sind.

Der Mittelwert der Einzelergebnisse ergibt einen relativen Verlust von  $0,54 \pm 0,15\%$  pro Kompression. Da dieser Effekt nur einmal zum Schluß einer jeden Zellenfüllung auftritt und somit in den Gesamttransfer auch nur einmal eingeht kann das Ergebnis der Messung als sehr gut bezeichnet werden.

## Kapitel 5: Der Polarisator

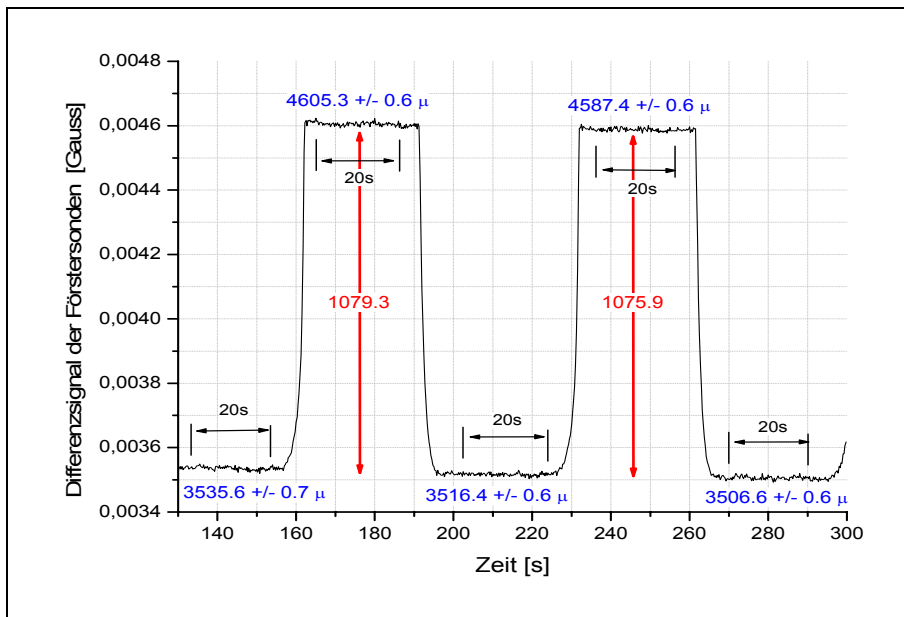


Abbildung 5.18: Mittelung des Magnetfeldsignal über ca. 20s pro Stufe. (Die Werte der Magnetfeldsprünge sind in  $\mu\text{G}$  angegeben.)

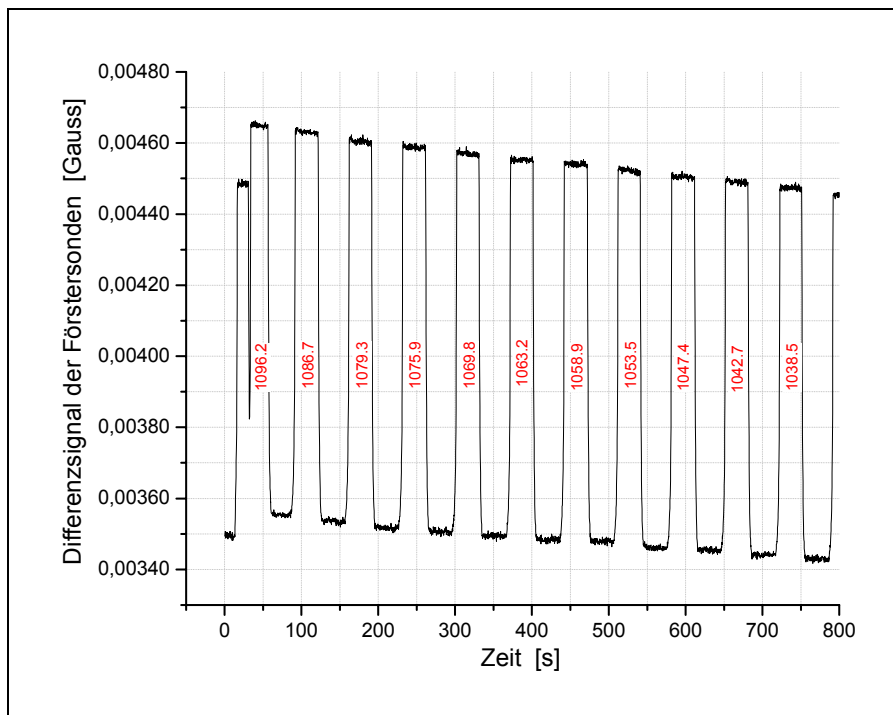


Abbildung 5.19: Verlauf des Magnetfeldes bei mehrfachem Komprimieren und Aussaugen der Targetzelle. Bei Kompression war die Transportzelle mit  $2571 \pm 6$  mbar gefüllt. Die Minima entsprechen einem Druck von  $200 \pm 2$  mbar. (Die Werte der Magnetfeldsprünge(rot) sind in  $\mu\text{G}$  angegeben.)

## Kapitel 5: Der Polarisator

### 5.4.2.3 Relaxationszeit innerhalb des Kompressors $T_1^{\text{Komp}}$

Die Relaxationszeit innerhalb des Kompressors  $T_1^{\text{Komp}}$  ist bei den oben gezeigten Messungen zum Polarisationstransfer schon implizit enthalten und es zeigt sich, daß sie aufgrund der kurzen Verweildauern des Gases innerhalb des Kompressionsvolumens vernachlässigbar ist. Dennoch bietet es sich an mit demselben Aufbau wie zur Messung des Polarisationstransfers bei Kompression in die Transportzelle auch  $T_1^{\text{Komp}}$  zu bestimmen. Der einzige Unterschied zur oben diskutierten Messung ist, daß die Zeit zwischen zwei Messungen deutlich größer gewählt wurde, so daß das polarisierte  $^3\text{He}$  mehr als 97% der Gesamtmeßzeit von ca. 80min im Kompressor stand. Zu beachten ist hierbei, daß natürlich ein Teil des Gases in der Transportzelle zurückbleibt. Aufgrund der Volumenverhältnisse von 15 l im Kompressionsraum und 1 Liter in der Transportzelle handelt es sich aber nur um etwa 6% des Gases und da  $T_1^{\text{Zelle}} = 15\text{h} \sim T_1^{\text{Komp}}$  kann dieser Effekt vernachlässigt werden.

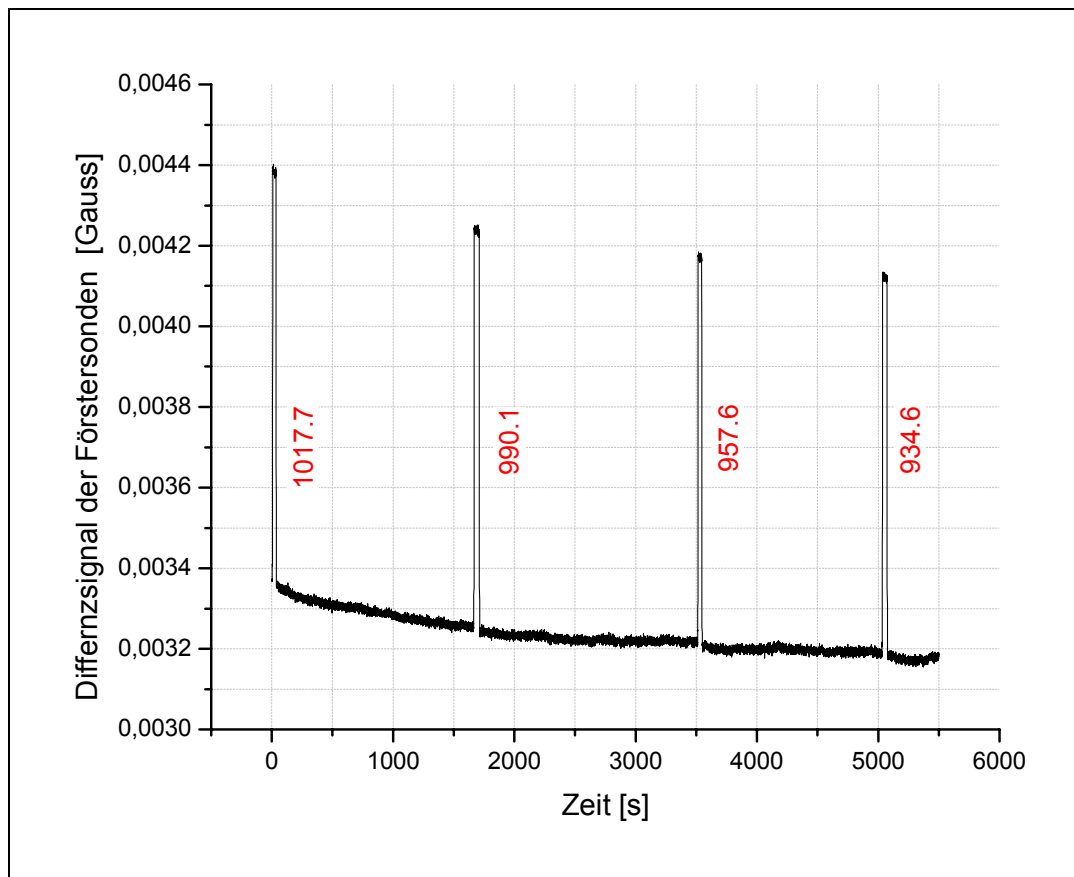


Abbildung 5.20: Messung der Kompressorrelaxationszeit  $T_1^{\text{Komp}}$  aus dem Abfall der Magnetisierung in der Transportzelle während mehrfacher Kompression. Die Angaben der Feldsprünge sind in  $\mu\text{G}$ .

Die Auswertung der Daten unter Berücksichtigung des oben bestimmten Verlustes pro Hub von 0,54% ergab ein  $T_1^{\text{Komp}} = 17,30 \pm 0,75\text{h}$ . Der Druck innerhalb des Kompressors zwischen den Messungen betrug  $200 \pm 2\text{ mbar}$ . Diese Relaxationszeit setzt sich im

## Kapitel 5: Der Polarisator

wesentlichen aus der Wandrelaxation des Kompressors und der durch Magnetfeldgradienten bedingten Relaxation zusammen. Allerdings ist nach Kapitel 5.1 der relative radiale Magnetfeldgradient im Bereich des Kompressionsraumes  $(\partial B_r/\partial r)/B \approx 10^{-4} \text{ cm}^{-1}$ . Daraus ergibt sich  $T_1^{\text{grad}} > 1000\text{h}$  und kann damit vernachlässigt werden.

### 5.5 Leistungsdaten des Polarisators

Die Gesamtleistungsfähigkeit der Apparatur ergibt sich aus maximal erreichbarer Polarisation in Abhängigkeit des Gasflusses.

Der Gasfluß hängt wiederum vom Druck in der OPV und der Zykluszeit ab. Entsprechend wurde die Polarisation bei unterschiedlichen Drücken im Pumpvolumen und bei verschiedenen Zykluszeiten gemessen (Abbildung 5.21). Wie erwartet ist bei niedrigem Druck und langer Aufpolarisationszeit, also langer Zykluszeit, die maximale Polarisation zu erreichen.

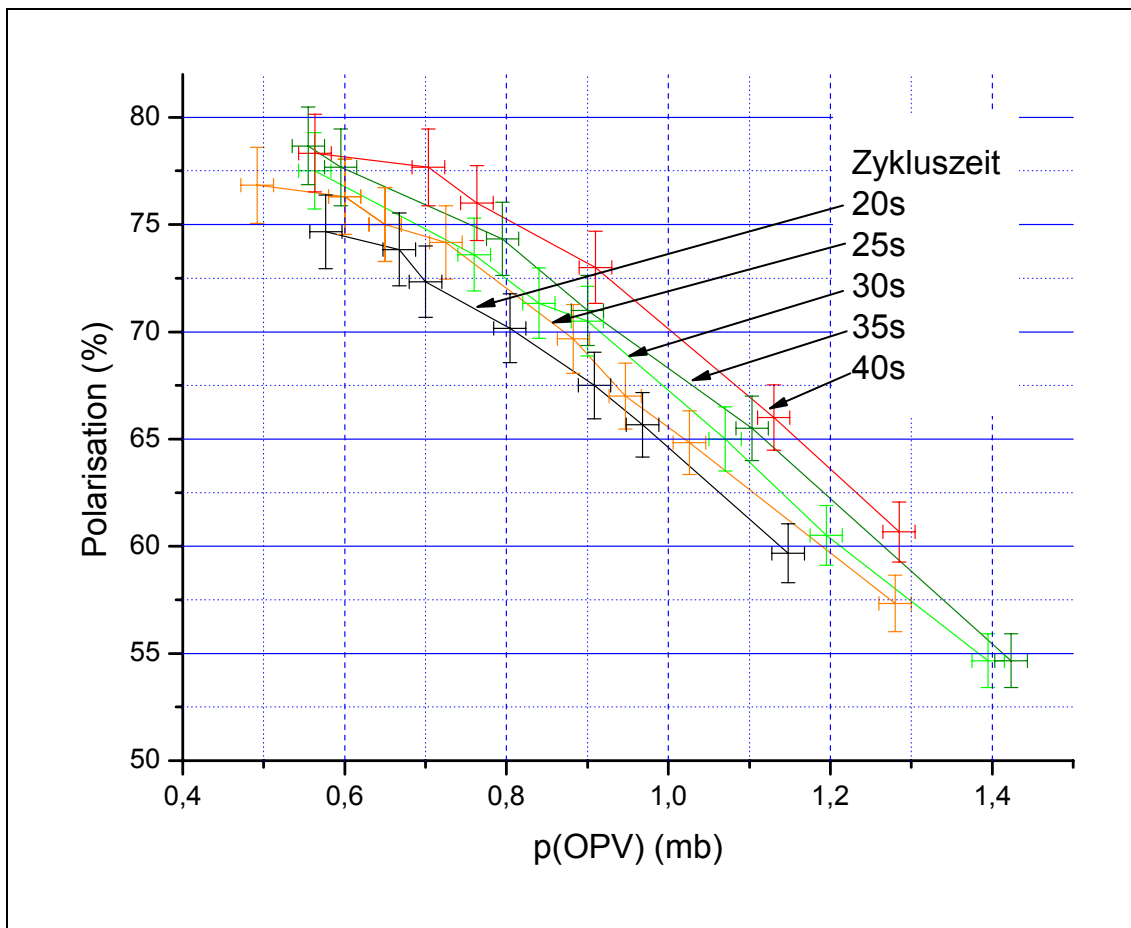


Abbildung 5.21: Erreichte Polarisation gemittelt über die jeweils abgepumpten letzten OP Zellen 5,4 und 3, in Abhängigkeit vom OPV Druck und der Zykluszeit.

Die eingezeichneten Fehlerbalken in y-Richtung sind im Kapitel 4.1.1 diskutiert. Sie ergeben sich im wesentlichen aus der 2%-Genauigkeit des Druckeichfaktors. Die sy-

## Kapitel 5: Der Polarisator

stematischen Fehler sind durch Mehrfachmessungen und entsprechenden Mittelungen vernachlässigbar klein. In x-Richtung ergibt sich die Ungenauigkeit des Druckes dadurch, daß jeder einzelne Meßpunkt über insgesamt 6 Zyklen zu messen ist (2 Zyklen pro OPZ, für OPZ 5,4,3; vgl. Abbildung 5.17).

Im folgenden wird auf die Darstellung der Fehlerbalken verzichtet, da es sich um Auswertungen von Relativmessungen handelt bei denen der gemeinsame systematische Fehler nicht von Bedeutung ist.

Abbildung 5.21 zeigt in OPV-Druckbereichen größer 0,6 mbar ein weitgehend lineares Verhalten. Unterhalb dieses Wertes ist ein deutlicher Knick zu erkennen, so daß noch niedrigere Drücke nicht zu höheren Polarisierungen führen. Eine eindeutige Erklärung für diesen Effekt kann z.Zt. noch nicht gegeben werden.

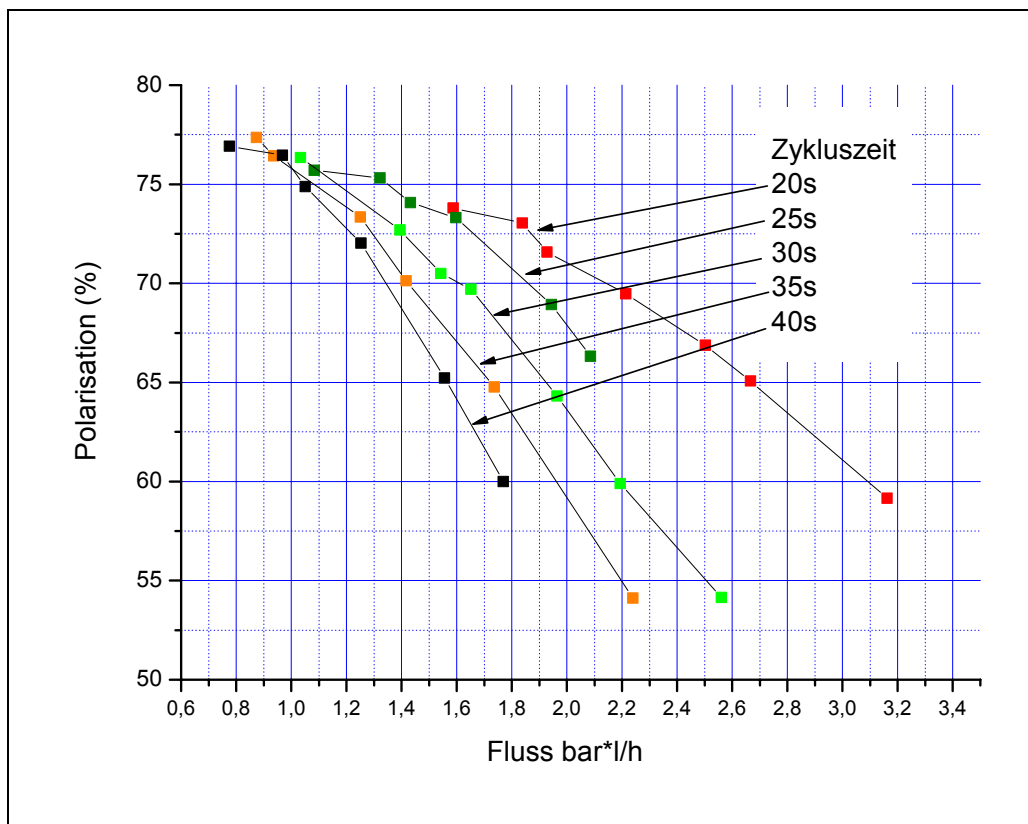


Abbildung 5.22: Polarisation nach Kompression in Abhängigkeit des  $^3\text{He}$  Flusses.

Aus Zykluszeit, OPV Druck und Kompressorvolumen ist die Polarisation in Abhängigkeit des Flusses darstellbar. Unter Berücksichtigung der bereits diskutierten Transferverluste ergeben sich die in Abbildung 5.22 und Tabelle 5.3 dargestellten Werte nach Kompression.

Wählt man nun zur entsprechenden Polarisation den jeweils besten Fluß bzw. die sinnvollste Zykluszeit (in Tabelle 5.3 farblich markiert), so gewinnt man die Darstellung der maximalen Leistungswerte in Abbildung 5.23.

## Kapitel 5: Der Polarisator

*Tabelle 5.3: Darstellung der Daten zur Bestimmung der Polarisatorleistungsfähigkeit.*

Zyklus Dauer	Fluß	ΔFluß	OPV Druck	mittlere Pol der OPZ 3,4,5	ΔP	Transfer Puffer (numerisch)	Transfer (Komp.)	ΔTransfer (Komp.)	Pol. am Auslaß	ΔP	Ge-samtTra nsfer	ΔGesamt Transfer
[s]	[bar/h]	± [bar/h]	[mbar]	[%]	± [%]	[%]	[%]	± [%]	[%]	± [%]	[%]	± [%]
20,00	1,60	0,06	0,58	74,67	1,72	99,37	99,47	0,15	73,80	1,70	98,835	0,032
20,00	1,85	0,06	0,67	73,83	1,70	99,45	99,47	0,15	73,03	1,68	98,915	0,032
20,00	1,94	0,06	0,70	72,33	1,66	99,48	99,47	0,15	71,57	1,65	98,942	0,032
20,00	2,22	0,06	0,80	70,17	1,61	99,54	99,47	0,15	69,47	1,60	99,007	0,032
20,00	2,51	0,06	0,91	67,50	1,55	99,60	99,47	0,15	66,86	1,54	99,059	0,032
20,00	2,68	0,06	0,97	65,67	1,51	99,62	99,47	0,15	65,07	1,50	99,084	0,032
20,00	3,18	0,06	1,15	59,67	1,37	99,67	99,47	0,15	59,15	1,36	99,132	0,032
25,00	1,09	0,04	0,49	76,83	1,77	99,07	99,47	0,15	75,71	1,75	98,535	0,032
25,00	1,33	0,04	0,60	76,30	1,75	99,24	99,47	0,15	75,31	1,74	98,700	0,032
25,00	1,44	0,04	0,65	75,00	1,73	99,30	99,47	0,15	74,07	1,71	98,765	0,032
25,00	1,60	0,04	0,73	74,17	1,71	99,37	99,47	0,15	73,30	1,69	98,833	0,032
25,00	1,95	0,04	0,88	69,67	1,60	99,48	99,47	0,15	68,93	1,59	98,945	0,032
25,00	2,10	0,04	0,95	67,00	1,54	99,52	99,47	0,15	66,32	1,53	98,979	0,032
30,00	1,04	0,04	0,56	77,50	1,78	99,04	99,47	0,15	76,34	1,76	98,506	0,032
30,00	1,40	0,04	0,76	73,60	1,69	99,28	99,47	0,15	72,68	1,68	98,746	0,032
30,00	1,55	0,04	0,84	71,33	1,64	99,36	99,47	0,15	70,50	1,63	98,828	0,032
30,00	1,66	0,04	0,90	70,50	1,62	99,40	99,47	0,15	69,70	1,61	98,859	0,032
30,00	1,97	0,04	1,07	65,00	1,50	99,48	99,47	0,15	64,32	1,48	98,947	0,032
30,00	2,20	0,04	1,20	60,50	1,39	99,54	99,47	0,15	59,90	1,38	99,002	0,032
30,00	2,57	0,04	1,40	54,67	1,26	99,60	99,47	0,15	54,15	1,25	99,062	0,032
35,00	0,88	0,03	0,56	78,67	1,81	98,87	99,47	0,15	77,35	1,78	98,331	0,032
35,00	0,94	0,03	0,60	77,67	1,79	98,94	99,47	0,15	76,43	1,76	98,404	0,032
35,00	1,26	0,03	0,80	74,33	1,71	99,21	99,47	0,15	73,34	1,69	98,670	0,032
35,00	1,42	0,03	0,90	71,00	1,63	99,30	99,47	0,15	70,12	1,62	98,761	0,032
35,00	1,74	0,03	1,10	65,50	1,51	99,41	99,47	0,15	64,76	1,49	98,876	0,032
35,00	2,25	0,03	1,42	54,67	1,26	99,54	99,47	0,15	54,12	1,25	99,001	0,032
40,00	0,78	0,03	0,56	78,33	1,80	98,73	99,47	0,15	76,92	1,77	98,195	0,032
40,00	0,97	0,03	0,70	77,67	1,79	98,97	99,47	0,15	76,45	1,76	98,437	0,032
40,00	1,06	0,03	0,76	76,00	1,75	99,05	99,47	0,15	74,87	1,73	98,515	0,032
40,00	1,26	0,03	0,91	73,00	1,68	99,20	99,47	0,15	72,03	1,66	98,669	0,032
40,00	1,56	0,03	1,13	66,00	1,52	99,36	99,47	0,15	65,22	1,50	98,822	0,032
40,00	1,78	0,03	1,29	60,67	1,40	99,44	99,47	0,15	60,00	1,38	98,900	0,032



## Kapitel 5: Der Polarisator

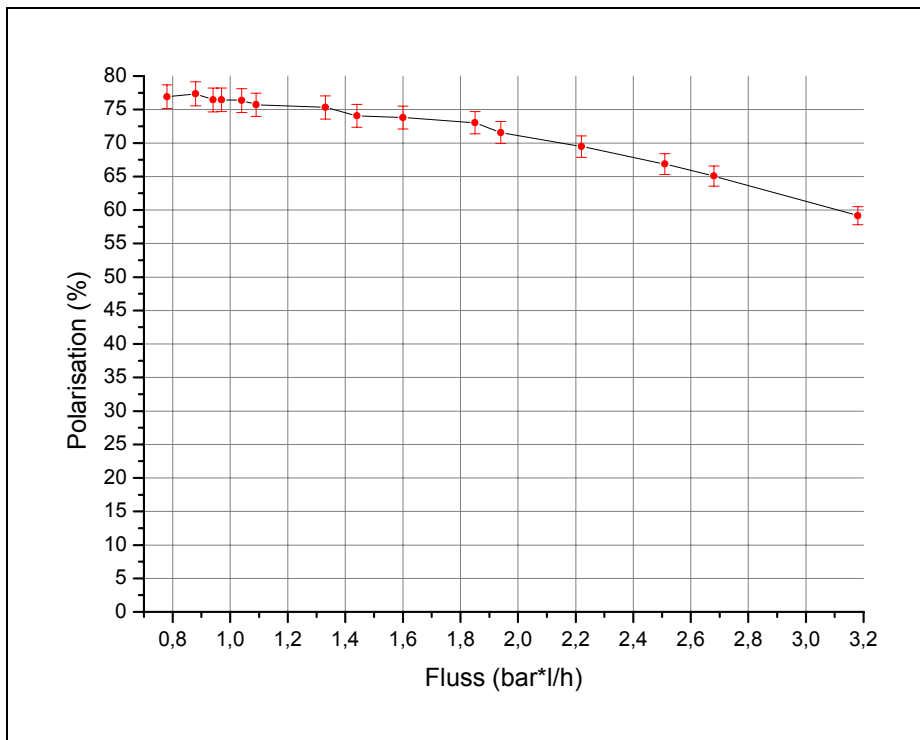


Abbildung 5.23: Optimal gewählter Fluß für maximale Polarisation am Auslaßflansch.

Maximale Polarisation am Auslaßflansch für höhere Flüsse sind durch lineare Extrapolation der Meßwerte aus Abbildung 5.23 mit ausreichender Genauigkeit zu erhalten. Experimentell wurde das bis zu Flüssen von 6 bar/l/h verifiziert.

### 5.6 Zusammenfassung der Polarisatordaten

Die aktuellen Leistungsdaten und Funktionsweisen wurden in diesem Kapitel diskutiert. Es konnte gezeigt werden, daß der Polarisator die erwarteten Eigenschaften erfüllt oder gar übertrifft. So sind zum einen neue Experimente am Neutronen- oder Elektronenstrahl möglich geworden, die bisher aufgrund nicht ausreichender Polarisation so nicht durchführbar waren, zum anderen kann aufgrund des möglichen hohen Flusses eine große Anzahl von NMR-Aufnahmen innerhalb kurzer Zeit durchgeführt werden, was für eine weitere Verbreitung dieser Methode absolute Voraussetzung ist (vgl. Kapitel 8). Seit 2001 wurde die maximal erreichbare Polarisation bei gleichem Fluß um etwa einen Faktor 1,3 verbessert. Eine Polarisation über 60% war damals kaum zu erreichen und gehört jetzt zum routinemäßigen Betrieb. Dabei ist die notwendige Wartung, als auch der Anspruch an die bedienende Person in einen Bereich gelangt, der wissenschaftliches Personal nicht mehr voraussetzt. Diese Leistungsfähigkeit des Systems und seine Zuverlässigkeit führte bereits dazu, daß ein weiter verbesserter Nachbau zur Nutzung von kernspinpolarisierten  $^3\text{He}$  am neuen Forschungsreaktor FRM II in Garching zur Füllung von Neutronenspinfiltern gebaut wurde. Die Arbeiten an diesem neuen System sind bereits im wesentlichen abgeschlossen und es steht kurz vor seiner Inbetriebnahme.

# 6. Speicherung und Transport

Nach erfolgter Polarisation und Verdichten des  $^3\text{He}$  in eine Transportzelle ist der weitere zeitliche Verlauf der Polarisation im wesentlichen von den Relaxationseigenschaften des Transportgefäßes und der Homogenität des während des Transportes benutzten Führungsfeldes abhängig. Die im Laufe dieser Arbeit benutzten Lösungskonzepte und deren Umsetzung werden in diesem Kapitel 6 im Detail beschrieben.

## 6.1 Transportgefäße

Bei großen Speicherzeiten erweisen sich die Eigenschaften der Containerwand als dominierender Faktor für die Limitierung langer longitudinaler Relaxationszeiten. Betrachtet man die in Kapitel 3 diskutierten Mechanismen des Polarisationsverlustes durch Magnetfeldgradienten und Dipol-Dipol Relaxation bei technisch leicht erreichbaren Bedingungen, so müßte man bei einem Druck  $p = 1\text{ bar}$ , einer Temperatur  $T = 23^\circ\text{C}$  und einem Magnetfeldgradienten  $(\partial B_r/\partial r)/B = 10^{-4}\text{ cm}^{-1}$  eine Gesamtrelaxationszeit von  $T_1 \approx 700\text{ h}$  erwarten.

Tatsächlich schwanken die erreichten Zeiten aber zwischen wenigen Minuten und Wochen. Diese Verkürzung der Relaxation, und damit die Eigenschaften des Containers selbst, werden in der Wandrelaxation  $T_1^{\text{wand}}$  zusammengefaßt. (Bei diesen Überlegungen wird davon ausgegangen, daß depolarisierende Gasverunreinigungen vernachlässigbar sind. Das setzt z.B. einen  $\text{O}_2$ -Partialdruck  $< 1\text{ mbar}$  voraus.)

In den frühen 70er Jahren wurden schon die ersten experimentellen und theoretischen Versuche unternommen, die Hauptverursacher dieses Phänomens zu beschreiben und die Speicherzeiten zu optimieren ([Fit69], [Tim71]). Diese Arbeit wurde am Institut für Physik weitergeführt und brachte einige gute Ergebnisse, insbesondere bei Untersuchungen von metallisch (Cäsium, Beryllium, Wismut,...) beschichteten Quarzgefäßen, die Einsatz am Elektronen- oder Neutronenstrahl fanden ([Den97], [Wol00]). Prinzipiell werden zur Bestimmung der Relaxationszeiten die Amplituden von nicht destruktiven NMR-Anregungen in bestimmten zeitlichen Abständen aufgenommen und durch Anfitzen eines exponentiellen Zerfalls das entsprechende  $T_1$  bestimmt. Eine genauere Beschreibung der Auswerterroutine mittels Fast Fourier Analyse findet sich u.a. in [Sch98]. Leider waren die Ergebnisse nicht immer reproduzierbar und alle Erklärungsversuche waren zwar in sich schlüssig, führten aber zu keiner Methode, die verläßlich Transportzellen mit großen Speicherzeiten hervorbrachte. Eines der Hauptprobleme war, daß selbst bei ein und derselben Zelle die gemessene  $T_1$  Zeit um eine Größenordnung schwanken konnte, ohne daß ein eindeutiger Grund zu finden war. Eine Zusammenfassung des Wissensstandes im Jahr 2000 und eine ausführliche Beschreibung der Meßmethoden wird in [Wol00] gegeben.

Da cäsiierte oder mit anderen toxischen oder reaktiven Substanzen beschichtete Zellen sich im klinischen Einsatz (vgl. Kapitel 8) verbieten und bei Transporten als Gefahrgut zu behandeln sind, wurde sich in dieser Arbeit auf das Entwickeln von unbeschichteten Glascontainern mit hohen Speicherzeiten konzentriert.

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Daß in „nackten“ Gläsern prinzipiell ausreichende hohe Relaxationseigenschaften zu erzielen sind, konnte bereits in [Gro96] gezeigt werden. Bei einer  $470\text{cm}^3$  großen, unbeschichteten, aus besonders eisenfreiem Supremax-Glas hergestellten Zelle betrug die Gesamtrelaxationszeit  $T_1 = 62\text{h}$ , was auf eine  $T_1^{\text{wand}} = 91\text{h}$  schließen läßt. Hier wurde schon beobachtet, daß diese Zelle im Vergleich zu den schlechteren eine weit weniger aufwendige Präparationsprozedur durchgemacht hat.

Auch in [Wol00] wurden unter Zuhilfenahme eines neuen Präparationsverfahrens (siehe Kapitel 6.1.1) Relaxationszeiten von über  $100\text{h}$  in unbeschichtetem Supremax-Glas erreicht.

Bis zum Jahr 2000 wurden die Wechselwirkungen der  $^3\text{He}$ -Atome mit paramagnetischen Zentren in der Containerwand als dominierende Relaxationsprozesse angesehen. Dabei wurde schon in [Fit69] und [Tim71] zwischen Adsorption und Diffusion des  $^3\text{He}$  in bzw. an der Wand unterschieden. Der jeweilige Prozeß dominiert je nach Temperaturregime. Die daraus resultierenden Relaxationsraten können wie folgt beschrieben werden.

$$\Gamma_1^{ad} = \text{const} \cdot (t_s^0)^2 \frac{O}{V} e^{\frac{2E_A}{kT}} \quad 6.1$$

$$\Gamma_1^{diff} = \text{const} \cdot kT \frac{O}{V} e^{\frac{2E_A}{kT}} \quad 6.2.$$

Dabei sind  $V$  das Volumen und  $O$  die Oberfläche des Gefäßes,  $t_s^0$  die temperaturabhängige Adsorptionszeit,  $E_A$  die Adsorptionsenergie,  $k$  die Boltzmannkonstante und  $T$  die Temperatur.

Die Adsorptionsrelaxation ist stark abhängig von der Anhaftzeit und dominiert entsprechend bei tieferen Temperaturen. Bei der Relaxation durch Diffusion kommt es zum Eindringen des  $^3\text{He}$  in die Glasmatrix und dort zu depolarisierenden Spinflips. In beiden Fällen ist die Abhängigkeit vom Verhältnis aus Oberfläche zum Volumen sichtbar, was kugelförmige Gefäße mit glatten Oberflächen begünstigt. Auf dieser Basis ist auch leicht erklärbar, daß dichte Gläser, wie z.B. Aluminosilikate deutlich bessere Relaxationseigenschaften als poröse wie Duran (Pyrex) oder gar reines Quarzglas zeigen.

In [Saa01] wurde dann zum ersten Mal ein ferromagnetischer Effekt in Rubidium beschichteten Pyrex-, GE180- und Corning1720-Zellen beschrieben, der beim Einbringen der Zellen in ein höheres ( $\sim\text{kG}$ ) Magnetfeld eine zunächst bleibende Verkürzung der Relaxationszeit um einen Faktor 2 bis 20 bewirkte. Durch Entmagnetisieren konnte der Effekt rückgängig gemacht werden, so daß eindeutig gezeigt wurde, daß es sich um permanenten Magnetismus handeln mußte.

Dieser Effekt wurde hier nur bei beschichteten Zellen beobachtet. Bei unbeschichtetem Glas konnte dieser Effekt aufgrund der ohnehin sehr kleinen  $T_1$ -Zeiten der zur Verfügung stehenden Zellen von nur wenigen Stunden nicht nachgewiesen werden. Dennoch wurde geschlossen, daß das Rubidium bzw. dessen Verschmutzungen verantwortlich für das ferromagnetische Verhalten sein mußten.

Daß aber auch nichtbeschichtete Aluminosilikatgläser diesen störenden Ferromagnetismus besitzen können, wird im Folgenden gezeigt. Dabei werden sowohl mit Ergebnis-

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

sen aus Relaxationsmessungen indirekt die Auswirkungen der Störfelder gezeigt, als auch durch Messungen an SQUID-Magnetometern die Magnetisierung selbst quantifiziert und zugeordnet.

### 6.1.1 Die „Medizinzellen“

In dieser Arbeit sind konsequenterweise Zellen aus verschiedenen Aluminosilikat-Gläsern untersucht worden. Aluminosilikat-Glas besteht aus  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$  und einem kleinen Anteil ( $<1\%$ ) anderer Stoffe. Das Mischungsverhältnis sei exemplarisch für Supremax-Glas angegeben: 56%  $\text{SiO}_2$ , 20%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 9%  $\text{B}_2\text{O}_3$ , 9%  $\text{MgO}$ , 5%  $\text{CaO}$  und andere. Etwas andere Mischungsverhältnisse, die aus Wettbewerbsgründen nicht im Detail zu erfahren sind, verleihen den verschiedenen Aluminosilikat-Gläsern wie z.B. Corning 1720 und GE180 ihre unterschiedlichen Eigenschaften. Von der Firma Schott, Mainz sind aus besonders reinen Ausgangsstoffen spezielle Schmelzen für Supremax, Corning 1720 und GE 180 angesetzt worden. Suszeptibilitätsmessungen des MPI in Stuttgart zeigen, daß Glasstücke aus dieser speziellen GE180 Schmelze mit 34,2(1) ppm einen deutlich niedrigeren Eisenanteil ( $\text{Fe}^{3+}$ ) besitzen als maschinell gefertigte GE180 Rohre mit 139(1)ppm. Es wurden aus diesen Gläsern mit einer, im Fall der Supremax- und Corning 1720 Schmelzen, platinieren Stahlpfeife in eine Metallform mit einem Innendurchmesser von ca. 13cm 1 Liter Kolben geblasen. Aus technischen Gründen kamen während der Herstellung der GE180-Kolben normale, unbeschichtete Stahlpfeifen zum Einsatz. In Richtung Pfeife blieb dann ein Abgang mit ca. 3cm Durchmesser stehen, an den im weiteren Verlauf ein Hahn mit Flansch aus Duran angesetzt wurde. Die Volumina der fertigen Zellen schwanken dabei zwischen 1,1 l und 1,2 l und die Wanddicke lokal zwischen 0,5 und 4 mm. Offensichtlich erschweren die Verarbeitungseigenschaften der Gläser eine manuelle Fertigung. Einige Kolben zeigten starke Schlieren oder im Glas eingeschlossene Luftblasen und wurden ausgeschieden, ebenso diejenigen mit unzureichender Wandstärke. Vor der Verwendung der Zellen wurde jede über mehrere Tage einem 3bar Drucktest unterzogen und vor dem Verlassen des Institutes als Explosionsschutz zusätzlich ein Trombosestrumpf übergestülpt.



Abbildung 6.1: Typische Transportzelle aus einer Schott-Schmelze ( C69 ).

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Eine größere Sicherheit könnte, wie bereits bei zwei Zellen durchgeführt, problemlos durch druckfeste Kunststoffbeschichtungen oder feste Umbauten erreicht werden. Eine typische Zelle zeigt Abbildung 6.1. Die im weiteren vorgestellten Ergebnisse zeigen, daß alle Kolben vergleichbares Relaxationsverhalten zeigten, unabhängig von der Herstellungsschmelze und der benutzten Glasmacherpfeife.

Eine der Randbedingungen für den Einsatz der Zellen in der medizinischen Anwendung war neben dem Verzicht auf reaktive Beschichtung auch eine ausreichende Größe. Mit einer solchen 1,2 Liter Zelle können bei einem Druck von 2,8 Bar etwa 3,3 barl transportiert werden. Dies erlaubt mehr als sieben Applikationen pro Zelle.

Insgesamt stehen z.Zt. 35 solcher Medizinzellen zur Verfügung. Dabei sind die ersten 6 im Frühjahr 2001 aus Supremax (interne Bezeichnung: "S + laufende Nummer"), weitere 12 ein Jahr später aus Corning 1720 (interne Bezeichnung: "C + Hahn-Nummer") und 17 im Herbst 2003 aus GE 180 Glas (interne Bezeichnung: "GE + Hahn-Nummer") hergestellt worden. Im Rahmen des Einsatzes dieser Zellen und zur Untersuchung der Relaxationseigenschaften in Abhängigkeit verschiedener Präparationsverfahren wurden zwischen Frühjahr 2001 und Frühjahr 2004 über 250  $T_1$ -Messungen durchgeführt. Um diese Messungen miteinander vergleichbar zu machen, wurde hier immer bei Drücken von 1,0 – 1,2 bar gearbeitet.

Die Kolben aus der Supremax-Schmelze wurden vor der ersten Messung mit einer Mukasol Lösung<sup>7</sup> und anschließend mit destilliertem Wasser gespült, dann in einem Vakuumofen über Nacht getrocknet und an einem Pumpstand bei  $p = 10^{-8} \dots 10^{-7}$  mbar und bei  $T = 300^\circ\text{C} - 400^\circ\text{C}$  über 3-4 Tage ausgeheizt.

Bei der darauffolgenden Corning 1720 Charge wurde, um das Auslösen von Metallionen aus der Oberfläche auszuschließen, mit reinem Alkohol statt Wasser gespült; das Trocknen und Ausheizen wurde aber beibehalten.

Bei beiden Schmelzen ergaben sich nach diesen Präparationen vergleichbare, aber breit gestreute Relaxationszeiten die im Mittel bei  $25 \pm 10$ h (Supremax) bzw.  $40 \pm 16$ h (Corning 1720) lagen. Es zeigte sich, daß alle Zellen im weiteren Verlauf auf deutlich höhere Werte gebracht werden konnten. Erst nach 30-60 min Mukasolbad und, als entscheidender Faktor, einem 30 min Ultraschallbad bei Temperaturen über  $80^\circ\text{C}$ , konnten die Relaxationszeiten auf bis zu 230 h gesteigert werden (vgl. Tabelle 6.1, Tabelle 6.2).

Die Ungenauigkeit der angegebenen Relaxationszeiten ergeben sich aus Fit- und systematischen Fehlern (im wesentlichen durch externe Schwankungen des Magnetfeldes hervorgerufen) und werden mit  $\pm 10\%$  abgeschätzt. Da diese Genauigkeit für gewünschte Informationen genügt, konnte so durch frühzeitiges Beenden der Messung Zeit eingespart und der Durchsatz erhöht werden.

Diese teilweise hervorragenden Zeiten zeigten leider keine Stabilität. Bereits nach einmaligem Benutzen der Zellen zur Bildgebung im Tomographen „stürzten“ sie im allgemeinen stark ab. So fiel z. B. die  $T_1$  der Zelle C68 nach einer Messung in Kopenhagen (vgl. Kapitel 8.1.4) von 166 h auf 28 h, im weiteren Verlauf sogar auf eine minimale  $T_1$  Zeit von 1h. Der Verdacht, daß es bei der Applikation des Gases zu Rückdiffusion von Luft und damit Verunreinigungen der Zellen kam, die dann trotz des turnusmäßigen Evakuieren nach Rückgewinnung des Restgases zu nachhaltigen Veränderungen der Oberfläche führten, bestätigte sich nicht. Um dies zu prüfen wurde die Zelle GE115

---

<sup>7</sup> Mukasol: tensid- und phosphathaltiges Reinigungsmittel der Firma Merck

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

nach einem Meßresultat von  $T_1=180\pm 18\text{h}$  belüftet und die  $T_1$  Zeit nach 20h Evakuieren erneut bestimmt. Die zweite Messung zeigt sogar eine leicht erhöhte, im Rahmen der Summe der Fehlergrenzen aber übereinstimmende Relaxationszeit von  $T_1=210\pm 21\text{h}$ .

*Tabelle 6.1: Relaxationszeiten der Supremax Kolben ( $\pm 10\%$ ).*

Zellenr:	S3	S5	S7
$T_1$ [h] nach Erstpräp	36	36	17
$T_{1\text{max}}$ [h]	230	171	90
$T_{1\text{min}}$ [h]	17	3	11

*Tabelle 6.2: Relaxationszeiten der Corning 1720 Kolben ( $\pm 10\%$ ).*

Zellenr:	C155	C157	C60	C61	C66	C67	C68	C69	C70	C71	C72	C73
$T_1$ [h] nach Erstpräp	50	59	57	53	44	35	64	24	16	45	19	22
$T_{1\text{max}}$ [h]	50	190	57	60	214	108	166	115	160	45	189	100
$T_{1\text{min}}$ [h]	15	19	13	15	15	10	1	23	16	9	6	3

Starke Schwankungen der Relaxationszeiten in beide Richtungen wurden auch ohne zwischenzeitliche Neupräparation beobachtet. Beindruckendes Beispiel ist hier die Zelle S3. Diese wurde nach oben beschriebener Mukasol- und Ultraschallbehandlung mit einem  $T_1=107\pm 10\text{h}$  nach Kopenhagen transportiert, danach evakuiert und vermessen und ohne weitere Präparation wieder nach Kopenhagen geschickt. Diese Prozedur, d.h. Evakuieren, Wiederauffüllen mit polarisiertem  $^3\text{He}$  ohne weitere Präparation, Messung von  $T_1$ , Einsatz in Kopenhagen wurde insgesamt acht Mal wiederholt. Die Entwicklung der Relaxationszeit zeigt Abbildung 6.2. Es ist deutlich zu sehen, daß nach einem anfänglichen Abfall es plötzlich zu einem massiven Anstieg der Zeiten kommt, zwischen zwei sehr hohen Werten ein Einbruch um einen Faktor 2 zu sehen ist, um am Ende wieder abzufallen.

Um den Einfluß der einzelnen Präparationsschritte zu untersuchen, wurde bei der Schmelze aus GE 180 Glas ausschließlich über drei Tage evakuiert und sowohl auf das Ausheizen und die naßchemischen Reinigungsschritte verzichtet. Überraschenderweise zeigten die meisten der so minimal präparierten Zellen auf Anrieb deutlich höhere  $T_1$ -Zeiten. Der Mittelwert betrug  $114 \pm 66\text{h}$  (vgl. Tabelle 6.3).

Man sieht hier, daß die naßchemische Präparation in Verbindung mit Ausheizen der Zellen am Vakuumpumpstand, die auf höchste Reinheit zielte, eher kontraproduktiv oder zumindest überflüssig gewesen zu sein scheint.

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Die ausschließlich zu Testzwecken präparierte Zelle GE115 wurde nach einem erstmals vermessenen  $T_1=210 \pm 21\text{h}$  für 20h bei ca.  $400^\circ\text{C}$  jedoch ohne Evakuieren geheizt. Die danach gemessene  $T_1=100 \pm 10\text{h}$  zeigt deutlich den negativen Effekt dieser Prozedur. Es ist zu erwarten, daß sich dieser Effekt mit zunehmender Heizdauer verstärkt (siehe unten).

Zu beachten ist aber, daß die Relaxationszeit nach Erstpräparation nicht immer auch die bestmögliche darstellt. Dies ist bei den Zellen GE108 und insbesondere GE109 deutlich zu erkennen. Welche Prozedur zu einer weiteren Verbesserung führte, wird im Laufe des Kapitels deutlich.

Auf Mukasol- und Ultraschallbehandlung wurde für die GE180 Charge aufgrund der hier erzielten hohen  $T_1$ -Werte auch im weiteren Verlauf verzichtet; sie scheinen vor dem Hintergrund der im Folgenden beschriebenen Erkenntnisse auch nicht mehr sinnvoll zu sein.

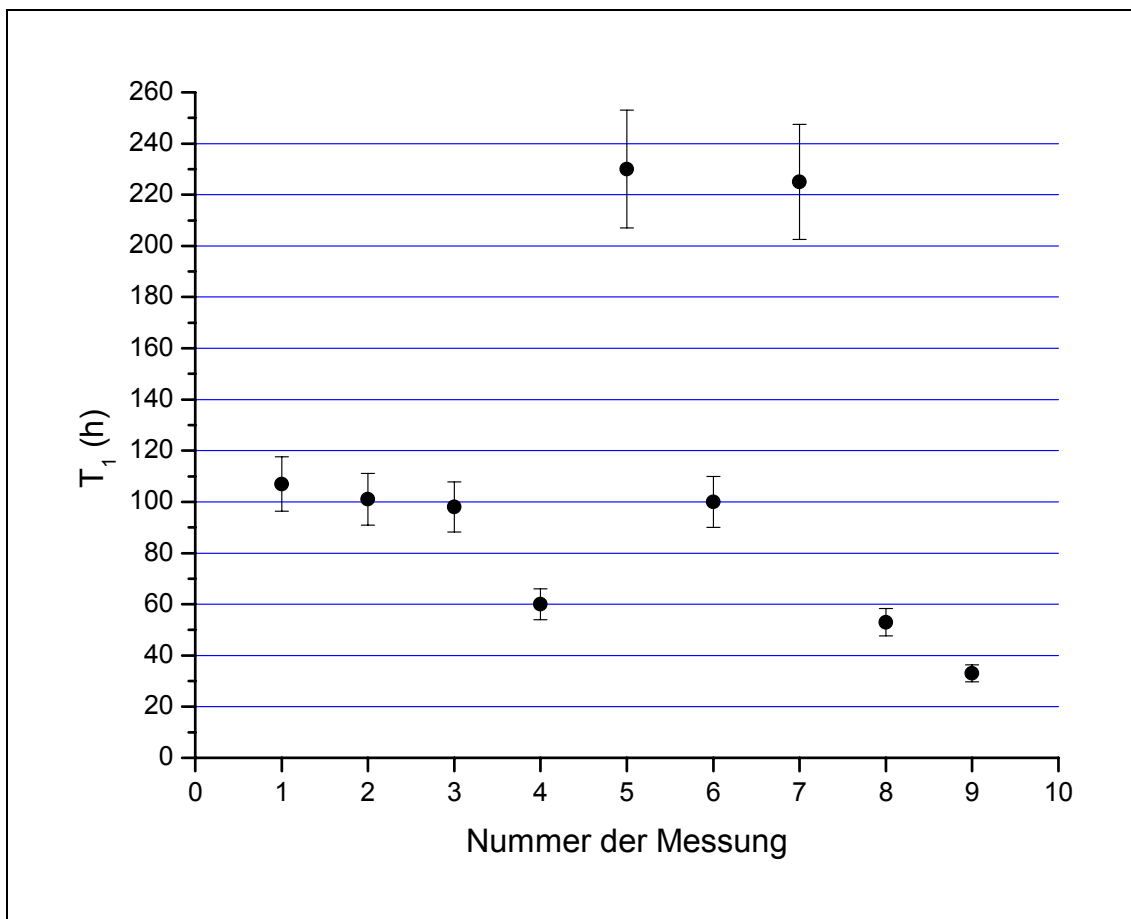


Abbildung 6.2:  $T_1$  Entwicklung der Zelle S3 zwischen verschiedenen Transporten und Tomographeneinsätzen.

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

*Tabelle 6.3: Relaxationszeiten der GE 180 Schmelze ( $\pm 10\%$ ).*

Zellenr:	GE82	GE87	GE88	GE89	GE90	GE91	GE92	GE93	GE94
$T_1$ [h] nach Erstpräp	133	159	248	50	181	5	119	162	18
$T_{1\max}$ [h]	134	159	248	50	181	5	119	162	18
$T_{1\min}$ [h]	30	9	43	1	8	0,5	6	11	0,8

Zellenr:	GE95	GE96	GE97	GE101	GE102	GE108	GE109
$T_1$ [h] nach Erstpräp	158	115	32	130	104	100	100
$T_{1\max}$ [h]	158	115	32	130	104	130	219
$T_{1\min}$ [h]	55	3	1,3	64	4	19	100

### 6.1.2 Veränderungen von $T_1$ durch hohe magnetische Felder

Nachdem, wie oben bereits erwähnt, Saam et al. [Saa01], einen Abfall der Relaxationszeiten von Rb beschichteten Pumpzellen für SEOP nach Einwirkungen hoher magnetischer Felder ( $B \geq 0,1\text{mT}$ ) durch remanenten Magnetismus beobachtet hatten, lag es nahe, ähnliche Effekte bei den von uns benutzten Zellen zu untersuchen, da sie bei jedem Einsatz im MRT einer Feldstärke von 1,5T ausgesetzt werden. Außerdem wurde häufiger zum Abschluß der NMR-Messungen die Restpolarisation mit einem starken Permanentmagneten, der direkt an die Zelle gehalten wurde, zerstört. Dadurch wurden die Zellenwände ebenfalls hohen Feldstärken ausgesetzt.

Um diesen Effekt auch bei unseren unbeschichteten Zellen zu untersuchen, wurden zwei frische Zellen (GE82, GE101), die nach der Herstellung nur für drei Tage evakuiert wurden und noch nie hohen Feldern ausgesetzt waren, mit polarisiertem  $^3\text{He}$  gefüllt und zunächst die jungfräuliche Relaxationszeit bestimmt. Nach einer Meßzeit von ca. 50 h wurden die Zellen polarisationserhaltend zu einem Tomographen gebracht und dort für 30 min in das 1,5T Feld gelegt. Sowohl beim Einbringen als auch beim Herausnehmen der Zellen ins bzw. aus dem Feld wurde darauf geachtet, daß sie ohne Verkippung oder Verdrehung entlang der Feldachse geführt wurden. Anschließend kamen sie zurück in die NMR Meßapparatur und die Relaxationsmessung wurde mit der verbliebenen Restpolarisation fortgesetzt.

Die Ergebnisse der Messung illustriert Abbildung 6.3. Die  $T_1$  der Zelle GE101 halbierte sich, während sie sich bei GE82 sogar um einen Faktor 4 reduzierte.



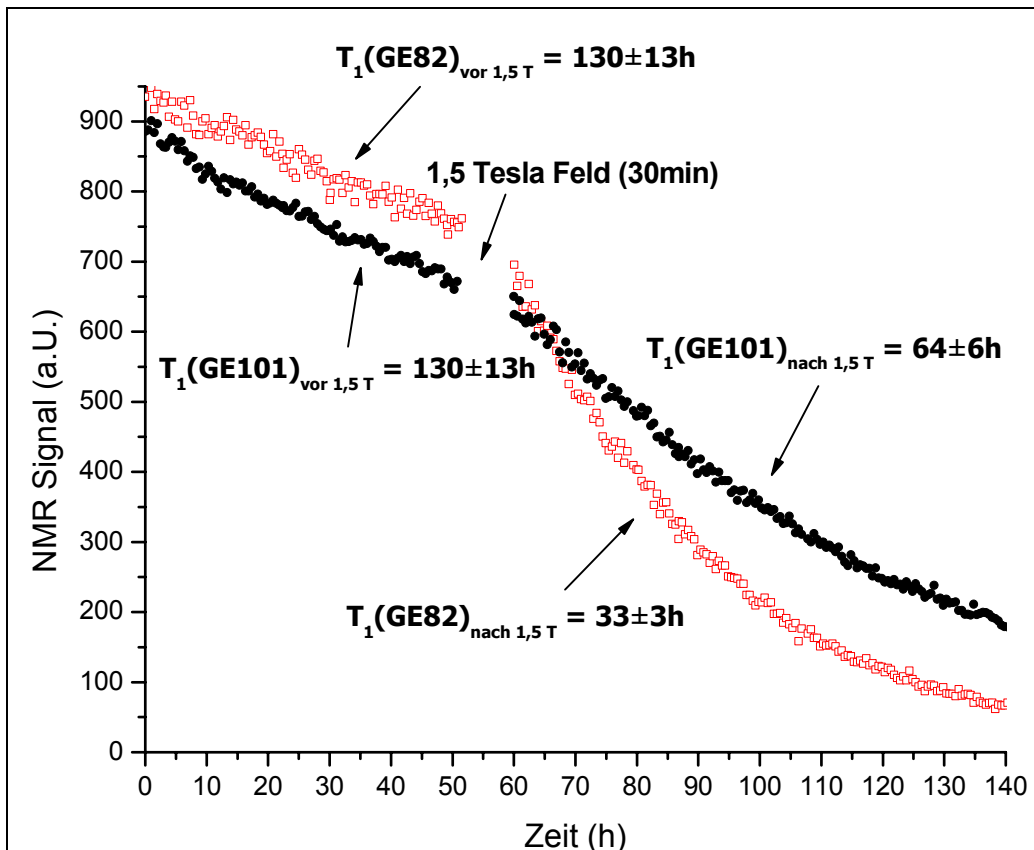


Abbildung 6.3: Veränderung der Relaxationszeiten der Zellen GE82 und GE101 durch die Einwirkung eines 1,5 T Feldes.

Die Position der Zelle GE101 wurde im weiteren Verlauf der Messung insgesamt 4 mal durch Drehen um den Mittelpunkt des Kolbens relativ zur NMR-Feldrichtung verändert, ohne daß dabei eine signifikante Änderung der T<sub>1</sub>-Zeit zu sehen gewesen wäre.

Es ist eindeutig, daß die Einwirkung hoher magnetischer Felder auch bei nicht beschichteten Aluminosilikat-Glas zu massiven Einbrüchen der Relaxationszeit führt oder zumindest führen kann und dieser Effekt die oben diskutierten Adsorptions- und Diffusionsrelaxationen dominiert.

Erwähnenswert in diesem Zusammenhang ist, daß bei cäsiumbeschichteten 1 Liter Duranzellen der oben beschriebene Effekt ebenfalls massiv auftrat. Zelle D107 fiel nach etwa 10s im 1,5T Feld von T<sub>1</sub>=292±29h auf T<sub>1</sub>=53±5h ab.

Es stellt sich entsprechend die Frage nach dem Ursprung dieses Effektes. In den folgenden Kapiteln werden mehrere hochempfindlich Magnetfeldmessungen an den Zellen vorgestellt, die Aussagen über die Größe und die Verteilung der remanenten ferromagnetischen Momente in den Zellen erlauben.

### 6.1.3 Quantifizierung der magnetischen Momente

Aufgrund der hohen Empfindlichkeit der Kernspinpolarisation auf Einwirkungen von magnetischen Gradienten (s. Gl.(3.3)) war anzunehmen, daß der beobachtete starke  $T_1$ -Abfall dennoch auf relativ kleine magnetische Momente schließen läßt, deren Größenordnung den meisten Meßsystemen nicht zugänglich ist.

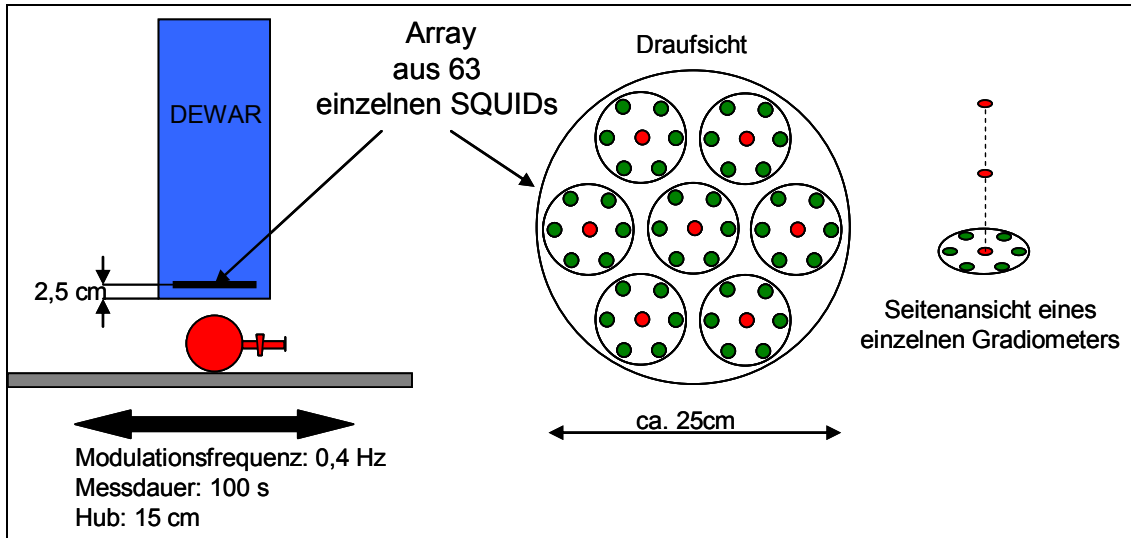


Abbildung 6.4: Meßanordnung mit SQUID-Array zur Bestimmung der magnetischen Felder bzw. des Dipolmoments des remanenten Magnetismus verschiedener Zellen. Die Einheit besteht aus 63 SQUIDs. Diese sind in 7 einzeln montierbaren Modulen angeordnet bei denen jeweils 7 SQUIDs in einer Ebene liegen und weitere zwei nach oben verlagert sind.

Die empfindlichsten, heute bekannten Meßsysteme für magnetische Felder stellen sogenannte „SQUIDs“ (Superconducting QUantum Interference Device) dar.

Dabei wird die Flußquantisierung in einer Supraleitermasche genutzt, um über den Josephson-Effekt magnetfeldabhängige Interferenz von Cooper-Paaren zwischen den Maschenpaaren zu messen. Diese Systeme können Feldstärken bis zu wenigen  $10^{-15}$  Tesla (= fT) auflösen [Tip94].

In Zusammenarbeit mit der Physikalisch Technischen Bundesanstalt (PTB) Berlin konnten einige Messungen an einem zur Gehirnstrommessung entwickelten SQUID-Array aus 63 einzelnen SQUIDs durchgeführt werden [Wue98], das sich im Universitätsklinikum „Benjamin Franklin“ (Berlin) befindet. Diese Einheit zeichnet sich dadurch aus, daß zur Unterdrückung des Restfeldes in der mit  $\mu$ -Metall abgeschirmten Kammer das zu messende Objekt unter dem SQUID-Array hin und her gefahren wird. Dadurch wird das statische Feld des Objektes in ein zeitlich variables überführt und mittels folgender Korrelationsgleichung in Korrelationsfeldamplituden  $A_{k,m}$  umgerechnet:

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

$$A_{k,m} = \sqrt{2} \frac{1}{N} \frac{\sum_{i=1}^N B_{i,k} (U_i^m - \overline{U^m})}{\sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (U_i^m - \overline{U^m})^2}} \quad 6.3.$$

Dabei bezeichnet  $m$  eine Korrelationsordnung,  $i$  einen Meßzeitpunkt,  $k$  einen Sensorkanal,  $B_{i,k}$  die gemessenen Magnetfelder und  $U_i^m$  für  $m=1$  das gemessene Ortssignal. Mit Hilfe eines Parameterfits wird dann ein Modell des Magnetfeldes an die gemessenen Werte angepaßt. In unserem Fall wurde als Feldmodell ausschließlich ein magnetischer Dipol gewählt.

Bei Mittelung der gemessenen Amplituden über 100s können Felder von bis zu 30 fT aufgelöst werden. Abbildung 6.4 zeigt den schematischen Aufbau. Die Signalamplituden der EinzelsQUIDS bewegten sich in unserem Fall in der Größenordnung  $10^{-12}$  Tesla (= pT).

Es wurden zwei Zellen (GE96 und GE108), ein Glasstück und ein Glasstab aus der letzten Schottschmelze (GE180 Glas), sowie die Unterlegscheibe, der O-Ring und die Kunststoffmutter des Hahns der Zelle GE96 (vgl. Abbildung 6.1) untersucht. Eine Übersicht der Messungen kann aus Tabelle 6.4 entnommen werden. Dabei sind in Spalte 1 die laufende Nummer der Messung, in Spalte 2 das untersuchte Objekt, in Spalte 3 die relative Orientierung in Bezug auf die Meßreihe, in Spalte 4 der Abstand des Objektes vom unteren Ende des Dewar Gefäßes, in Spalte 5 die zugehörige Leermessung, in Spalte 6 die Position des angefitteten Dipols (hier: Abstand bis zum SQUID-Array), in Spalte 7 die Komponenten des Dipolmomentes, in Spalte 8 der Betrag des Dipolmomentes und in Spalte 9 das  $\chi$  des benutzten Levenberg-Marquardt-Fits angegeben. Die Lücken in der Tabelle resultieren entweder aus einem zu niedrigen Signal (z.B. einige Leermessungen) oder aus nicht konvergierenden Fits, die z.B. bei ausgedehnten oder multipolaren Quellen auftreten können.

Die in Tabelle 6.4 auftauchende Bezeichnung „Hahn“ meint hier den Griff des Glashahns. Der mehrfach erwähnte Korkring (vgl. Abbildung 6.1) diente zur Positionierung der Zelle und wurde bei den Leermessungen entsprechend berücksichtigt. Die im weiteren verwendete Numerierung der Messungen bezieht sich auf die laufende Nummer in Tabelle 6.4.

*Tabelle 6.4: Übersicht der durchgeführten 49 Messungen. Bei allen Messungen war die Modulationsfrequenz 0,4 Hz und die jeweiligen Leermessungen wurden bei den Materialmessungen berücksichtigt. (Kolben1 = K1 = GE96, Kolben2 = K2 = GE108).*

Nr.	Objekt	Orientierung (°)	Abstand (cm)	Leermessung	Dipol-Ort x y z (cm)	Dipolmoment -vektor Q <sub>x</sub> Q <sub>y</sub> Q <sub>z</sub> (nAm <sup>2</sup> )	Q (nAm <sup>2</sup> )	$\chi$
0100	Leermessung Liege	-	17	-	-26 -59 -164	7,1 5,6 8,7	12,6	81 %
0200	Korkring	-	17	0100	-	-	-	-
0300	Kolben 1, Hahn flach	0	1	0100	-30 -144 -156	155 2962 -2819	4092	98 %
0400	Kolben 1 ohne O-Ringe	0	1	0100	32 -61 -113	-8,1 12,7 -6,6	16,5	73 %
0500	Kolben 1 ohne O-Ringe	90	1	0100	18 18 -93	-8,9 -0,3 -2,9	9,4	71 %
0600	Kolben 1 ohne O-Ringe	180	1	0100	-28 -9 -103	2,9 -12 -3 -1,8	12,8	69 %
0700	Kolben 1 ohne O-Ringe	270	1	0100	-10 -61 -91	8,0 0,3 -3,41	8,7	69 %
0800	Kolben 1 ohne O-Ringe	0	1	0100	30 -62 -114	-9,4 12,0 -5,9	16,3	73 %
0900	K1 ohne O-Ringe, Hahn nach unten	0	1	0100	-9 -42 -42	3,6 -0,9 0	3,7	75 %

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

1000	K1 ohne O-Ringe, Hahn nach unten	90	1	0100	28 -38 -40	0,2 2,9 0,3	3,0	78 %
1100	K1 ohne O-Ringe, Hahn nach unten	180	1	0100	32 -5 -43	-3,2 0,7 0,4	3,3	79 %
1200	K1 ohne O-Ringe, Hahn nach unten	270	1	0100	-12-7 -41	-0,6 -3,0 -0,3	3,1	79%
1300	K1 ohne O-Ringe, Hahn nach rechts	0	1	0100	41 -4 -61	-3,4 1,7 0,8	3,9	67 %
1400	K1 wie oben, Hahn zentr. zu Sensor	-	1	0100	-4 -4 -61	-0,1 8,7 -0,9	8,77	88 %
1500	Wiederholung Korkring	-	17	-	30 -31 -102	-49,2 5,35 22,1	54,2	74 %
1600	Ventilteil O-Ring	-	5	1900	9 -53 -77	22,3 13,7 -4,6	26,6	94 %
1700	Ventilteil Mutter	-	5	1900	5 -55 -77	-3244 -2371 -432	4042	94 %
1800	Ventilteil Unterlegscheibe	-	5	1900	8,3 -45 -80	-32,9 -87,2 1,3	93,2	91 %
1900	Leermessung Liege+Holzkasten	-	5	-	-	-	-	-
2000	Kolben 2 Hahn oben	-	1	2100	130 -275 -184	37,3 -21,4 12,4	44,8	73 %
2100	Leermessung Liege	-	17	-	-	-	-	-
2200	Kolben 2 Hahn rechts	-	1	2100	?	?	?	50 %
2300	Kolben 2 Hahn unten	-	1	2100	?	?	?	0 %
2400	Kolben 2 Hahn links	-	1	2100	-29 7 -54	3,4 1,2 1,3	3,8	24 %
2500	Glasstück nach MRT	0	5	3000	11 16 -42	-242 133 101	294	82 %
2600	Glasstück nach MRT	90	5	3000	20 0 -42	144 248 -108	307	90 %
2700	Glasscherbe	-	5	3000	1 -13 -50	-1,5 0,5 0,1	1,6	90 %
2800	Glasstück nach MRT, umgedreht	0	5	3000	1 12 -45	270 74,8 115	303	90 %
2900	Glasstück ohne MRT	-	5	3000	-17 3 -32	0	0	9 %
3000	Leermessung Liege	-	5	-	-	-	-	-
3100	Glasstab nach MRT	0	5	3000	9 11 -44	4,7 -1,4 -1,7	5,1	89 %
3200	Glasstab nach MRT	90	5	3000	16 -2 -46	-1,4 -5,5 -1,3	5,8	91 %
3300	Glasstab nach MRT senkrecht	0	1	3500	30 -75 -97	16 5,6 -23	29	40 % ?
3400	Glasstab nach MRT senkrecht	180	1	3500	-4 -16 -58	-3,5 5,5 2,6	7	34 % ?
3500	Leermessung Liege	-	1	-	-	-	-	-
3600	Glasstab 1. Hälfte	-	1	3800	5 -1 -39	4,2-1,1 -1,1	4,5	89 %
3700	Glasstab 2. Hälfte	-	1	3800	4 -13 -38	-0,5 0 0	0,5	86 %
3800	Leermessung Liege	-	1	-	-	-	-	-
3900	K 2 nach MRT, Hahn oben	0	1	4100	-141 -92 -174	216 -19,1 -54,2	224	54 % ?
4000	K 2 nach MRT, Hahn rechts	0	1	4100	?	?	?	0 %
4100	Leermessung Liege	-	17	-	-	-	-	-
4200	Zertrümmertes Glas Stück 1	-	1	4500	9 -1 -41	-8,5 8,7 5,7	13,4	90 %
4300	Zertrümmertes Glas Stück 2	-	1	4500	5 -14 -45	18,4 44,1 109	119	91 %
4400	Z. Glas Stück 2, entmagnetisiert	-	1	4500	13 8 -44	0,8 0,7 1,7	2	92 %
4500	Leermessung Liege	-	1	-	-	-	-	-
4600	K 2 nach MRT, Hahn oben	0	1	4900	?	?	?	0 %
4700	K 2 nach MRT, Hahn rechts	0	1	4900	?	?	?	77 %
4800	K 1 entmagnetisiert, Hahn unten	-	1	4900	-8 9 -73	0,1 -0,5 -1,1	1,2	68 %
4900	Leermessung Liege	-	17	-	-	-	-	-

Im Folgenden werden die Ergebnisse für einzelne Objekte diskutiert:

### Zelle GE96 (Kolben 1)

Wie aus Tabelle 6.3 ersichtlich, erstreckt sich der Bereich der gemessenen  $T_1$ -Zeiten von 115h bis hinunter zu 3h. Aufgrund dieses extremen Verhaltens wurde diese Zelle an den SQUIDs vermessen.

Zeitnah vor dem Experiment in Berlin wurde die aktuelle  $T_1 = 3 \pm 0,3$ h am NMR in Mainz bestimmt und somit ein deutlich meßbares magnetisches Moment erwartet, wobei vorher nicht klar war, ob einzelne Quellen von Magnetismus oder eine mehr oder weniger homogene Verteilung über die gesamte Zelle zu erkennen sein würde.

Das erste bemerkenswerte Ergebnis der Messung Nr.0300 zeigte, daß die den Glashahn fixierenden Kunststoffteile (U-Scheibe, O-Ring, Mutter) ein deutliches magnetisches

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Moment besitzen, daß dann in den Messungen 1600 bis 1900 noch einmal bestätigt wurde. Dabei konnte die Mutter als Hauptträger eines Moments von  $Q = 4042 \text{ nAm}^2$  identifiziert werden. Daß diese magnetische Quelle aber nicht verantwortlich für die Änderungen in den  $T_1$ -Zeiten sein kann, zeigt sich zum einen experimentell im vergleichbaren Verhalten der „S“ Zellen. Bei diesen ist eine andere Glashahnversion im Einsatz, die ohne Kunststoffteile auskommt. Zum anderen in späteren NMR Messungen ohne Kunststoffteile. Der von der Mutter erzeugte relative radiale Gradient über die gesamte Zelle kann außerdem mit folgender Rechnung abgeschätzt werden [Hoe79]. Für den Betrag  $B_{Dipol}$  der magnetischen Flußdichte [T] eines magnetischen Dipolmomentes  $Q[\text{Am}^2]$  in Abhängigkeit der Entfernung  $r$  [m] von der Dipolmitte und dem vom magnetischen Moment und  $r$  eingeschlossenen Winkel  $\alpha$  gilt:

$$B_{Dipol} = \frac{\mu_0 \cdot Q}{4\pi \cdot r^3} \sqrt{3 \cos^2 \alpha + 1} \quad 6.4$$

$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$  [Vs/Am] bezeichnet die magnetische Feldkonstante.

Bei typischen Zellendimensionen und  $Q = 4042 \text{ Am}^2$  ergibt sich mit dem Abstand Hahn zum Zellenkörper  $r_1 = 5 \text{ cm}$  zur gegenüberliegenden Seite des Zellenkörpers  $r_2 = 18 \text{ cm}$  und für  $\alpha = 0$  ein Gradient  $G = 5 \cdot 10^{-8} \text{ T/m}$  und damit für den „worst case“, daß  $Q$  in radialer Richtung des Haltefeldes zeigt, ein relativer radialer Gradient  $G_{\text{relrad}} = 5 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^{-1}$ . Dieser erzeugt nach Gleichung (3.3) eine vernachlässigbare Relaxation.

Um sensitiv auf den Magnetismus am Glaskörper zu sein, wurden alle nachfolgenden Messungen ohne Kunststoffteile durchgeführt.

In allen Fällen befand sich die Zelle auf einem zentrierenden und fest auf der bewegten Liege fixierten Korkring. Der Flansch zeigte in diesem Fall nicht waagrecht zur Seite, sondern war so geneigt, daß er die Liege berührte.

Bei den Messungen 0400 – 0800 wurde die Zelle jeweils um ca.  $90^\circ$  um die z-Achse (Vertikale) gedreht.

Die Fitergebnisse des Feldes, der Dipolort und dessen Richtung (grün) sind in Abbildung 6.5 dargestellt. Zieht man noch die entsprechenden Werte aus *Tabelle 6.4* hinzu, kann man erkennen, daß die Ergebnisse der Messungen Nr.0400 und 0800 sehr nahe beieinander liegen, also konsistent sind. Die Position des Dipols müßte aber auf einer Kreisbahn um die Drehachse laufen. Daß dies hier nur qualitativ wiedergegeben wird, zeigt die Limitierung der Methode.

Im Vergleich dazu hat die Messung der sehr viel kleineren Mutter (Nr.:1700) ein deutlich besseres  $\chi$  von 94%, so daß man für die Zellen schließen muß, daß der Dipolfit zwar konvergiert, aber kein exaktes Modell für die Verteilung des Magnetismus auf der Zelle darstellt. Vielmehr muß davon ausgegangen werden, daß zwar ein Schwerpunkt zu finden ist, der aber aus verteilten Quellen resultiert. Ebenso sind der Betrag und die Richtung des gefitteten Dipols nur als Anhaltspunkt zu werten. Auffällig ist hier, daß bei ein und derselbe Zelle bei aufeinanderfolgenden Meßreihen und gleichen Fitgüten um einen Faktor 3 - 5 unterschiedliche Momentbeträge errechnet werden (Reihe 0400-0800:  $9,4 \text{ nAm}^2 < Q < 16,4 \text{ nAm}^2$ ; Reihe 0900-1200:  $3,0 \text{ nAm}^2 < Q < 3,7 \text{ nAm}^2$ ). Dabei ist aber nie auszuschließen, daß trotz magnetisch geschirmtem Raum die Messungen durch zeitlich veränderliche Störfelder beeinflusst werden. Erwähnt wird in diesem Zusammenhang auch, daß die Leermessung Nr.:1500 mit  $Q = 54,2 \text{ nAm}^2$  ein viel höheres

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Moment angibt, als die Messungen mit Zelle. Da dies aber nur bei Nr.1500 auftrat und alle anderen Leermessungen realistische waren, wird Nr:1500 als Fehlmessung betrachtet und nicht in die Auswertungen einbezogen.

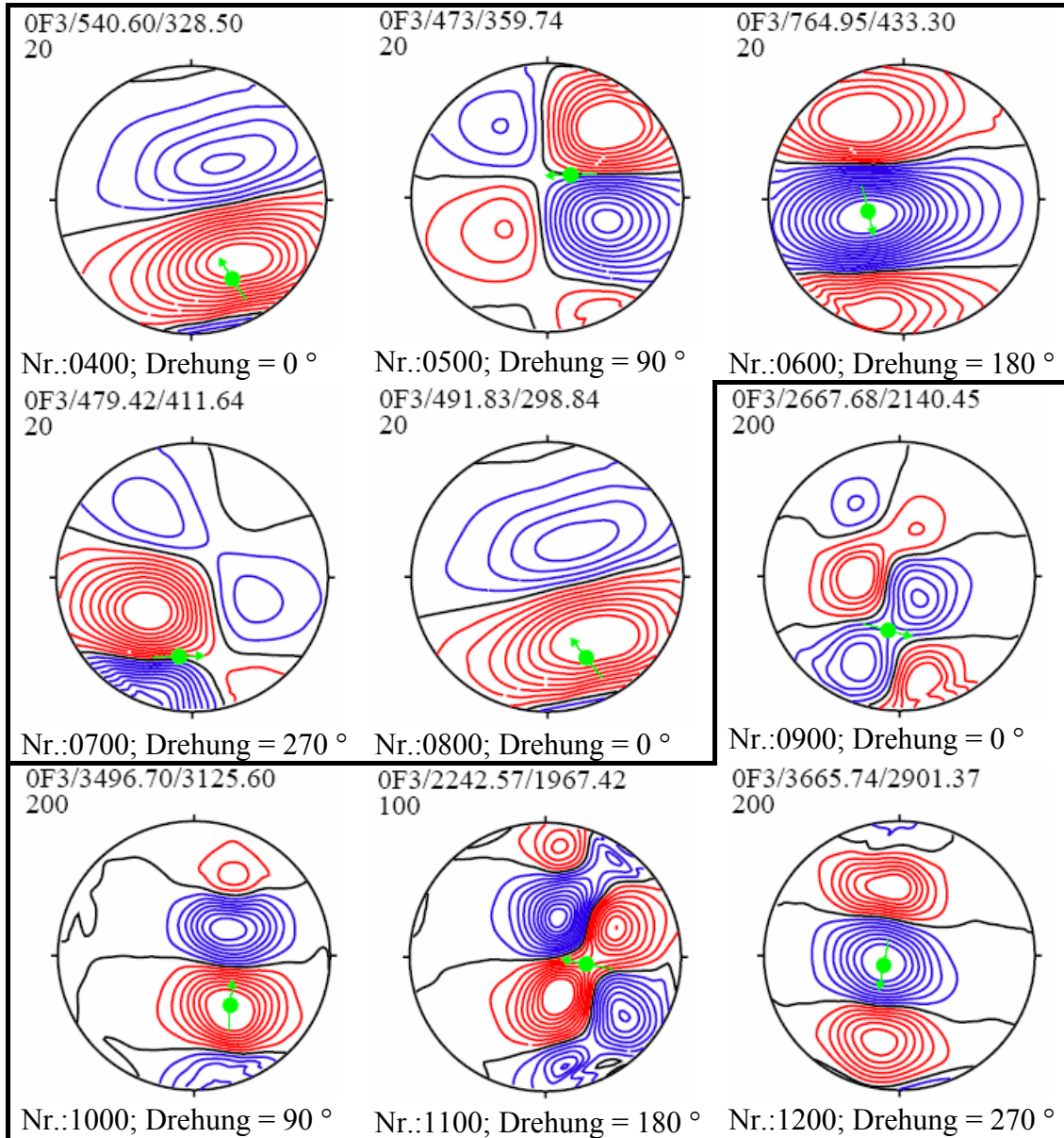


Abbildung 6.5: Projektion des gefitteten Feldes und Dipols in der dritten Korrelationsordnung in die xy-Ebene für die Messungen 0400 - 1200. Der Höhenlinienabstand beträgt jeweils 20 fT für 0400-0800, 200 fT für 0900, 1000, 1200 und 100 fT bei 1100.

Die Messungen 0900–1200 sind im Vergleich zu den oben beschriebenen sehr viel konsistenter. Die einzige Veränderung zur Reihe 0400–0800 bestand darin, die Zelle um die Flanschachse statt um die des SQUID-arrays um 90° zu drehen. Danach wurde zwischen den Messungen zusätzlich schrittweise 90° um die z-Achse gedreht. Aus

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Abbildung 6.5 und *Tabelle 6.4* ist ersichtlich, daß sich der Dipol auf einer Kreisbahn mit einem Durchmesser von  $D=52,9\pm 1,3$  mm um den Punkt  $(-9,75\pm 1,4; 22\pm 1,3; -41,5\pm 1,3)$  mm mit konstantem  $z$  umläuft und sich dabei die Vektorrichtung des Moments entsprechend mitbewegt. Berechnet man zusätzlich den Durchmesser des Kugelschnittes am Glaskörper in der Höhe  $z = -41,5$ , so ist der Ort der Glasoberfläche mit den angefütteten Dipolorten im Rahmen der Fehler konsistent.

Hiermit konnte der Schwerpunkt des  $T_1$  dominierenden magnetischen Moments an der Glasoberfläche lokalisiert werden.

Vor der abschließenden Messung Nr.:4800 wurde GE96 mit einem handelsüblichen Magnetbandlöschgerät entmagnetisiert. Die Position der Zelle entsprach der Messung Nr.:0900. Das jetzt gemessene  $Q=1,2$  nAm<sup>2</sup> liegt einen Faktor drei niedriger als vor der Entmagnetisierungsprozedur. Als Gegenprobe wurde einen Tag später eine weitere NMR Messung in Mainz durchgeführt, die den Zusammenhang zwischen gemessenen magnetischem Moment und Relaxationsverhalten bestätigte.

Es zeigte sich, daß die Relaxationzeit von  $T_{1\text{vor entgaussen}} = 3\pm 0,3$ h auf  $T_{1\text{nach entgaussen}} = 69\pm 7$ h, also um einen Faktor 23 angewachsen war.

### **2. Zelle GE108 (Kolben 2)**

Zelle GE108 wurde erst kurz vor der Messung fertig gestellt und hatte eine Erstrelaxationszeit  $T_1 = 130\pm 13$ h. Sie war noch nie magnetischen Feldern, die größer als 10G waren, ausgesetzt. Entsprechend wurde ein sehr kleines remanentes Feld erwartet. Die Messungen 2000–2400 zeigen die Ergebnisse ohne weitere Behandlung der Zelle. Danach wurde sie für 15min in ein 2,4T Feld gelegt und erneut vermessen (3900–4100). Anschließend wurde sie noch einmal in den Tomographen gebracht und zusätzlich einer Bildgebungssequenz ausgesetzt (4600, 4700), bevor sie ein drittes Mal vermessen wurde. Vorherige  $T_1$ -Messungen in Mainz hatten nämlich darauf schließen lassen, daß unter dem Einfluß der schnell geschalteten, starken Gradientenfelder bei einer Bildgebung eine noch stärkere Magnetisierung und folglich kürzere  $T_1$  eintritt als im rein statischen Feld.

Eine akzeptable Konvergenz des Fits zeigt in der ersten (jungfräulichen) Meßreihe nur Messung 2000 mit dem Ergebnis  $Q=44,8$  nAm<sup>2</sup>,  $\chi = 73\%$ . Von den Messungen der magnetisierten Zelle führt nur Nr.3900 zu einem auswertbaren und in der Tat deutlich erhöhten magnetischen Moment von  $Q=224$ nAm<sup>2</sup>. Dies bestätigt auch die anschließende NMR Messung mit einem Absturz auf  $T_{1\text{nach Tomograph und Sequenz}} = 19\pm 1,9$ h.

Es läßt sich vermuten, daß sich im Glas von GE108 mehrere verteilte ferromagnetische Zentren befinden. Damit ist im Nahfeld eine Dipolbeschreibung nicht mehr zulässig.

### **3. Glastücke aus GE180 Glas**

Zusätzlich zu den oben beschriebenen Messungen mit „Medizinzellen“ wurden verschiedene Glasstücke aus einer GE180 Vorschmelze vermessen. Dabei wurden einige vorher für ca. 30 min einem 1,5T Tomographenfeld ausgesetzt.

Die Messungen 2500, 2600, 2800, 3900 – 4100, 4600 und 4700 zeigen die Ergebnisse eines ca. 40mm x 30mm x 10mm großen Stückes nach Einwirkung des 1,5 T Feldes.

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Mit  $\chi \approx 90\%$  ist die Dipolbeschreibung sehr gut und es ergibt sich ein starkes Moment von  $Q \approx 300 \text{ nAm}^2$ , das auch konsistent auf Drehungen des Glasstückes reagiert.

Durch sukzessive Zertrümmerung konnte der Dipol in einem Bruchstück von ca. 30mm x 14mm x 10mm isoliert werden (4200, 4300) und dann durch das bereits oben erwähnte Gerät entmagnetisiert werden, wie die anschließende Messung 4400 zeigt. Ein Vergleichsglasstück aus derselben Schmelze und denselben Dimensionen, daß nicht in den Tomographen eingebracht worden war, zeigte kein magnetisches Moment (2900).

Weitere Messungen wurden an einem Glasstab aus derselben Schmelze und ebenfalls nach Einbringen in ein 1,5 T Feld durchgeführt (3100 – 3700). Auch hier konnte nach Zerschneiden des Stabes der Hauptanteil des Dipolmomentes in einem Bruchstück lokalisiert werden.

### 6.1.4 Bestimmung der Hysteresekurve

Eine weitere Messung an einem Einkanal-SQUID-Gradiometer der PTB diente zur Untersuchung der Magnetisierungskurve in Abhängigkeit vom äußeren Erzeugerfeld. Die Meßeinheit befand sich in einem mit  $\mu$ -Metall geschirmten Raum (2,2 x 2,2 x 2,3)m<sup>3</sup> mit einem Restfeld vom  $\approx 2\text{nT}$ .

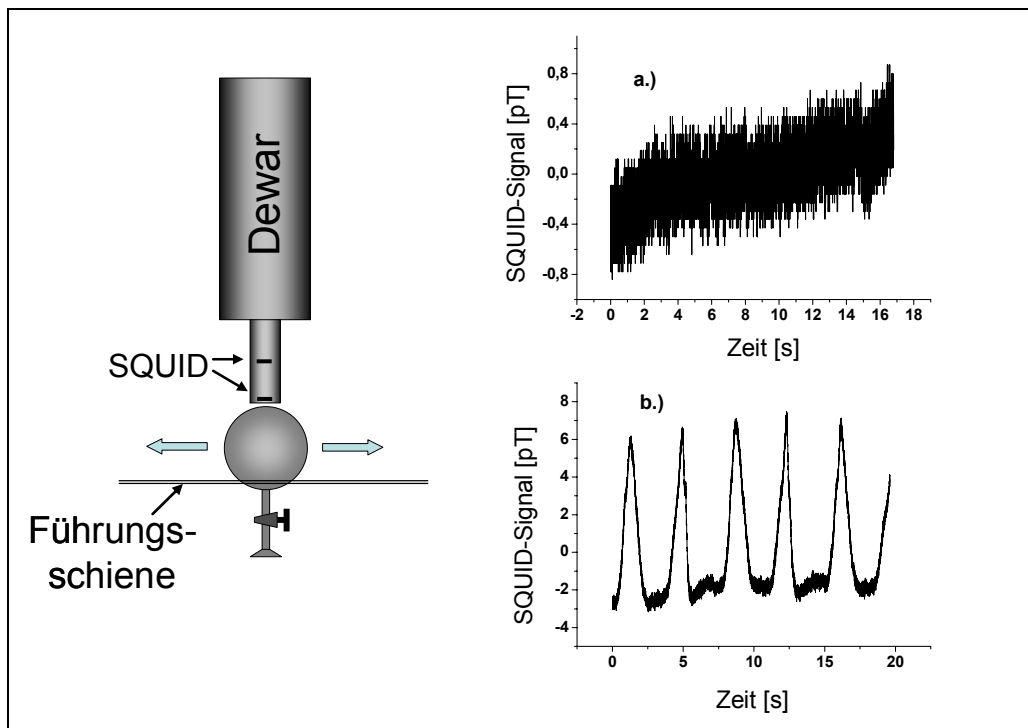


Abbildung 6.6: Skizze der Meßanordnung zur Bestimmung des Hystereseverhaltens des Glases. Die Zellen wurden unter dem Sensor hin und her bewegt. Um die Reproduzierbarkeit dieser Bewegung zu garantieren wurden sie auf einer Schiene in horizontaler Richtung geführt. a) das SQUID Signal einer entmagnetisierten Zelle GE109. b) dieselbe Zelle nach voller Magnetisierung in einem 3T Magneten.



## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Dafür wurde zunächst das Streufeld auf der Achse eines 3T Tomographenmagneten ausgemessen, um, umgerechnet auf die Entfernung zur Tomographen, ein definiertes Magnetfeld einwirken lassen zu können. Zum Einsatz kamen hierbei die Zellen GE96 und GE109. Diese wurden jeweils einer bestimmten Feldstärke ausgesetzt und danach die Signalstärke aufgenommen, indem die Zelle von einer Schiene geführt unter dem SQUID hin und her bewegt wurde (vgl. Abbildung 6.6). Dabei wurde zur Aufnahme der Neukurve von kleinen zu großen Feldstärken vorgegangen. Äquivalent einer Umkehrung des Feldes, wurde nach Erreichen der Sättigungsmagnetisierung im Inneren des Magneten die Zelle um  $180^\circ$  gedreht. Es zeigte sich, daß die Magnetisierung der Zelle, und damit auch das SQUID-Signal sehr sensitiv auf Verdrehungen oder Verkippungen der Zellen reagierte, da die Magnetisierung der Zellen instantan geschieht. Entsprechend wurde die relative Orientierung der Zelle zum Tomographen bzw. SQUID so konstant wie möglich gehalten.

Abbildung 6.7 stellt die Ergebnisse der Messungen dar. Beide Zellen zeigen ein vergleichbares Verhalten. Vor der Messung wurde GE96 entmagnetisiert, während GE109 vorher noch nie magnetischen Feldern größer als 10G ausgesetzt war. Entsprechend findet man aus dem Ursprung zu größeren Feldern hin ansteigend (rote Punkte) jeweils die sog. Neukurve. Der zweite Teil des Graphen (schwarze Quadrate) zeigt das Verhalten nach Umpolen des Feldes (hier: Drehen der Zelle um  $180^\circ$ ). Man erkennt deutlich die Hysterese. Ein Einfluß des Feldes auf die Magnetisierung ist bereits am ersten Meßpunkt (10mT) zu erkennen. Sättigung tritt bereits im Bereich von 100-200mT auf. Auf die Darstellung der Meßwerte von höheren Feldern wurde hier verzichtet.

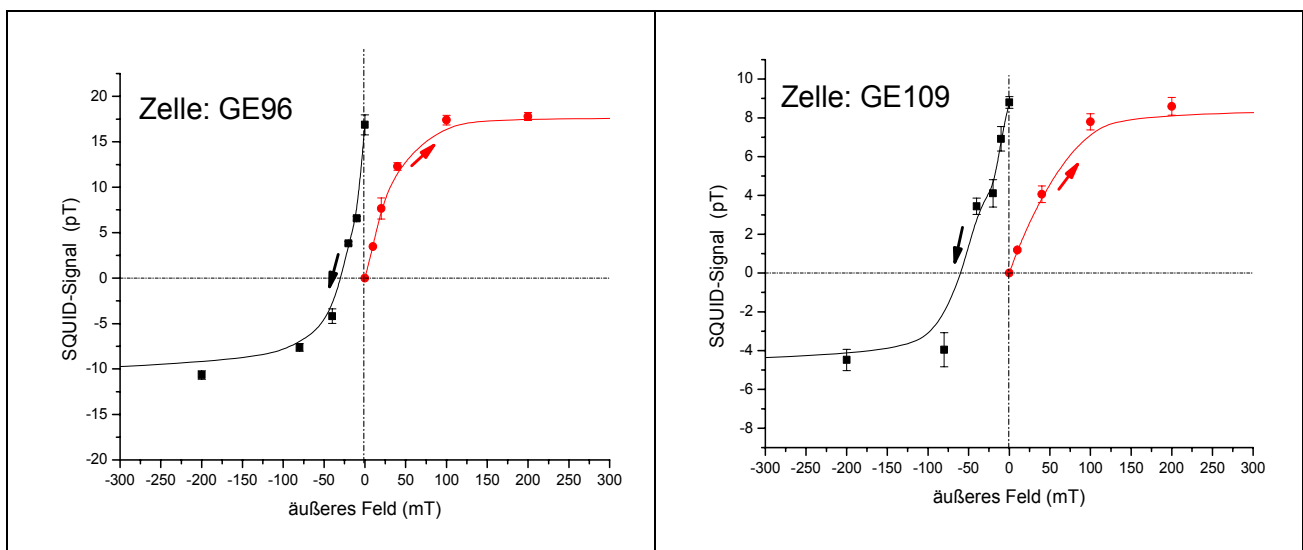


Abbildung 6.7: Magnetisierungskurve (Hysterese) der Zellen GE96 und GE109 in Abhängigkeit der Stärke des Erzeugerfeldes bzw. der magn. Flußdichte. In beiden Bildern zeigen die roten Meßpunkte die Neukurve und die schwarzen die Messungen nach Rotation der Zelle um  $180^\circ$  im Inneren des Magneten. Die zeitliche Abfolge wird durch die Pfeile angedeutet. Die eingezeichneten Linien sollen den Vergleich mit einer Hysterese-kurve vereinfachen und haben keine physikalische Relevanz.

6.1.5 Druckabhängigkeit der Relaxationszeit bei magnetisierten Zellen

Die in Kapitel 6.1.3 vorgestellten Messungen konnten eindeutig zeigen, daß ferromagnetische Partikel an den hier untersuchten Gläsern zu finden sind. Dabei handelt es sich eindeutig nicht um eine homogene Verteilung auf der gesamten Innenoberfläche der Glaskolben, sondern um lokalisierbare räumlich begrenzte Quellen der magnetischen Momente. Ob diese aber von einzelnen relativ großen Teilchen oder von einer staubartigen Ansammlung kleinster Partikel hervorgerufen werden, kann mit diesen Ergebnissen nicht unterschieden werden. Einen Zugang zu dieser Fragestellung kann über die in beiden Fällen unterschiedliche Druckabhängigkeit der durch den Ferromagnetismus induzierten Relaxationszeiten gefunden werden. Wie in [Saa01] gezeigt wird kann für kleinste Teilchen die Relaxation der  $^3\text{He}$ -Polarisation mit Hilfe einer Störungsrechnung beschrieben werden. Dieser Ansatz ist gültig unter der Annahme, daß die Wechselwirkungszeit  $\tau$  eines  $^3\text{He}$ -Atoms sehr viel kleiner ist, als eine Larmorpräzession. Für ein Teilchen mit dem Radius  $R$  ergibt sich die longitudinale Relaxationsrate mit  $M_2\tau$ , wobei das zweite Moment mit  $M_2 \approx (\gamma\mu)^2/R^6$  gegeben ist. Für  $N$  Teilchen mit dem magnetischen Moment  $\mu$ , dem Diffusionskoeffizienten  $D$ , dem gyromagnetischen Verhältnis  $\gamma$  und dem Zellenvolumen  $V$  ergibt sich für die gesamte Zelle

$$\frac{1}{T_1} = \frac{N\pi\gamma^2\mu^2}{9RDV} \tag{6.5}$$

Dabei wurde der Bruchteil der wechselwirkenden Spins mit  $\approx 2\pi R^3 N/3V$  berücksichtigt.

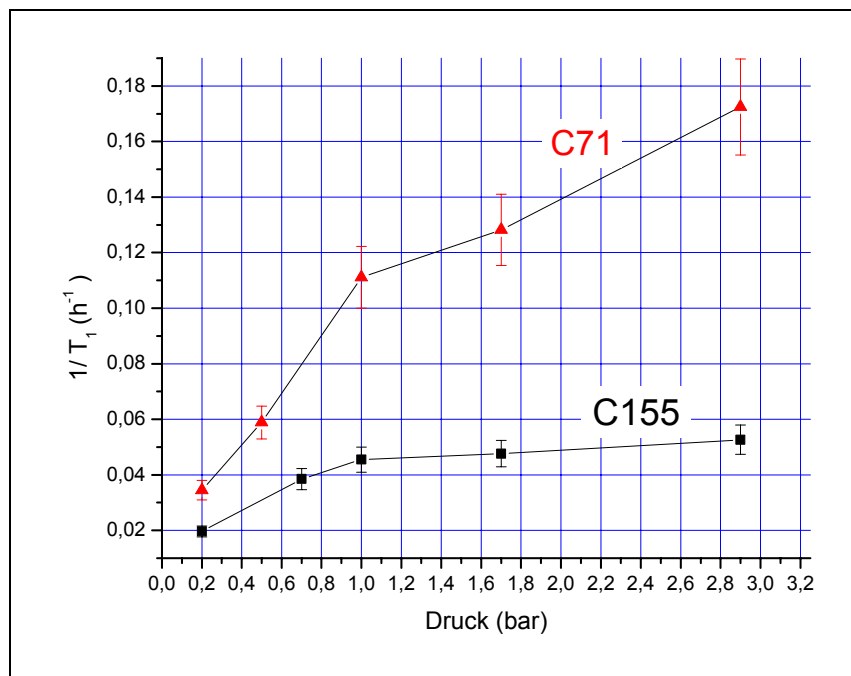


Abbildung 6.8: Meßergebnisse zur Druckabhängigkeit der Relaxationsrate an den Zellen C71 (rote Dreiecke) und C155 (schwarze Quadrate). Das mit Gl. (6.5) erwartete Verhalten wird qualitativ bestätigt.

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Bei Gültigkeit von Gl. (6.5) ist also aufgrund von  $1/D$  eine lineare Druckabhängigkeit mit  $1/T_1$  zu erwarten. Dies konnte mit den in Abbildung 6.8 dargestellten Messungen qualitativ bestätigt werden.

Zur Beschreibung des Verhaltens von ferromagnetischen Verunreinigungen makroskopischer Größe sind numerische Kalkulationen notwendig. In [Hei04] wird eine Monte Carlo Simulation benutzt, die die Spinbewegungen durch Lösen der Blochschen Gleichungen beschreibt (Gln. (8.4)). Dabei gehen die gemessenen magnetischen Momente aus Kapitel 6.1.3 als Parameter in die Kalkulationen ein. Ausgegangen wird dabei von einer einzigen punktförmigen ferromagnetischen Quelle, die mit einem definierten Moment  $M$  in einer bestimmten Tiefe  $d$  in der Glasoberfläche lokalisiert ist (vgl. Abbildung 6.9). Diese erzeugt einen starken Gradienten in einem kurzen Abstand und die Superposition des magnetischen Feldes dieser Quelle mit dem externen Haltefeld führt bei entsprechender relativer Orientierung und Stärke zu feldfreien Bereichen, welche zu starker Relaxation des  $^3\text{He}$  führen. Zur Bestimmung des Relaxationsverhaltens wurde das Spinverhalten vieler Teilchen innerhalb einer Halbkugel über der Quelle simuliert. Die entscheidenden Parameter sind dabei die Größe des magnetischen Moments und dessen Abstand von der Glasoberfläche, die Stärke des externen Haltefelds und der Gasdruck. Die Auswirkungen dieser Parameter sind in [Hei04] diskutiert. Die Abhängigkeit der Relaxationsrate von Druck zeigt Abbildung 6.10 (die Parameter sind der Bildunterschrift zu entnehmen).

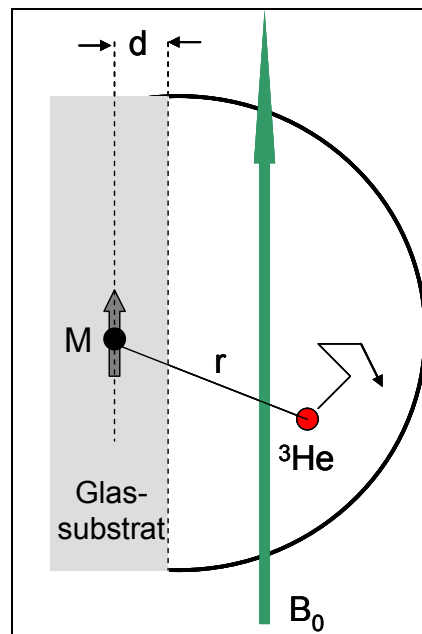


Abbildung 6.9: Illustration der Parameter der Monte Carlo Simulation. Ein magnetischer Dipol mit magnetischem Moment  $M$  befindet sich im Abstand  $d$  unter der Glasoberfläche. Ein externes Haltefeld  $B_0$  ist überlagert. Es ist exemplarisch ein  $^3\text{He}$ -Atom gezeigt, dessen Trajektorie und Spinverhalten berechnet wird.

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

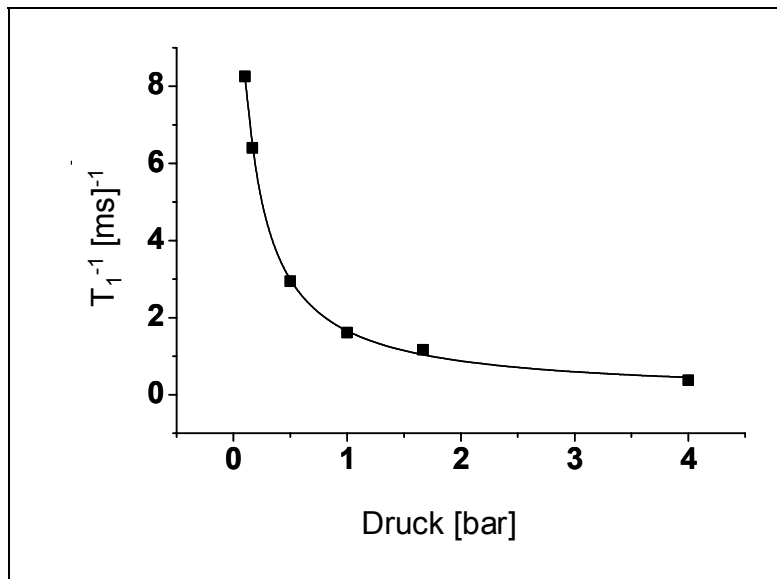


Abbildung 6.10: Simuliertes Verhalten der Relaxationsrate in Abhängigkeit des Gasdruckes. Als Parameter gingen in die Kalkulation das magn. Moment  $M=100 \text{ nAm}^2$ , dessen Abstand von der Glasoberfläche  $d=0,05\text{mm}$  und die Stärke des Haltefeldes  $B_0=1\text{mT}$  ein. Haltefeld und Dipolvektor seien parallel.

Die Druckabhängigkeit bei makroskopischen ferromagnetischen Partikel wurde experimentell bestätigt, indem in eine Zelle aus Corning 1720 Glas ( $V=0,7\text{l}$ ) ein 0,1mm langer magnetisierter Eisenspan eingebracht wurde. Die Ergebnisse zeigt Abbildung 6.11.

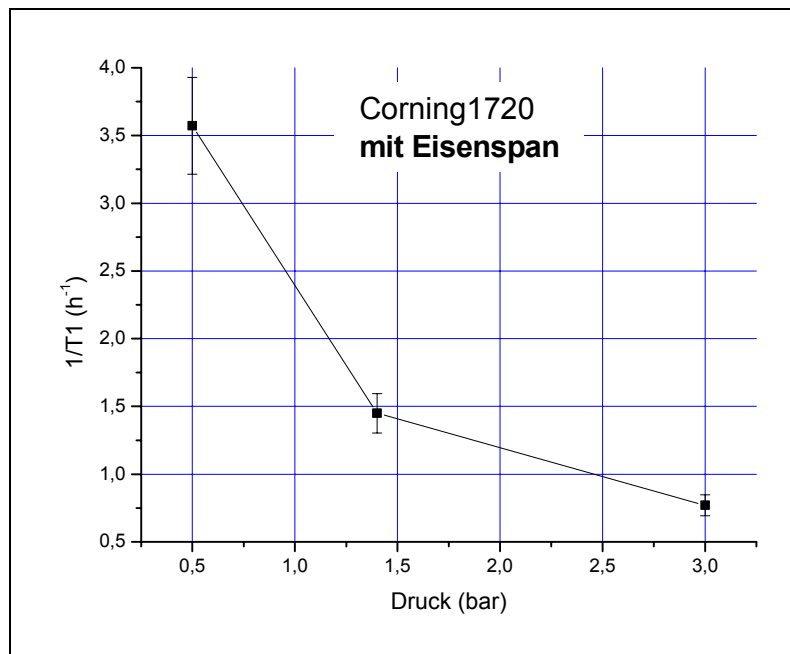


Abbildung 6.11: Druckabhängigkeit der Relaxationsrate einer Zelle aus Corning 1720 nach Einbringen eines magnetisierten Eisenspans.

### **6.1.6 Zusammenfassung und Diskussion der Beobachtungen**

Ausgehend von seit langem beobachteten und bisher nicht erklärten Abstürzen und Schwankungen der Relaxationszeiten der Transportgefäße wurden nach Hinweisen von z.B. [Saa01] die Auswirkungen magnetischer Felder auf die Gläser untersucht. Die Ergebnisse zeigen klar, daß es zu deutlichen Verschlechterungen der  $T_1$ -Zeiten sowohl bei „nackten“ Aluminosilikatgläsern, als auch bei cäsierten Duranzellen kommt.

Mittels der SQUID Messungen an den Aluminosilikaten konnten die magnetischen Momente lokalisiert werden und es wurde ausgeschlossen, daß deren Quelle im Duranteil oder im Bereich des Hahnes liegen.

Die instantane Reaktion auf stärkere äußere Felder, die Möglichkeit des Entmagnetisierens und insbesondere die im Detail vermessenen Hysteresekurven weisen eindeutig auf ferromagnetische Partikel hin. Bei geringen Eisenanteilen der Gläser im Bereich von einigen 10 ppm (vgl. Kapitel 6.1.1) ist auszuschließen, daß diese eine Chance haben, während der kurzen Erstarrungsphase der Schmelze beim Blasen der Kolben als  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  oder  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  innerhalb des Glases auszukristallisieren. Vielmehr muß man davon ausgehen, daß es sich nicht um intrinsische Eigenschaften der Gläser handelt, sondern kleine unabsichtliche ferromagnetische Verunreinigungen für diese Effekte verantwortlich zu machen sind. Da diese in allen Schmelzen zu finden sind und keine Zelle gänzlich unempfindlich auf magnetische Felder reagiert, muß davon ausgegangen werden, daß diese nicht ohne weiteres zu vermeiden sind. Durch die Messungen an nicht nachbearbeiteten Glasstücken kann der Einfluß des nachträglichen Anschmelzens des Hahnes als Hauptverursacher ausgeschlossen werden. Die Ergebnisse aus Kapitel 6.1.5 lassen darauf schließen, daß es sich bei den Verunreinigungen um eine Ansammlung kleinster Partikel handelt. Die aus den Hysteresekurven (Abbildung 6.7) abgeschätzten Werte für Sättigungsmagnetisierung  $B_s \approx 0,2\text{T}$  und Koerzitivfeldstärke  $H_c = B/\mu_0 \approx 200 \text{ A/cm}$  (mit magnetischer Feldkonstante  $\mu_0 = 1,257 \cdot 10^{-4} \text{ Tcm/A}$ ) lassen aber keine genaue Zuordnung zu einem bestimmten Material zu.

Eine aus einem maschinell hergestellten GE180 Rohr geblasene Zelle (GE82) zeigte dasselbe Verhalten wie die direkt aus der Schmelze mit der Pfeife geblasenen. Dies und die Tatsache, daß die ferromagnetischen Partikel nur dann dominant auf die Relaxationszeit Auswirkungen haben können wenn sie sich entweder auf oder direkt unterhalb der Glasoberfläche befinden, läßt darauf schließen, daß sie auch nach der Herstellung des Rohkolbens aus der Schmelze eingetragen werden können. Aus Erfahrungen am Biosignal-Laboratorium der PTB in Berlin weiß man, daß im wesentlichen alle nicht besonders geschützten Gegenstände ferromagnetische Verunreinigungen auf diesem Niveau tragen können. Es war deshalb bisher nicht möglich den Ursprung der Partikel eindeutig zu klären.

Aufgrund der hohen Empfindlichkeiten der Kernspinpolarisation auf deren Streufelder werden die Relaxationseigenschaften in einen Bereich bis weit über  $T_1 = 250\text{h}$  durch diese magnetischen Momente dominiert. Adsorptions- oder Diffusionsprozesse sind in diesem Bereich und für diese Gläser zu vernachlässigen.

Das Fehlen einer Abhängigkeit der relativen Orientierung im Magnetfeld der  $T_1$ -Zeit im 10G NMR Feld und die Tatsache, daß bei diesen niedrigen Feldern hohe Relaxationszeiten gemessen werden, es also nicht zu einer Magnetisierung der Zellen kommt, läßt

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

vermuten, daß die lokalen, depolarisierenden Feldstärken an den Zellenwänden das äußere Feld dominieren.

Im Gegensatz dazu wurde an der GE96 für hohe Felder gezeigt, daß die vor Einbringen in ein 1,5T Tomographenfeld gemessenen  $T_1=30 \pm 3h$  in diesem konstant blieb, nach dem Transport in das 10G NMR Feld aber auf  $T_1=3,5 \pm 0,3h$  abgefallen war. Hier wird der Einfluß der depolarisierten Momente im Glas relativ durch das hohe Haltefeld vermindert, um sich bei niedrigen Feldern wieder stark auszuwirken.

Die starke Variation der Relaxationszeiten bis hin zu deutlichen Verbesserungen nach Einsätzen im Tomographenfeld (vgl. Abbildung 6.2) kann auf Magnetisierungs- bzw. Entmagnetisierungseffekte während des Entfernens der Zelle aus den hohen Feldern erklärt werden. Da die Magnetisierung instantan erfolgt, ist die letzte Einwirkung des hohen Feldes maßgeblich. Durch Drehungen und Verkippungen kann diese Prozedur wie ein entmagnetisierendes Wechselfeld wirken (vgl. [Saa01]).

Durch die in diesem Kapitel diskutierten neuen Erkenntnisse über den Ursprung der Relaxation in Glastransportgefäßen beschränkt sich eine Präparation derselben jetzt auf Evakuieren und Entmagnetisieren der Zellen. Die Entmagnetisierungsprozedur ist innerhalb weniger Minuten abgeschlossen. Dabei wird in unserem Fall die Zelle in ein von einer mit einem Wechselstromtrafo und einer entsprechend dimensionierten Spule erzeugten Feld von ca. 0,3T gebracht. Die Amplitude des 50Hz Feldes wird langsam bis auf Null reduziert. Insgesamt konnten bei ca. 80%, der mit dieser Prozedur behandelten Zellen, Relaxationszeiten  $> 100h$  erreicht werden.

### 6.2 Transportbehälter „Spinkoffer“

Eine wesentliche und meist zu berücksichtigende Relaxationsursache ist die Diffusion des Gases durch Magnetfeldgradienten. Sie wurde in Kapitel 3.1 eingeführt und Gleichung (3.3) zeigt die quadratische Abhängigkeit der Relaxationszeit vom relativen radialen Gradienten des umgebenden Magnetfeldes und dem Druck, respektive der Diffusionskonstanten. Entsprechend ergeben sich die Anforderungen an die zum Transport eingesetzten magnetfelderzeugenden Einheiten:

- Ausreichende Homogenität des Haltefeldes
- Ausreichende Abschirmung äußerer Streufelder
- Angepaßte Transportvolumina
- Sinnvolle Dimensionierung
- Niedriges Gewicht
- Verlässlichkeit bei unbeaufsichtigtem Transport
- Sichere Handhabung

In den meisten Anwendungen (vgl. Kapitel 8), wird das Gas über längere Strecken bei einem Fülldruck von 2,8 bar transportiert. Dieser Druckwert resultiert daraus, daß mit höherem Druck gefüllte Glasgefäße bei der Anwendung immer ein gewisses Risiko darstellen, und daher in der „Dangerous Goods Regulation“ der International Air Transport Association (IATA), Gasbehälter mit Drücken von über 2,8bar als Gefahrgut zu deklarieren sind. Dies würde die Transportkosten und den logistischen Aufwand drastisch erhöhen. Ein weiterer Grund für moderate Fülldrücke ist die Dipolrelaxation (vgl. Kapitel 3.4). Mit Gl. (3.4) erhält man für einen Druck von 3 bar bei Zimmertemperatur eine, ausschließlich durch Dipol-Dipol Wechselwirkung induzierte, Relaxationszeit von  $T_1^{\text{dipol}} \approx 270\text{h}$ .

Ausgehend von jetzt routinemäßig erreichten Wandrelaxationszeiten der Transportgefäße von  $T_1^{\text{wand}} \geq 100\text{h}$  (vgl. Kapitel 6.1) ergibt sich, mit einer spezifizierten oberen Grenze für den relativen Feldgradienten von  $\left(\frac{\partial B_r / \partial r}{B_0}\right) \leq 10^{-3} \frac{1}{\text{cm}}$ , und damit einer gradientenbedingten Relaxationszeit von  $T_1^{\text{grad}} \approx 160\text{h}$ , eine Gesamtelaxationszeit  $T_1^{\text{ges}} > 60\text{h}$  (mit  $(T_1^{\text{ges}})^{-1} = (T_1^{\text{wand}})^{-1} + (T_1^{\text{grad}})^{-1}$ ). Entsprechend folgt für Transportzeiten von ca. 12h (in dieser Zeit sind Transporte weit über die Grenzen Europas möglich) ein Polarisationsverlust  $\Delta P/P < 20\%$ . Wie unten gezeigt, können bei Verzicht auf maximale Beladung der Transporteinheit Bereiche mit relativen Gradienten von  $\left(\frac{\partial B_r / \partial r}{B_0}\right) \leq 5 \cdot 10^{-4} \frac{1}{\text{cm}}$  genutzt werden, was zu  $T_1^{\text{grad}} > 640\text{h}$  und bei Einsatz einer überdurchschnittlichen Transportzelle mit  $T_1^{\text{wand}} \approx 200\text{h}$  bei einem 12h Transport zu  $\Delta P/P < 8\%$  führt.

Zwei erste Prototypen, die diesen Ansprüchen genügen, wurden bereits in [Gro00] konstruiert und vorgestellt. Im folgenden werden fünf weiterentwickelte, 2003 fertig gestellte, Transportdosen mit Blick auf die erzielten Verbesserungen beschrieben und diskutiert.

### 6.2.1 Konstruktion und Leistungsdaten

Bei ersten Transporten von polarisiertem  $^3\text{He}$  kamen zur Erzeugung der Transportfelder Helmholtz Spulenpaare oder Solenoide zum Einsatz. Die felderzeugende Energie bezogen diese aus mitzuführenden Batterien. Entsprechend häufig waren Polarisationsverluste durch defekte Batterien oder versehentliches Ausschalten der Stromversorgung. Ebenso problematisch war die fehlende Abschirmung gegen äußere Felder, so daß z.B. aufgrund von nicht bedachten, im Kofferraum des Transportwagens angebrachten, Audio-Lautsprechern, eine geplante Messung ausfallen mußte.

Aus diesen Gründen wurde in [Gro00] ein neues Transportmagnetfeld auf Basis eines mit Permanentmagneten bestückten Topfmagneten entwickelt, wobei die Polschuhe und das topfförmige Joch aus 0,5mm dünnem  $\mu$ -Metall bzw. Weicheisenblechen geformt waren. Das geschlossene Joch schirmte gleichzeitig äußere Streufelder ab.

Abbildung 6.14 illustriert den für beide Versionen gleichen prinzipiellen Aufbau dieser „Spinkoffer“ genannten Behälter. Auf deren Unterschiede wird im weiteren eingegangen. Die „Dose“ ist zylindersymmetrisch und in der Äquatorebene teilbar. Sie ist im Fall der in dieser Arbeit verbesserten Version 2003 konsequent aus magnetisch schlußgeglühtem  $\mu$ -Metall der Stärke 0,5mm hergestellt. Die erwartete relative Permeabilität liegt dabei im Bereich  $\mu_r \approx 60000$ , mit einer Koerzitivfeldstärke von 0,015 A/cm und einer Sättigungspolarisation von 0,8 T. Das magnetische Feld im Inneren der Dose von ca. 8 Gauß wird von, an den Polschuhen und in der Äquatorebene angebrachten Permanentmagneten<sup>8</sup> erzeugt. Dabei bestehen die Polschuhe aus jeweils zwei parallel angeordneten  $\mu$ -Metallscheiben, bei denen durch Aufkleben auf, aus Tubuswaben bestehende Matten, ein gleichmäßiger Abstand von 11mm sichergestellt ist. Die Parallelität der Polschuhe wird durch Aluminiumabstandshalter gewährleistet.

Der durch die Magnete auf den Polschuhen erzeugte magnetische Fluß wird über die erste  $\mu$ -Metallscheibe verteilt und durch die Doppelscheibenkonstruktion, d.h. den magnetischen Widerstand zwischen den Scheiben, weiter homogenisiert. Der magnetische Schluß erfolgt über den als Joch funktionierenden Zylindermantel. Der durch an Polschuhändern hervorquellende Feldlinien erzeugte Feldabfall wird in erster Näherung durch das Streufeld der in der Äquatorebene angebrachten Magnete kompensiert und so das homogene Volumen vergrößert. Die Magnete erzeugen im Jochblech eine Flußdichte von ca. 0,25T. Diese ist ausreichend weit von der Sättigungspolarisation entfernt, um auch mögliche Engstellen an den Schweißnähten abfangen zu können. Numerische Kalkulationen mit einem kommerziellen Simulationsprogramm [Hie05], bei denen die Permanentmagnete zur Berechnung durch Spulenfelder ersetzt wurden, konnten die tatsächlich erreichten Felder zwar quantitativ nur annähernd beschreiben, sie zeigten aber, daß eine Verkleinerung des Polschuhabstandes zu einer Verbesserung des Homogenität des Feldes führen würde. Deshalb wurde im Vergleich zur 2000er Baureihe der Polschuhabstand von  $h_{2000} = 26\text{cm}$  auf  $h_{2003} = 21,8\text{cm}$  verringert.

Nach der Justage der Magnetfolie wurden die Felder der Spinkoffer für verschiedene Höhen  $h$  ( $h=0$  liegt auf der Äquatorebene) ausgemessen und der für die  $T_1$ -Zeit entschei-

---

<sup>8</sup> Magnetgummi ms1-Flexo 150, anisotrop, Typ A axial, 2mm, Firma: Schallenkammer Magnetsysteme



## Kapitel 6: Speicherung und Transport

dende relative radiale Gradient berechnet. Abbildung 6.12 und Abbildung 6.13 zeigen exemplarisch die Meßergebnisse für zwei Transportboxen der Baureihe 2003.

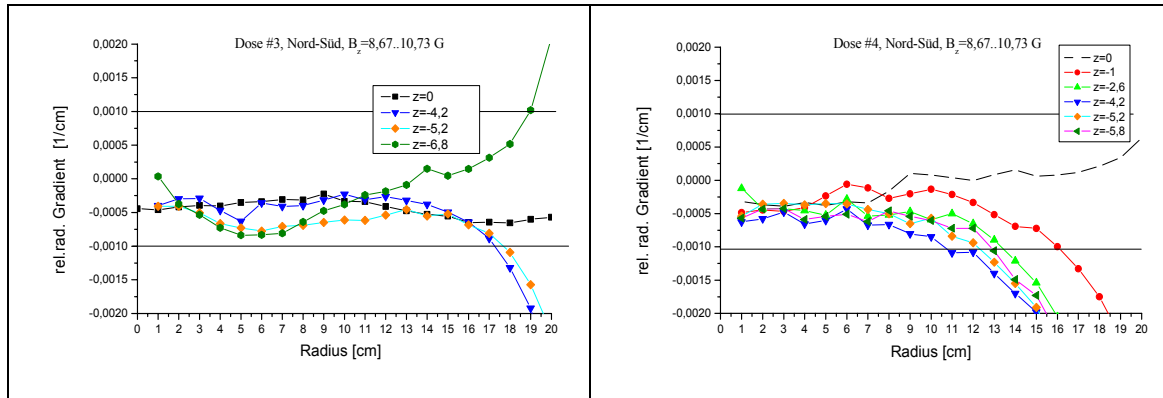


Abbildung 6.12: relativer radialer Gradient, gemessen in Dose #3.

Abbildung 6.13: relativer radialer Gradient, gemessen in Dose #4.

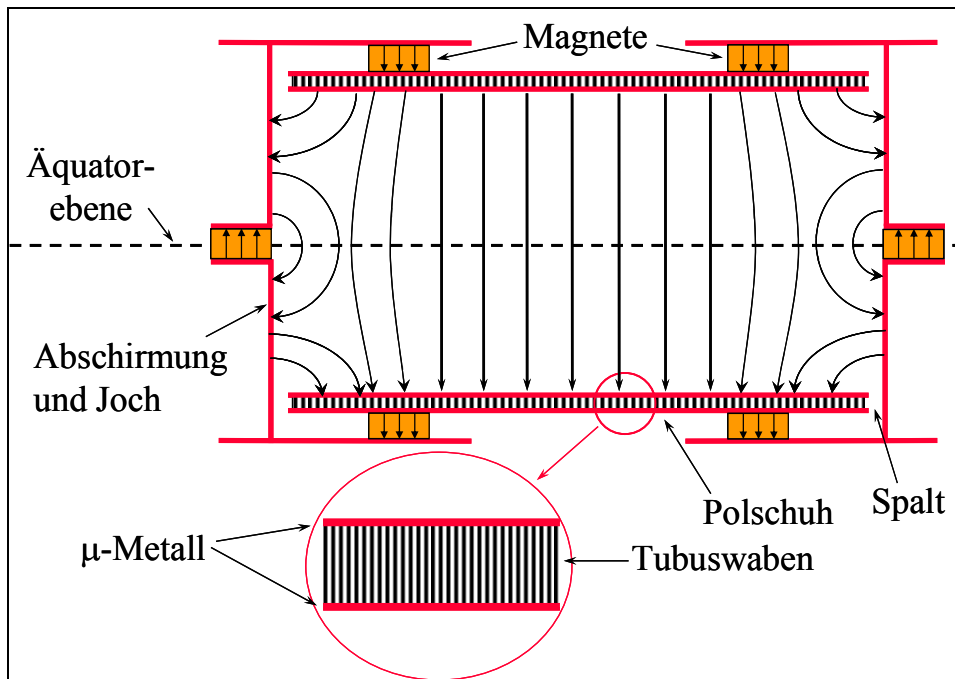


Abbildung 6.14: Schematische Darstellung eines Spinkoffers als Schnittbild. Zusätzlich sind die Feldlinien in Inneren eingezeichnet. Die Maße der unterschiedlichen Baureihen, sowie das Material der hier nicht eingezeichneten äußeren Wand sind aus Tabelle 6.5 zu entnehmen.

Die eingesetzten, in 6.1 beschriebenen, sphärischen Transportgefäße, haben bei einem Volumen von 1,1 bis 1,2 Liter einen Radius von ca. 6,5 cm. Da bis zu drei dieser Zellen gleichzeitig transportiert werden sollen, ergibt sich in der Mittelebene ein benötigter homogener Radius von  $r_{\text{hom}} \approx 15\text{cm}$ , während bei  $h \approx 6,5\text{ cm}$ ,  $r_{\text{hom}} \approx 7\text{cm}$  bereits ausreicht. Die Messungen zeigen, daß, obwohl die Dosen individuelle Unterschiede in der

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Homogenität der Felder zeigen, was wahrscheinlich auf das Verziehen des  $\mu$ -Metalls beim Schlußglühen und die nicht ganz gleichmäßige Verteilung und Magnetisierung der Magnetgummis zurück zu führen ist, das geforderte homogene Volumen deutlich überschritten ist. Somit ist die geforderte Spezifikation erreicht.

Zur Abschätzung der Abschirmungsfaktors des Jochs, wurde eine noch nicht mit Magneten bestückte Dose (2003) in ein variables, von einem Helmholtzspulenpaar erzeugtes, Feld gebracht und die Veränderung des inneren Magnetfeldes in Abhängigkeit des äußeren gemessen. Dabei sind die axiale und die radiale Schirmung zu unterscheiden.

Die radiale Abschirmwirkung eines zylinderförmigen  $\mu$ -Metall Behälters mit  $\mu \rightarrow \infty$  ist in Abbildung 6.15 dargestellt. Aufgrund der hohen Permeabilität  $\mu$  des schlußgeglühten  $\mu$ -Metalls wird für die Transportdosen ein hoher radialer Abschirmfaktor erwartet.

Bei axialen äußeren Feldern kommen zwei Effekte zusammen. Ein Teil des eingreifenden Feldes wird, ähnlich wie beim radialen Fall über das Joch umgeleitet und stört das innere Feld nicht. Der andere Teil, der auf die Polschuhe trifft, wird durch deren Doppelscheibenkonstruktion homogenisiert und verändert zwar die absolute Stärke des inneren Feldes, ohne sich jedoch negativ auf die Homogenität auszuwirken. Eine entsprechende Messung zeigt Abbildung 6.16. Dabei wurde zunächst das Spulenfeld einem Spulenstrom zugeordnet. Danach wurde bei variierender Stromstärke die Dose einmal längs ins Spulenfeld eingebracht (radiale Abschirmung) und einmal senkrecht dazu platziert (axiale Abschirmung).

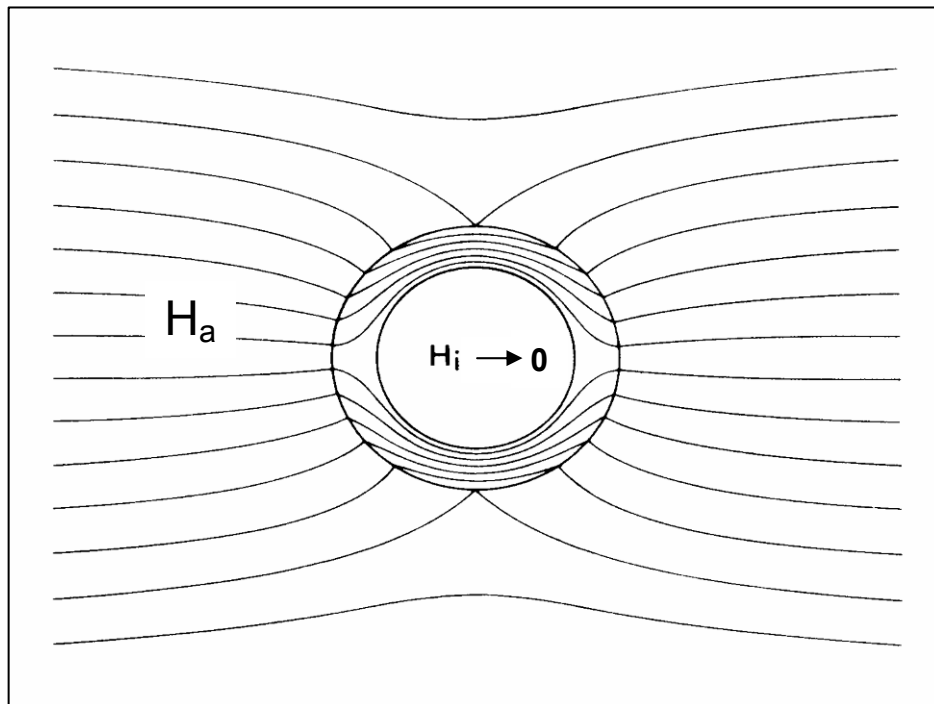


Abbildung 6.15: Vollständige radiale Abschirmung eines äußeren Feld  $H_a$  durch einen ferromagnetischen Zylinder mit  $\mu \rightarrow \infty$ .

In radialer Richtung und einem äußeren Feld von 9,5 Gauß wurden ein radialer Abschirmfaktor  $S_{\text{rad}} = B_{\text{außen}}/B_{\text{innen}} \approx 99$  und ein axialer  $S_{\text{axial}} \approx 4$  gemessen.

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Mit Hilfe der Näherungsformel [VAC90] für lange Hohlzylinder im magnetischen Querfeld

$$S_{rad} \approx \frac{\mu_r \cdot d}{D} + 1 \quad 6.6$$

( $D$  = Durchmesser des Zylinders,  $d$  = Materialstärke) ergab sich aus dem gewonnenen  $S_{rad}$  für die relative Permeabilität ein Wert von  $\mu_r = \mu/\mu_0 \approx 110000$ . Er liegt deutlich über dem tabellierten<sup>9</sup> Durchschnittswert  $\mu_r = 60000$  aber immer noch unter dem Maximalwert  $\mu_{max} = 250000$  und somit in einem hohen aber durchaus realistischen Bereich. Allerdings muß man darauf hinweisen, daß im Fall unseres relativ kurzen Zylinders ein Teil des radialen Flusses auch über die Stirnfläche geleitet wird und Gln. (6.5), die nur den Zylindermantel berücksichtigt, den Abschirmfaktor wohl unterschätzt.

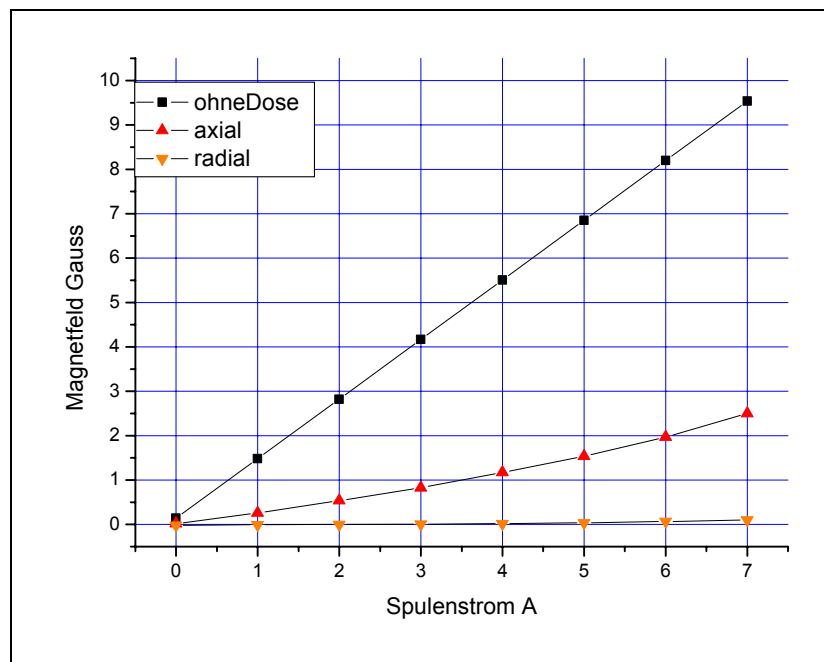


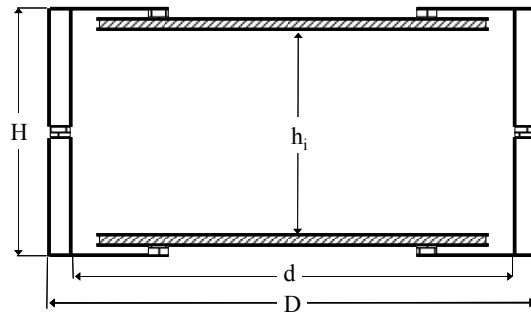
Abbildung 6.16: Im Inneren der Transportdose gemessene Felder im Vergleich zum, über den Spulenstrom variierten, äußeren Feld. Die Magnetfolie war zu dieser Messung noch nicht angebracht. Entsprechend ist das bei Spulenstrom  $I = 0$  A gemessene Feld  $H_i = 0$  G.

<sup>9</sup> Katalogangaben der Firma VAC Vacuumschmelze „Weichmagnetische Werkzeuge und Halbzeuge“ (1998)

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

Tabelle 6.5: Vergleich der Daten der neuen (2003) mit den alten (2000, [Gro00]) „Spinkoffer“; die hier aufgeführten Werte sind typisch für die jeweilige Baureihe. Individuelle Unterschiede sind vernachlässigbar. Die Abschirmwerte wurden exemplarisch an jeweils einer Dose bestimmt.

	Baureihe 2003	Baureihe 2000
<b>Anzahl</b>	5	2
<b>Durchmesser über alles D [mm]</b>	622	700
<b>Durchmesser innen d [mm]</b>	600	600
<b>Höhe über alles H [mm]</b>	242	282
<b>Höhe innen <math>h_i</math> [mm]</b>	218	260
<b>Blechstärke [mm]</b>	0,5	0,5
<b>Material der Polschuhplatten [mm]</b>	$\mu$ -Metall (schluß- geglüht)	$\mu$ -Metall
<b>Dicke der Polschuhplatten [mm]</b>	12	9
<b>Material des Jochs</b>	$\mu$ -Metall (schluß- geglüht)	Weichei- sen
<b>Äußerer Mantel</b>	Alumini- um	Weichei- sen
<b>Gewicht [kg]</b>	15	20
<b>rad. Abschir- mung <math>S_{rad}</math></b>	99	6,2
<b>relative Per- meabilität <math>\mu_r</math></b>	110000	2700
<b>axiale Abschir- mung <math>S_{axial}</math></b>	4	1,7



Aus Tabelle 6.5 ist zu erkennen, daß es gelungen ist, neben der Verringerung der Außenmaße und des Gewichts, bei mindestens gleich bleibendem homogenem Volumen,

## Kapitel 6: Speicherung und Transport

die abschirmende Wirkung deutlich zu verbessern. Diese verbesserte Abschirmung wurde bei der 2003er Reihe dadurch erreicht, daß auch der das Joch bildende Mantel statt aus Weicheisen ( $\mu_r = (3500-6000)$  [Gro00]) aus schlußgeglühtem  $\mu$ -Metall gefertigt wurde. Dabei konnte sogar auf den zweiten (in Abbildung 6.14 nicht eingezeichneten) Eisenmantel zugunsten eines wesentlich leichteren Aluminiumblechs verzichtet werden. Während bei der 2000er Reihe die Abschirmwirkungen durch einen möglichst großen Durchmesser zu optimieren versucht wurde ( $D = 700\text{mm}$ ), konnte jetzt eine möglichst platzsparende Lösung ( $D = 622\text{mm}$ ) angestrebt werden (vgl. Tabelle 6.5). Der durch die beiden äußeren Bleche gebildete Zwischenraum wurde bei der 2000er Reihe mit Bauschaum gefüllt, während bei der neueren Version das steifere und leichtere Wabenmaterial benutzt wurde, das bereits zum Versteifen der Polschuhplatten benutzt wird.

Nichtsdestotrotz hat bereits die 2000er Baureihe eine vollkommen ausreichende Leistungsfähigkeit bei Flugzeugtransporten über lange Strecken und Zeiten gezeigt. Die zur Verfügung stehenden Transportboxen erfüllen somit alle die an sie gestellten Anforderungen. Mit ihnen sind Transporte von polarisiertem  $^3\text{He}$  routinemäßig realisierbar.

Eine weitere Verbesserung der Homogenität könnte durch zusätzlichen Einbau einer Stromschleife im Inneren erreicht werden, die mittels eines entmagnetisierenden Wechselfeldes restliche Spuren von Remanenz im  $\mu$ -Metall löscht. Daß solche kleinen Remanenzen noch vorhanden sein könnten, zeigt das deutlich unterschiedliche Verhalten verschiedener Spinkoffer einer Baureihe.

## **7. Abschließende Tests des Polarisations- und Transportkonzeptes**

Die in den vorangegangenen Kapiteln diskutierten Methoden und Realisierungen der Polarisation, der Polarimetrie, der Speicherung und des Transportes von polarisiertem  $^3\text{He}$  sollen in Kapitel 7.1 in einem umfassenden Experiment bestätigt und quantitativ überprüft werden. In Kapitel 4 wurden die uns zur Verfügung stehenden Polarimetriemethoden diskutiert. Alle Methoden können durch Rückschleusen des Gases in die OPV des Polarisators, bzw. durch zeitnahe Polarisationsbestimmung (Kapitel 4.1.2), mit der optischen Nachweismethode (OPN) verglichen werden. Es wurde in allen Fällen im Rahmen der Fehler Übereinstimmung erzielt. Bei der in Kapitel 4.2.3 beschriebenen Transmissionspolarimetrie am Neutronenstrahl kommt aufgrund der räumlich weit auseinander liegenden Meßapparaturen die Notwendigkeit des verlustfreien Transportes dazu. Deshalb konnte mit der im folgenden Kapitel diskutierten Messung nicht nur durch Kalibration des OPN mit der genaueren Neutronentransmissionsmethode eine Verbesserung der Absolutpolarisationsmessung erzielt werden, sondern gleichzeitig auch die Effektivität der Speicherung und des Transports von polarisiertem  $^3\text{He}$  bestätigt werden. In Kapitel 7.2 kann mit einer in Sheffield (England) durchgeführten Polarisationsvergleichsmessung gezeigt werden, daß auch Flugzeugtransporte problemlos durchgeführt werden können.

### **7.1 $^3\text{He}$ Polarimetrie am Neutronenstrahl des TRIGA- Reaktors in Mainz**

Das am 1. April 2004 durchgeführte Experiment beinhaltet drei Transporte und vier Polarisationsbestimmung mit zwei unterschiedlichen Methoden. Zunächst erfolgte die Aufpolarisation mit einem 30s Zyklus bei hoher Polarisation bis zu einem Speicherzellendruck von 200mbar. Einen Überblick über den weiteren Meßablauf gibt folgende Auflistung:

1. Füllen einer NSF-Zelle mit polarisiertem  $^3\text{He}$  auf 1,6 bar.
2. Optische Bestimmung der Startpolarisation durch Rückschleusen eines Teils des in der Speicherzelle zurückgebliebenen polarisierten Gases in die OPV  $P_{\text{OPN1}} = 75,8 \pm 1,5 \%$  (Abbildung 7.2).
3. Transport des NSF-Zelle innerhalb einer Transportbox zum TRIGA Reaktor.
4. Bestimmung der Polarisation durch Neutronentransmissionsmessung  $P_{\text{TRIGA1}} = 72,7 \pm 0,7\%$ .
5. Rücktransport innerhalb einer Transportbox zum Polarisator.
6. Erneute Polarimetrie durch Rückschleusen eines Teils des Gas in die OPV  $P_{\text{OPN2}} = 68,7 \pm 1,4\%$ , Restdruck in des NSF-Zelle  $p_{\text{Rest}} = 1,4\text{bar}$  (Abbildung 7.2).
7. Erneuter Transport der NSF-Zelle innerhalb einer Transportbox zum TRIGA-Reaktor.

## Kapitel 7: Abschließende Tests des Polarisations- und Transportkonzeptes

8. Bestimmung der Polarisation durch Neutronentransmissionsmessung  
 $P_{\text{TRIGA2}} = 66,4 \pm 0,6\%$ .

Die Zusammenfassung der Meßergebnisse sind in Abbildung 7.3 und Tabelle 7.1 dargestellt. Es wurden zusätzlich die während des Transports unvermeidbaren Verluste unter Berücksichtigung der bekannten Wandrelaxationszeit und den Feldinhomogenitäten der Transport- bzw. Haltefelder berechnet. Deren Fehler setzen sich zusammen aus den Unsicherheiten der Relaxationszeit  $T_1 = 90 \pm 9\text{h}$  der NSF Zelle und denen der unterschiedlichen Verweildauern des Gases in der Transportdose bzw. der Haltefelder, wobei aufgrund eines relativen radialen Gradienten von  $G_{\text{rad}} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ 1/cm}$  innerhalb der Haltefelder dort ausschließlich die Wandrelaxation berücksichtigt wurde, während sich innerhalb des Spinkoffers die Gesamtrelaxationsrate aus  $1/T_1^{\text{wand}} + 1/T_1^{\text{grad}}$  ergab.

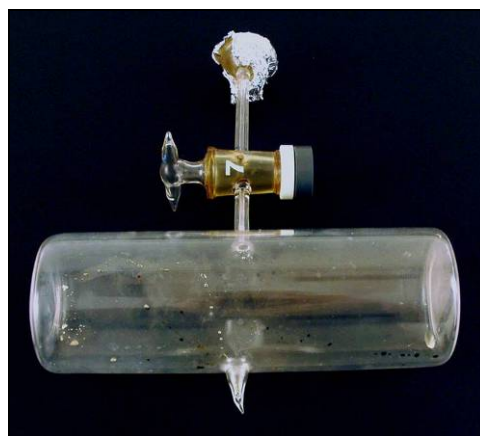


Abbildung 7.1: Photo einer typischen cäsiumbeschichteten NSF-Zelle aus Quarzglas. Ihre Länge beträgt 20cm und ihr Rohrdurchmesser 5,5cm.

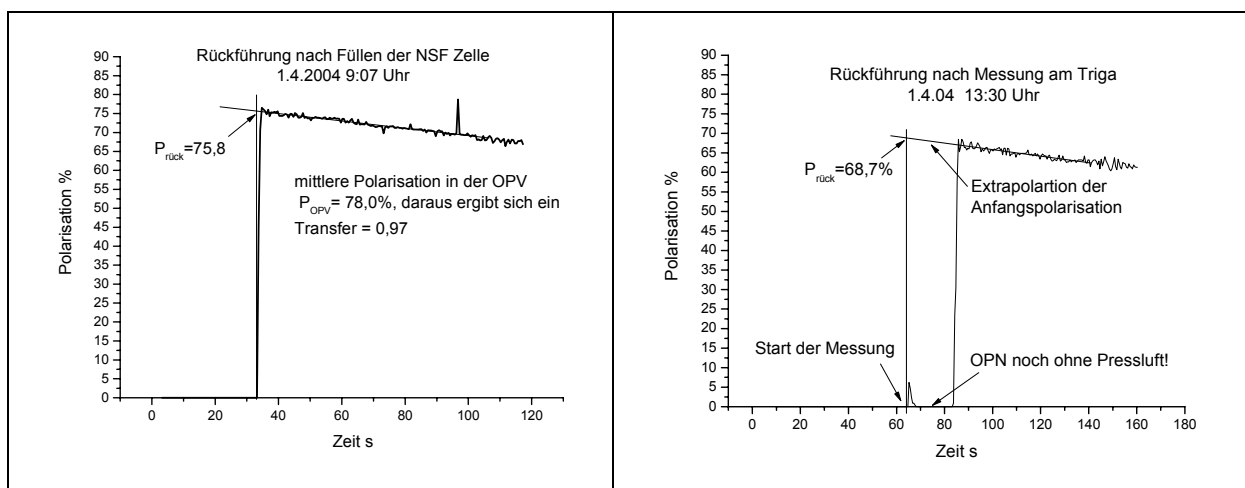


Abbildung 7.2: Rückführungsmessungen nach Befüllen der NSF Zelle bzw. nach erster TRIGA Messung. Aufgrund der beim Einschalten trägen Elektronik kommt es zu Verzögerungen in der Polarisationsmessung. Diese wird durch Extrapolation auf die Anfangszeit berücksichtigt. Auf die gleiche Weise wird im Bild rechts ein kurzer Pressluftausfall kompensiert.

## Kapitel 7: Abschließende Tests des Polarisations- und Transportkonzeptes

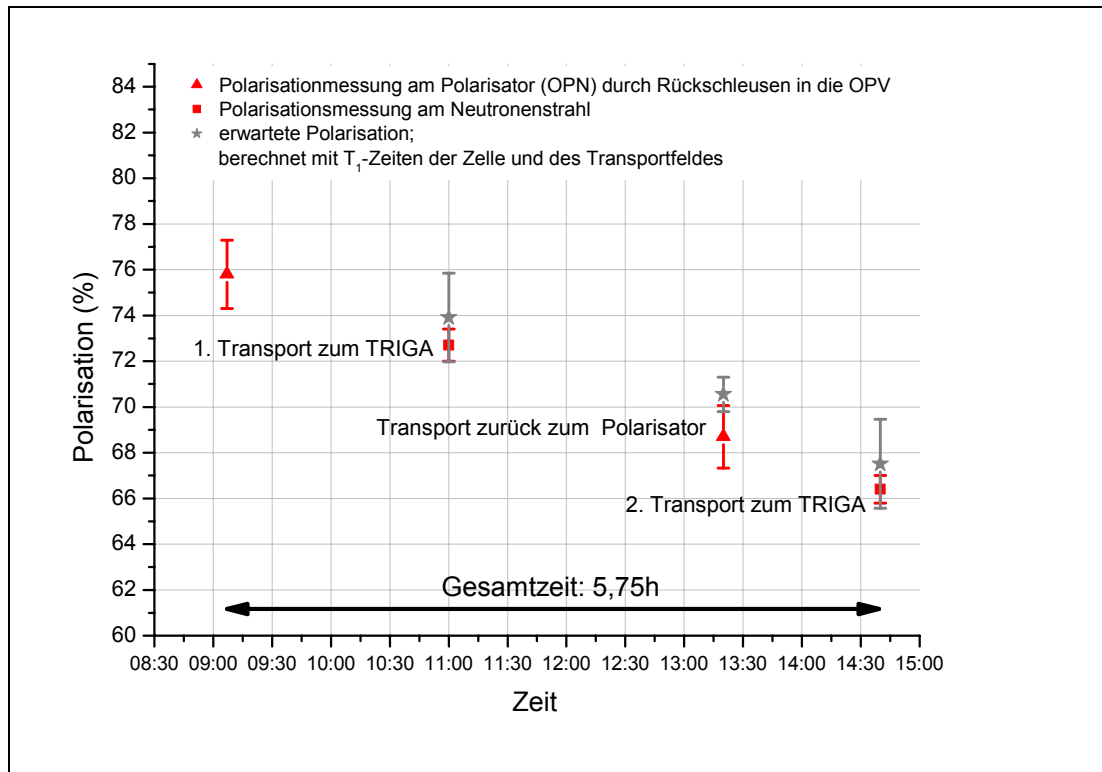


Abbildung 7.3: Zusammenfassung der Polarisationsbestimmungen. Zusätzlich sind die über die Relaxationseigenschaften der NSF-Zelle und des Spinkoffers errechneten Erwartungswerte eingezeichnet.

Tabelle 7.1: Aufstellung der Messungen und berechneten Polarisationswerte.

	Zeit	Meßergebnis P [%] abs.	Meßergebnis $\Delta P$ [%]		berechneter Wert P [%] abs.	berechneter Wert $\Delta P$ [%] abs.
			abs.	rel.		
<b>Rückführung 1 (Anfangspolarisation)</b>	09:07	75,8	1,5	2	-	-
<b>TRIGA 1</b>	11:00	72,8	0,7	1	73,9	1,9
<b>Rückführung 2</b>	13:20	68,7	1,4	2	70,5	0,7
<b>TRIGA 2</b>	14:40	66,4	0,6	1	67,5	1,9

Für die berechnete erwartete Polarisation wurde jeweils der vorangegangene Meßwert als Startpolarisation benutzt. Obwohl alle Werte innerhalb der Fehlergrenzen mit den Erwartungswerten übereinstimmen, liegen sie systematisch zu niedrig. Das hängt zum einen mit der für Homogenität der Transportfelder benutzte „worst-case“ Abschätzung mit angenommenen  $G_{\text{rad}} = 10^{-3} \text{cm}^{-1}$  zusammen, zum anderen könnte es ein Hinweis darauf sein, daß es beim Aus- bzw. Einladen der Transportzelle aus bzw. in die jeweiligen Felder zu Polarisationsverlusten in der Größenordnung 1-2 % kommen könnte. Durch-



## Kapitel 7: Abschließende Tests des Polarisations- und Transportkonzeptes

geführte Tests zeigen allerdings, daß Polarisationsverluste von 2% beim Umladen der Zellen schon überdurchschnittlich hoch sind.

Dieses Experiment bestätigt die am Polarisatorauslaß erreichbaren Polarisationen von über 75%. Aufgrund der Übereinstimmung der Meßwerte von zwei unabhängigen Polarimetriemethoden mit berechneten Voraussagen konnten alle oben diskutierten Einzelbereiche in sich und nach außen konsistent zusammen geführt werden und die Leistungsfähigkeit des Gesamtsystems bestätigt werden.

Während auf die Details der Rückführungsmessungen bereits in Kapitel 5.4.2 und auf die Funktionsweise des OPN in Kapitel 4.1.1 näher eingegangen wurde, wird im Folgenden die hier verwendete Polarimetrie durch Neutronentransmissionsmessung, die von einem Team um Dr. S.Baessler durchgeführt wurden, erläutert (vgl. Abbildung 7.4).

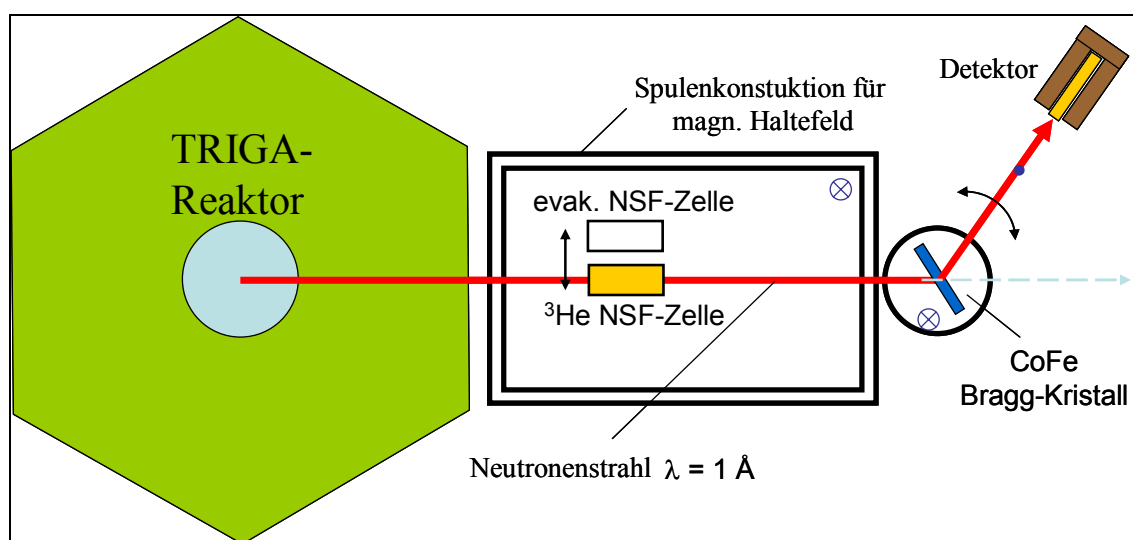


Abbildung 7.4: Schematische Darstellung des Meßaufbaus zur Polarimetrie durch Neutronentransmission am TRIGA-Reaktor in Mainz. Die Neutronenzählraten werden im Detektor in Abhängigkeit der sich im Strahl befindlichen NSF-Zelle aufgenommen.

Prinzipiell wird in dieser Messung ein Teil des im Reaktor erzeugten unpolarisierten Neutronenstrahls mittels eines Bragg-Kristalls in einen Detektor geleitet. Die jeweilige NSF-Zelle wird in den Neutronenstrahl eingebracht. Zur  $^3\text{He}$ -Polarisationserhaltung ist die Zellenhalterung in einem ausreichend homogenen, durch Spulen erzeugten magnetischen Haltefeld plziert. Die zur Polarimetrie notwendigen Zählraten (vgl. Kapitel 4.2.3 und Tabelle 7.2) erhält man durch nacheinander durchgeführte Messungen mit einer evakuierten, der mit polarisierten  $^3\text{He}$  gefüllten Zelle und durch Messung nach Depolarisation des Gases. Durch „Dejustage“ des Kristalls wird der Untergrund bestimmt. Die Meßzeiten betragen zwischen 180s und 540s pro Zellenposition.

Alle möglichen Fehlerquellen, wie z.B. die Konstanz des Neutronenflusses, das Verhalten des Kristalls und des Detektors und der Einfluß der beiden unterschiedlichen NSF-Zellen zur Bestimmung der Raten mit und ohne Gas, sind im Vorfeld untersucht worden. Aus diesen Daten ergibt sich eine konservative Abschätzung des relativen Gesamtfehlers von  $\pm 1\%$ . Damit ist die Polarimetrie durch Neutronentransmission zwar die aufwendigste aber auch die genaueste uns zur Verfügung stehende Methode. Da hier ein

## Kapitel 7: Abschließende Tests des Polarisations- und Transportkonzeptes

direkter Vergleich mit dem optischen Polarisationsnachweis gelang, können alle in Kapitel 4 beschriebenen Polarimetriemethoden verlässlich auf diesen kalibriert werden. Die jeweiligen Fehler sind dann im wesentlichen nur noch von den relativen Genauigkeiten der Nachweise abhängig.

*Tabelle 7.2: Ergebnisse der Neutronentransmissionsmessung. Bei den angegebenen Zählraten sind die Untergrundmessungen schon berücksichtigt. Die Opazität  $x$  und die  $^3\text{He}$ -Polarisation ergeben sich mit Gln. (4.13) und (4.14).*

	1. Messung (11:00Uhr)		2. Messung (14:40Uhr)	
	Zählrate [Anzahl/s]	statistischer Fehler [Anzahl/s]	Zählrate [Anzahl/s]	statistischer Fehler [Anzahl/s]
leere Zelle	67,651	$\pm 0,3816$	68,681	$\pm 0,3791$
polarisierte Zelle	18,390	$\pm 0,1438$	17,919	$\pm 0,2638$
depolarisierte Zelle	8,298	$\pm 0,1335$	8,298	$\pm 0,1335$
Opazität $x$	2,3561	$\pm 0,019149$	2,1135	$\pm 0,017015$
<b><math>^3\text{He}</math> Polarisation</b>	<b>0,728</b>	$\pm 0,0047$	<b>0,664</b>	$\pm 0,0088$

### 7.2 Polarisationsmessung in Sheffield

Aufgrund verschiedener technischer Gegebenheiten konnte bei der im Folgenden beschriebenen Messungen die Genauigkeit der in Kapitel 7.1 vorgestellten Methode bei weitem nicht erreicht werden. Dennoch gelang es die Polarisationserhaltung auch während eines Flugzeugtransportes hinreichend zu beweisen.

Die Idee war, in Sheffield das MR-Signal (Free Induction Decay) einer Probe des in Mainz polarisierten Gases mit dem einer in Sheffield mit der SEOP-Methode polarisierten zu vergleichen. Vorrausgesetzt wurde dabei die ausreichend genaue Kenntnis der Polarisation der Vergleichsprobe. Leider ist die absolute Genauigkeit der Polarimetrieinheit des Sheffielder Polarisators nicht bekannt. Er bestimmt die Polarisation durch den Vergleich des  $^3\text{He}$ -NMR Signal mit einem Eichwert in Abhängigkeit des Druckes.

Unter Berücksichtigung der Verluste beim Umfüllen des Gases und des Transportes werde die Genauigkeit der Messung auf  $\pm 5\%$  abs. abgeschätzt.

Bei der im Januar 2004 durchgeführten Messung wurden zunächst 60ml (bei Umgebungsdruck) mit einer Polarisation von  $P_{\text{Sheffield1}} = 30\%$  in eine handelsübliche Injektionsspritze gefüllt und innerhalb von 2min in den Scanner gebracht. Der in Abbildung 7.5 gezeigte FID (rote Linie) ergab für  $t=0$  einen Wert von  $I_1 = 2,1004 \cdot 10^4$  (willkürliche Einheiten). Dieser entspricht unter Berücksichtigung der  $T_1$  Zeit der Spritze von typischer Weise 10min einer Polarisation von  $P_{\text{Sheffield2}} = 23,7\%$ . Es ergibt sich daraus eine Eich-Signalintensität des FID von  $I = 14,77 \text{ (ml \%)}^{-1}$ .

## Kapitel 7: Abschließende Tests des Polarisations- und Transportkonzeptes

Danach wurden 65ml des in Mainz polarisierten und per Flugzeug nach Sheffield transportierten  $^3\text{He}$  in eine baugleiche Spritze gefüllt. Das FID Signal (Abbildung 7.5, blaue Linie) ergab  $I_2 = 5,0421 \cdot 10^4$  (willkürliche Einheiten und  $t=0$ ).

Daraus ergibt sich eine Polarisation von  $P_{\text{Mainz}} = 52,5\%$ .

Die Startpolarisation vor dem Flug in Mainz betrug  $70 \pm 2\%$ , was bei einer Gesamttransportzeit von 21h und einer bekannten Gesamtrelaxationszeit von  $T_1^{\text{ges}} > 60\text{h}$  (vgl. Kapitel 6.2.1) eine Polarisation zum Zeitpunkt des FID von  $P_{\text{erw}} \geq 49\%$  erwarten läßt.

Der Vergleich zeigt eine gute Übereinstimmung zwischen erwartetem und gemessenem Wert und untermauert somit die Funktionsfähigkeit des Transportkonzeptes.

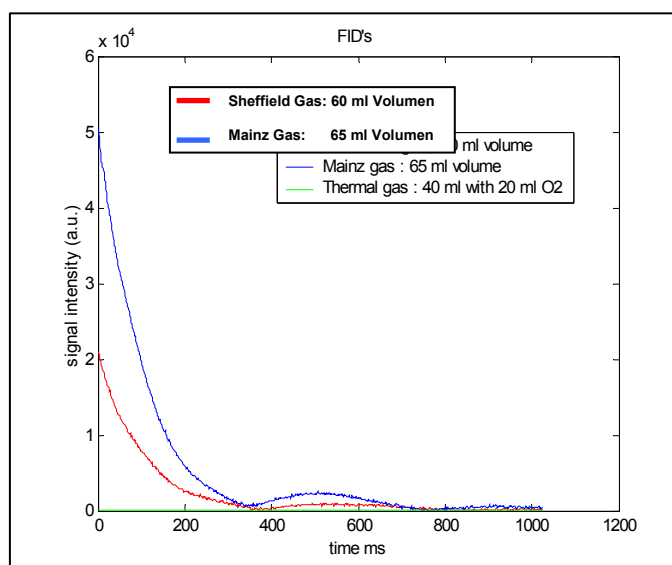


Abbildung 7.5: Messung des FID zur Bestimmung der Polarisation nach Flugzeugtransport in Sheffield. Die deutlich zu erkennende Schwingungen im hinteren Teil der FID sind auf Feldinhomogenitäten zurückzuführen. Da in die Messungen aber ausschließlich die Werte bei  $t=0$  eingehen sind diese zu vernachlässigen.

Der Vergleich mit einer Anfang 2003 durchgeführten und im Oktober 2003 veröffentlichten Messung [Bee03] zeigt die enormen Fortschritte bei der Polarisationserhaltung. Damals wurden durch Vergleich mit dem Signal zu Rausch Verhältnis eines thermischen Phantoms die in Sheffield angekommene Polarisation auf 20% abgeschätzt.

Da seit der letzten Messung wiederum große in Kapitel 6 beschriebene Fortschritte gemacht wurden, ist bei einer Wiederholung des Experiments eine weitere Verbesserung des Polarisationstransfers zu erwarten.

## **8. Anwendungen von polarisiertem $^3\text{He}$**

Verschiedene Anwendungen von polarisiertem  $^3\text{He}$ , sowohl in physikalischer Grundlagenforschung, als auch auf dem Gebiet der Kernspintomographie oder allgemeiner der NMR, sind in den letzten Jahren weltweit durchgeführt und veröffentlicht worden. Insbesondere das Gebiet der Kernspintomographie in der medizinischen Anwendung hat sich stetig weiter entwickelt und Fortschritte sind sowohl bei der Beschleunigung der Bildaquisition gemacht worden, als auch bei der maximalen Auflösung der Bilder. Parallel zu diesen technischen bzw. Grundlagenentwicklungen sind eine Reihe von medizinischen Studien durchgeführt worden, die zeigen konnten, daß MRI (Magnetic Resonance Imaging) mit polarisiertem  $^3\text{He}$  ein neues Diagnoseverfahren darstellt, das Informationen liefert, die kein anderes Verfahren zu bringen im Stande ist. Die Methode ist zudem vollkommen nichtinvasiv und unbelastend für den Patienten. Neben morphologischen, also rein abbildenden Verfahren, ist auch funktionelle Bildgebung möglich. So kann z.B. mit Hilfe der  $p\text{O}_2$ -Messung (Sauerstoffpartialdruck Messung, vgl. Kapitel 8.1.1), über den Umweg der Relaxation des  $^3\text{He}$  in der Lunge, direkt auf die Resorption des Sauerstoffes über die Alveolen ins Blut geschlossen werden [Den00].

Gleichzeitig besteht ein großes Interesse an polarisiertem  $^3\text{He}$  in der physikalischen Grundlagenforschung, wie z.B. bei der Bestimmung des magnetischen Formfaktors des Elektron  $G_{e,n}$  oder dem Einsatz als Neutronenspinfilter (Kapitel 8.3).

Zu diesen Themengebieten sollen im Folgenden einige Experimente und Untersuchungen mit eigener Beteiligung vorgestellt und diskutiert werden.

An Experimenten mit hyperpolarisiertem  $^3\text{He}$  aus dem hiesigen Institut für Physik der Universität Mainz waren die Institute für Radiologie und Anästhesiologie der Universitätsklinik Mainz, das Institut für Radiologie des Royal Hallamshire Hospitals in Sheffield (England), das MR-Department des Hvidovre Hospitals in Kopenhagen (Dänemark), das Max Planck Institut für Polymerforschung in Mainz, das Zentrallabor für Elektronik am Forschungszentrum Jülich, das Laboratoire Kastler Brossel der École Normale Supérieure Paris (Frankreich), die Unité de Recherche en résonance magnétique médicale, CIEM Hôpital de Bicêtre in Orsay (Frankreich), die MR-Abteilung der Firma Böhringer Ingelheim, das Hahn-Meitner Institut in Berlin, die Institute für Kernphysik und Kernchemie der Universität Mainz und das Institut für Kernphysik der Universität Basel beteiligt. Einen Überblick über die Vielzahl der Themengebiete zeigen die in Tabelle 8.1 aufgelisteten Veröffentlichungen, die aus Experimenten und Messungen mit eigener Beteiligung entstanden sind. Die breite Fächerung der Thematik und Fakultäten zeigt dabei das interdisziplinäre Interesse an der Verfügbarkeit von hochpolarisiertem  $^3\text{He}$ .

## Kapitel 8: Anwendungen

*Tabelle 8.1: Übersichtsliste von wissenschaftlichen Veröffentlichungen und Vorträgen zu wissenschaftlichen Ergebnissen, bei denen polarisiertes  $^3\text{He}$  des hiesigen Institutes für Physik wesentlicher Bestandteil war. Mindestens ein Koautor war zum Zeitpunkt der Messungen Mitglied der Heliumgruppe am Institut für Physik.*

	<b>Titel</b>	<b>Autoren</b>	<b>Zeitschrift bzw. Tagung</b>
1	The neutron charge form factor and target analyzing powers from $^3\vec{\text{He}}(\vec{e}, e'n)$ scattering	J. Bermuth, P. Merle, C. Carasco, D. Baumann, R. Böhm, D. Bosnar, M. Ding, M.O. Distler, J. Friedrich, J.M. Friedrich, J. Golak, W. Glöckle, M. Hauger, W. Heil, P. Jennewein, J. Jourdan, H. Kamada, A. Klein, M. Kohl, B.Kruschea, K.W. Krygier, H.Merkel, U. Müller, R. Neuhausen, A. Nogga, Ch. Normand, E. Otten, Th. Pospischil, M. Potokar, D. Rohe, H. Schmieden, J. Schmiedeskamp, M. Seimetz, I. Sicka, S. Širca, R. Skibiński, G. Testa, Th. Walcher, G. Warren, M. Weis, H. Witała, H. Wöhrle, M. Zeier	Physics Letters B 564 (2003) 199–204
2	Final state interaction effects in $^3\vec{\text{He}}(\vec{e}, e'n)$	C. Carasco, J. Bermuth, P. Merle, D. Baumann, R. Böhm, D. Bosnar, M. Ding, M.O. Distler, J. Friedrich, J.M. Friedrich, J. Golak, W. Glöckle, M. Hauger, W. Heil, P. Jennewein, J. Jourdan, H. Kamada, A. Klein, M. Kohl, B.Kruschea, K.W. Krygier, H.Merkel, U. Müller, R. Neuhausen, A. Nogga, Ch. Normand, E. Otten, Th. Pospischil, M. Potokar, D. Rohe, H. Schmieden, J. Schmiedeskamp, M. Seimetz, I. Sicka, S. Širca, R. Skibiński, G. Testa, Th. Walcher, G. Warren, M. Weis, H. Witała, H. Wöhrle, M. Zeier	Physics Letters B 559 (2003) 41–48
3	Controlling the Diffusion of $^3\text{He}$ by Buffer Gases as a Structural Contrast Agent in Lung MRI	R. H. Acosta, P. Blümmler, L. Agulles-Pedrós, A.E.Morbach, J.Schmiedeskamp, A. Herweling, U. Wolf, A. Scholz, W. G. Schreiber, W. Heil <sup>3</sup> , M. Thelen H. W. Spiess	Communication for Journal Magnetic Resonance Imaging (2004)
4	Imaging of a mixture of hyperpolarized $^3\text{He}$ and $^{129}\text{Xe}$	R.H. Acosta, P. Blümmler, S. Han, S. Appelt, W. Häsing, J. Schmiedeskamp, W. Heil, H.W. Spiess	Communication for Journal Magnetic Resonance Imaging (2004)
5	Quantification of Regional Intrapulmonary Oxygen Partial Pressure Evolution during Apnoea by $^3\text{He}$ MRI	A.J.Deninger, B.Eberle, M.Ebert, T.Großmann, W.Heil, H.-U.Kauczor, L.Lauer, K.Markstaller, J.Schmiedeskamp, W.Schreiber, R.Surkau, M.Thelen, N.Weiler	Journal of Magnetic Resonance 141,207-216 (1999)

## Kapitel 8: Anwendungen

6	Assessment of a Single-Acquisition Imaging Sequence for Oxygen-Sensitive $^3\text{He}$ MRI	A.J. Deninger , B. Eberle, J. Bermuth , B. Escat , K. Markstaller , J. Schmiedeskamp, W.G. Schreiber , R. Surkau, E. Otten, H.-U. Kauczor	Magnetic Resonance in Medicine 47,1,104-115 (2002)
7	Hyperpolarized 3-Helium MR imaging of the lungs: testing the concept of a central production facility	E.J.R.van Beek, J.Schmiedeskamp, J.M.Wild, M.N.J.Paley, F.Filbir, S.Fichele, F.Knitz,G.H.Mills, N.Woodhouse, A.Swift, W.Heil, M.Wolf, E.Otten	European Radiology 13 (2003)
8	Validation of a lung model using hyperpolarized 3-Helium MRI in humans.	EJR van Beek, B Brook, S Ley, S Fichele, N Woodhouse, JM Wild, J Schmiedeskamp, R.Lawson, GH Mills, F Knitz, D Mayer, K Gast, DR Hose, MNJ Paley, W Heil, HU Kauczor, E.Otten and N Weiler.	BC-ISMRM 2002.
9	Measurement of a reduction in the effective lung volume of a smoker as measured by combined proton single shot fast spin echo hyperpolarized Helium 3 MRI.	Woodhouse N, Wild JM, Fichele JM, Schmiedeskamp J, Paley MN, Fleming S, Swift A, van Beek EJR.	PHIL project – publications (July 2004) 6 BC-ISMRM 2002.
10	Validation of a lung model using hyperpolarized 3-Helium MRI in humans.	EJR van Beek, B Brook, S Ley, S Fichele, N Woodhouse, JM Wild, J Schmiedeskamp, R.Lawson, GH Mills, F Knitz, D Mayer, K Gast, DR Hose, MNJ Paley, W Heil, HU Kauczor, E.Otten and N Weiler.	Helion 02 (Oppenheim, Germany) ; RSNA 2002
11	Hyperpolarized Helium-3 imaging: long-distance air transport of hyperpolarized gas from Germany to England is feasible.	Van Beek EJR, Schmiedeskamp J, Mills GH, Wild JM, Filbir F, Fichele S, Paley MNJ, Knitz.F, Woodhouse N, Swift A, S Fleming, Heil W, Wolf M, Otten E.	RSNA2002 ; UKRC 2003.
12	Functional Evaluation of Emphysema Using Diffusion-Weighted $^3\text{He}$ MRI, HRCT, and Lung Function Tests	S. Ley, J. Zaporozhan, A. Morbach, B. Eberle, K.K. Gast, C.P. Heussel, A. Biedermann, E. Mayer, J. Schmiedeskamp, A. Stepniak, W.G. Schreiber, H.-U. Kauczor	Radiology (accepted 2004)
13	Ein Auswerteprogramm zur Quantitativen Analyse von Messungen des Alveolaren Sauerstoffpartialdrucks ( $p_{aO_2}$ ) mit der Sauerstoffsensitiven $^3\text{He}$ -MR-Tomographie.	F. Lehmann, B. Eberle, K. Markstaller, K.K. Gast, J. Schmiedeskamp, P. Blümler, H. U.Kauczor, W.G. Schreiber	Fortschr Röntgenstr (accepted 2004)
14	Quantitative Untersuchung der Lungenventilation Mittels Dynamischer MRT von Hochpolarisiertem Helium-3.	F. Lehmann, F. Knitz, N. Weiler, K.K. Gast, S. Ley, J. Schmiedeskamp, C.P. Heussel, M.E.Bellemann, H.-U. Kauczor, W.G. Schreiber.	Fortschr Röntgenstr (accepted 2004)
15	Hyperpolarized $^3\text{He}$ MR imaging of the lung – improving availability through a central production facility and transports by air.	Van Beek EJR, Schmiedeskamp J, Mills GH, Wild JM, Filbir F, Fichele S, Otten E.	ECR 2003
16	$^3\text{He}$ -MRI in a European Multicenter Trial in COPD and Emphysema “PHIL” (work in progress).	Gast KK, Dahmen A, Heussel CP, Biedermann A, Schmiedeskamp J, Wild JM, Lawson RA, Stavngaard T, Dirksen A, Vejby L, Kauczor HU, van Beek EJR	ISMRM 2004

## Kapitel 8: Anwendungen

17	A Comparison of Hyperpolarized 3He MR Imaging and Krypton Scintigraphy in Healthy Volunteers and COPD patients.	Stavngaard T, Vejby Søgaard L, Hansson LG, Schmiedeskamp J, Wolf M.	ISMRM 2004
18	Ventilation Defects assessed by Hyperpolarized 3-Helium MRI and 81m-Krypton SPECT scintigraphy (PHIL project).	Stavngaard T, Vejby Søgaard L, Dirksen A, Mortensen J, Schmiedeskamp J.	ESMRMB 2004
19	Measurement of ventilated lung volumes in volunteers and single lung transplant recipients with 3He-MRI- comparison with pulmonary function test.	M Puderbach, K Gast, J Lill, K Markstaller, M Viallon, B Eberle, E Mayer, J.Schmiedeskamp, H-U Kauczor	Eur Radiol B0747 (2002)
20	<sup>3</sup> He-MRI in follow-up of lung transplant recipients	Klaus Kurt Gast, Julia Zaporozhan, Sebastian Ley, Alexander Biedermann, Frank Knitz, Balthasar Eberle, Joerg Schmiedeskamp, Claus-Peter Heussel, Eckhard Mayer, Wolfgang Gunter Schreiber, Manfred Thelen, Hans-Ulrich Kauczor	European Radiology (2003)
21	Magnetic resonance imaging using hyperpolarized 3He-Gas.	Gast KK, Eberle B, Schmiedeskamp J, Kauczor HU	Acad Radiol 10 1119-1131 (2003)
22	MR imaging in lung transplant recipients using Hyperpolarised 3He: Comparison with CT	K Gast, M Viallon, B Eberle, J Lill, M Puderbach, A Hanke, J Schmiedeskamp, H-U Kauczor	Journal of Magnetic Resonance Imaging 15, 3, 268-274 (2002)
23	Dynamic ventilation 3He-MRI with lung motion correction: Gas flow distribution analysis	KK Gast, MU Puderbach, I Rodriguez, B Eberle, K Markstaller, AT Hanke, J Schmiedeskamp, N Weiler, J Lill, WG Schreiber, M Thelen, H-U Kauczor	Invest Radiol 37:126-134
24	Reformatierung als Lösungsansatz für die Problematik der unterschiedlichen Schichtführung im Vergleich von 3He-MRT und HR-CT der Lunge	Gast KK, Zaporozhan J, Ley S, Eberle B, Biedermann A, Knitz F, Schmiedeskamp J, Schreiber WG, Mayer E, Kauczor HU	German. Fortschr Röntgenstr. Jun;175(6):786-790. (2003)
26	Distribution of Ventilation in lung transplant recipients: evaluation by dynamic 3He MRI with lung motion correction	K. K. Gast, M. Puderbach, I. Rodriguez, B. Eberle, K. Markstaller, J. Schmiedeskamp, N. Weiler, W. G. Schreiber, M. Thelen, H. U. Kauczor:	Invest Radiol. Jun;38(6): 341-348. (2003)
27	Functional analysis in single lung transplant recipients: A comparative study of high-resolution CT, 3He-MRI, and pulmonary function tests	Julia Zaporozhan, Sebastian Ley, Klaus Kurt Gast, Jörg Schmiedeskamp, Alexander Biedermann, Balthasar Eberle, and Hans-Ulrich Kauczor	Chest. 2004 Jan;125(1):173-81 (2004)
28	Aerated vs. ventilated lung: value of 3He MRI and CT	Zaporozhan et al.	Proc Int Soc Magn. Reson Med 10:761
29	MR Imaging of the lungs with hyperpolarised helium-3 gas transported by air	J.M.Wild, J.Schmiedeskamp, M N J Paley, F Filbir, S Fichelle, L Kasuboski, F Knitz, N Woodhouse, A Swift, W Heil, GH Mills, M Wolf, P D Griffiths, E Otten, E J R van Beek	Phys Med Biol 47:185-190

## Kapitel 8: Anwendungen

30	Diffusion weighted MR Imaging of the lung with hyperpolarized Helium-3. A study of reproducibility	Andreas E. Morbach, Klaus K. Gast, Jörg Schmiedeskamp, Anja Damen, Anette Herweling, Claus P. Heussel, Hans-Ulrich Kauczor, Wolfgang G. Schreiber	J.Magn.Reson. Image. (2004)
31	Hyperpolarized $^3\text{He}$ magnetic resonance imaging and $^{81\text{m}}\text{Kr}$ single photon emission tomography in COPD.	T.Stavngaard, L.Vejby Sogaard, J.Mortensen, A.Dirksen, L.G.Hanson, J.Schmiedeskamp, A.Kiil Berthelsen	European Journal of Nuclear Medicine and Molecular Imaging - Manuscript EJNM-04-0302.R1
33	Large Scale Production and Handling of spin-polarized Helium-3 for MRT of Lungs	J.Schmiedeskamp	ISMRM 2003 (Poster)

### 8.1 $^3\text{He}$ in der Kernspintomographie

#### 8.1.1 Kurze Einführung in die Konzepte der Kernspintomographie

Die Kernspintomographie oder auch Magnetresonanztomographie (MRT) ist eine Anwendung der Nuclear Magnetic Resonance (NMR). Bei dieser wird ein Ensemble von Atomkernen durch Einstrahlen eines resonanten Wechselfeldes, das der Zeeman-Aufspaltung der Probe angepaßt ist, aus ihrer durch ein äußeres Magnetfeld vorgegebenen Vorzugsrichtung um den Winkel  $\alpha$  ausgelenkt. Bei der gebräuchlichen Protonentomographie und der  $^3\text{He}$ -Tomographie sind aufgrund des Kernspins  $I = 1/2$  nur Ausrichtungen parallel und antiparallel zum äußeren magnetischen Feld möglich. Das Ensemble beginnt dann mit der Larmorfrequenz

$$\omega_L = \gamma \cdot B \quad (8.1)$$

um die Feldachse zu präzedieren. Dabei ist  $B$  die Magnetfeldstärke und  $\gamma$  das gyromagnetische Verhältnis des Isotops. Das dadurch erzeugte Induktionssignal

$$U_{ind} \propto \omega_L M \sin \alpha \propto \rho_n \gamma^2 \hbar P B \sin \alpha \quad (8.2)$$

( $\rho_n$  = Spindichte,  $P$  = Polarisation) kann mit sogenannten „Pick-up Spulen“ detektiert, elektronisch aufbereitet und ausgewertet werden. Die makroskopische Magnetisierung des Ensembles ergibt sich mit

$$M = \rho_n \mu_I P = \frac{\rho_n \hbar P}{2} \quad (\mu_I = \text{magnetisches Kernmoment}) \quad (8.3)$$

und wird im Normalfall, also ohne Einsatz von Hyperpolarisation, über die Boltzmannpolarisation Gl. (2.2) und damit im wesentlichen durch das äußere Magnetfeld  $B$  be-



## Kapitel 8: Anwendungen

stimmt. Entsprechend sind Felder von mehreren Tesla im Einsatz, die durch supraleitende Magnete erzeugt werden, um ausreichend hohe Magnetisierungen und damit ausreichende Signalstärken zu erzielen. Im klinischen Bereich sind Feldstärken von 1,5T gebräuchlich, die eine Boltzmannpolarisation in der Größenordnung  $P_B \sim 5 \cdot 10^{-6}$  erzeugen.

Wird in einem Kernspinresonanzexperiment ein Spinensemble aus der durch das Magnetfeld definierten z-Achse ausgelenkt, strebt dieses in den Gleichgewichtszustand zurück. Diese zeitliche Entwicklung der makroskopischen Magnetisierung  $\vec{M}$  wird im Laborsystem durch die Blochschen Gleichungen beschrieben:

$$\begin{aligned}\frac{dM_x}{dt} &= \gamma(\vec{M} \times \vec{B})_x - \frac{M_x}{T_2} \\ \frac{dM_y}{dt} &= \gamma(\vec{M} \times \vec{B})_y - \frac{M_y}{T_2} \\ \frac{dM_z}{dt} &= \gamma(\vec{M} \times \vec{B})_z - \frac{M_0 - M_z}{T_1}\end{aligned}\tag{8.4}$$

Dabei beschreibt die Relaxationszeit  $T_1$  die longitudinale oder Spin-Gitter-Relaxation. Mit dieser Zeitkonstanten strebt die makroskopische Magnetisierung ihrem thermischen Gleichgewichtszustand entgegen. Diese Relaxation ist somit ein energetischer Prozeß. Die Abnahme der Magnetisierung in transversaler Richtung ist zum einen durch die Spin-Spin-Wechselwirkung bedingt. Dabei verlieren die im Moment der Auslenkung kohärent präzedierenden Spins aufgrund der elektromagnetischen Wechselwirkung der beteiligten Dipole ihre Phase. Zum anderen dreht sich der resultierende Vektor der Ensemblemagnetisierung aufgrund der longitudinalen Relaxation wieder in die z-Richtung. Dies bedingt ebenfalls einen Verlust des Signals in der xy-Ebene. Die Abnahme der Transversalmagnetisierung wird mit der Relaxationszeit  $T_2$  bezeichnet. Der kombinierte Vorgang der  $T_1$ - und  $T_2$ -Relaxation nach einer einmaligen Anregung wird freier Induktionszerfall (Free Induction Decay; FID, vgl. Abbildung 8.1) genannt. Beide Relaxationszeiten werden durch die physikalische und chemische Umgebung der relaxierenden Atomkerne bestimmt. Das aus einem FID erhaltene Resonanzsignal zeigt ausschließlich die zeitliche Entwicklung in der xy-Magnetisierung. Enthält also keine Informationen über  $T_1$ .

Die tatsächliche Zeitkonstante der Abnahme des NMR-Signals ist i. allg. kleiner als  $T_2$ . Zusätzlich zu Spin-Spin-Wechselwirkungen und Suszeptibilitätsunterschieden im untersuchten Gewebe bzw. dem Material der Probe wird sie durch externe Feldinhomogenitäten beeinflusst. Die resultierende Relaxationszeit und damit die eigentliche Meßgröße wird zur Unterscheidung mit  $T_2^*$  bezeichnet.

Die zeitliche Analyse der Relaxation beim FID liefert zum einen  $T_2^*$  und mit der Signalintensität bei  $t = 0$  eine der Dichte der relaxationsfähigen Spins proportionale Größe. Die gewebespezifischen Relaxationszeiten  $T_1$  und  $T_2$  können auf diese Weise nicht bestimmt werden. Durch eine Kombination von verschiedenen Auslenkungen der Magnetisierung, sog. Pulssequenzen, sind diese Parameter aber indirekt einer Messung zugänglich. Je nach Wahl der Pulssequenz (siehe unten) kann man eine  $T_1$ -,  $T_2$ - oder

## Kapitel 8: Anwendungen

Spindichtegewichtung erzielen und durch Veränderungen der Aufnahmeparameter bei gleicher Pulssequenz nachträglich die Relaxationsparameter mathematisch separieren.

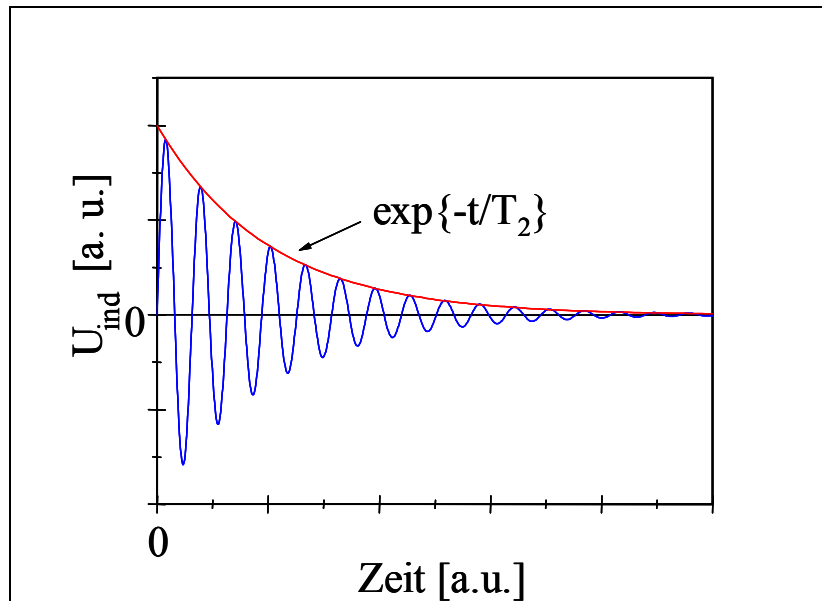


Abbildung 8.1: Freier Induktionszerfall (FID) der transversalen Magnetisierung ohne Berücksichtigung externer Feldinhomogenitäten. Das Signal oszilliert mit der Larmorfrequenz (die Darstellung ist nicht maßstäblich, da die eigentlich sehr viel höheren Frequenzen hier nicht auflösen sind).

Die Frequenzen aller angeregten Spinensembles können mit einer Spulenanordnung, die senkrecht zum Hauptmagnetfeld angeordnet ist, detektiert werden. Zur Ortskodierung des Signals wird dem Grundmagnetfeld ein definiertes Gradientenfeld überlagert. Man erhält dann die Ortsinformation durch die Feldabhängigkeit der Larmorfrequenz.

Um zu einer mehrdimensionalen Darstellung des Volumens zu gelangen, muß der gesamte Raum abgetastet werden. Man erreicht dies durch eine Aneinanderreihung von HF-Impulsen und Gradientenschaltungen. Beispielhaft ist in Abbildung 8.2 schematisch eine FLASH-2D-Sequenz dargestellt.

Für den Bildaufbau stehen im wesentlichen vier Verfahren zur Verfügung, die sich in der jeweiligen Abtastung des Raums unterscheiden. Dies sind die Punkt-, die Linien-, die Schicht- und die Volumentechnik. Im Folgenden wird sich auf die Schichttechnik beschränkt werden, da im Rahmen der  $^3\text{He}$ -MRT in den nachfolgend beschriebenen Messungen und Studien diese hauptsächlich verwendet worden ist.

## Kapitel 8: Anwendungen

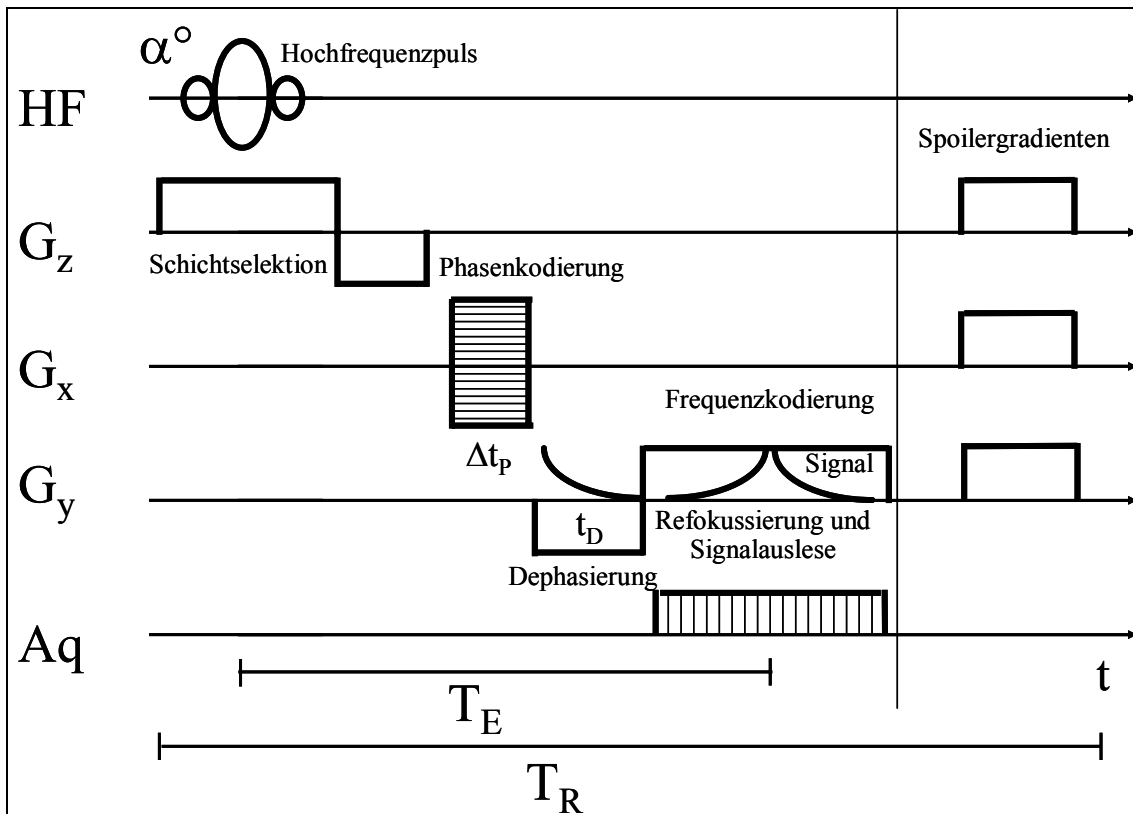


Abbildung 8.2: Schematische Darstellung des zeitlichen Verlaufs einer FLASH-2D-Sequenz (Fast Low Angle SHot) zur Erläuterung des im Text beschriebenen Bildgebungskonzeptes.

Bei dieser hier im Prinzip skizzierten Technik wird zunächst die 3D-Bildgebung durch Schichtselektion auf eine 2D-Bildgebung reduziert. Durch Zusammensetzen der Schichten wird dann eine räumliche Darstellung rekonstruiert. Schichtselektion wird erreicht, indem (im Fall der in Abbildung 8.2 dargestellten FLASH Sequenz) während des Einstrahlens eines schmalbandigen, also frequenzselektiven Hochfrequenzpulses ein Gradientenfeld in z-Richtung angelegt wird. Die Auswahl der Schicht erfolgt über die Resonanzbedingung  $\omega_{\text{HF}} = \omega_L$  und die Schichtdicke ergibt sich aus der Bandbreite der HF  $\Delta\omega$ , dem gyromagnetischen Verhältnis  $\gamma$  und dem gewählten Gradienten  $G_z$  zu

$$\Delta z \equiv d = \frac{\Delta\omega}{\gamma \cdot G_z} \quad (8.5).$$

Um Dephasierungseffekte, die aufgrund unvollkommener Magnetfelder auftreten, zu kompensieren, wird nach Abschalten des Hochfrequenzpulses ein Gradient der Stärke  $-G_z$  für die Zeitdauer  $t_{\text{puls}}/2$  angelegt. Dadurch wird die Rotationsrichtung der Spins umgekehrt und somit die transversale Magnetisierung rephasiert. Nachdem so eine definierte Schicht ausgewählt wurde kann mittels Phasenkodiergradienten eine Ortsinformation in x-Richtung (x und y spannen die gewählte Schicht auf) aufgeprägt werden. Dazu wird für eine feste Zeit  $\Delta t_p$  ein Gradient  $G_x$  angelegt. Dies

## Kapitel 8: Anwendungen

führt diesmal zu einer  $x$ -abhängigen Larmorfrequenz und somit wiederum zu einer Dephasierung des Spinensembles. Nach Abschalten von  $G_x$  präzedieren alle Spins wieder mit derselben Geschwindigkeit. Die Phasenverschiebung bleibt aber erhalten. Die den jeweiligen Spins aufgeprägte Phasenverschiebung hängt mit

$$\Delta\varphi = \gamma \cdot G_x \Delta t_p \cdot x \quad (8.6)$$

linear mit dem Gradienten und dem Ort zusammen. Entsprechend ergibt sich direkt mit der Phasenverschiebung  $\Delta\varphi$  die Ortsinformation in  $x$ .

Nach Abschluß der Phasenkodierung wird durch Einstrahlen eines Dephasiergradienten der Stärke  $-G_y$  für die Zeit  $t_D$  die Phasenkohärenz der Transversalmagnetisierung vollkommen vernichtet. Danach beginnen gleichzeitig die Frequenzkodierung analog zur Phasenkodierung mit einem Gradienten der Stärke  $G_y$  und die Datenaquisition. Man erhält durch Rephasieren und anschließendes Dephasieren der Spins ein Echosignal, wodurch die Auslesezeit verdoppelt wurde. Diesen Phasenkodierschritt schließt man mit Spoilergradienten ab, um im nachfolgenden Schritt keine Signalverfälschung durch Restkohärenzen zu erhalten.

Mit einem solchen Phasenkodierschritt werden üblicherweise in  $y$ -Richtung 256 äquidistante Werte ausgelesen. In  $x$ -Richtung erhält man allerdings nur einen einzelnen Wert bestimmter Phase. Entsprechend sind weiter 256 Phasenschritte notwendig, um eine  $256 \times 256$  Matrix aufzunehmen. Aus diesen Werten kann dann mittels Fourieranalyse eine der Spindichte proportionale Intensitätsverteilung dargestellt werden. Charakterisierende Parameter der Sequenzen sind die Echozeit  $T_E$ , die von der Mitte des Anregungspulses bis zum Maximum des Gradientenechos gemessen wird. Die Repetitionszeit  $T_R$  ist die Dauer eines ganzen Phasenschritts und die Akquisitionszeit, die aus dem Produkt aus Anzahl der Phasenkodierschritte und Repetitionszeit ergibt.

Der menschliche Körper besteht zu einem Großteil aus Wasser und Fett, also aus Wasserstoffverbindungen. Deshalb ist die MR-Bildgebung in der medizinischen Anwendung eine Protonen-Tomographie. Diese ermöglicht eine Darstellung von z.B. Fettgewebe oder Hirnsubstanz.

Da bei jeder Bildaquisition, die durch die Tomographenfelder erzeugte Boltzmannpolarisation der Protonen ganz oder teilweise zerstört wird und damit das NMR-Signal abnimmt, muß zwischen den einzelnen Anregungen eine gewisse Zeit gewartet werden, damit sich die Polarisation wieder aufbauen kann. Typische  $T_1$ -Zeiten sind 270ms bei Fettgewebe und 4000ms bei grauer Hirnsubstanz [Gro96]. Um eine möglichst schnelle Bildgebung zu ermöglichen, sind hier also kurze  $T_1$ -Zeiten erwünscht. Bei schnellen Sequenzen werden die Klappwinkel und Repetitionszeiten so gewählt, daß sich ein Gleichgewicht einstellen kann. D.h. die bei der Anregung zerstörte Longitudinalmagnetisierung kann sich in den Wartezeiten wieder bis zum Startwert der Anregung aufbauen. Bei FLASH-Bildgebung ist die Gleichgewichtsmagnetisierung typischer Weise bei 20% des Maximalwertes. Mit  $T_1=900$ ms sind Repetitionszeiten von 150ms möglich [Gro96].

## Kapitel 8: Anwendungen

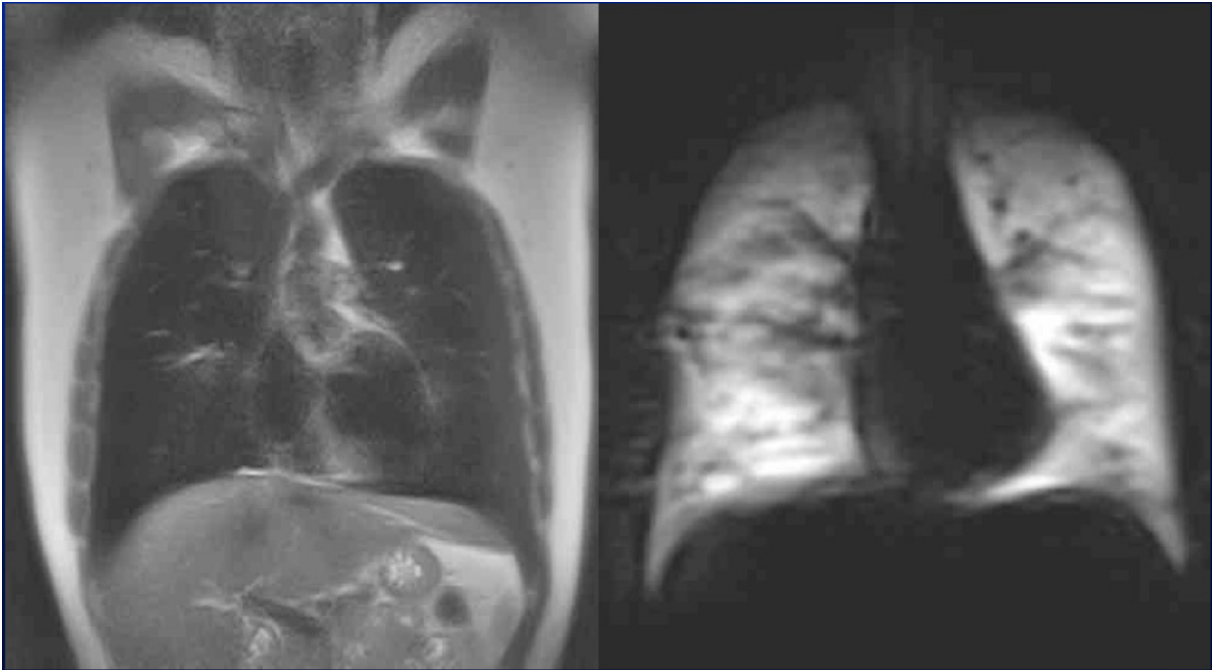


Abbildung 8.3: Vergleich einer Protonen und einer  $^3\text{He}$  Tomographie eines menschlichen Brustkorbs (Bild: Duke University (1997))

Hohlräume können aufgrund der geringen Dichte des gasförmigen Mediums nicht mit der Protonen MRT auf Basis der Boltzmannpolarisation dargestellt werden (Abbildung 8.3). Diese fehlende Spindichte kann durch vorpolarisierte Gase ( $P \approx O(1)$ ) wie  $^3\text{He}$  oder  $^{129}\text{Xe}$  kompensiert werden. Da die Polarisation im Fall der MRT mit vorpolarisierten Gasen aber außerhalb hergestellt wird ist die Repetitionszeiten nicht wie bei der Protonentomographie durch die  $T_1$ -Zeiten limitiert. In [Sal01] ist mit speziellen, auf Geschwindigkeit optimierten sog. Spiral-Sequenzen ein  $T_R < 10\text{ms}$  erreicht worden.

Um möglichst viele Anregungen durchführen zu können, ist hier also ein langes  $T_1$  wünschenswert. Nach Verlust der Polarisation muß das Gas durch neues ersetzt werden. Um die Destruktivität der NMR Anregung möglichst gering zu halten wird mit Klappwinkeln von nur wenigen Grad gearbeitet. Dennoch ist die Polarisation aufgrund verschiedener Relaxationsmechanismen, insbesondere der Depolarisation durch den paramagnetischen, molekularen Sauerstoff (vgl. Kapitel 3), nach wenigen 10s soweit fortgeschritten, daß keine MRT mehr durchgeführt werden kann.

Aufgrund der extern hergestellten Polarisation werden auch keine hohen Felder benötigt. Die damit mögliche Niederfeldtomographie wird z.Zt. von einigen Gruppen vorangetrieben [Bid03a], [Bid03b], [Dur02].

8.1.2 Klinische Studien

Bereits in den direkt auf die Erstveröffentlichung der  $^3\text{He}$  MRT einer menschlichen Lunge „in vivo“ (1996) [Ebe96] folgenden Jahren, kam es zu weit gestreuten Untersuchungen und Weiterentwicklungen innerhalb der Kollaboration des Institutes für Physik der Universität Mainz und der radiologischen und der anästhesiologischen Abteilungen der Universitätskliniken, Mainz.

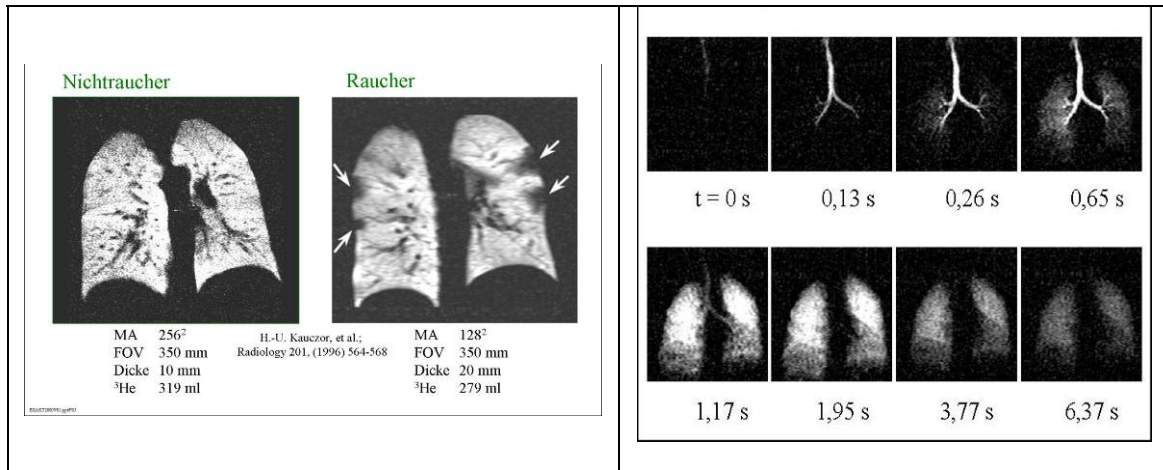


Abbildung 8.4: Vergleich einer Nichtraucher- und einer Raucherlunge mit morphologischer  $^3\text{He}$ -Bildgebung. Die Sequenzparameter sind dem Bild zu entnehmen.

Abbildung 8.5: Darstellung einer dynamische Ventilation. Die Bilder sind in Abständen von 130ms aufgenommen. Es ist deutlich das Einströmen des  $^3\text{He}$  und die Depolarisation zu erkennen.

In mehreren kleineren Studien wurden die diagnostischen Möglichkeiten dieses neuen Verfahrens getestet. So wurde z.B. die Auswirkungen des Rauchens untersucht ([Gue00], *Abbildung 8.4*), die Funktionsfähigkeit von transplantierten Lungenflügeln getestet [Zap04] und die Sensitivität der  $^3\text{He}$  MRI auf verschiedene Erkrankungen der Atemwege gezeigt. Gleichzeitig wurde die  $^3\text{He}$ -MRI mit verschiedenen bereits etablierten Methoden verglichen, wie z.B. der hochauflösenden Computertomographie (HRCT) [Gas02] und der  $^{81\text{m}}\text{Kr}$  Photon Emissions Tomography [Sta04]. Ergänzend dazu wurden die Untersuchungsmethoden der jeweiligen Fragestellung angepasst.

Neben der einfachen morphologischen Projektion (*Abbildung 8.4*) wurde es aufgrund der Fortschritte in ultraschneller  $^3\text{He}$  Bildgebung sehr bald möglich auch dynamische Ventilationen zu sehen ([Sch00], *Abbildung 8.5*). Man erkennt auf diesen Aufnahmen den zeitlichen Verlauf des Einströmens des Heliums. Aus diesen Informationen lassen sich medizinisch relevante Aussagen z.B. zum Ein- und Ausatmen ableiten. Diese Untersuchungsmethoden basieren ausschließlich auf der Darstellung der Spindichteverteilung im Moment der Bildgebung.

Neben diesen Parametern sind noch weitere der Lungenbildgebung mit hyperpolarisiertem  $^3\text{He}$  zugänglich. So ist es möglich durch Messung des scheinbaren Diffusionskoeff-

## Kapitel 8: Anwendungen

fizienten (Apparent Diffusion Coefficient, ADC) Aussagen über die innere Struktur der Lunge oder sonstige Hohlräume zu machen. Die freie Diffusion von Gasen kann mit der Einstein-Smoluchowski Diffusionsgleichung

$$\langle d^2 \rangle = 2nDt \quad (8.7)$$

beschrieben werden. dabei ist  $\langle d^2 \rangle$  der Mittelwert der Quadrate der Ortsänderung des beschriebenen Teilchen in einer Zeit  $t$ .  $n$  ist die Anzahl der betrachteten Dimensionen und  $D$  der Diffusionskoeffizient. Für reines  $^3\text{He}$  und einem Druck von einer Atmosphäre bei Körpertemperatur beträgt dieser  $D_{^3\text{He}} = 2 \text{ cm}^2/\text{s}$  bei uneingeschränkter Diffusion.

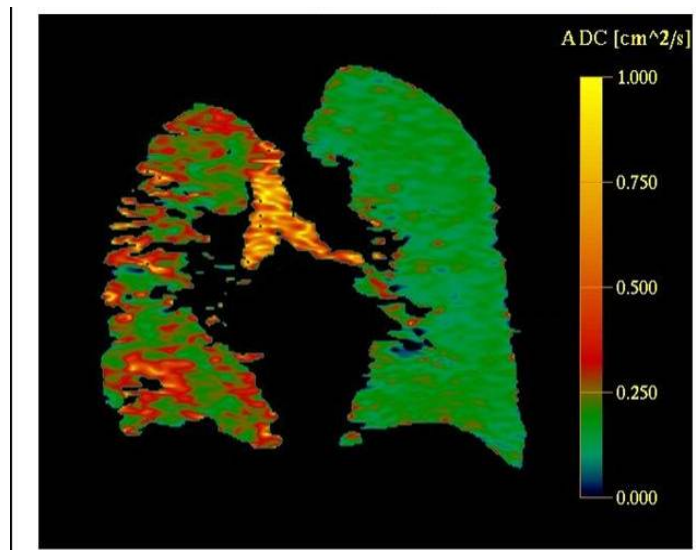


Abbildung 8.6: Diffusionsgewichtete Darstellung einer Lunge mittels  $^3\text{He}$ -Bildgebung. Der linke, fibrotische Lungenflügel zeigt eine weite Verteilung an ADC-Werten. Dies läßt auf größere, krankhafte Hohlräume schließen. Dagegen zeigt der rechte, transplantierte Lungenflügel eine weitgehend homogene ADC Verteilung mit einem Mittelwert von etwa  $0,2 \text{ cm}^2/\text{s}$ . Ebenfalls deutlich zu sehen ist die Trachea und die sich ihr anschließende Bifurkation in die beiden Bronchien [Har00].

Ist die Diffusion durch umgebene Wände eingeschränkt, so mißt man den scheinbaren Diffusionskoeffizienten, der dann von den Dimensionen der Umgebung abhängt. Die ADCs können mit Hilfe von Sequenzen mit zusätzlichem diffusionswichtenden Gradienten erhalten werden. Vergleicht man den zeitlichen Verlauf der Phasenkohärenz mit (S) und ohne ( $S_0$ ) Diffusionsgradient, so beschreibt

$$\frac{S}{S_0} = \exp(-b \cdot \text{ADC}) \quad (8.8)$$

den gesuchten Zusammenhang. Dabei ist  $b$  ein charakteristischer Faktor der Gradientenform. Das Ergebnis eines ADC-Mapping einer Lunge mit einem krankhaften und einen transplantierten Lungenflügel ist in Abbildung 8.6 dargestellt [Har00].

## Kapitel 8: Anwendungen

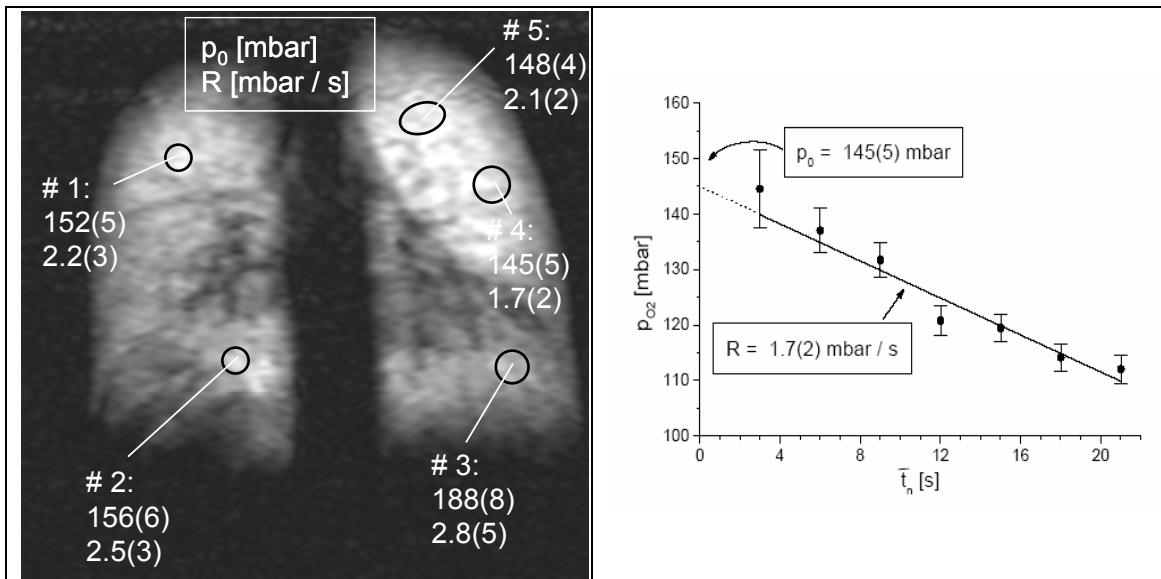


Abbildung 8.7: Links:  $^3\text{He}$ -MRT eines gesunden Erwachsenen. Für die ausgewählten Regionen sind die ermittelten  $p_{O_2}$  Werte und die jeweilige Steigung der Polarisationsentwicklung angegeben. Rechts: Exemplarische zeitliche Polarisationsentwicklung für Meßpunkt #4.

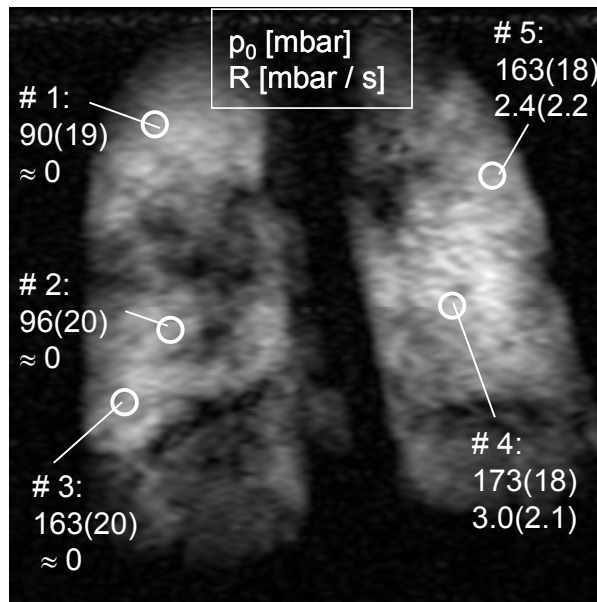


Abbildung 8.8: Sauerstoffsensitive  $^3\text{He}$ -MRT an der Lunge eines Patienten. Man erkennt an den angegebenen Steigungen der zeitlichen Entwicklung des Sauerstoffpartialdruckes an den eingezeichneten fünf Meßpunkten eine deutlich reduzierte Sauerstoffperfusion im Vergleich mit Abbildung 8.7.



## Kapitel 8: Anwendungen

Während die bislang beschriebenen  $^3\text{He}$ -Bildgebungsmöglichkeiten durch Manipulation der Spins Aussagen über die Verteilung des Gases in der Lunge machen, wurde in [Den00] mit der sauerstoffsensitiven  $^3\text{He}$ -MRT ein Zugang zu einem wichtigen funktionalen Parameter der Lunge gefunden. Mit dieser Methode kann regional die Sauerstoffperfusion von der Lunge ins Blut beobachtet werden. Dabei wird sich die eigentlich unerwünschte relaxierende Wirkung des Sauerstoffs zunutze gemacht. In Bereichen großer Perfusion verringert sich der Partialdruck des Sauerstoffs schneller als in Bereichen geringerer Perfusion. Durch Bestimmen der regionalen Relaxationszeiten in der Lunge erhält man also eine Aussage über deren Funktionalität.

Die in [Den00] entwickelten Ratengleichungen beschreiben die Dynamik der Polarisaton unter typischen in der Lunge vorliegenden Bedingungen. Durch kontrollierte Parametervariation während der Bildgebung können die verschiedenen Beiträge zur Depolarisation separiert und so der Sauerstoffpartialdruck und dessen zeitliche Entwicklung bestimmt werden. Die Aussage über die Funktionalität der beobachteten Lungenregion erhält man dann über die Steigung dieser linearen Entwicklung (siehe Abbildung 8.7).

Betrachtet man Abbildung 8.7 und Abbildung 8.8, so ist ein Unterschied zwischen gesunder und kranker Lunge bereits durch Vergleich der durch die jeweilige Helligkeit dargestellte Spindichtevertelung zu erkennen. Die Auswertung mittels sauerstoffsensitiver MRT zeigt aber zusätzlich, daß einige Bereiche der Patientenlunge in ihrer Funktion massiv eingeschränkt sind, obwohl diese Bereiche gut belüftet sind.

Diese und die Ergebnisse verschiedener anderer Arbeitsgruppen, zeigten das Potential des neuen Verfahrens in Bezug auf diagnostische und prinzipielle Weiterentwicklungen in der medizinischen Anwendung. Vor diesem Hintergrund wird deshalb verständlich, warum die im weiteren Verlauf dieses Kapitels beschriebenen großen Studien nicht nur wünschenswert, sondern auch zwingend notwendig waren, um dieses angesprochene Potential in absehbarer Zeit ausschöpfen zu können.

### **8.1.3 Der Applikator**

Eine Besonderheit der Lungenbildgebung ist durch die Notwendigkeit des Einatmens des Gases durch den Patienten oder Probanden gegeben. Prinzipiell ist es möglich und kommt auch teilweise so zur Anwendung, daß das  $^3\text{He}$  in einen Kunststoffbeutel (Tedlar-Bag) expandiert wird und aus diesem eingeatmet werden kann. Der Nachteil dieses Verfahrens ist, daß zum einen weder die genaue Menge des eingeatmeten Gases bekannt ist, noch der genaue Zeitpunkt. Gleichzeitig stört dieses Verfahren den Atemrhythmus des Patienten und reduziert damit die Reproduzierbarkeit des Atemzuges. Aus diesem Grund wurde in [Lau97] und [Fil01] eine Applikationseinheit entwickelt, mit der es möglich ist, ein definiertes Volumen  $^3\text{He}$  zu einem frei gewählten Zeitpunkt in den Atemstrom des Patienten zu schleusen und gleichzeitig durch Triggerung des MR-Tomographen die Aufnahme zu dem Zeitpunkt zu starten, indem das Gas in die Lunge strömt. Das Gerät ist dabei so konstruiert, daß der Patient die Applikation nicht bemerkt und er somit während des Einatmens in keiner Weise behindert wird. Es kam bei allen klinischen Studien mit Beteiligung des Mainzer Polarisators zum Einsatz.

## Kapitel 8: Anwendungen

Abbildung 8.9 zeigt schematisch den Gesamtaufbau der  $^3\text{He}$ -Applikation während einer MRT der Lunge. Dabei wird sowohl die Transportzelle, als auch der Applikator (siehe Abbildung 8.10) zusammen mit dem Patienten im MRT-Solenoiden plaziert. Der Patient, der Proband oder auch das Versuchstier können entweder frei durch die Apparatur atmen oder mit Hilfe eines üblichen klinischen Beatmungsgerätes atmungsunterstützt oder vollständig beatmet werden. Aufgrund der hohen magnetischen Felder von 1,5T ist der Applikator vollständig aus MR-verträglichen, im wesentlichen nichtmetallischen Materialien; die Steuereinheit befindet sich außerhalb des Scannerraumes und schaltet die Ventile pneumatisch. Dieser Aufbau direkt am Patienten ist gewählt worden, um die Wege des polarisierten  $^3\text{He}$  so kurz wie möglich und im magnetisch homogenen Bereich zu halten.

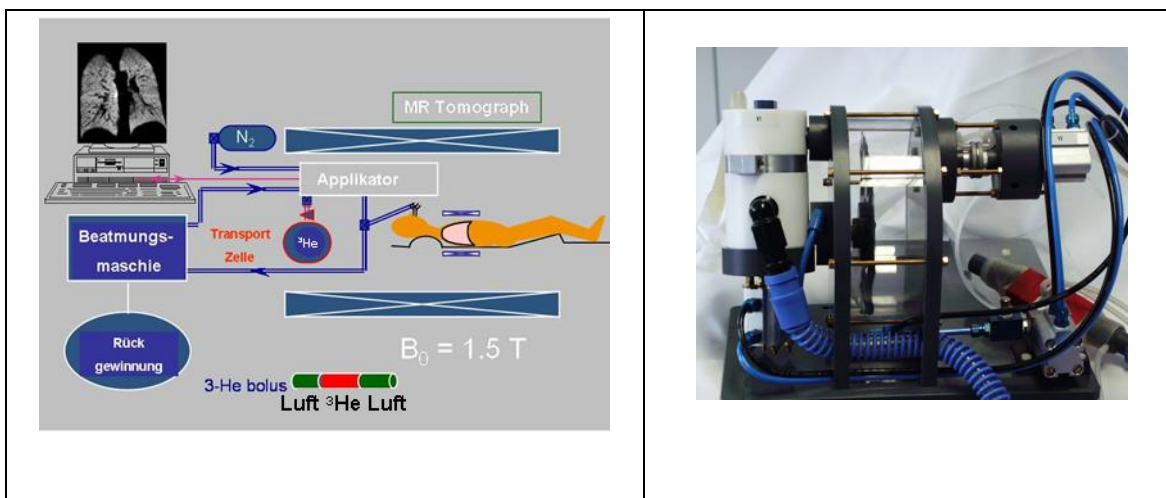


Abbildung 8.9: Schematische Darstellung der  $^3\text{He}$  Applikation bei der klinischen Anwendung.

Abbildung 8.10: Foto der Applikations-Einheit (hier ohne Steuerrechner und Ausleseelektronik).

Der Applikator bewährte sich in mehreren klinischen Studien an der Universitätsklinik Mainz, so daß für das EU-Projekt PHIL, das im Jahr 2000 anlief, drei weitere Applikatoren gebaut und den Kollaborationspartnern zu Verfügung gestellt wurden. Erst im Laufe des letzten Jahres konnte aufgeklärt werden, daß der bei vielen Zellen nach der ersten Anwendung beobachtete starke Einbruch der Relaxationszeiten bis herunter auf wenige Stunden durch eine permanente Aufmagnetisierung ferromagnetischer Partikel auf der Zellenwand während des Aufenthalts im Tomographenfeld verursacht wird. Entsprechende Messungen und Ergebnisse werden in Kapitel 6.1 ausführlich diskutiert. Da für eine Normierung der Bilder die Kenntnis der applizierten Magnetisierung, also Polarisation multipliziert mit den magnetischen Kernmomenten pro Volumeneinheit, notwendig ist, wurde schon vor einigen Jahren im Rahmen einer hier mitbetreuten Diplomarbeit [Fil01] damit begonnen eine On-line Polarimetrie in den Applikator zu integrieren. Die Prinzipien und erste Ergebnisse der hier entwickelten Induktionsstoßpolarimetrie wurden bereits in Kapitel 4.2.2 vorgestellt, sowie die Problematik der Mikrophonie in hohen Feldern erläutert. Aus diesen Gründen sollte bei der nächsten Generation der Applikatoren die Lagerung der Zellen außerhalb des Solenoiden vorgesehen werden. Die Machbarkeit der externen Lagerung wurde bereits bei der Realisierung von

## Kapitel 8: Anwendungen

Rattenapplikatoren gezeigt [Rud04], bei denen das polarisierte  $^3\text{He}$  über eine Schlauchzuleitung entlang der Hauptachse des Solenoiden ins Innere des Tomographen geleitet wird. Auf diese Weise würde sowohl die Problematik der Aufmagnetisierung der Zellen, als auch die der On-line Polarimetrie deutlich entschärft.

Eine weitere wesentliche Verbesserung bestünde in einer effektiveren Ausnutzung des Gases. Z.Zt. kann Gas nur appliziert werden, so lange in der Transportzelle noch Überdruck herrscht. Somit bleibt das letzte Bar ungenutzt, was bei standardmäßiger Füllung von ca. 3 bar einem Drittel des polarisierten  $^3\text{He}$  entspricht. Das Auspumpen eines Großteils dieses Restgases ist im Prinzip problemlos machbar, scheiterte aber bisher an dem geringen Platzangebot im Inneren des Scanners. Somit würde eine Verlagerung der Haltevorrichtung für die Zelle vor den Scanner auch dieses Problem einer Lösung zuführen.

Ein weiterer Vorteil des Applikators ist die Möglichkeit, das abgeatmete  $^3\text{He}$ /Luft Gemisch in  $^3\text{He}$ -dichten Säcken aufzufangen und dann mit Hilfe einer handelsüblichen Kompressionseinheit für Taucherflaschen zu komprimieren und in Druckbehältern zu lagern. Mit Hilfe einer in [Gro00] entwickelten Rückgewinnungseinheit kann mittels  $\text{LN}_2$  Kühlfallen, Zeolithen und einem 10K Kaltkopf das  $^3\text{He}$  mit einer Effizienz von über 95% zurückgewonnen und dem Polarisationsprozeß wieder zugeführt werden. Die Hauptverluste entstehen dabei durch die begrenzten Möglichkeiten der Gassammlung. Bei flacher Atmung kann nach 30 Atemzügen noch  $^3\text{He}$  in der Ausatemluft nachgewiesen werden. Ein derartig langes Manöver im Tomographen ist aber vielen Patienten aufgrund krankheitsbedingter Atemschwierigkeiten nicht zuzumuten. Bei konsequenter Rückgewinnung des  $^3\text{He}$  ist der durch den Gasverlust entstehende, wesentliche Kostenfaktor stark zu reduzieren. Die z.Zt. eingesetzte Menge von 300ml pro Applikation entspricht immerhin einem Wert von ca. 30 US\$. Ein weitaus prinzipielleres Problem, nämlich die weltweit begrenzte Verfügbarkeit des Edelgasisotops  $^3\text{He}$ , könnte auf diese Weise ebenfalls ein großes Stück entschärft werden.

### **8.1.4 Polarised Helium to Image the Lung**

Im Jahr 2000 konnte die Genehmigung der europäischen Kommission für die Finanzierung des Projektes „MAGNETIC RESONANCE IMAGING using HYPERPOLARIZED HELIUM GAS as a tool for DIAGNOSIS of selected RESPIRATORY DISEASES“ unter dem Akronym „PHIL“ gesichert werden. Weitere administrative Details liefert Abbildung 8.11.

Das Hauptziel dieses Projektes war es, die Kernspintomographie mit hyperpolarisiertem  $^3\text{He}$  als eine neue Methode der Früherkennung und als Werkzeug zum Studium des Krankheitsverlaufs von schweren chronischen Lungenkrankheiten (Chronic Obstructive Pulmonary Diseases: COPD) wie zum Beispiel chronische Bronchitis, Bronchiolitis, Emphysema und alpha1-ATD zu bestätigen und weiter zu entwickeln, und die Anwendbarkeit der neuen und nichtinvasiven Methode im Vergleich mit den bereits existierenden zu zeigen.

COPD ist kein eigenständiges Krankheitsbild, sondern ein Mischbild aus chronisch obstruktiver Bronchitis und Lungenemphysem. Diese Krankheiten gehören in Mitteleuro-

## Kapitel 8: Anwendungen

pa und den USA zu den häufigsten chronischen Krankheiten und Todesursachen. Dabei ist der Hauptauslöser das Rauchen. Die schweren individuellen Folgen für jeden Erkrankten machen eine Früherkennung und eine damit verbundene effektivere Therapie erstrebenswert.

Um dieses Ziel zu erreichen, wurden neun Forschungsgruppen aus sechs Ländern der EU (Polen trat zum Ende der Studie der EU bei) in diesem Projekt koordiniert, um Spezialisten für alle notwendigen Teilbereiche in einer Studie zu vereinen.

Die Arbeitsgruppen wurden nach ihren jeweiligen Schwerpunkten zu „Workpackages (WP)“ zusammengefaßt, die dann sowohl intra- als auch interagierten, um entsprechende Ergebnisse und Weiterentwicklungen den jeweiligen Partnern so schnell wie möglich zugänglich zu machen (Abbildung 8.11). Dabei wurden Physiker im Bereich der Heliumpolarisation bzw. dem bereits diskutierten Heliumkreislauf und der MR Physik in „WP3: Methodische Studien“ zusammengefaßt.

„WP1: klinische Studien“ wurde aus Lungenradiologen und Anästhesisten gebildet. Wiederum Physiker, als auch Naturwissenschaftler aus benachbarten Fakultäten und Ärzte formten das Team „WP2: Tiermodelle“.

<b>Project number:</b> QLG1-2000-01559	<b>Acronym:</b> PHIL
<b>Contract signature:</b> 30/11/2000	<b>Area:</b> 7.2.
<b>EU contribution:</b> 1.360.725 €	<b>Duration:</b> 36 month
<b>Type:</b> Research and Technological Development	
<b>Teams/countries:</b> 2D DK E 3F PL UK	

*Magnetic resonance imaging using hyperpolarized helium gas as a tool for the diagnosis of selected respiratory diseases*

Chronic Obstructive Pulmonary Diseases, including chronic bronchitis and emphysema, are of growing importance in Europe due to industrial influences, increasingly aged population and smoking habits. They can only be detected by conventional tests when already very pronounced. The project aims at validating a new non invasive method for early diagnosis, differentiation and staging of COPD: Magnetic Resonance Imaging using inhaled hyperpolarized helium 3 gas, which provides 3D anatomical images of excellent resolution, data on the dynamical function of ventilation and on airspace sizes. 9 partners from 6 countries will carry out a clinical study (150 patients, 50 volunteers), work on animal models (2 types of emphysema) and improve the methodology (production of gas, MRI techniques). The perspectives are transfer of knowledge to clinics and for industrial exploitation, contrast agents and drug companies, MR manufacturers.

Abbildung 8.11: Offizielle Beschreibung des EU-Projektes „PHIL“.

Die ursprüngliche Laufzeit des Projektes von 36 Monaten mit Start im Dezember 2000 wurde um weitere 6 Monate verlängert, so daß das offizielle Ende mit Juni 2004 datiert, wobei die Datennahme bereits April 2004 abgeschlossen wurde und seit dem Auswertungen und Interpretationen der Ergebnisse von allen Gruppen betrieben werden. Wesentliche Ergebnisse wurden bereits in verschiedenen Artikeln veröffentlicht und weite-

## Kapitel 8: Anwendungen

re sind z.Zt. auf dem Weg. Ebenso ist noch 2004 mit einem Abschlußbericht des Gesamtprojektes zu rechnen. Ein Nachfolgeprojekt ist z.Zt. in der Genehmigungsphase. Die Verbesserungen und Weiterentwicklungen auf Seiten des Institutes für Physik der Universität Mainz sind Gegenstand dieser Arbeit. Die Unterstützung der klinischen Studien des WP1 durch zur Verfügung gestelltes, hochpolarisiertes  $^3\text{He}$  soll im Folgenden erläutert werden.

Zunächst mußte in den drei beteiligten Kliniken die entsprechende Infrastruktur geschaffen werden. Die Umstellungen und Programmierungen der Scanner und die Anschaffung der  $^3\text{He}$ -Empfängerspulen wurden unter der Leitung der in diesem Punkt schon erfahrenen Universitätsklinik Mainz durchgeführt. Das Institut für Physik stellte jedem Partner eine Applikationseinheit zur Verfügung [Fil01] und wies in die Benutzung ein.

Im November 2001 wurde dann zum ersten Mal polarisiertes  $^3\text{He}$  per Flugzeug und LKW von Mainz nach Sheffield gebracht und erfolgreich zur Lungenbildgebung verwendet [Wil02], [Bee03].

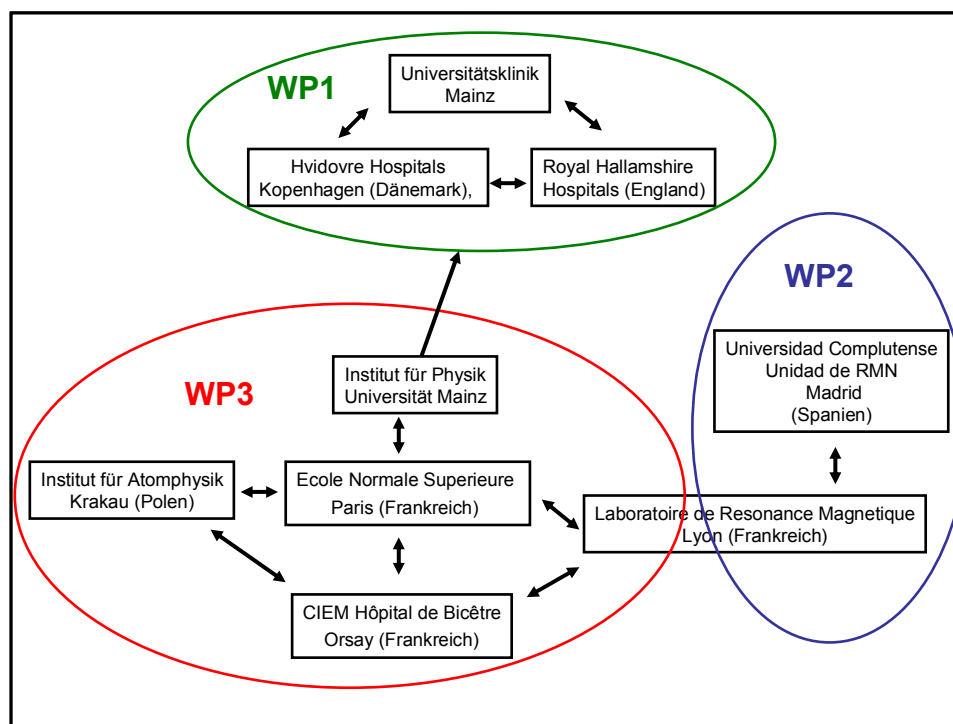


Abbildung 8.12: Strukturierung und Koordinierung der neun PHIL-Partner.

Insgesamt wurden bis Februar 2004 19 Lieferungen nach Sheffield durchgeführt und dabei mehr als 70 barl hochpolarisiertes  $^3\text{He}$  transportiert. Nach der deutlichen Verbesserung der  $T_1$  Zeiten der verwendeten Transportzellen wurde nach dem Transport in Sheffield noch eine Polarisation von über 50% gemessen. Diese Messung ist in Kapitel 7.2 näher erläutert.

Nach längeren Verhandlungen mit der dänischen Ethikkommission konnten ab Januar 2003 auch Transporte nach Kopenhagen durchgeführt werden. Hier wurden während 13 Transporten über 100 barl verschickt und erfolgreich eingesetzt.

## Kapitel 8: Anwendungen

In der Universitätsklinik Mainz kamen im Rahmen von PHIL ca.170 barl zum Einsatz (Abbildung 8.13).

Eine der Aufgaben der klinischen Studie war es,  $^3\text{He}$ -MRI mit HRCT zu vergleichen. Dazu wurden insgesamt 122 Personen einbestellt. Es konnten von diesen 116 in die Auswertung aufgenommen werden, wobei bei insgesamt 94 Personen voll auswertbare Sets beider diagnostischer Verfahren erstellt werden konnten. Im Einzelnen wurden von diesen 94 Personen insgesamt 43 (14 Gesunde/ 29 Patienten) in Mainz, 19 in Sheffield (5 Gesunde/ 14 Patienten) und 32 (9 Gesunde/ 23 Patienten) in Kopenhagen untersucht. Pro untersuchter Person entstanden dabei ca. 300 Bilder. Davon sind ca. 80 CT-Bilder und 220  $^3\text{He}$  Aufnahmen. Daraus ergab sich insgesamt eine Datenbank von ca. 36000 Aufnahmen, davon ca. 26000  $^3\text{He}$  MRI (bei einer  $^3\text{He}$  Applikation werden entsprechend der Schichtwahl mehrere Bilder gleichzeitig akquiriert).

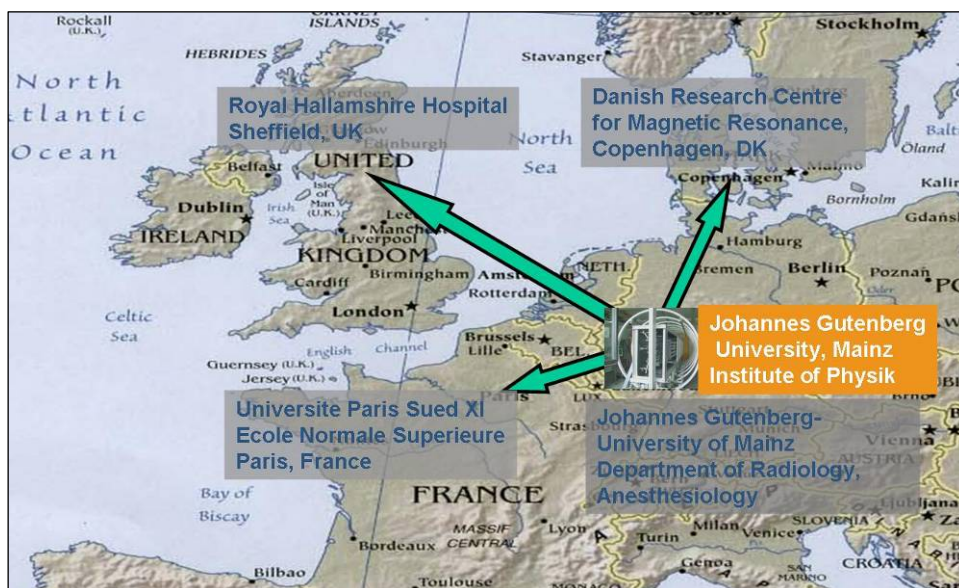


Abbildung 8.13: Transportwege des polarisierten  $^3\text{He}$  im Rahmen des „PHIL“ Projektes.

Im einzelnen wurden für alle Patienten Messungen im Atemanhaltezustand, der Ventilationsverteilungen und des ADC (Apparent Diffusion Coefficient) durchgeführt. Außerdem wurde eine dynamische Ventilation über einen Inspirationszyklus aufgenommen. Bei gesunden Probanden wurde die ADC Sequenz durch eine sauerstoffsensitive  $\text{pO}_2$  Messung ersetzt (vgl. Kapitel 8.1.2).

Die vorläufigen Ergebnisse des WP1 der PHIL-Studie seien hier kurz aufgezählt:

- $^3\text{He}$  MRI wurde erfolgreich in zwei weiteren Zentren installiert.
- Das  $^3\text{He}$  Verteilungsnetzwerk mit Speditionen und Flugzeugtransport arbeitete verlässlich (in nur einem Fall ging die Transportkiste für mehrere Tage am Flughafen verloren; alle am Zielort angekommenen Zellen hatten ausreichende Polarisation).
- $^3\text{He}$  MRI hat sich als zuverlässige und sichere Methode gezeigt.

## Kapitel 8: Anwendungen

- Mittels  $^3\text{He}$  MRI kann zwischen COPD, alpha1-ATD und normalen Lungen unter Verwendung einer Kombination aus Ventilationsverteilung und ADC Bildgebung unterschieden werden.
- Mit der MR-Spirometrie konnte zwischen COPD und alpha1-ATD unterschieden werden. Die Korrelation mit Lungenfunktionstests war aber niedrig.
- MRI korreliert besser mit Lungenfunktionstests als HRCT. Dieses Verfahren ist aber bei morphologischen Informationen aussagekräftiger als  $^3\text{He}$  MRI.

Es zeigt sich, daß das Ausweiten der  $^3\text{He}$  MRI auf andere Krankheitsbilder sinnvoll wäre. Um einen entscheidenden Vorteil dieser Methode stärker zu nutzen, kann diese Diagnose, aufgrund ihrer Nichtinvasivität und dem völligen Fehlen jeglicher Art von Strahlenbelastung auch oder gerade bei sensibleren Patientengruppen wie Kindern oder Schwangeren eingesetzt werden und ermöglicht z.B. intensives Therapiemonitoring. Ebenso wurde das Verfahren schon sinnvoll in der OP-Planung, z.B. vor und nach Lungentransplantationen eingesetzt.

### **8.2 Untersuchungen zu Grundlagen der MR mit hyperpolarisierten Gasen**

Zur Untersuchung und Weiterentwicklung im Bereich der MR Technik mit hyperpolarisiertem  $^3\text{He}$  wurden und werden Experimente in Zusammenarbeit mit dem Max Planck Institut für Polymerforschung in Mainz, dem Forschungszentrum Jülich und der Radiologie der Uniklinik Mainz durchgeführt. Angestrebt werden ein tieferes Verständnis der Problematik und das Ausloten der Machbarkeit von verschiedenen Ansätzen in der MRI mit hyperpolarisierten Gasen. Dabei ist klar, daß neben prinzipiell neuen Ansätzen, wie z.B. das kombinierte Arbeiten mit zwei unterschiedlichen hyperpolarisierten Gasen, das Ziel einer solchen Entwicklung in der Verbesserung der Bildauflösung und des Kontrastes zu suchen ist. Neue Ansätze sind hierbei durch Veränderung des Diffusionskoeffizienten durch das Beimischen von Puffergasen gefunden worden [Blu04b,c]. Folgende skizzierte Forschungsergebnisse zeigen u.a., daß die MRI mit hyperpolarisierten Gasen noch weit entfernt von einer kompletten Ausnutzung ihrer Möglichkeiten ist und so ist zu hoffen, daß es in diesem Sinne noch weitere Forschung und Innovationen geben wird, die zu einer Vervollkommnung der hier andiskutierten Diagnoseverfahren beitragen können.

Im Folgenden werden zwei Arbeiten vorgestellt, deren Schwerpunkt am MPI-P Mainz lag; des weiteren wird eine kurze Beschreibung der Ziele der DFG Forschergruppe FOR 474/1 „Bildgestützte zeitliche und regionale Analyse der Ventilations- Perfusionsverhältnisse in der Lunge“ gegeben, in deren Rahmen seit 2002 verschiedene Aspekte der Lungenforschung bearbeitet werden.



## Kapitel 8: Anwendungen

### 8.2.1 Parallele MRI an einem Gasgemisch aus polarisiertem $^3\text{He}$ und $^{129}\text{Xe}$

Wie in Kapitel 2 bereits angedeutet, eignen sich  $^3\text{He}$  und  $^{129}\text{Xe}$  zur Hyperpolarisation und folglich zur in vivo MRI von z.B. Lungen. Allerdings unterscheiden sie sich in ihren physikalischen Eigenschaften und medizinischen Wirkungen deutlich, so daß sich je nach entsprechender Fragestellung das eine oder das andere Element anbietet.

Während sich  $^3\text{He}$  aufgrund seiner schlechten Löslichkeit hervorragend für Untersuchungen der Lungenstruktur eignet, kann  $^{129}\text{Xe}$  besser zu bestimmten funktionalen Diagnosezwecken herangezogen werden, da es über die Lunge ins Blut und sogar über die Blut/Hirnschranke bis in die Hirnzellen vordringen kann. Dies birgt allerdings den Nachteil, daß Xe physiologisch als Anästhetikum wirkt und somit in der Anwendung sowohl in Menge als auch im Personenkreis limitiert ist.

Da das gyromagnetische Verhältnis beider Gase so weit auseinander liegt, daß Doppelresonanzexperimente möglich sind, kann man versuchen die positiven Eigenschaften beider Isotope durch quasi gleichzeitige MRI eines hyperpolarisierten  $^3\text{He}/^{129}\text{Xe}$  Gemisches, das in einem Atemzug appliziert wird, auszunutzen.

*Tabelle 8.2: Einige physikalische Eigenschaften von  $^3\text{He}$  und  $^{129}\text{Xe}$  im Vergleich.*

Isotope	gyromagnetische Verhältnis [MHz/T]	Relative natürliche Isotopenhäufigkeit [%]	Diffusions Koeffizient [ $\text{cm}^2/\text{s}$ ] (20°C, 1bar)	Ostwald Löslichkeits-Koeffizient (Volumen des Gases, daß sich in einem Einheitsvolumen der Flüssigkeit bei 37°C löst)		
				Wasser	Blut	Öl
$^3\text{He}$	-32,4	$10^{-4}$	1,8	0,0098	0,0099	0,018
$^{129}\text{Xe}$	-11,8	26	0,06	0,083	0,083	1,7

Voruntersuchungen an einem Phantom und einer präparierten Mäuselunge wurden in den letzten Jahren in Zusammenarbeit mit dem MPI-P, Mainz und der Forschungsanstalt Jülich durchgeführt [Blu04a].

Polarisiertes  $^3\text{He}$  wurde dabei mit den in dieser Arbeit beschriebenen Einheiten zur Verfügung gestellt, während  $^{129}\text{Xe}$  mit einem nach dem Prinzip des SEOP arbeitenden und in Jülich gebauten Polarisators [Sha00] vor Ort hergestellt wurde.

Das polarisierte  $^{129}\text{Xe}$  wurde über 5min mit einem Fluß von 300mbarl/min durch ein, mit flüssigem  $\text{N}_2$  gekühlten Meßgefäß geleitet und dort polarisationserhaltend ausgefroren. Am Boden des Gefäßes befand sich eine kleine Menge Toluol, die das eigentliche Testobjekt darstellte (vgl. Abbildung 8.14). Im Anschluß daran wurden ca. 600 mbarl polarisiertes  $^3\text{He}$  eingeleitet und das Gefäß sofort in die horizontale Bohrung des NMR Magneten (4,7T) eingeführt. Nach dem Auftauen des Xenons und des Toluols wurde ein Gesamtdruck im System von 2,2 bar erreicht. Zunächst wurde ein 2D Bild für  $^{129}\text{Xe}$  (55,59 MHz) und direkt im Anschluß eins für  $^3\text{He}$  (153,096 MHz) akquiriert.

Die Ergebnisse sind in Abbildung 8.15 dargestellt. Die Bilder a) und b) zeigen Xenon sowohl im Toluol gelöst, als auch die Gasphase im Restvolumen. Deutlich ist die durch



## Kapitel 8: Anwendungen

Lösung des Xenons in Toluol hervorgerufene chemische Verschiebung (dabei wird die Larmorfrequenz der gelösten  $^{129}\text{Xe}$  Atome durch Bindungsenergien diamagnetisch ver-

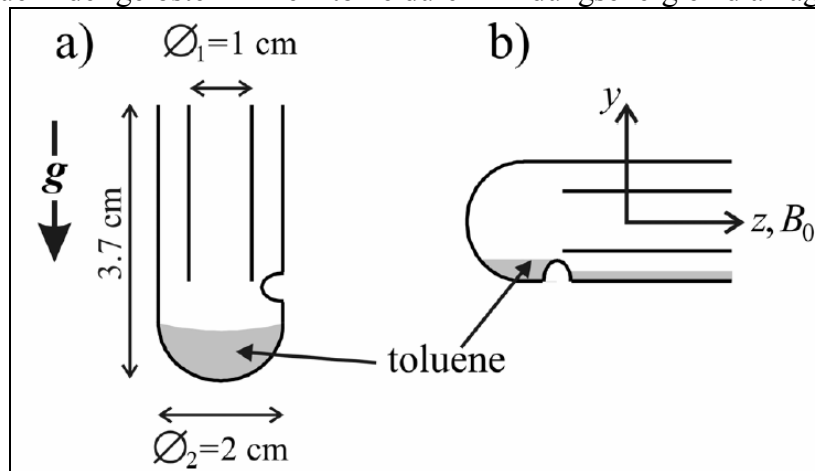


Abbildung 8.14: Schematische Darstellung des aus zwei konzentrischen Duranrohren bestehenden und am Boden mit Toluol gefüllten Meßgefäßes. Bild a) zeigt die aufrechte Position, bei der  $^{129}\text{Xe}$  ausgefroren wurde. Bild b) demonstriert das Toluol im aufgetauten Zustand, bei dem gemessen wurde. Eine hier angedeutete Einbuchtung verhindert, das Fließen der Flüssigkeit aus dem Bildbereich. Das angedeutete Koordinatensystem zeigt Einbauposition und Magnetfeldrichtung.

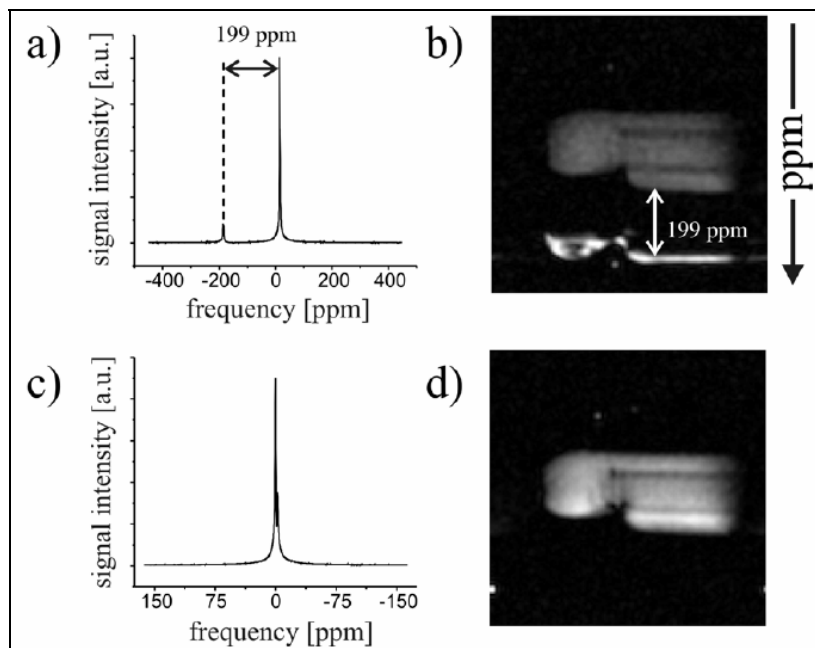


Abbildung 8.15: Die erste Zeile stellt die Ergebnisse der Xenon- und die zweite die der Heliummessung dar. Die Bilder a) und c) zeigen die jeweils gemessenen Spektren, während b) und d) die entsprechenden 2D Aufnahmen sind. Hier entspricht die horizontale Achse einer Ortsdarstellung, während die vertikale Achse eine Darstellung der spektroskopischen Information ist. Gut zu sehen ist in b) die durch die chemische Verschiebung hervorgerufene scheinbare Verschiebung des Toluols, bzw. der darin gelösten  $^{129}\text{Xe}$  Atome.

## Kapitel 8: Anwendungen

schoben) von 199 ppm zu sehen. Sie verschiebt den Bildort in Richtung des Feldgradienten.  $^3\text{He}$  löst sich im Gegensatz dazu kaum und ist deshalb nur im nicht mit Toluol gefüllten Volumen des Gefäßes sichtbar (Bilder c) und d)).

Es konnte gezeigt werden, daß zum einen das chemische Verhalten von Xenon sogar in Gegenwart eines Puffergases mittels MRI dargestellt werden kann und zum anderen das  $^3\text{He}$  Bild deutlich höhere Auflösung erreicht. Dabei kann auch festgehalten werden, daß keine Änderungen im Relaxationsverhalten des jeweiligen Gases in der Mischung zu erkennen waren.

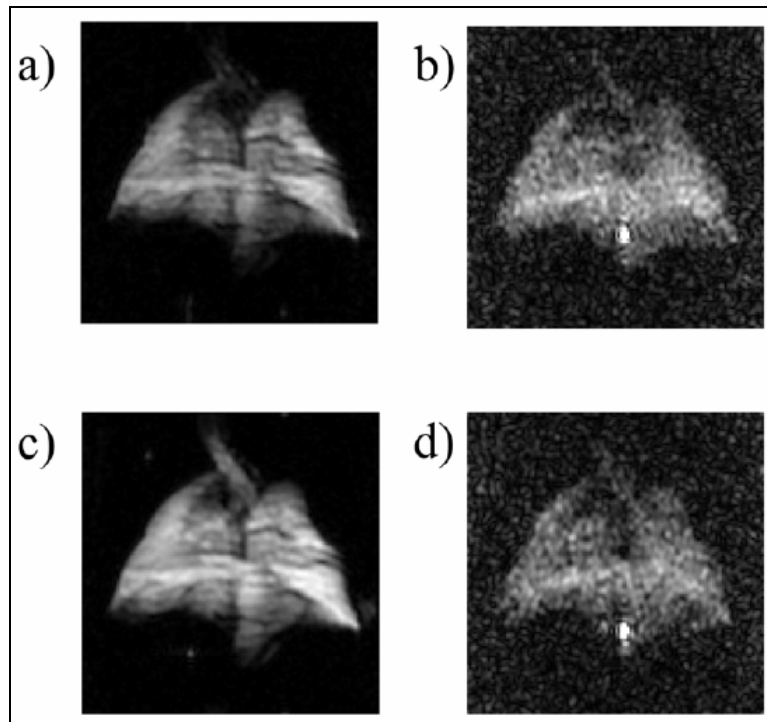


Abbildung 8.16: Ergebnisse der 3D Bilder der präparierten Mäuselunge. Bild a) zeigt die Lunge mit 2 bar reinem polarisiertem  $^3\text{He}$ , Bild b) mit reinem polarisiertem  $^{129}\text{Xe}$  gefüllt. Bei c) und d) befinden sich 4bar des Helium/Xenon Gasgemisches in der Lunge, wobei der jeweilige Anteil 50% beträgt. c) ist eine  $^3\text{He}$  und d) eine  $^{129}\text{Xe}$  MRT.

Für ein weiteres Helium-Xenon Experiment wurde eine Mäuselunge in einem nichtkollabierten, getrockneten Zustand fixiert und in einen Epoxy Zylinder so eingegossen, daß die in der Lunge befindliche Luft evakuiert und durch ein anderes Gas ersetzt werden konnte. Die Details der Lungenpräparation findet man in [Blu04c].

Es wurden drei Experimente durchgeführt. Die ersten beiden bestanden aus einer Bildgebung der Lunge mit einer Füllung von zwei bar des jeweiligen reinen polarisierten Gases. Für das dritte Experiment wurde die Lunge mit einem extern bereiteten Gemisch aus gleichen Teilen  $^3\text{He}$  und  $^{129}\text{Xe}$  auf 4 bar gefüllt. Dies ermöglichte den direkten Signalvergleich im reinem Gas und im Gemisch.

Die Ergebnisse zeigt Abbildung 8.16. Beim Vergleich der, auf ein unmittelbar vor der 3D Aufnahme gewonnenes „free induction decay“-Signal normierten, Bildintensitäten a) und c) ist deutlich eine Erhöhung des  $^3\text{He}$ -Kontrastes erkennbar. Am eindrucksvollsten zeigt sich das im Bereich der Trachea (Lufttröhre). Dies ergibt sich aus der Vermin-

derung des Diffusionskoeffizienten durch das anwesende Xenon in Kombination mit dem verdoppelten Druck. Da im Bereich der Alveolen die Diffusion von vorne herein schon eingeschränkt ist, tritt der Effekt vorwiegend im Bereich großer Hohlräume, wie eben der Luftröhre auf. Auf der anderen Seite vermindert sich wegen der Druckerhöhung auch der Diffusionskoeffizient des Xenons. Die hier gezeigte Signalverstärkung von  $^3\text{He}$  MRI durch Hinzufügen von schwerem Puffergas wird im nächsten Kapitel weiter verfolgt.

### 8.2.2 Mischungen von $^3\text{He}$ mit Puffergasen als strukturelle Kontrastmittel für die MRT der Lunge

Wie bereits oben beschrieben, überkompensieren hyperpolarisierte Gase den durch die um drei Größenordnungen geringere Dichte hervorgerufenen Signalverlust durch eine um fünf Größenordnungen höhere Kernspinpolarisation. Vergleicht man zusätzlich die um fünf Größenordnungen verschiedenen Selbstdiffusionskoeffizienten von Gasen und Flüssigkeiten, so wird klar, daß, zumindest in größeren Hohlräumen, mit einem weiteren Signalverlust zu rechnen ist. Auf den ersten Blick ist der Einfluß dieses Effektes auf die Lungenbildgebung dadurch limitiert, daß die Diffusion des Gases durch die stark verkürzte freie Weglänge innerhalb der kleinen Strukturen, wie z.B. der Alveolen, eingeschränkt ist. Allerdings führt diese Abhängigkeit zu schwer interpretierbaren Signalintensitäten innerhalb komplexer Strukturen mit stark variierenden Kavitätendimensionen. Im Folgenden wird ein Überblick über die prinzipiellen Konzepte und erste Ergebnisse gegeben werden. Eine ausführlichere Beschreibung findet sich in [Blu04b], [Blu04d].

Um den Einfluß der Diffusion zu kontrollieren, stehen in der MRT als wesentliche Parameter das Sequenztiming, die Gradientenstärke, die Temperatur, der Druck und der Diffusionskoeffizient zur Verfügung. Die ersten beiden Parameter sind allerdings schon über die Wahl des Gesichtsfeld („Field of View“) definiert, so daß, da weder Temperatur noch Druck in der klinischen Anwendung angepaßt werden können, als letzter beeinflussbarer Parameter der Diffusionskoeffizient bleibt. Dessen Variation gelingt mit Hilfe von Beimischungen schwererer inerter Puffergase, wie z.B. Stickstoff, Xenon oder  $\text{SF}_6$ .

Wie in [Blu04b] gezeigt, wird die Signalabnahme in Abhängigkeit der Diffusion beschrieben durch

$$\ln \frac{S(b)}{S(0)} := \ln E(b) = -bD \quad \text{mit} \quad b = \gamma^2 G^2 \delta^2 \left( \Delta - \frac{\delta}{3} \right) \quad 8.9,$$

mit dem gyromagnetischen Verhältnis  $\gamma$ , der Gradientenstärke  $G$ , der Dauer des Pulses  $\delta$  und einer möglichen Verzögerung  $\Delta$  zwischen den Startpunkten der bipolaren Gradientenpulsen (vgl.: Abbildung 8.17). Hierbei ist  $b$  der sogenannte experimentelle b-Wert. Es kann gezeigt werden, daß bei einer Mischung von  $^3\text{He}$  und einem Puffergas das Signalverhältnis  $E$  beschrieben wird mit

## Kapitel 8: Anwendungen

$$\ln E(b,x) = \ln \frac{S(b,x)}{S(b,0)} = \ln x - \frac{b}{\frac{x}{D_{He}} + \frac{1-x}{{}^0D_{He/PG}}} \quad 8.10.$$

Hier steht  $D_{He}$  für den Diffusionskoeffizienten des reinen  ${}^3\text{He}$  ( $x = 1$ ) und  ${}^0D_{He/PG}$  für den im Gemisch mit einem Puffergas bei gleicher Gesamteilchendichte. Gleichung 8.10 wird in Abbildung 8.18 zusammen mit Meßergebnissen dargestellt.

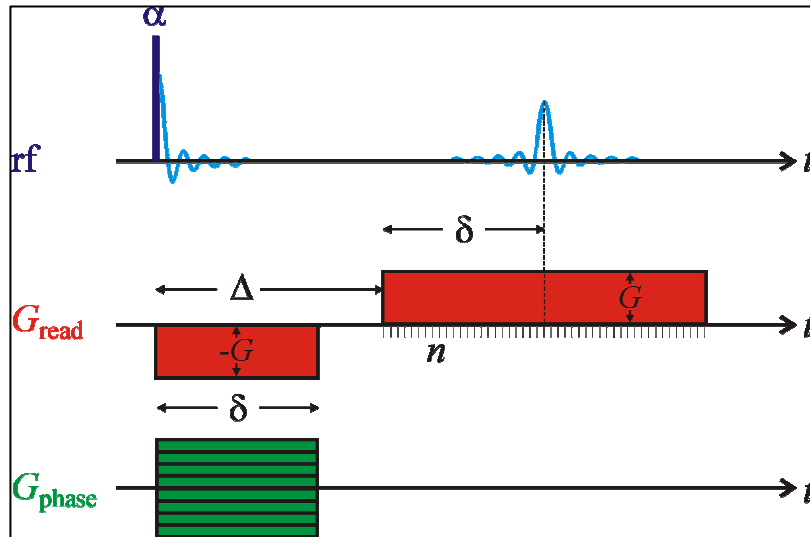


Abbildung 8.17: Schematische Darstellung der Gradientenecho Sequenz zur Verdeutlichung der Nomenklatur.

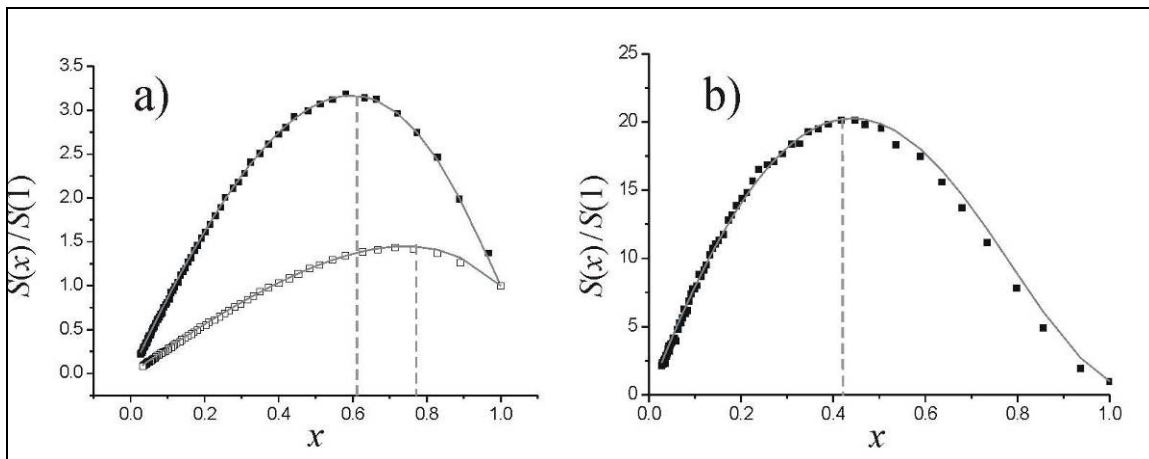


Abbildung 8.18: Als Linie sind die Ergebnisse der Gleichung 8.10 (kein Fit) für das Gasgemisch  ${}^3\text{He}/\text{SF}_6$  bei drei unterschiedlichen  $b$ -Werten. Als Quadrate sind experimentell ermittelte Werte zu sehen.

## Kapitel 8: Anwendungen

Die deutlich sichtbaren und mit Strichlinien angedeuteten Maximalwerte  $x_{max}$  können mit

$$x_{max} = \frac{D_{He}}{2(D_{He} - D_{He/PG})} \left( 2 + b \cdot D_{He/PG} - \sqrt{4b \cdot D_{He/PG} + b^2 \cdot D_{He/PG}^2} \right) \quad 8.11$$

beschrieben werden.

Es ergibt sich also die etwas paradoxe Situation, daß ein maximales Signal erst dann erreicht wird, wenn der Anteil der eigentlich signalerzeugenden Substanz schon deutlich reduziert ist. Dieser Effekt tritt am deutlichsten in relativ großen Hohlräumen auf und wird in Abbildung 8.19 noch einmal veranschaulicht. Hier wurde unter gleichen Bedingungen MRI bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen ( $^3\text{He}/\text{SF}_6$ ) akquiriert.

Da kleinere Strukturen aufgrund der verminderten freien Weglänge die Diffusion von vorne herein beschränken, besteht so die Möglichkeit durch entsprechendes Einstellen des Diffusionskoeffizienten bestimmte Größenklassen zu bevorzugen, während andere unterdrückt werden. Oben gezeigte Beispiele mit relativ kleinem  $D$  wären für Untersuchungen großer Kavitäten wie z.B. der Trachea zu bevorzugen (vgl. Abbildung 8.16), während für mikroskopische Untersuchungen mit reinem  $^3\text{He}$  gearbeitet werden sollte. Des weiteren kann bei unkritischer Auflösung durch entsprechende Mischung auch die jeweilige Meßzeit reduziert werden.

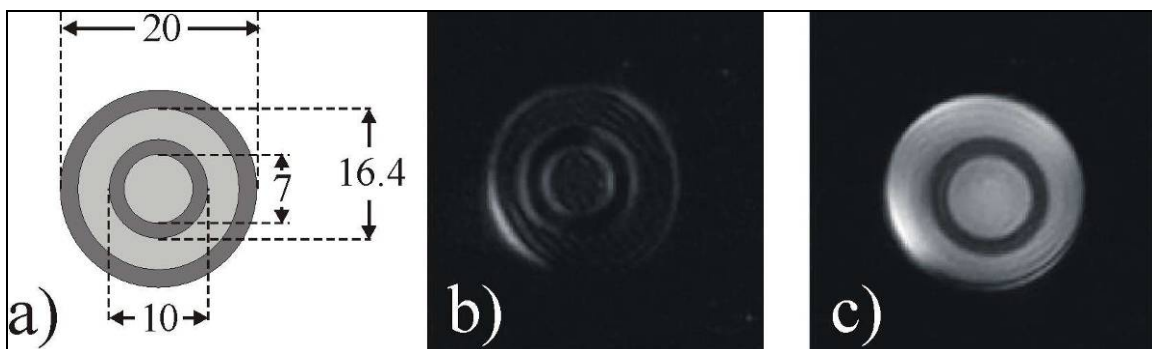


Abbildung 8.19: Bild a) schematische Darstellung des Glasgefäßes, Abmessungen in mm; b) MRI mit reinem  $^3\text{He}$ ; c) MRI mit einer 50% Mischung aus  $^3\text{He}$  und  $\text{SF}_6$  bei gleichbleibender Menge und Polarisation des  $^3\text{He}$ . Deutlich zu Erkennen ist die Zunahme des Kontrastes im Vergleich zu Bild b). Sequenzparameter:  $\delta = \Delta = 640 \mu\text{s}$ ,  $G = 53 \text{ mT/m}$ ;  $b = 20388 \text{ s/m}^2$ .

### 8.2.3 DFG Forschergruppe 474/1: „Bildgestützte zeitliche und regionale Analyse der Ventilations- Perfusionsverhältnisse in der Lunge“

Seit ca. 1995 wurden an der Uniklinik Mainz verschiedene, auch DFG finanzierte, Projekte vorangetrieben, deren Untersuchungsbereich die Ventilation und Perfusion der Lunge darstellt. Zusätzlich entwickelten sich neue radiologische Untersuchungs-

## Kapitel 8: Anwendungen

strategien auf der Basis von MRI, insbesondere der in dieser Arbeit beschriebene Einsatz von hyperpolarisierten Gasen, dynamische Computertomographie (CT) und Positronenemissionstomographie (PET).

Es lag daher nahe, diesen in Mainz konzentrierten Forschungsschwerpunkt unter dem Dach einer Großstudie zu vereinen und über internen Know-How-Transfer die Forschung weiter zu intensivieren.

Eine wesentliche Rolle kommt in dieser Forschergruppe der Herstellung und dem Einsatz von hyperpolarisierten Gasen zu. Dieser Bereich wird von dem aus dem Institut für Physik und dem MPI-P Mainz gebildeten Arbeitspaket 1 abgedeckt; die in Kapitel 8.2.1 und 8.2.2 vorgestellten Ergebnisse sind in diesem Kontext zu sehen. Ebenso ist der in den vorangegangenen Kapiteln diskutierte  $^3\text{He}$ -Kreislauf ein wesentlicher Bestandteil insbesondere für die Arbeitspakete 3) „Dynamische Untersuchung der Ventilation“, 4) „Diffusionsgewichtete MR“, 5) „Sauerstoffsensitive Darstellung“ und 7) „Beatmungstherapie“.

Diese beschäftigen sich entweder mit der Weiterentwicklung verschiedener Diagnosemöglichkeiten oder setzen diese bereits zur Validierung anderer Verfahren ein. Seit dem Beginn dieser Studien im Jahr 2002 hat das Institut für Physik bereits über 100 barl hochpolarisiertes  $^3\text{He}$  hierfür zur Verfügung gestellt.

Diese erste Phase der Forschergruppe steht vor ihrem Abschluß. Verschiedene Veröffentlichungen sind aus diesem Bereich bereits erfolgt [Blu04a], [Blu04b], [Mor04] und weitere sind zusammen mit einem Gesamtbericht in Vorbereitung.

### **8.3 Physikalische Grundlagenforschung**

In den frühen Arbeiten der 1960er Jahre ([Col60], [Col63]) war zunächst das optische Pumpen selbst Gegenstand der Forschung. Später wurden dichte Targets aus hyperpolarisiertem  $^3\text{He}$  für verschiedene Anwendungen interessant. Dabei wurde  $^3\text{He}$  zum einen als Neutronenspinfilter genutzt und zum anderen als Substitut für ein dichtes polarisiertes Neutronentarget. Nach dem Erreichen von Polarisierungen in der Größenordnung 65% - 70% ergibt sich die Möglichkeit, die bis dato im Einsatz befindlichen teuren „Superspiegel“ zur Neutronenpolarisation zu ersetzen.

Der Kernspin des  $^3\text{He}$  wird zu 90% durch das Neutron getragen, da sich die antiparallelen Spins der beiden Protonen absättigen. Deshalb können dichte polarisierte Neutronentargets, die nicht zu realisieren sind, durch entsprechende  $^3\text{He}$  Targets substituiert werden. Am  $e^-$ -Beschleuniger MAMI (**M**ainzer **M**ikrotron) des Instituts für Kernphysik, Mainz wurden bereits mehrfach Messungen des elektrischen Formfaktors des Neutrons mit dichten polarisierten  $^3\text{He}$  Targets durchgeführt ([Mey94], [Roh99], [Ber01]). Im Rahmen dieser Arbeit konnten für ein weiteres Experiment dieser Art im Frühsommer 2003 große Mengen an polarisiertem  $^3\text{He}$  zur Verfügung gestellt werden. Im Folgenden wird dieses Experiment erläutert und auch die Bedeutung der hohen Polarisationsgrade diskutiert, die in dieser Größenordnung vorher noch nicht erreicht wurden.

### 8.3.1 Messung des elektrischen Formfaktors des Neutron $G_{e,n}$

Die Hauptaufgabe aller wissenschaftlichen Teilchenbeschleuniger ist die Erforschung der Grundstruktur und des Aufbaus von Materie. Entsprechend wurde bei diesem Experiment durch Messungen der Formfaktoren versucht, das Wissen um die innere Struktur des Neutrons zu erweitern.

Elektromagnetische Formfaktoren beschreiben die elektromagnetische Struktur der Nukleonen und bieten so einen Zugang zu deren Eigenschaften. Bei der Untersuchung des Neutrons kommt es dabei zu der Schwierigkeit, daß dessen elektrischer Formfaktor  $G_{e,n}$  sehr viel kleiner als der magnetische  $G_{m,n}$  ist und, da immer beide in Streuexperimenten auftreten, kaum zur Meßgröße beiträgt.

Ein für die Messung mit polarisierten Teilchen entscheidender Unterschied ist, daß die magnetische Spin-Spin Wechselwirkung im Gegensatz zu der elektrischen bei einer Umkehr der Elektronenhelizität mit einem Vorzeichenwechsel reagiert. D.h. daß bei sogenannten Doppelpolarisationsexperimenten (in unserem Fall wechselwirken polarisierte Elektronen des Beschleunigers mit polarisiertem  ${}^3\text{He}$ ) es auf die Bestimmung einer Asymmetrie des Wirkungsquerschnitts bezügliche Spinumkehr hinausläuft. Die Reaktion, um die es hier geht, ist eine im Eingangssignal doppelpolarisierte quasielastische Elektron-Neutronstreuung  ${}^3\vec{H}e(\vec{e}, e'n)$ , bei der im Ausgangssignal beide Streuparameter koinzident nachgewiesen werden.

Entsprechend werden Koinzidenz-Wechselwirkungsquerschnitte  $\sigma^\pm$  bei entgegengesetzter Elektronenhelizität gemessen. Die Asymmetrie ergibt sich dann mit

$$A_{e,n} = \frac{\sigma^+ - \sigma^-}{\sigma^+ + \sigma^-} \quad 8.12.$$

Es gilt für die relativen Orientierungen des  ${}^3\text{He}$  Spins zum Impulsübertrag

$$A_\perp = P_e P_n \cdot \left( \frac{a}{d} \frac{G_{e,n}}{G_{m,n}} + O\left(\frac{G_{e,n}^2}{G_{m,n}^2}\right) \right) \quad 8.13$$

und

$$A_\parallel = P_e P_n \cdot \left( \frac{b}{d} \frac{G_{e,n}}{G_{m,n}} + O\left(\frac{G_{e,n}^2}{G_{m,n}^2}\right) \right) \quad 8.14$$

mit Polarisation des Elektrons  $P_e$ , Polarisation des  ${}^3\text{He}$   $P_n$ , den strukturabhängigen, kinematischen Parametern  $a, b, d$  und der in Klammern angegebenen Abhängigkeit von den Formfaktoren in erster Näherung. Führt man einen Qualitätsfaktor  $Q$  für das Target aus Dichte der Atome  $[{}^3\text{He}]$  und Polarisationsgrad  $P_{He}$  ein,

$$Q = P_{He}^2 \cdot [{}^3\text{He}], \quad 8.15$$

## Kapitel 8: Anwendungen

so zeigt sich, daß aufgrund der Proportionalität der erreichbaren statistischen Genauigkeit zu  $Q$  die Targetpolarisation quadratisch eingeht. Entsprechend konnte mit den in Kapitel 5 erreichten höchsten Polarisationen zusammen mit MAMI eine Erhöhung der Meßgenauigkeit im Vergleich zu den vorangegangenen Messungen erwartet werden. Die Auswertungen dieser neuen Messung werden im Laufe des Jahres abgeschlossen sein, so daß hier nur der Gesamtaufbau und die Verbesserung gegenüber dem Vorgängerexperiment [Ber01] skizziert werden sollen.

Dieses Experiment ist ein gutes Beispiel für die Notwendigkeit der internationalen Zusammenarbeit, um die Fähigkeiten einzelner Gruppen in einem Experiment zusammen zu führen. Es waren das Institut für Kernphysik der Universität Mainz ( $e^-$ -Beschleuniger „MAMI“), das Institut für Kernphysik der Universität Basel (Durchführung und Auswertung) und das Institut für Physik der Universität Mainz (polarisiertes  $^3\text{He}$ -Target) beteiligt. Signifikante Weiterentwicklungen im Vergleich zu der in [Ber01] beschriebenen Vorgängermessung war eine Verbesserung des Setups am  $e^-$  Strahl und eine deutliche Erhöhung des Polarisationsgrades des Targets (vgl. Kapitel 5). Die einzelnen Komponenten werden im Folgenden vorgestellt und abschließend der Meßrun selbst skizziert.

Der Elektronenstrahl passierte mit einer Energie von 735 MeV, einem Strahlstrom von  $10 \mu\text{A}$  und einer Elektronenpolarisation von 80% eine innen mit Cäsium beschichtete und mit 4 - 5 bar polarisiertem  $^3\text{He}$  gefüllte Quarzzelle (vgl. Abbildung 8.20). Um den Untergrund an Fehlreaktionen so klein wie möglich zu halten, wurden die Ein- und Austrittsfenster aus  $25 \mu\text{m}$  dicken Kupferfolien gefertigt. Das Target befindet sich während der Messung in einem aus  $\mu$ -Metall gefertigten und mit Spulen umwickelten Käfig, der sowohl ein ausreichend homogenes, in der Richtung frei wählbares Führungsfeld von 4 G erzeugt, als auch durch NMR bzw. „adiabatic fast passage“ (AFP) die On-line-Bestimmung der Targetpolarisation erlaubt.

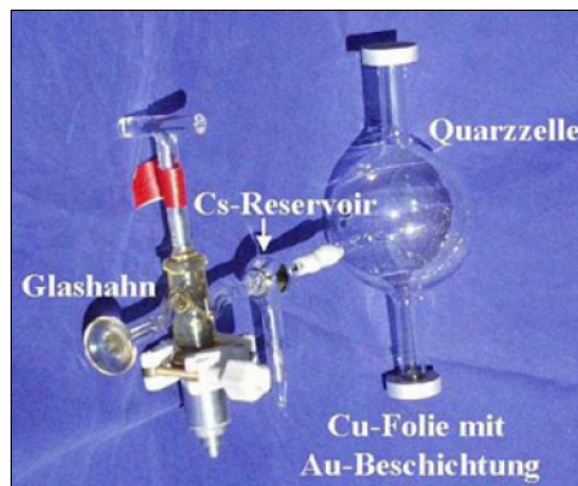


Abbildung 8.20: Typische mit Cäsium beschichtete Quarz-Targetzelle für die  $G_{e,n}$  Messungen von 2001 und 2003. Sie wurde mit 4 bis 5 bar polarisiertem  $^3\text{He}$  gefüllt. Das Volumen beträgt etwa 325ml. Die Ein- und Austrittsfenster wurden mit  $25 \mu\text{m}$  starken Kupferfolien realisiert.



## Kapitel 8: Anwendungen

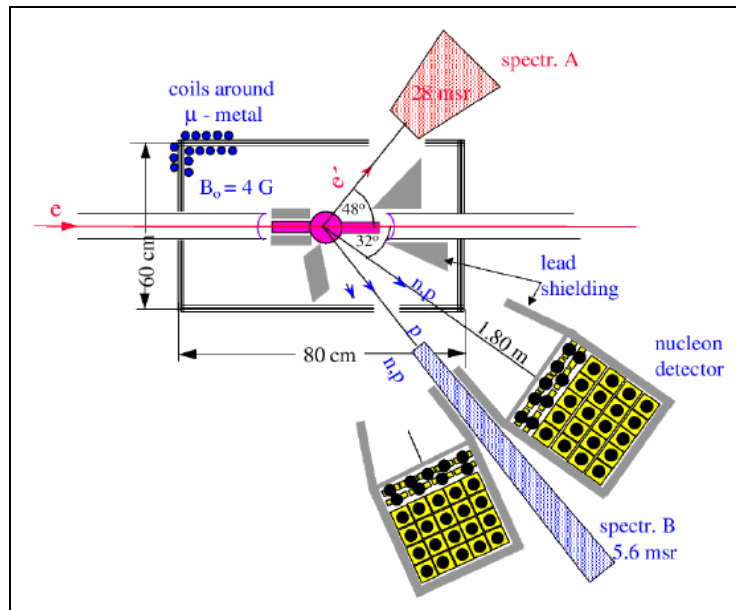


Abbildung 8.21: Skizzierte Aufsicht des  $\mu$ -Metallkäfigs mit Targetzelle, umgeben von der Spektrometeranordnung.

Zum Nachweis der gestreuten geladenen Teilchen kommen die in Abbildung 8.21 angedeuteten Spektrometer zum Einsatz. Spektrometer A weist dabei die quasielastisch gestreuten Elektronen in Koinzidenz mit denen in dem Nucleonendetektor gestreuten Nucleonen nach. Letzterer kann durch eine vorgestellte Szintillatorwand zwischen Protonen und Neutronen unterscheiden.

Die in Spektrometer B nachgewiesenen, elastisch am  $^3\text{He}$  Kern gestreuten Elektronen dienen mit Hilfe ihrer bekannten spinabhängigen Formfaktoren als Monitor für das Produkt aus Elektron- und  $^3\text{He}$ - Kernspinpolarisation. Zum Nachweis der geladenen Teilchen befinden sich in den Magnetspektrometern jeweils zwei vertikale Driftkammern.

Aufgeteilt in drei Meßruns (3.6.2003–16.6.2003, 3.7.2003–6.7.2003, 15.8.2003–25.8.2003) stand für insgesamt 29 Tage der Elektronenstrahl zur Verfügung. Innerhalb dieser Zeit wurden 25 mal durch Targetwechsel das relaxierte durch frisch polarisiertes Gas ausgetauscht. Es standen neun Targets zur Verfügung, die entsprechend mehrfach aufpolarisiert und in den Strahl gebracht wurden. Ihre wichtigsten Daten sind in Tabelle 8.3 aufgelistet. Die Relaxationszeiten vor dem Einbringen in den Elektronenstrahl sind in der zweiten Spalte „Init.“ aufgelistet. Im Elektronenstrahl lagen die Relaxationszeiten zwischen 21 h und 40 h, so daß die Zellen im Schnitt alle 12 h bis 20 h ausgetauscht wurden. Die Problematik der Relaxation im Elektronenstrahl ist in [Ber01] ausführlich diskutiert. Von dieser Gesamtstrahlzeit konnte aufgrund verschiedener Wartungs-, Umbau- und Reparaturunterbrechungen nur ein Teil tatsächlich zur Datennahme benutzt werden.

Die stark unterschiedlichen Anfangspolarisationen gehen nur zu einem kleinen Teil auf Schwankungen des Polarisators zurück ( $\pm 2\%$ ). Die Hauptursache liegt in unterschiedlich langen Wartezeiten zwischen Aufpolarisation und tatsächlichem Einbringen in den Elektronenstrahl. Obwohl man natürlich bemüht war, den Zellenwechsel zeitnah zur

## Kapitel 8: Anwendungen

Targetfüllung durchzuführen, kam es aufgrund technischer Schwierigkeiten zu Verzögerungen von bis zu mehreren Stunden.

Nach Abschluß des Experimentes zeigte sich, daß die Bestimmung des Sensorortes, der zur direkten Messung der  $^3\text{He}$ -Magnetisierung (vgl. Kapitel 4.2.1) benutzten Förstersonde fehlerbehaftet war. Eine Reskalierung durch eine Vergleichsmessung am Neutronenstrahl (vgl. 4.2.3) führte zu einer nachträglichen Korrektur der Werte um den Faktor 0,92 nach unten [Par03]. Daraus ergibt sich die mittlere Polarisation über die gesamte Meßdauer mit  $P_{\text{mittel}} = 48\%$ . (Da die Genauigkeit des Korrekturfaktors nicht bekannt ist wird der Fehler konservativ mit  $\pm 2\%$  abgeschätzt). Diese Fehljustage erzwingt nicht nur die nachträgliche Korrektur der Werte, sondern sie nahm bereits Einfluß auf die Anfangspolarisationen während der Messungen.

Im Vergleich zur 2001er Messung [Ber01] konnte die mittlere Polarisation deutlich von 38% auf 48% erhöht und auch die Targetdichte von 4 auf 5 bar vergrößert werden. Mit der Veröffentlichung der Ergebnisse ist Anfang 2005 zu rechnen. Bei zukünftigen Messungen kann nach dem heutigen Stand mit einer weiteren Steigerung der Polarisation um bis zu 10% gerechnet werden.

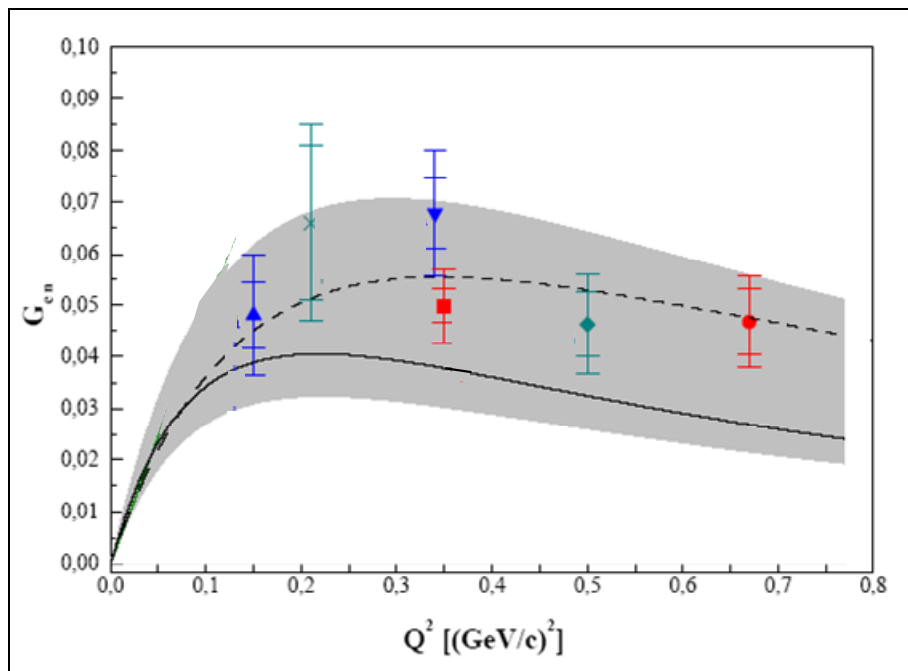


Abbildung 8.22: Vergleich der Ergebnisse der  $G_{e,n}$ -Messungen. Mit  $\bullet$  ist die Zusammenfassung der Messungen [Roh98],[Ber01] gezeigt. Die weiteren Datenpunkte sind den Arbeiten von J.Becker [Bec97]  $\blacksquare$ , C.Herberg [Her98]  $\blacktriangle$ , M.Ostrick [Ost98]  $\blacktriangledown$ , I.Passchier [Pas99]  $\times$ , und H-Zhu  $\blacklozenge$  entnommen. Sowohl der statistische als auch die Summe aus statistischem und systematischem Fehler ist dargestellt. Die graue Fläche stellt den Bereich der Fits der Daten von S.Platchov [Pla90] unter Verwendung verschiedener NN-Potentiale dar. Die durchgezogene Linie entspricht den Daten von Platchov unter Verwendung des Paris-Potentials. Gestrichelt ist ein gewichteter Fit der gezeigten Daten dargestellt.

## Kapitel 8: Anwendungen

*Tabelle 8.3: Übersicht über die im Strahl zum Einsatz gekommenen Zellen. Diese werden mit laufenden Nummern bezeichnet. Der angefügte kleine Buchstabe läuft mit jedem Einsatz (a steht für ersten Einsatz, b für den zweiten usw...). Angegeben sind die mit zwei unabhängigen Polarimetriemethoden gemessenen Relaxationszeiten, als auch die Anfangspolarisation am Strahl. Aufgrund einer, erst nach der Messung entdeckten Fehljustage des Magnetfeldsensors, sind diese mit dem Faktor 0,92 zu korrigieren [Par03]. Die Diskrepanzen bei den unterschiedlichen Verfahren der  $T_1$  Bestimmung werden z.Zt. noch untersucht.*

Zelle	Relaxation T1 [h]				Druck [bar]	Pol. [%]
	Name	Init.	AFP im Strahl	NMR im Strahl		
12a	87-90	<b>26.1</b> ± 0.9	<b>29.5</b> ± 1.2		5.30	62.0
12b	87-90	<b>32.9</b> ± 0.3	<b>36.1</b> ± 0.6		4.97	69.8
12c	87-90	<b>33.7</b> ± 0.3	<b>34.9</b> ± 1.8		5.10	68.9
12d	87-90	<b>29.7</b> ± 0.9	<b>37.5</b> ± 0.8		5.20	60.2
12e	87-90	<b>28.5</b> ± 0.8	<b>41.6</b> ± 1.9		4.90	67.5
13a	80	<b>22.0</b> ± 0.2	<b>27.1</b> ± 1.0		5.20	69.8
13b	80	<b>31.5</b> ± 0.7	<b>25.8</b> ± 0.7		5.07	63.4
14a	75	<b>21.9</b> ± 1.0	<b>24.5</b> ± 1.5		5.02	56.0
14b	75	-	-		5.20	70.0
15a	80	<b>19.8</b> ± 0.1	<b>12.8</b> ± 0.4	33.7	5.50	66.7
15b	80	<b>34.4</b> ± 0.8	<b>37.9</b> ± 1.1	43.0	5.20	64.4
15c	80	<b>36.1</b> ± 0.9	<b>34.4</b> ± 1.2		5.06	69.3
15d	80	<b>37.4</b> ± 1.0	<b>37.9</b> ± 0.9		5.00	68.6
16a	52	<b>27.5</b> ± 0.7	<b>29.6</b> ± 1.2		5.20	63.4
16b	52	<b>26.9</b> ± 0.6	<b>27.2</b> ± 1.3		5.10	59.7
17a	56	<b>21.2</b> ± 0.4	<b>21.2</b> ± 0.4		5.07	64.9
17b	56	<b>28.6</b> ± 0.6	<b>32.1</b> ± 1.3		4.90	67.2
18b	75	<b>26.6</b> ± 0.7	<b>23.7</b> ± 0.7	36.0	4.95	59.7
18c	75	<b>28.8</b> ± 0.5	<b>33.7</b> ± 1.8		4.95	67.1
18d	75	<b>38.0</b> ± 1.6	<b>37.1</b> ± 1.6		5.05	70.2
19a	70	<b>26.7</b> ± 0.5	<b>27.9</b> ± 1.1		4.99	60.5
19b	70	<b>32.5</b> ± 0.6	<b>36.2</b> ± 1.2		5.05	63.2
19c	70	-	-		4.96	51.8
19d	70	<b>34.7</b> ± 0.4	<b>44.0</b> ± 0.8		5.05	67.0
19e	70	<b>40.3</b> ± 1.3	<b>36.3</b> ± 1.1		5.17	69.9
20a	130	<b>31.2</b> ± 1.0	<b>34.1</b> ± 1.7		5.00	63.2
20b	130	<b>32.5</b> ± 1.2	<b>35.3</b> ± 1.7		5.20	70.8

## 9. Zusammenfassung und Ausblick

Der Bedarf an hyperpolarisiertem  $^3\text{He}$  in Medizin und physikalischer Grundlagenforschung ist in den letzten ca. 10-15 Jahren sowohl in Bezug auf die zu Verfügung stehende Menge, als auch auf den benötigten Grad der Kernspinpolarisation stetig gestiegen. Gleichzeitig mußten Lösungen für die polarisationserhaltende Speicherung und den Transport gefunden werden, die je nach Anwendung anzupassen waren. Als Ergebnis langjähriger in der Arbeitsgruppe EXAKT, des Instituts für Physik der Universität Mainz erfolgter Untersuchungen und Konstruktionsansätze im Rahmen zahlreicher Diplom- und Doktorarbeiten kann mit dieser Arbeit ein in sich geschlossenes Gesamtkonzept vorgestellt werden, daß zum einen die entsprechenden Mengen für klinische Anwendungen, und auch höchste Polarisation für physikalische Grundlagenforschung zur Verfügung stellen kann.

Verschiedene unabhängige Polarimetriemethoden zeigten in sich konsistente Ergebnisse und konnten, neben ihrer eigenen Weiterentwicklung, zu einer verlässlichen Charakterisierung des neuen Systems und auch der Transportzellen und -boxen eingesetzt werden. Durch konsequente Weiterentwicklung der in [Ebe00] vorgestellten Polarisationseinheit an fast allen Komponenten kann bei einem Fluß von 0,8 barl/h eine Polarisation von  $P_{\max} = 77\%$  am Auslaß der Apparatur erreicht werden. Dabei waren die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Verbesserungen an den Lasern, der Optik, der Kompressions-einheit, dem Zwischenspeicher und der Gasreinigung wesentlich für die Erhöhung der damals erreichten Polarisation um einen Faktor 1,5. Neben dem Einsatz eines neuen Faserlasersystems war die deutlich verbesserte Gasreinigung und die langlebige Kompressionseinheit ein Schlüssel für diese Leistungsfähigkeit. Seit Herbst 2001 erzeugte das System bereits über 2000 barl hochpolarisiertes  $^3\text{He}$  und ermöglichte damit zahlreiche interdisziplinäre Experimente und Untersuchungen.

Das Konstruktionsprinzip des Polarisators erlaubt eine weitreichende Skalierbarkeit. So ist eine verkleinerte Version der Apparatur ebenso problemlos realisierbar, wie eine deutlich größere. Dabei ist zu erwarten, daß die maximale Polarisation in etwa unverändert bleibt, sich aber der erreichbare Fluß entsprechend verkleinert, bzw. erhöht. Zukünftige Nachbauten könnten so den jeweiligen Anforderungen angepaßt werden.

Durch Verbesserungen an den in [Gro00] entwickelten Transportboxen und weitgehender Unterdrückung der Wandrelaxation in den Transportzellen aufgrund neuer Erkenntnisse über deren Ursachen stellen auch weitgehend polarisationserhaltende Transporte über große Strecken kein Problem mehr dar. Somit kann polarisiertes  $^3\text{He}$  auch an weit entfernten physikalischen Experimenten oder medizinischen Tomographen zur Verfügung gestellt werden (vgl. Kapitel 8.1.4).

Die Funktionsfähigkeit und Verlässlichkeit des Polarisators und der peripheren Einheiten konnte in den letzten Jahren in verschiedenen Grundlagenexperimenten und klinischen Studien an drei Orten unter Beweis gestellt werden (Kapitel 8), wobei zu bemerken ist, daß die Entwicklungen der Komponenten erst Anfang 2004 ihren heutigen Stand erreicht haben. Neue Anwendungen können bereits von diesen letzten Verbesserungen profitieren.

## Kapitel 9: Zusammenfassung und Ausblick

Die klinische Relevanz der Lungenbildgebung zeigen neben verschiedenen abgeschlossenen und noch laufenden Studien auch die Bestrebungen, einen Nachbau des Polarisators in England zu betreiben. Aufgrund der günstigen geographischen Lage könnte eine in Sheffield stationierte Apparatur innerhalb einer Transportzeit von etwa 3h fast die gesamte britische Insel versorgen und somit einen großen Schritt in Richtung einer Etablierung der neuen diagnostischen Methode darstellen.

Der Einsatz von polarisiertem Gas an Beschleunigeranlagen bzw. Neutronenquellen war bislang zum einen mangels Verfügbarkeit, zum anderen aber auch aufgrund fehlender erreichbarer Polarisation limitiert. Das vorgestellte System ist jetzt in der Lage einen sinnvollen Einsatz an solchen Anlagen zu garantieren. Entsprechend wurde für die in diesem Frühling in Betrieb gegangene Forschungsneutronenquelle FRM II in München-Garching eine weiter verbesserte Version unseres Polarisators von einem Mainzer Ingenieurbüro gebaut und bereits auf dem Gelände des Reaktors installiert. Erste Tests bestätigten die erwartete Systemleistung. Die endgültige Fertigstellung wird in den nächsten Wochen erwartet und die erste Einbindung in ein laufendes Experiment ist für Ende 2004 angesetzt.

Zusammenfassend konnte gezeigt werden, daß die Problematik der Kernspinpolarisationserzeugung von  $^3\text{He}$ , die Speicherung, der Transport und die Verwendung des polarisierten Gases in klinischer Diagnostik und physikalischen Grundlagenexperimenten weitgehend gelöst ist und das Gesamtkonzept die Voraussetzungen für weiterführende Entwicklungen auf diesen Gebieten geschaffen hat.

## **A. Anhang**

### **A.1 Verbesserungen am Nachbau des Polarisators „Helios“ für das FRM-II in München**

Der Nachbau des Polarisators (auf den Namen „Helios“ getauft) sollte die bewährten Komponenten des bereits vorhandenen Prototypen behalten, es sollten aber die im Laufe der letzten Jahren entdeckten kleineren Schwächen ausgeräumt werden. Deshalb wurde der prinzipielle Aufbau, wie er in Abbildung 5.1 dargestellt beibehalten, jedoch ingenieurgerecht weiterentwickelt.

Durch Skalieren der Feldspulen auf einen Durchmesser von nun 2m konnte der Radius des homogenen Bereichs um 10cm erweitert werden. Die mit der Ölhydraulik verbundenen Komplikationen und Risiken wurden mittels Elektromotor bewegten Linearantriebs vermieden, ohne dabei an den bewährten Kompressordichtungen Änderungen vornehmen zu müssen. Alle Komponenten wurden an einer Mittelwand aufgehängt, so daß die Apparatur jetzt leicht zugänglich und montagefreundlich ist. Eine Demontage ist notwendig, um den Transport der Maschine von Mainz nach München zu bewerkstelligen (vgl. Abbildung A.1 und Abbildung A.2).

Eine Verbesserung im Bereich des OP-Volumens wurde dadurch erzielt, daß die Pumpzellenfenster nicht mehr an die die Glasrohre angeschmolzen sind, sondern vielmehr vakuumfettgedichtet an diese angeflanscht wurden. Die erlaubt eine beidseitige Antireflexbeschichtung der Fenster und minimiert die an den Zellenfenstern durch Reflexion entstehenden Laserverluste. Gleichzeitig werden eventuelle Reparaturen nach Glasbruch erleichtert.

Ebenso wurde eine neue Steuerungs-Software entwickelt, die neben vielen Vorteilen in der Handhabung auch ein neues Regelungskonzept enthält. Während der Polarisator der Uni-Mainz zeitgesteuert gleichlange Kompressionszyklen aneinander hängt, kann die neue Maschine auf Polarisation geregelt werden. Dabei wird der Zyklus so verlangsamt oder beschleunigt bis eine frei zu definierender Polarisation im Mittel der OPZ 3,4,5 erreicht ist. Auf diese Weise kann die Mindestpolarisation beim Abfüllen des Gases besser kontrolliert und instabile Parameter wie Laserleistung oder Wellenlängenstabilität abgefangen werden.

Das Sicherheitskonzept ist ebenfalls aus dem Prototypenstatus herausgewachsen. Zahlreiche Abfragen auf Abbruchbedingungen und Features wie z.B. Ventilstatussensoren garantieren den reibungslosen Betrieb und minimieren die Gefahr eines größeren Defektes.

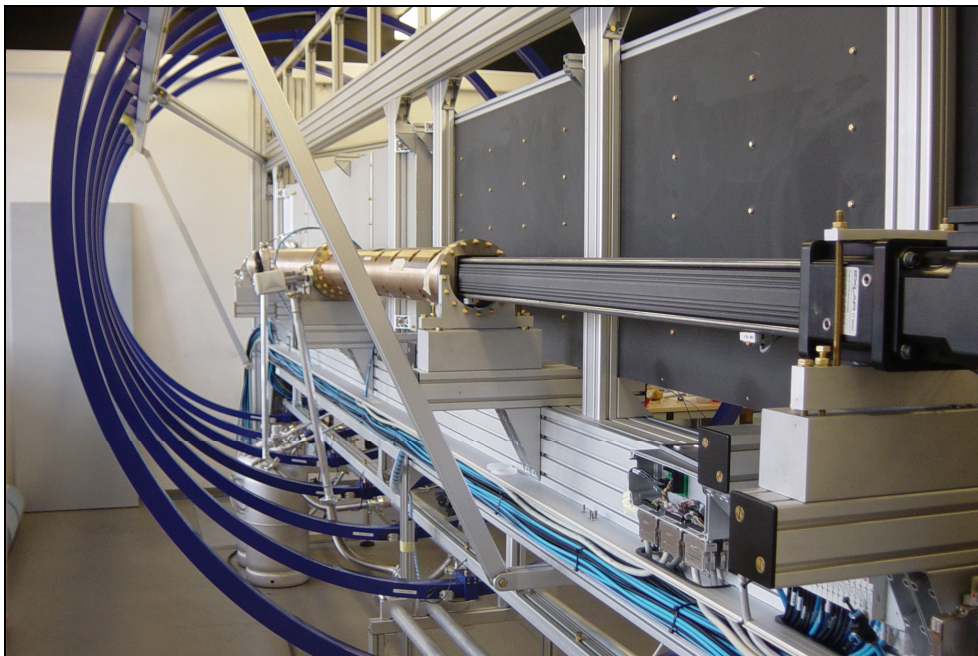
Tests zur Leistungsfähigkeit diese Systems stehen unmittelbar bevor. Die vor dem Umzug nach München erreichten Werte bestätigten bereits die Erwartungen.



## Anhang




*Abbildung A.1: Seitenansicht „Helios“. Zu erkennen sind die 2m Spulen (blau) und die OPV im hinteren Bereich und im Vordergrund die von der Abdeckung geschützte Optik. Die Apparatur wird von einer Mittelwand aus verwindungssteifem Aluminiumwabenmaterial getragen.*



*Abbildung A.2: Kompressionsseite des „Helios“. Im vorderen Teil (schwarz) ist der Elektroantrieb mit Schubstange zu sehen, der den mit dem Prototypen baugleichen Kompressor (golden) antreibt.*

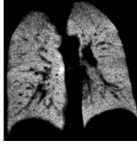
# Anhang

## A.2 Das auf der Konferenz der „International Society for Magnetic Resonance in Medicine“ (ISMRM) 2003 in Toronto vorgestellte Poster



### Large Scale Production and Handling of spin-polarized Helium-3 for MRT of Lungs

*storage, transport, application and recovery*




Department of Physics, Mainz: M. Batz, J. Bernuth, A. Deninger, M. Ebert, F. Filbir, T. Großmann, W. Heil, S. Hichel, W. Ketter, N. Krowas, L. Lauer, H. Mayer, E. Otten, D. Ruderstorf, J. Schmiedeskamp, R. Surkau, M. Wolf

Department of Anesthesiology, Mainz; Department of Radiology, Mainz; Royal Hallamshire Hospital, Sheffield (GB); Danish Research Centre for Magnetic Resonance, Copenhagen (DK)

2.5cm @ 1083nm

### Introduction

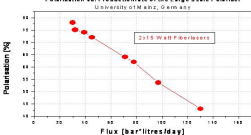
Polarisation of  $^3\text{He}$  by optical pumping techniques is well known in principle since the 1960ies. The first applications were experiments in fundamental physics. Because of the macroscopic magnetisation one started to use in the early 90ies spin-polarised gases as a kind of MRT-contrast agent to enable airspace imaging. The wide interest in this new method made it necessary to find way of polarising  $^3\text{He}$  in large quantities at high polarisation. In addition, the handling of prepolarised  $^3\text{He}$ , i.e. its storage, transport, administration and recovery, have become important issues in assessing and spreading this new noninvasive diagnostic tool in research and medical practice.



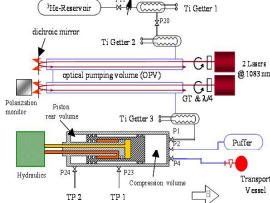
**Figure 1: Polariser**

### Method and Realisation

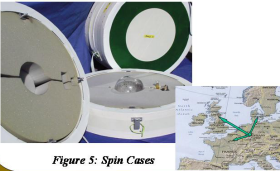
The polarisation apparatus (Fig. 1, 3) is based on the method of optical pumping of metastable  $^3\text{He}$  atoms in an electrical plasma at a gas pressure of order 1 mbar. A beam of resonant ( $\lambda = 1083\text{nm}$ ) circularly polarised laser light is irradiated along 5 plasma tubes of 2.2 m length wherein the atoms are picking up the polarisation of the light by absorption. Within less than half a minute the total gas volume of 30l is polarised up to a degree well above 60%. The polarised gas is then sucked out by a large, specially developed non magnetic piston and compressed to 3 bars into 1 lr. storage cells. Fig. 2 shows the  $^3\text{He}$  polarisation measured in the plasma tubes of the polariser as function of throughput. In a static mode a maximum polarisation of  $P_{\text{max}} = 84\%$  has been observed. A typical working point would be around 70 bar\*/day at  $P = 65\%$ .



**Figure 2: Polarisation vs Productionrate**



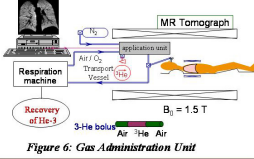
**Figure 3: Scheme of Polariser**



**Figure 5: Spin Cases**

### Storage and Transport


The polarised  $^3\text{He}$  is stored and transported in special cells (Fig. 4) which are blown from iron free glass. Without internal coating polarisation decay times of up to 160h are observed (Fig. 4), sufficient for shipping everywhere within specially developed homogenously magnetized spin cases (Fig. 5).



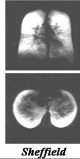
**Figure 6: Gas Administration Unit**

### Application

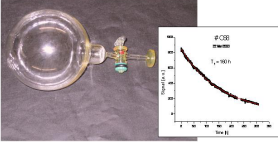
Furthermore we have developed a unit which administers a preselected bolus of  $^3\text{He}$  precisely during the breathing cycle and triggers the MRT scanner (Fig.6). It is particularly useful for quantification of functional imaging. In this context we have also developed various methods of  $^3\text{He}$  polarimetry based on a direct measurement of its static magnetisation. The exhaled gas can be recovered, purified and polarised, again.



Copenhagen



Sheffield

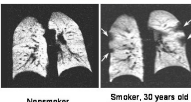


**Figure 4: Transport cell and Decay Measurement**

### Results

Our polarised  $^3\text{He}$  is regularly used at the University Clinics Mainz, the Hallamshire Hospital at Sheffield (GB) and the Copenhagen University Hospital, Hvidovre (DK) in an EU sponsored research program for assessing the diagnosis of pulmonary diseases by  $^3\text{He}$  MRT (Polarized Helium to Image the Lung). Some results are shown below. Low field imaging at 0.1 T has been explored in Orsay in collaboration with the Université Paris Sud XI.

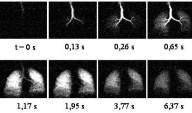
#### Morphological Lung Imaging



Nonsmoker      Smoker, 30 years old with ventilation defects

Department of Physics and Department of Radiology, University of Mainz, W. Schmiedeskamp, R. Surkau, M. Wolf, H. Mayer, E. Otten, D. Ruderstorf, J. Schmiedeskamp, R. Surkau, M. Wolf

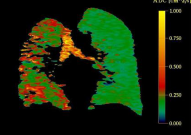
#### Ultrafast MRT of Pulmonary Ventilation



Department of Physics, Department of Anesthesiology, Department of Radiology

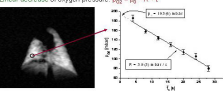
1-0 s, 0,13 s, 0,26 s, 0,65 s, 1,17 s, 1,95 s, 3,77 s, 6,37 s

#### Diffusion Weighted Imaging



left: fibrotic lung; right: transplanted healthy lung  
yellow: large air spaces; blue: small airspaces

#### Measurement of the Oxygen Partial Pressure



- Equipment with anaesthetized pig
- Double Acquisition, variable time interval (1 s, 7 s)
- Linear decrease of oxygen pressure:  $P_{O_2} = P_{O_2} - k \cdot t$

Contact:  
Joerg.Schmiedeskamp@uni-mainz.de  
<http://www.physik.uni-mainz.de/Esakt/Helium3/>

128





## B Literaturverzeichnis

- [Alb94] M.S.Albert, G.D.Cates, B.Driehus, W.Happer, B.Saam, C.S.Springer, Jr.A.Wishnia;“Biological magnetic resonance imaging using laserpolarized  $^{129}\text{Xe}$ “;Nature 137, (1994) 199
- [Bar74] R.Barbe´, M.Leduc, F.Laloe;”Resonance magnetique en champ de radiofrequence inhomogene“;Journ.de Physique 35 (1974) 45-51
- [BatD] M.Batz; laufende Dissertation an der Universität Mainz
- [Bec39] R.Becker;“Ferromagnetismus“; Springer Verlag (1939)
- [Bec92] J.Becker; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1992)
- [Bec97] J.Becker; „ Bestimmung des elektrischen Formfaktors des Neutron  $G_{\text{en}}$  in der Reaktion  $^3\text{He}(e,e'n)$ “; Dissertation an der Universität Mainz (1997)
- [Bee03] E.J.R. van Beek, J.Schmiedeskamp, J.M.Wild,M.N.J.Palay, F.Filbir, S.Fichele, F.Knitz, G.H.Mills, N.Woodhouse, A.Swift, W.Heil, M.Wolf, E.Otten; “Hyperpolarized 3-helium MR imaging of the lungs: testing the concept of a central production facility“; Eu.Radiol. 13:2583-2586 (2003)
- [Ber01] J.Bermuth; “Bestimmung des elektrischen Formfaktors des Neutrons  $G_{\text{en}}$  in der Reaktion  $^3\text{He}(e,e'n)$  bei einem Impulsübertrag  $Q^2=0,67(\text{GeV}/c)^2$ “; Dissertation an der Universität Mainz (2001)
- [Bid03a] C.P.Bidinosti, J. Choukeife, G. Tastevin, et al. ;” MRI of the lung using hyperpolarized  $^3\text{He}$  at very low magnetic field (3 mT)“;MAGMA Magnetic Resonance Materials in Physics, Biology and Medicine (2003)
- [Bid03b] C.B.Bidinosti, J.Choukeife, P.-J.Nacher, G.Tastevin ; ” In-Vivo NMR of Hyperpolarized  $^3\text{He}$  in the Human Lung at Very Low Magnetic Fields“; J. Magn. Reson. 162 (2003) p. 122-132
- [Big92] N.P.Bigelow, P.J.Nacher, M.Leduc;”Accurate optical measurement of nuclear polarization in optically pumped  $^3\text{He}$  gas“;J.Phys.II France 2 (1992)2159-2179
- [Blu04a] P.Blümler, R.H.Acosta, S.Han, S.Appelt, J.Schmiedeskamp, W.Heil, H.W.Spies; „Imaging a mixture of hyperpolarized  $^3\text{He}$  and  $^{129}\text{Xe}$ ; Journal Magnetic Resonance Imaging (2004) 1077-1083
- [Blu04b] P.Blümler, R.H.Acosta, L.Aguelles-Pedros, A.E.Morbach, J.Schmiedeskamp, A.Herweling, U.Wolf, A.Scholz, W.G.Schreiber, W.Heil, M.Thelen, H.W.Spies;“Controlling the Diffusion of  $^3\text{He}$  by Buffer Gases as a Structural Contrast Agent in Lung MRI“; Journal Magnetic Resonance Imaging; (2004)
- [Blu04c] P.Blümler, R.H.Acosta, A.Thomas-Semm, S.Reuss,: „Lung fixation for the preservation of air-spaces“; Exp.Lung Res., 30, 1-10 (2004)
- [Blu04d] P.Blümler, R.H.Acosta, L.Aguelles-Pedros; in Vorbereitung (2004)
- [Boc00] E.Bock;“Grundlagen der Dichtungstechnik in der Hydraulik und Schädigung von Dichtungen“; Vorlesungsskript des Institutes für Fluidtechnik, Technische Universität Dresden
- [Bor04] M.Borg;”Aufbau eines Polarimeters an der Applikationseinheit zur Verabreichung von hyperpolarisiertem  $^3\text{He}$ -Gas“;Diplomarbeit an der Universität Mainz (2004)
- [Bou60] M.A. Bouchiat, T.R. Carver, C.M. Varnum;”Nuclear Polarisation in  $^3\text{He}$  Gas inducted by optical Pumping and Dipolar Ex-

- change”; Phys. Rev. Lett. 5(1960)373-375
- [Cat88] C.D.Cates, D.J.White, Tind-Ray Chien, S.R.Schaefer, W.Happer; ”Spin relaxation in gases due to inhomogeneous static and oscillating magnetic fields”; Phys. Rev. 38 (1988) 5092-5106
- [Cha03] B.Chann. E.Babcock, L.W.Anderson, T.G.Walker; ”Production of highly polarized  $^3\text{He}$  using spectrally narrowed diode laser array bars”; J. Appl. Physics, 94, 10. (2003)
- [Chu01] T.Chupp, S.Swanson; ”Medical Imaging with Laser-Polarised Gases“; Adv. Atom. Mol. Opt. Phys. 45, 41-97, (2001)
- [Chu87] T.E.Chupp, M.E.Wagshul, K.P.Coulter, A.B.McDonald, W.Happer; ”Polarized, high density, gaseous  $^3\text{He}$  targets”; Phys. Rev. C. 36:6(1987) 2244-2251
- [Coh69] C.Cohen-Tannoudji, J.DuPont-Roc, S.Haroche, F.Laloe; ”Detection of the static magnetic Field produced by the oriented Nuclei of optically pumped  $^3\text{He}$  Gas”; Phys. Rev. Lett. 22, 15
- [Col60] P.D.Colgrove, P.A.Franken; ”Optical Pumping of Helium in the  $^3\text{S}_1$  Metastable State”; Phys. Rev., 119 Number 2 660-690(1960)
- [Col63] F.D. Colegrove, L.D. Schearer, K.Walters; ”Polarisation of  $^3\text{He}$  Gas by Optical Pumping”; Phys. Rev. 132 (1963) 2561
- [Dei96] A.Deninger; ”Systematische Untersuchungen zur Wandrelaxation in polarisierten  $^3\text{He}$  Hochdruckzellen“; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1997)
- [Den97] A.Deninger; ”Methodische Entwicklung der sauerstoff-sensitiven  $^3\text{He}$  Kernspintomographie“; Dissertation an der Universität Mainz (2000)
- [Den00b] A.Deninger, B.Eberle, M.Ebert, T.Grossmann, G.Harnisch, W.Heil, H-U.Kauczor, K.Markstaller, E.Otten, W.Schreiber, R.Surkau, N.Weiler; ” $^3\text{He}$ -MRI based measurements of intrapulmonary pO<sub>2</sub> and its time during apnea in healthy volunteers: first results, reproducibility and technical limitations”; NMR Biomed. 13:194-201(2000)
- [Dub97] Dubbel; ”Taschenbuch für den Maschinenbau“; Springer Verlag; 19. Auflage (1997)
- [Dur02] E.Durand et al.; ”CPMG Measurements and Ultrafast Imaging in Human Lungs with Hyperpolarised Helium-3 at Low Field (0,1T); Magn. Res. in Med. 47:75-81 (2002)
- [Ebe96] M-Ebert, T.Großmann, W.Heil, E.W.Otten, R.Surkau, M.Leduc, P.Bachert, M.V.Knopp, L.R.Schad, M.Thelen; ”Nuclear Magnetic Resonance with hyperpolarised Helium-3“; The Lancet, 347, 1297-1299 (1996)
- [Ebe00] M.Ebert; „Entwicklung eines leistungsstarken Polarisators und Kompressors für  $^3\text{He}$  für medizinische MR Tomographie“; Dissertation an der Universität Mainz (2000)
- [Eck92] G.Eckert, W.Heil, M.Meyerhoff, E.W.Otten, R.Surkau, M.Werner, M.Leduc, P.J.Nacher, L.D.Schearer; „A dense polarized  $^3\text{He}$  target based on compression of optically pumped gas“; Nuc.Inst.Meth A320 53-65 (1992)
- [Fil01] F.Filbir; ”Echtzeit  $^3\text{He}$ -Kernspin-Polarimetrie mittels Induktionsstoß“; Diplomarbeit an der Universität Mainz (2001)
- [Fit69] W.A.Fitzsimmons, L.L.Tankersley, G.K.Walters; ”Nature of Surface-

- Induced Nuclear Spin Relaxation of Gaseous  $^3\text{He}$ "; Phys.Rev.179:1 (1969)156-165
- [Fro98] G.Frossati; "Polarisation of  $^3\text{He}$ ,  $^2\text{D}$  (and possibly  $^{129}\text{Xe}$ ) using cryogenic techniques"; Nucl.Instr. Meth. In Physics Research A 402 (1998) 479-483)
- [Gas02] K.K.Gast, M.Viallon, B.Eberle, J.Lill, M.U.Puderbach, A.T.Hanke, J.Schmiedeskamp, H.-U.Kauczor; "MR imaging in lung transplant recipients using Hyperpolarised  $^3\text{He}$ : Comparison with CT"; Journal of Magnetic Resonance Imaging; 15, 3 268-274 (2002)
- [Gro00] T.Großmann; "Realisierung des  $^3\text{He}$ -Kreislaufs zur  $^3\text{He}$ -Magnet-Resonanz-Tomographie"; Dissertation an der Universität Mainz (2000)
- [Gro96] T.Großmann; "Optimierung beschichteter  $^3\text{He}$ -Zellen mit Anwendungen in der Kernspintomographie"; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1996)
- [Gue00] D.Guenther, B.Eberle, J.Hast, J.Lill, K.Markstaller, M.Puderbach, WG.Schreiber, G.Harnisch, CP Heussel, R.Surkau, T.Grossmann, N.Weiler, M.Thelen, H-U Kauczor; " $^3\text{He}$  MRI in healthy volunteers: Preliminary correlation with smoking history and lung volumes"; NMR Biomed.13:183-189 (2000)
- [Har00] G. Harnisch, W.G. Schreiber, T. Diergarten, K. Markstaller, B. Eberle, H.-U. Kauczor, T. Großmann, M. Thelen; „Investigation of Intrapulmonary Diffusion by  $^3\text{He}$  MRI“; Eur. Radiol. 10 (2000) 345 (Konferenzbeitrag).
- [Has00] J.Hasse; "Charakterisierung und Optimierung eines  $^3\text{He}$  Kompressors"; Diplomarbeit an der Universität Mainz (2000)
- [Hap72] W.Happer; "Optical Pumping"; Reviews of modern Physics"; 44,2 (1972)
- [Hei04] z.Zt. in Vorbereitung
- [Hie05] laufende Dissertation an der Universität Mainz
- [Her98] C.Herberg; „ Bestimmung des elektrischen Formfaktor der Neutrons aus quasifreier Streuung in der Reaktion  $D(e,e'n)p$  bei einem Impulsübertrag von  $0,1^{\wedge}$ bis  $0,5 \text{ GeV}^2/c^2$ “, Dissertation an der Universität Mainz(1998)
- [Hoe79] O.Höfling; "Physik, Band II, Teil 2"; Lehrbuch Dümmler Verlag (1979)
- [Hof96] D.Hofmann; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1996)
- [ILL04] Institut Laue-Langevin, Neutronenquelle Grenoble, Frankreich; <http://www.ill.fr/>
- [Kau96] H.U. Kauczor, D. Hofmann, K.F. Kreitner, H. Nilgens, R. Surkau, W. Heil, A. Potthast, M.V. Knopp, E.W. Otten, M. Thelen; „Normal and abnormal pulmonary ventilation: visualization at hyperpolarized He-3 MR imaging“; Radiology ; 201: 564-568 (1996)
- [Kau97a] H-U.Kauczor, M.Ebert, K-F.Kreitner, H.Nilgens, R.Surkau, W.Heil, D.Hofmann, E.Otten, M.Thelen; "Imaging of the Lungs using  $^3\text{He}$  MRI: Preliminary Clinical Experience"; J.Magn.Reson.Imag. 7: 538-857 (1997)
- [Kau97b] H-U.Kauczor, M.Ebert, K-F.Kreitner, H.Nilgens, R.Surkau, W.Heil, D.Hofmann, E.Otten, M.Thelen; "Imaging of the lungs using  $^3\text{He}$  MRI: preliminary clinical experience in 18 patients with and without

- lung disease.”; *J.Magn.Reson.Imag.* 7:538-827 (1997)
- [Ket04] W.Ketter; „Messung des Realteils der gebundenen  $^3\text{He}$ -Streulänge“; Dissertation an der Universität Mainz (2002)
- [Kne62] E.Kneller; „Ferromagnetismus“; Springer Verlag (1962)
- [Kro02] N.Krowas; „Untersuchungen zur Steigerung von optisch gepumptem  $^3\text{He}$ -Gas“; Diplomarbeit an der Universität Mainz (2002)
- [Kru92] B.Krug; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1992)
- [Kuc95] H.Kuchling; „Taschenbuch der Physik“; 15. Auflage (1995)
- [Lau97] Lars Lauer; „Arbeiten zur Applikation von polarisiertem  $^3\text{He}$  in MR-Tomographen“; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1997)
- [Lor93] W.Lorenzon, T.R. Gentile, H.Gao, R.D. McKeown; „NMR calibration of optical measurement of nuclear polarization in  $^3\text{He}$ “; *Phys.Rev.A* 47:1 (1993) 468-479
- [Mar00] K.Markstaller, B.Eberle, A.Deninger, W.Schreiber, N.Weiler, M.Thelen, H-U. Kauczor; „Flip angle considerations in quantification of intrapulmonary oxygen concentration by Helium-MRI“; *NMR Biomed.* 13:190-193(2000)
- [Mey94] Meyerhoff et al.; „First measurement of the electric formfactor of the neutron in the exclusive quasielastic scattering of polarized electrons from polarized  $^3\text{He}$ “; *Phys.Lett.B* 327 201 (1994)
- [Mid95] H.Middleton, R.D.Black, B.Saam, G.D. Cates, G.P. Cofer, R.Guenther, W.Happer, L.W. Hedlund, G.A. Johnson, K.Javan, J. Swartz; „MR-Imaging with Hyperpolarized  $^3\text{He}$  Gas“; *Magn.Res.Med.* 33, (1995) 271-275
- [Mie92] C.Mies; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1992)
- [Mor04] A.E.Morbach, K.K.Gast, J.Schmiedeskamp, A.Dahmen, A.Herweling, C.P.Heussel, H.-U.Kauczor, W.G.Schreiber; „Diffusion Weighted MR-Imaging of the Lung with Hyperpolarized Helium-3. A Study of Reproducibility“; *J.Magn.Reson.Imag.* (2004)
- [Mue04] Forschungsneutronenquelle Garching FRM II, München; <http://www.frm2.tu-muenchen.de/>
- [Nac85] P.J.Nacher, M.Leduc; „Optical pumping in  $^3\text{He}$  with a laser“; *J.Physique* 46 2057-2073 (1985)
- [Nac01] P.J.Nacher; „Production et detection d’helium-3 hyperpolarise pour l’imagerie des poumons par RMN“; Forschungsbericht (2001)
- [New93] N.R.Newsbury, A.S.Barton, G.D.Cates, W.Happer, H.Middleton; „Gaseous  $^3\text{He}$ - $^3\text{He}$  magnetic dipolar spin relaxation“; *Phys.Rev.A* 48:6 (1993) 4411-4420
- [Ost98] M.Ostrick; „Messung des (p,n)-Untergrundes bei Experimenten zur Bestimmung des elektrischen Formfaktors des Neutrons“; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1994)
- [Ott97] E.Otten; „Polarized, Compressed  $^3\text{He}$ -Gas and Its Applications“; *Spectroscopy: Perspectives and Frontiers* (1997)
- [Par03] F.Parpan; „Polarisation von  $^3\text{He}$ “; Diplomarbeit an der Universität Basel (2003)
- [Pas99] I.Passchier et al.; „Charge form factor of the neutron from the reaction  $2\text{He}(e,e'n)p$ “; *Phys.Rev.Let.* 82 25 4988 (1999)
- [Phi62] G.C.Philipps, R.R.Perry, P.M.Windham; „Demonstration of a polarised He3 Target for Nuclear Reaktion“; *Phys.Rev.Lett.* 9,12 (1962)
- [Roh94] D.Rohe; „Optimierung des optischen Pumpprozesses von  $^3\text{He}$  und Kontrolle der Kernpolarisation“; Diplomarbeit an der Universität

- Mainz (1994)
- [Roh98] D.Rohe; "Messung des elektrischen Formfaktors des Neutrons Gen an  $^3\text{He}$  mit dem A1-Elektronenspektrometer"; Dissertation an der Universität Mainz, 1998
- [Roh99] D.Rohe et al.; "Measurement of the neutron electric formfaktor  $G_{e,n}$  at  $0,67(\text{GeV}/c)^2$  via  $^3\text{He}(e,e'n)$ "; Phys.Rev.79 4257 (1999)
- [Ros70] S.D.Rosner, F.M.Pipkin; "Hyperfine Structure of the  $2^3\text{S}_1$  state of  $^3\text{He}$ "; Phys.Rev. A 1 571-586 (1970)
- [Rud01] D.Rudersdorf; "Untersuchungen zur Steigerung der Effizienz des optischen Pumpens von He-2"; Diplomarbeit an der Universität Mainz (2001)
- [Rud04] D.Rudersdorf; laufende Dissertation an der Universität Mainz
- [Saa95] B.Saam, W.Happer, H.Middleton; "Nuclear relaxation of  $^3\text{He}$  in the presence of  $\text{O}_2$ "; Phys.Rev.A10:3(1963)108-110
- [Saa01] B.Saam, R.E.Jacob, S.W.Morgan; "Wall Relaxation of  $^3\text{He}$  in Spin-Exchange Cells"; Phys.Rev.Lett. 87,14 (2001)
- [Sal01] M.Salerno, T.Altas, J.R.Brookeman, E.E.deLange, J.P.Mugler ; " Dynamic Spiral MRI of Pulmonary Gas Flow Using Hyperpolarized  $^3\text{He}$ : Preliminary Studies in Healthy and Diseased Lungs"; Magnetic Resonance in Medicine 46:667-677 (2001)
- [Sch00] W.Schreiber, N.Weiler, H-UKauczor, K.Markstaller, B.Eberle, J.Hast, R.Surkau, T.Grossmann, A.Deninger, G.Harnisch, E.Otten, M.Thelen; "Ultraschnelle MRT der Lungenventilation mittels hochpolarisiertem Helium-3"; Fortschr.Röntgenstr.172:129-133 (2000)
- [Sch65] L.D.Schearer, G.K.Walters; "Nuclear Spin-Lattice Relaxation in the Presence of Magnetic-Field Gradients"; Phys.Rev.139:5A (1965) 1398-1402
- [Sch86] L.D.Schearer, M.Leduc, D.Vivien, A.Lejus, J.Thery; IEEE Journal of Quantum Electronics, Vol QE-22, No5,713 (1986)
- [Sch98] J.Schmiedeskamp; "Weiterentwicklung des Polarisations- und Kompressionskonzeptes für  $^3\text{He}$ "; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1998)
- [Sha00] N.Shah, T.Ümur, H.P.Wegener, H.Halling, K.Zilles, S.Appelt; „Measurement of rubidium and xenon absolute polarization at high temperatures as a mean of improved production of hyperpolarized  $^{129}\text{Xe}$ "; NMR Biomed.; 13: 214-219 (2000)
- [Sta04] T.Stavngaard, L.Vejby Sogaard, J.Mortensen, A.Dirksen, L.G.Hanson, J.Schmiedeskamp, A.Kiil Berthelsen ; "Hyperpolarized  $^3\text{He}$  magnetic resonance imaging and  $^{81\text{m}}\text{Kr}$  single photon emission tomography in COPD."; European Journal of Nuclear Medicine and Molecular Imaging - Manuscript EJNM-04-0302.R1 (2004)
- [Sur91] R.Surkau; „Weiterentwicklung eines LNA-Festkörper laser zum optischen Pumpen von  $^3\text{He}$ "; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1991)
- [Sur95] R.Surkau; Dissertation an der Universität Mainz (1995)
- [Sur97] R.Surkau, J.Becker, M.Ebert, T.Großmann, W.Heil, D.Hofmann, H.Humblot, M.Leduc, E.W.Otten, D.Rohe, K.Siemensmeyer, M.Steiner, F.Tasset, N.Trautmann; „Realisation of a broad band neutron spin filter with compressed, polarized  $^3\text{He}$  gas"; Nucl.Instr.Meth. A 384 (1997) 444-450

- [Sur99] R.Surkau, A.Deninger, J.Bermuth, M.Ebert,T.Großmann,W.Heil, L.Lauer, E.Otten, J.Schmiedeskamp;“ Highly polarized 3-He for lung imaging“; Eur.Radiol.9:B15 (1999)
- [Tim71] R.S.Timsit, J.M.Daniels, A.D. May;”Nuclear Relaxation of <sup>3</sup>He Gas on Various Solid Surfaces“;Canadian J.Phys.49 (1971)560-575
- [Tip96] Paul A. Tipler;“Physik“;SPEKTRUM akademischer Verlag;(1994)
- [VAC90] Richard Boll (V acuum-schmelze);“Weichmagnetische Werkstoffe“, Lehrbuch (1990)
- [VAT] Katalog der Firma VAT (1998)
- [Wil95] E.Wilms; Diplomarbeit an der Universität Mainz (1995)
- [Wil97] E.Wilms, M.Ebert, W.Heil, R.Surkau;“Polarimetry on dense samples of spin-polarized <sup>3</sup>He by magnetostatic detection“; Nuc.Instr.Meth in Physics Research A 401 (1997) 491-498
- [Wil02] J.M.Wild, J.Schmiedeskamp, M.N.J.Paley, F.Filbir, S.Fichele, L.Kasubosky, F.Knitz, N.Woodhouse, A.Swift, W.Heil, G.H.Mills, M.Wolf, P.D.Griffiths, E.W. Otten, Ejr van Beek;“MR Imaging of lungs with hyperpolarized Helium-3 gas transported by air“; Phys.Med.Biol.47 N185-N190 (2002)
- [Wol04] M.Wolf;“ “;Dissertation an der Universität Mainz (2004)
- [Wue98] G.Wübbeler, J.Mackert, F.Armbruster, M.Burghoff, B.-M.Mackert, K.-D.Wolf, J.Ramsbacher, G.Curio, L.Trahms; „SQUID measurements of human nerve and muscle near-dc injury-currents using a mechanical modulation of the source position“; Apl.Supercond., Vol.6, pp. 559-565 (1998)
- [Wut92] M.Wutz, H.Adam, W.Walcher;”Theorie und Praxis der Vakuum-technik“;5.Auflage(1992)
- [Zap04] Zaporozhan J, Ley S, Gast KK, Schmiedeskamp J, Biedermann A, Eberle B, Kauczor HU;“ Functional analysis in single-lung transplant recipients: a comparative study of high-resolution CT, 3He-MRI, and pulmonary function tests.“; Chest 125(1):173-81. (2004)
- [Zim02] O.Zimmer, G.Ehlers, B.Farago, H.Humblot, W.Ketter, R.Scherm; „A precise measurement of the spin-dependent neutron scattering length of <sup>3</sup>He“; EPJdirect A1. 1-28 (2002) (Springer Verlag)
- [Zhu00] H.Zhu; “A Measurement of the Neutron Electric Form Faktor in D(e,e'n)p Quasi-elastic Scattering at  $Q^2 = 0,5$  (GeV/c<sup>2</sup>)“; Dissertation an der Universität Virginia (2000)