



universität
wien

MASTERARBEIT

Titel der Masterarbeit

Kritische Stromdichten in
schmelztexturierten $REBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ -Kristallen

Verfasser

Wolfgang Seeböck, BSc

angestrebter akademischer Grad

Master of Science (MSc)

Wien, 03/2011

Studienkennzahl lt. Studienblatt:

A 066 876

Studienrichtung lt. Studienblatt:

Masterstudium Physik UG2002

Betreuer:

Univ. Prof. Dr. Dr. h.c. H. W. Weber

*To see a world in a grain of sand
and a heaven in a wild flower,
hold infinity in the palm of your hand
and eternity in an hour.*

WILLIAM BLAKE

Danksagung

In erster Linie möchte ich Prof. H. W. Weber für die Themenstellung danken, meinem unmittelbaren Betreuer Michael Eisterer, der ein überdurchschnittliches Maß an Geduld an den Tag legte, sowie Hans Niedermayer und Herbert Hartmann, den für die Heliumverflüssigung zuständigen Männern, ohne die in einem Tieftemperaturlabor gar nichts funktionierte.

Aber auch für wertvollen Gedankenaustausch und ein sehr gutes Arbeitsklima den Kolleginnen und Kollegen Raquel González Arrabal, Anke Köhler, Georg Pühringer, Franz Sauerzopf, Wolfgang Straif, Susi Tönies, Alex „Vossi“ Vostner und Martin Zehetmayer.

Und nicht zuletzt möchte ich mich bei Monika und Reinhold Seeböck für die Korrektur der vorliegenden Arbeit aber auch für die finanzielle Unterstützung während des Studiums bedanken, sowie bei meiner Freundin Natascha, die es bestens verstand, mich in „trägen“ Zeiten stets zu motivieren.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Hundert Jahre Supraleitung	1
1.2	London-Theorie	3
1.3	Ginzburg-Landau-Theorie	4
1.4	Typ-II-Supraleitung	5
1.5	BCS-Theorie	6
1.6	Josephson-Effekte	7
1.7	Hochtemperatursupraleiter	9
1.8	Harte Supraleiter	10
1.9	Ziel der vorliegenden Arbeit	11
2	Die Proben	13
2.1	Kristallstruktur von YBCO	13
2.2	Herstellungsverfahren	16
2.2.1	Schmelztexturierung	16
2.2.2	NEG-Proben	18
3	Neutronenbestrahlung	23
3.1	Der TRIGA-Mark-II Reaktor	23
3.2	Strahlungsinduzierte Defekte	24
4	Messmethode	27
4.1	Wechselfeldmessungen	27
4.1.1	Allgemeines zu Suszeptibilitätsmessungen	27
4.1.2	Harte Supraleiter im Magnetfeld: Bean-Modell	28
4.1.3	Wechselfeldmessungen an harten Supraleitern	30
4.2	Experimenteller Aufbau	35
4.2.1	Kryostat und 17-T-Magnet	35

4.2.2	Sendespule, Probenstab und Pick-Up-System	36
4.3	Experimentelle Durchführung	38
4.3.1	Bestimmung der Irreversibilitätslinie	38
4.3.2	Bestimmung der Sprungtemperatur	40
4.3.3	Bestimmung der kritischen Stromdichte	41
5	Ergebnisse	43
5.1	Probenparameter und T_c	43
5.2	Irreversibilitätslinien	44
5.3	Kritische Stromdichten	46
6	Zusammenfassung	57
	Literaturverzeichnis	59
	Abbildungsverzeichnis	63
	Lebenslauf	65

1 Einleitung

1.1 Hundert Jahre Supraleitung

Die Anfangsjahre des letzten Jahrhunderts waren nicht nur durch die Erschaffung der beiden großen Gedankengebäude der Physik, die Relativitäts- und Quantentheorie geprägt, sondern es wurden auch bedeutende technische Fortschritte in der Erzeugung sehr tiefer Temperaturen erzielt und damit das neue Gebiet der Tieftemperaturphysik erschlossen. Im Jahre 1908 war Heike Kammerlingh Onnes der Erste, dem es gelang, Helium, als das letzte von den bis dahin noch nicht verflüssigten Edelgasen, unter seine Siedetemperatur von annähernd 4,2 K abzukühlen. Drei Jahre später war es wieder Onnes, der bei Untersuchungen zum Verhalten des elektrischen Widerstandes von Metallen bei tiefen Temperaturen das Phänomen der Supraleitung entdeckte [1, 2]: Abb. 1.1 zeigt das abrupte Verschwinden des elektrischen Widerstandes¹ von Quecksilber innerhalb weniger Hundertstel der Temperaturskala ab einer Temperatur von ca. 4,22 K und markiert gleichsam den Anfang des bis heute hochaktuellen Forschungsgebietes der Tieftemperaturphysik. Beobachtete Onnes 1911 noch einen Abfall des Widerstandes um etwa 4 Zehnerpotenzen, weiß man heute, dass der elektrische Widerstand im supraleitenden Zustand um mindestens 14 Größenordnungen kleiner ist als im normalleitenden Zustand. In der Praxis kann man daher einen Supraleiter tatsächlich als *idealen Leiter* bezeich-

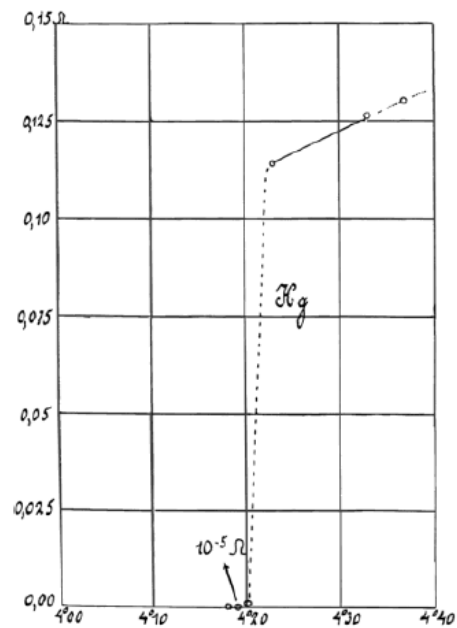


Abb. 1.1: Einsetzen der Supraleitung.
Aus der Originalarbeit von
H. K. Onnes von 1911 [1].

¹ Hier, wie im Folgenden, ist immer der elektrische Widerstand für Gleichstrom gemeint.

nen.² Nicht nur reines Quecksilber, sondern auch eine Vielzahl anderer Elemente sowie Legierungen stellten sich als supraleitend heraus, sofern diese nur unter die für das jeweilige Material charakteristische Temperatur T_c , auch kritische Temperatur, Übergangs- oder Sprungtemperatur genannt, abgekühlt werden.

Dass es sich bei diesem Phänomen um einen gänzlich neuen thermodynamischen Zustand von Materie handelt, wurde erst 1933 erkannt [3]. Man stellte folgendes fest: Bringt man einen Supraleiter bei einer Temperatur über T_c in ein äußeres Magnetfeld, wird dieser zunächst vom magnetischen Fluss vollständig durchsetzt. Kühlt man ihn danach unter seine Sprungtemperatur ab, sollte gemäß den Gesetzen der Elektrodynamik der Fluss im Inneren weiterhin bestehen. Trotz allem beobachtete man eine, bis auf eine dünne Oberflächenschicht, vollständige Verdrängung des Flusses aus der Probe (*Meissner-Ochsenfeld-Effekt*), was ausschließlich mit den Gesetzen der Elektrodynamik, angewandt auf ideale Leiter, nicht erklärbar ist.³ Diese bemerkenswerte Eigenschaft bedeutete daher nicht nur, dass ein Supraleiter sowohl ein idealer Leiter ($R = 0$) als auch ein *idealer Diamagnet* ($\chi = -1$) ist, sondern dass man das Phänomen von nun an auch im allgemeinen Rahmen der Thermodynamik behandeln konnte. Der Zustand der Supraleitung stellt somit eine eigenständige und wohldefinierte Phase dar, die eindeutig durch die Angabe der Zustandsvariablen wie Temperatur, Druck, Magnetfeld, etc. bestimmt ist.

Die beiden zuletzt genannten Eigenschaften weisen jedoch eine entscheidende Begrenzung auf. Schon Onnes stellte einerseits fest, dass ein widerstandsloser Stromtransport nur bis zu einem bestimmten Maximalwert, nämlich der kritischen Stromdichte J_c , im Supraleiter aufrechterhalten werden kann. Überschreitet die Stromdichte diesen vom Material abhängigen Wert, bricht die Supraleitung zusammen und die Probe weist wieder einen endlichen elektrischen Widerstand auf – sie wird normalleitend. Andererseits erzeugt auch ein von außen auf den Supraleiter wirkendes Magnetfeld einen Strom an der Oberfläche, welcher genau das äußere Magnetfeld kompensiert (*Abschirmströme*) und so den Supraleiter im Inneren feldfrei hält (vergl. Meissner-Ochsenfeld-Effekt). Die Annahme von Silsbee war nun, dass bei einer Er-

² Dies wurde bereits durch viele Experimente eindrucksvoll bestätigt: Beispielsweise zeigt ein in einem ringförmigen Supraleiter induzierter Strom über Jahre(!) hinweg keine Änderung.

³ Die Verdrängung im umgekehrten Fall, nämlich zuerst ohne äußeres Feld unter T_c abzukühlen und erst dann ein Magnetfeld anzulegen, kann auch ohne Supraleitung erklärt werden: Hier werden gemäß Induktionsgesetz einfach Ströme induziert, welche dem äußeren Feld entgegenwirken und so den Supraleiter im Inneren feldfrei halten.

höhung des Magnetfeldes auch die Abschirmströme größer werden. Da umgekehrt jedem Strom elektrodynamisch auch ein Magnetfeld entspricht, existiert ebenfalls ein spezieller Wert des Magnetfeldes, B_c , bei dem die Abschirmströme gleich der kritischen Stromdichte J_c sind und daher bei Überschreitung von B_c die Supraleitung zusammenbricht (*Silsbee-Hypothese*).

Sofern sich die Abschirmschicht zur Gänze ausbilden kann, d.h. bei nicht zu dünnen Proben, sind auf diese Weise B_c und J_c eng miteinander verknüpft. Es spielt auch keine Rolle, ob die kritische Stromdichte nur durch Abschirmströme oder gegebenenfalls auch durch zusätzlich überlagerte Transportströme verursacht wird. Kritisches Magnetfeld und Stromdichte weisen zudem eine Temperaturabhängigkeit auf, wobei z.B. das Magnetfeld über die empirisch gefundene, quadratische Abhängigkeit $B_c(T) = B_c(0)[1 - (T/T_c)^2]$ sehr gut approximiert werden kann.

1.2 London-Theorie

Die erwähnten typischen Eigenschaften eines Supraleiters, idealer Leiter und idealer Diamagnet, konnten schließlich 1935 mit den, wenn auch nur phänomenologisch begründeten London-Gleichungen beschrieben werden [4]. Der Forderung eines widerstandslosen Stromflusses *ohne* Anwesenheit eines elektrischen Feldes genügt dabei die 1. London-Gleichung

$$\mathbf{E} = \mu_0 \lambda_L^2 \frac{\partial}{\partial t} \mathbf{j}_s, \quad \lambda_L^2 = \frac{m}{\mu_0 q^2 n_s}. \quad (1.1)$$

Hier ist $\mathbf{j}_s$ die Suprastromdichte und m , q , n_s stellen die Masse, Ladung und Teilchendichte des Suprastromes dar. Die Verdrängung eines Magnetfeldes aus dem Supraleiter wird durch die 2. Londonsche Gleichung

$$\mathbf{B} = -\mu_0 \lambda_L^2 \nabla \times \mathbf{j}_s \quad (1.2)$$

beschrieben. Aus (1.2) lässt sich unter anderem der Parameter λ_L , die Londonsche Eindringtiefe, ableiten, welche ein exponentielles Abklingen des Magnetfeldes im Supraleiter beschreibt bzw. angibt, auf welcher Längenskala sich die magnetische Flussdichte in einer supraleitenden Probe ändert. Die oben erwähnten Abschirmströme fließen demnach nur in einer dünnen Schicht der Breite λ_L . Auch wenn die Eindringtiefe qualitativ das Verhalten eines Supraleiters im Magnetfeld korrekt wiedergibt, wurde sie doch aufgrund allgemeiner Überlegungen aus den Londongleichungen abgeleitet und wich im einzelnen von den tatsächlich gemessenen Werten stark ab.

Weiters konnte die Londonsche Theorie andere wichtige Eigenschaften nicht erklären: Befindet sich eine supraleitende Probe im Magnetfeld, wird dieses aus dem Supraleiter verdrängt und nimmt entsprechend der Feldverzerrung, ausgedrückt durch den Entmagnetisierungsfaktor D für die jeweilige Probengeometrie, einen höheren Wert an der Oberfläche an. Diese Feldverstärkung macht es möglich, Werte des äußeren Feldes $\mu_0 H$ im Intervall $(1-D)H_c < H < H_c$ vorzugeben, für welche die Probe weder voll supraleitend noch voll normalleitend sein kann. Es bilden sich vielmehr normal- und supraleitende Bereiche nebeneinander aus, der sogenannte *Zwischenzustand*, die durch Phasengrenzflächen von einander getrennt sind. Für die Ausbildung der Phasengrenzen und die damit verbundenen (positiven) Energien konnte die London-Theorie keine richtigen Voraussagen machen. Weitere Eigenschaften wie das kritische Magnetfeld dünner supraleitender Schichten oder die maximale kritische Stromdichte konnten mit ihr ebenfalls nicht erklärt werden.

1.3 Ginzburg-Landau-Theorie

Ein weiterer wichtiger Impuls mit neuen Erkenntnissen über die Mechanismen der Supraleitung kam mit der 1950 publizierte *Ginzburg-Landau-Theorie* (GL-Theorie, damals von den Autoren als Ψ -Theorie bezeichnet). Auch sie war noch eine phänomenologische Theorie, basierend auf einer von Landau zuvor entwickelten Theorie der Phasenübergänge, angewandt auf den Phasenübergang bei T_c von Normalleitung $\leftrightarrow$ Supraleitung. Die Idee dabei war, einen Ordnungsparameter Ψ einzuführen, der die lokale Dichte der supraströmtragenden Teilchen als makroskopische Wellenfunktion darstellt und vom Wert $|\Psi| = 0$ bei $T = T_c$ bis zu $|\Psi| = \Psi_{max}$ bei $T = 0$ K stetig variieren kann.⁴ Die im Falle eines Supraleiters thermodynamisch relevante freie Enthalpie wird dann nach Potenzen von $|\Psi|^2$ um T_c herum entwickelt und unter Variation von Ψ und dem Vektorpotential $\mathbf{A}$ minimiert. Dies führt zu den beiden berühmten GL-Gleichungen, die eine entscheidende Weiterentwicklung der Londonschen Theorie darstellen. Aus ihnen lässt sich der dimensionslose Parameter $\kappa = \lambda/\xi_{GL}$ ableiten, wobei die Größe ξ_{GL} die GL-Kohärenzlänge ist, eine weitere fundamentale Längeneinheit, die angibt, über welche kleinste Länge die Dichte der Ladungsträger variieren kann.

⁴ Das war bereits ein wichtiger Schritt, da in der London-Theorie die Ladungsträgerdichte als konstant angenommen wird.

Die Untersuchungen beschränkten sich zu dieser Zeit auf reine Materialien, für die $\kappa < \kappa_c = 1/\sqrt{2}$ gilt (entsprechend einer positiven Grenzflächenenergie zwischen normal- und supraleitenden Bereichen). Die meisten Legierungen zeigten jedoch ein gänzlich anderes und scheinbar unphysikalisches Verhalten, welches daher zunächst nicht Gegenstand weiterer Experimente war. Erwähnenswert ist zudem, dass weder in der London-Theorie noch in der GL-Theorie Klarheit darüber bestand, welcher genaue Wert der Größe der elektrischen Ladung q in den Gleichungen zuzuordnen war. Erst später stellte sich heraus, dass dessen Größe genau dem doppelten der Elementarladung e entsprach, also $|q| = 2e$, wobei das Vorzeichen negativ oder positiv sein kann, entsprechend einer Elektronen- oder Löcherleitung.

1.4 Typ-II-Supraleitung

Die damaligen experimentellen Befunde zur Supraleitung galten als gesichert und hinreichend verstanden, so etwa die Reaktion eines Supraleiters auf ein externes Magnetfeld, welches schrittweise erhöht wird: Bis zum Wert $H = H_c$ feldfrei (Meissner-Phase), für $H > H_c$ normalleitend und vollständig von magnetischem Fluss durchsetzt – heute nennt man Materialien, die dieses Verhalten zeigen, Typ-I-Supraleiter.

Abrikosov konnte nun bereits 1953 aus den GL-Gleichungen die Existenz eines neuen Typs vorhersagen, der sich im Magnetfeld auf ganz andere Weise verhält. Bringt man diesen im supraleitenden Zustand in ein äußeres Magnetfeld und erhöht dieses stetig, beginnend mit kleinen Werten, befindet sich der Supraleiter zunächst in der Meissner-Phase, d.h. die Probe ist bis auf eine Oberflächenschicht frei von magnetischem Fluss. Ab einem unteren kritischen Feldwert H_{c1} beginnt jedoch magnetischer Fluss in Form von diskreten Flusslinien (*vortex lines*) in die Probe einzudringen, wobei jede einzelne Flusslinie einen magnetischen Fluss von exakt $\Phi_0 = h/2e = 2,07 \times 10^{-15} \text{ Tm}^2$ trägt, d.h. genau ein elementares *Flussquant*. In Bereichen des Supraleiters ohne jegliche Kristallfehler sind die Flusslinien parallel zum Außenfeld ausgerichtet und ordnen sich periodisch in Form eines Dreieckgitters an (*vortex lattice*). Jede Flusslinie besteht daher aus einem normalleitenden Kern – wo Ψ gegen 0 geht – um den Suprastöme zirkulieren. Es wechseln sich daher normal- und supraleitende Bereiche periodisch ab, die Probe befindet sich im sogenannten *Mischzustand*⁵ (*Shubnikov-Phase*). Bei weiterer Erhöhung des Magnetfeldes wächst

⁵ Nicht zu verwechseln mit dem Zwischenzustand bei Typ-I-Supraleitern, der ja ein reiner Geometrie-

die Anzahl der Flusslinien sukzessive an, ihr Abstand zueinander wird gleichzeitig kleiner, bis ein oberes kritisches Feld H_{c2} erreicht und der gesamte Supraleiter normalleitend wird. Das Magnetfeld, welches dann die Probe vollständig durchsetzt, stellt kein ganzzahliges Vielfaches des Flussquantums Φ_0 dar, sondern nimmt den von außen vorgegebenen Wert an. Materialien, die diesen Mischzustand aufweisen, nennt man seit damals Supraleiter 2. Art oder Typ-II-Supraleiter. Das Kriterium, ob ein Supraleiter zum Typ-I oder Typ-II gehört, bestimmt der GL-Parameter κ . Gilt $\kappa > 1/\sqrt{2}$, handelt es sich um Typ-II, für $\kappa < 1/\sqrt{2}$, um einen Supraleiter vom Typ-I. Damit konnten auch die oben erwähnten Mängel der London-Theorie, wie etwa die Wandenergie der Phasengrenzen im Mischzustand, erklärt werden.

Man kann allgemein zeigen, dass bei einem mehrfach zusammenhängenden Supraleiter (auch vom Typ-I), für den Fluss Φ durch eine beliebig geschlossene Kurve $\mathcal{C}$, sofern diese einen normalleitenden Bereich einschließt, immer

$$\mu_0 \lambda_L^2 \oint_{\mathcal{C}} \mathbf{j}_s \cdot d\mathbf{r} + \Phi = n \frac{h}{2e} \quad (1.3)$$

gelten muss, was wiederum auf eine makroskopische Phasenkohärenz der Wellenfunktion hinweist [5]. Der Nachweis von quantisiertem Fluss innerhalb eines supraleitenden Hohlzylinders gelang erstmals 1961 und bestätigte somit auch die Vermutungen, dass die Ladung der supraströmtragenden Teilchen $2e$ anstelle von e sein müsste [6].

1.5 BCS-Theorie

Auch wenn seit der Entdeckung der Supraleitung noch viele weitere Metallverbindungen mit immer höheren Sprungtemperaturen gefunden wurden, lag eine befriedigende theoretische Erklärung, d.h. insbesondere eine mikroskopische, speziell auf den Gesetzen der Quantenmechanik begründete, noch nicht vor. Ein erster wichtiger Impuls in diese Richtung fand im Jahr 1950 statt, als man eine Verbindung zwischen den Gitterschwingungen und der Übergangstemperatur herstellen konnte. Beim sogenannten *Isotopeneffekt* zeigt T_c eine Abhängigkeit von der Atom- bzw. Kernmasse M , was auf eine Wechselwirkung zwischen Elektronen und Phononen hinwies [7, 8].⁶ Kurze Zeit danach zeigte Fröhlich, dass die Übergangstemperatur von der Isotopenmasse reziprok abhängen sollte [9], $T_c \propto M^{-\alpha}$, wobei für viele Supraleiter der theoretisch

Effekt ist und wo auch keine Flussquantisierung auftritt!

⁶ Die ersten Experimente zeigten noch eine lineare Abhängigkeit von der Form $T_c \propto -M$.

berechnete Wert $\alpha = 0,5$ tatsächlich nachgewiesen werden konnte. Aufbauend auf diesen Erkenntnissen wurde schließlich 1957 von Bardeen, Cooper und Schrieffer mit der *BCS-Theorie* eine einstweilig sehr tragfähige und durch Experimente sehr gut bestätigte Theorie vorgelegt [10].

Die Hauptaussage der BCS-Theorie ist, dass sich die Leitungselektronen in der Nähe der Fermikante aufgrund einer Austauschwechselwirkung mittels virtueller Phononen des Kristallgitters zu sogenannten *Cooperpaaren* mit entgegengesetzten Spins und Impulsen zusammenschließen und so einen großen Teil ihrer elektrostatischen Abstoßung überwinden können. Um die Fermikante (mit Energien von typischerweise einigen eV) entsteht dadurch ein für Elektronen verbotener Energiebereich $\pm\Delta(T)$ in der Größenordnung von wenigen meV, sodass eine Anregung über diese Energielücke hinaus nur für Energien größer als 2Δ möglich ist. Vereinfacht gesagt ist 2Δ also die Energie, die einem Cooperpaar zugeführt werden muss, um es aufzubrechen. Es sind daher diese Paare, die den supraleitenden Strom tragen und nicht bloß einzelne Elektronen. Die BCS-Theorie lieferte auch einen für die experimentelle Bestätigung der Theorie sehr wichtigen Zusammenhang zwischen der Energielücke bei $T = 0$ und T_c in Form von $2\Delta(T = 0) = 3,53 k_B T_c$.

Die mittlere Entfernung, über die diese anziehende Wechselwirkung besteht, nennt man die *BCS-Kohärenzlänge* ξ_0 , die man auch als „mittlere räumliche Ausdehnung“ eines Cooperpaares auffassen kann. Ein interessanter Aspekt ist nun, dass ξ_0 so groß ist, sodass sich innerhalb dieser Länge viele weitere Cooperpaare überlappen, in einem reinen Supraleiter in der Größenordnung von $10^3 - 10^5$. Da die Paare einen ganzzahligen Spin in Einheiten von $\hbar$ aufweisen und somit quantenstatistisch als Bosonen behandelt werden können, befinden sich praktisch alle im selben Quantenzustand und dies über die gesamte Ausdehnung des Supraleiters hinweg, sodass man in diesem Sinne von *einem* makroskopischen Quantenzustand sprechen kann. Beschrieben wird dieser durch eine Wellenfunktion mit wohldefinierter Phase, ähnlich einem Bose-Einstein-Kondensat.

1.6 Josephsoneffekte

Die starre Phasenkorrelation im Supraleiter ist nicht nur für die Flussquantisierung verantwortlich, sondern bedingt auch ein weiteres bemerkenswertes Phänomen, das erstmals 1962 von Josephson vorhergesagt wurde [11]: Wenn zwei Supraleiter nur

durch eine sehr dünne (wenige nm) Schicht nicht supraleitenden Materials voneinander getrennt sind, so können aufgrund des quantenmechanischen Tunneleffekts auch Cooperpaare die Barriere überwinden. Wegen der Phasenkohärenz der Wellenfunktion in jedem der beiden Supraleiter kommt es zu einer Interferenz von makroskopischen Supraströmen. Werden durch eine äußere Stromquelle Elektronen nachgeliefert, fließt ein Nettostrom über die Barriere und ist im Fall von zwei gleichartigen Supraleitern mit der jeweiligen Phase ϕ_1 bzw. ϕ_2 durch

$$I_{dc} = I_c \sin(\phi_2 - \phi_1) \quad (1.4)$$

gegeben. Glg. (1.4) beschreibt den sogenannten Josephson-Gleichstrom I_{dc} , der abhängig von der festen Phasendifferenz einen Wert zwischen $-I_c$ und $+I_c$ annimmt. An der Kontaktstelle fällt dabei solange keine Spannung ab, bis der kritische Strom I_c überschritten wird. Wenn dies geschieht, wird ein Teil der Cooperpaare aufgebrochen, es fließt neben dem Suprastrom ein Einzelelektronen-Tunnelstrom und am Tunnelkontakt fällt eine Spannung U ab. Obige Phasendifferenz ändert sich dann gemäß

$$\frac{\partial}{\partial t}(\phi_2 - \phi_1) = \frac{2\pi}{\Phi_0} U. \quad (1.5)$$

Glg. (1.5) beschreibt den Josephson-Wechselstrom mit der Frequenz $f = U/\Phi_0$ bzw. gerundet ≈ 484 GHz pro mV anliegender Spannung. Beide Effekte wurden schon kurze Zeit später experimentell nachgewiesen [12, 13, 14].

Die Tunnelströme an solchen Josephsonkontakten zeigen zudem eine Magnetfeldabhängigkeit, die wiederum mit dem elementaren Flussquantum in Beziehung steht. So zeigt beispielsweise der maximale Josephson-Gleichstrom, aufgetragen gegen das Magnetfeld, immer dann ein Minimum, wenn der magnetische Fluss durch den Tunnelkontakt ein ganzzahliges Vielfaches von Φ_0 beträgt [15]. Diese und viele weitere Eigenschaften von Josephsonkontakten führten in der Folge zu erstaunlichen messtechnischen Entwicklungen, unter anderem zu SQUIDs⁷ sowie einem neuen Spannungsstandard [16].⁸

⁷ SQUIDs (**S**uperconducting **Q**Uantum **I**nterference **D**eVICES) als Basis für hochempfindliche Magnetfeldsensoren sind heute aus vielen Labors nicht mehr wegzudenken. Mit ihnen lassen sich noch magnetische Feldänderungen bis zu 10^{-15} T detektieren.

⁸ Seit 1990 ist das Inverse von Φ_0 als Josephson-Konstante $K_{J-90} = 483,5979$ GHz/mV exakt definiert. Dadurch wird die Spannungsmessung auf eine viel genauer durchführbare Frequenz- bzw. Zeitmessung zurückgeführt.

1.7 Hochtemperatursupraleiter

Die einstige, schon in der Anfangsphase der Entdeckungen aufkeimende Begeisterung hinsichtlich spektakulärer technischer Anwendungen flaute aber zunehmend ab, als klar wurde, dass die Sprungtemperaturen trotz der erzielten theoretischen Fortschritte immer noch auf dem untersten Teil der Temperaturskala angesiedelt waren. Eine wirtschaftlich effiziente Nutzung war nicht zuletzt auch durch den immensen Kühlaufwand mittels flüssigen Heliums in weite Ferne gerückt, denn aus theoretischer Sicht hielt man eine wesentliche Erhöhung von T_c über 30 K für nicht möglich.⁹

Das änderte sich jedoch mit einem Schlag, als im Jahre 1986 Bednorz und Müller mit einer neuen Klasse von Materialien, sogenannte *oxidische Kuprate*, d.h. Keramiken mit einer Perowskit-Struktur und einer extremen Anisotropie im Kristallaufbau, Sprungtemperaturen von etwa 30 K erreichten [18]. Damit war der Startschuss für die weltweite Suche nach den neuen Hochtemperatursupraleitern gefallen. Obwohl bis heute keine abgeschlossene Theorie für die neuen Materialien existiert, was speziell auch den Mechanismus der Cooperpaarung selbst betrifft,¹⁰ konnte gleichsam durch Versuch und Irrtum innerhalb weniger Monate eine Vielzahl neuer Keramiken auf experimentellem Wege gefunden werden. Die davon technisch relevanten haben heute Sprungtemperaturen ab ca. 90 K aufwärts, unter ihnen die wohl am besten untersuchte Verbindung $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, die unter anderem auch Gegenstand dieser Arbeit ist. Mit dem bis heute bestehenden Rekordwert von fast 135 K unter Normaldruck, gefunden bei einer Quecksilberverbindung [20], endete vorläufig die Überbietung der Sprungtemperaturen zu noch höheren Werten.¹¹

Trotz der für die Praxis sehr reizvollen hohen Sprungtemperaturen (gleichbedeutend einem, sowohl in technischer als auch finanzieller Hinsicht, relativ geringen Kühlaufwand mittels flüssigen Stickstoffs) haben für konkrete Anwendungen die kritische Stromdichte J_c sowie die mechanische Beschaffenheit allerdings ebenso viel Relevanz

⁹ Anfang 2001 wurde jedoch zur Überraschung vieler die erstaunlich einfache Verbindung MgB_2 mit einem für konventionelle Supraleiter sehr hohen T_c von 39 K entdeckt [17].

¹⁰ Einen neuen Impuls erhofft sich die Theorie von einer seit 2008 bekannten, zweiten Art von Hochtemperatursupraleitern, die verblüffenderweise das ferromagnetische Übergangsmetall Eisen enthalten [19]. Bei diesen sogenannten *Pniktiden* konnten mittlerweile schon T_c -Werte von über 50 K erreicht werden.

¹¹ Supraleitung beschränkt sich nicht nur auf die erwähnten Metalle und Keramiken. Neben den schon länger bekannten supraleitenden Fulleren-Verbindungen, wie z.B. $\text{Cs}_x\text{Rb}_{3-x}\text{C}_{60}$, wurde auch bei organischen Substanzen bereits Supraleitung nachgewiesen.

wie hohe T_c -Werte. Die supraleitenden Keramiken sind wegen ihrer Schichtstruktur äußerst spröde und daher im Gegensatz zu Metallen viel schwieriger zu bearbeiten ohne dabei die günstigen Eigenschaften der Supraleitung zu zerstören, weshalb man diese Schwierigkeiten durch immer ausgeklügeltere Verfahren bereits in der Herstellungsphase zu umgehen versucht.¹² Kritische Magnetfelder und Stromdichten stellen einen limitierenden Faktor dar, wenn es z.B. um den Bau von Hochfeld-Magneten für die Forschung oder die Herstellung von Stromkabeln im Bereich der Energietechnik geht. Aber gerade Anwendungen aus diesen Bereichen haben nach derzeitiger Einschätzung das größte Potential für eine Marktreife bzw. wurden bereits teilweise realisiert [21].

1.8 Harte Supraleiter

Möglichst hohe Stromdichten zu erreichen und die physikalischen Ursachen dahinter zu verstehen ist daher immer noch ein erklärtes Ziel der angewandten Forschung als auch der Grundlagenforschung auf diesem Gebiet. Hierbei hat sich herausgestellt, dass Defekte verschiedener Art im Kristallgitter des Supraleiters einen wichtigen Mechanismus zur Erhöhung der kritischen Stromdichte darstellen. Wie bereits erwähnt, dringt bei Typ-II-Supraleitern ab einer Stärke H_{c1} eines von außen einwirkenden Magnetfeldes magnetischer Fluss in Form von diskreten Flusslinien in den Supraleiter ein. Das Anlegen eines Transportstromes bewirkt aber aufgrund der Wechselwirkung mit dem Magnetfeld eine Bewegung der Flusslinien, wodurch soviel Energie dissipiert wird, dass ein widerstandsloses Fließen des Stromes nicht mehr gegeben ist. Jede Inhomogenität des Materials, die weniger günstig für die Bildung von Cooperpaaren ist, d.h. daher auch künstlich erzeugte Defektstrukturen im Kristallgitter des Supraleiters, kann jedoch als Verankerungszentrum für die Flusslinien dienen. Denn ein im Kern normalleitender Flussschlauch wird sich bevorzugt an jenen Stellen aufhalten, wo die Cooperpaardichte ohnehin bereits Null ist und auf diese Weise die Energie zur Trennung eines Paares (was betragsmäßig gleich der Kondensationsenergie ist) einsparen. Diese Haftstellen (*pinning centers*) behindern somit die Bewegung und führen so zu einer signifikanten Erhöhung von J_c . Die praktisch erreichbare Stromdichte in

¹² Deutliche Fortschritte wurden in den letzten Jahren bei der Herstellung supraleitender Filme erzielt, da man bereits bestehende Verfahren aus der Dünnschichttechnik, wie sie z.B. in der Chipproduktion eingesetzt werden, an die spezifischen Anforderungen zur Abscheidung komplexer keramischer Filme adaptieren und weiterentwickeln konnte.

diesen sogenannten harten Supraleitern ist daher eng an die Pinningmechanismen geknüpft. Doch gerade bei den Hochtemperatursupraleitern ist man mit einem inhärenten Problem konfrontiert, da mit steigender Temperatur die Verankerungspotentiale für die Flusslinien zunehmend ineffektiver werden. Andererseits führen zu viele Defekte im Kristallgitter zu einer deutlichen Verschlechterung der Supraleitung.

1.9 Ziel der vorliegenden Arbeit

Die Erzeugung solcher Defektstrukturen kann einerseits schon im Zuge verschiedener Herstellungsverfahren erfolgen (Kapitel 2), aber auch nachträglich durch Bestrahlung mit Teilchen bestimmter Masse und Energie induziert werden (Kapitel 3). Damit ist man in der Lage, gezielt die Größe und Verteilung der Defekte zu variieren, um so systematisch deren Einfluss auf den Mechanismus des Stromtransportes bzw. der Supraleitung im Allgemeinen zu studieren. Dies ist auch das Thema der vorliegenden Arbeit. Einige in dieser Arbeit untersuchten Proben enthielten schon durch den Herstellungsprozess bedingt Fremdphasen und wurden außerdem zusätzlicher Neutronenbestrahlung am Forschungsreaktor des Atom Instituts ausgesetzt. Als Methode zur Charakterisierung der Proben wurden magnetische Suszeptibilitätsmessungen gewählt (Kapitel 4), mit denen kritische Stromdichten, Irreversibilitätslinien und Übergangstemperaturen bestimmt wurden. Ziel war es, den Einfluss verschiedener Defektarten auf die supraleitenden Eigenschaften der Proben zu untersuchen und daraus qualitative Schlüsse über die zugrunde liegenden Mechanismen zu ziehen (Kapitel 5).

2 Die Proben

Hochtemperatursupraleiter zeichnen sich im Vergleich zu konventionellen Supraleitern durch eine Reihe unterschiedlicher Eigenschaften aus, die größtenteils auf den gänzlich andersartigen Kristallaufbau zurückzuführen sind. Deswegen folgt zunächst stellvertretend für die Gruppe der keramischen Supraleiter eine Diskussion der Kristallstruktur von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (im Folgenden YBCO oder Y-123), sowie des mittlerweile zur Routine gewordenen Standardverfahrens zur Herstellung von schmelztexturierten, massiven Proben (*bulk superconductors*). Darüberhinaus sollen konkret auch die in dieser Arbeit verwendeten Modifikationen von YBCO, die sog. NEG-Proben, beschrieben werden.

2.1 Kristallstruktur von YBCO

Von den supraleitenden Kupraten besitzt YBCO eine der einfachsten Strukturen, wobei diese große Ähnlichkeit zur Kristallstruktur des Perowskit (CaTiO_3) aufweist. Perowskite sind Keramiken mit der allgemeinen Form ABX_3 , bei denen sich Schichten aus BX_2 mit AX so abwechseln, dass jeweils ein B-Atom von sechs X-Atomen oktaedrisch umgeben ist. In Abb. 2.1 kann man links erkennen, dass die Einheitszelle (EZ) von YBCO im Wesentlichen aus einer dreifach übereinander gestapelten Perowskitzelle besteht, mit dem Unterschied, dass der A-Platz alternierend von Yttrium und Barium eingenommen wird und in der Ebene von Y keine Sauerstoffatome liegen. Damit ergibt sich entlang der kristallographischen c -Achse die periodische Abfolge $\{\text{CuO}_2, \text{BaO}, \text{CuO}_2, \text{Y}, \text{CuO}_2, \text{BaO} \dots\}$. Eine ideale Perowskit-Stapelung hätte daher neun (wegen Y anstelle von Yttriumoxid nur acht) Sauerstoffatome, tatsächlich variiert der O-Gehalt pro EZ aber nur zwischen 6 und 7 – in der stöchiometrischen Schreibweise $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ mit $0 \leq \delta \leq 1$ – da die äußersten CuO_2 -Ebenen nur teilweise mit Sauerstoff besetzt sind, was im Folgenden erläutert wird.

Ein wichtiges Charakteristikum aller keramischen Hochtemperatursupraleiter ist die Existenz von zwei oder mehreren benachbarten CuO_2 -Ebenen parallel zur kris-

tallographischen ab -Ebene (in Abb. 2.1 die Ebenen, in denen die Basen der Tetraeder liegen). Im Falle von YBCO sind es zwei Ebenen, die innerhalb der EZ einen Abstand von ca. 0,3 nm aufweisen und durch ein Y-Atom getrennt sind. Darüber hinaus befinden sich bei YBCO, angrenzend an die BaO-Ebenen, CuO-Ketten entlang der b -Achse. Die Stöchiometrie des Sauerstoffs in den Ketten führt zur Unterscheidung zweier Phasen von Y-123: Die nicht supraleitende, unterhalb der Néel-Temperatur von ca. 300–500 °C antiferromagnetische tetragonale Phase, bei der CuO-Ketten weder in a - noch in b -Richtung existieren, also nur schwach mit O besetzt sind ($\delta \approx 1$), sowie die supraleitende orthorhombische, wo im Extremfall von $\delta = 0$ (d.h. maximaler Sauerstoffgehalt) nur noch vollbesetzte Ketten in b -Richtung auftreten, die O-Plätze in a -Richtung hingegen unbesetzt bleiben (Abb 2.1 rechts).

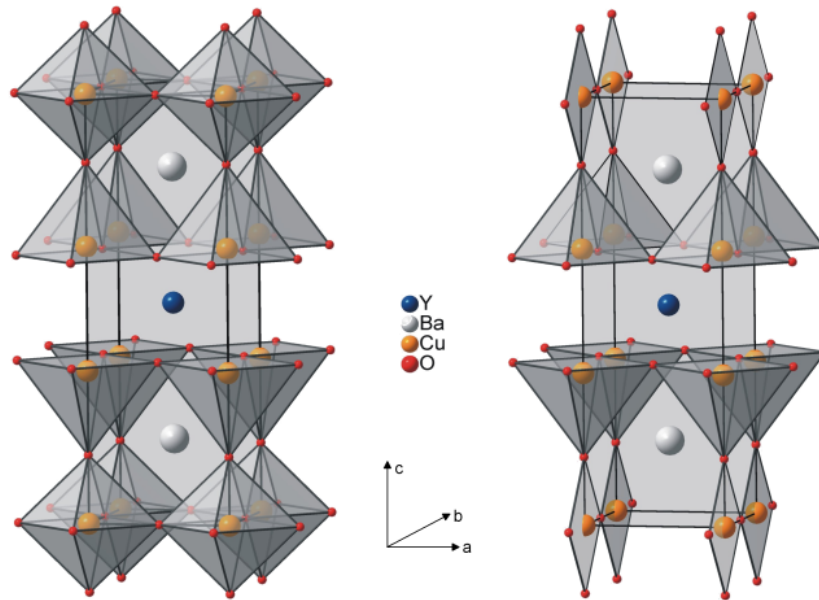


Abb. 2.1: Links: Veranschaulichung der Perowskitstruktur einer hypothetischen EZ von YBCO mit 8 Sauerstoffatomen. Rechts: tatsächlich auftretende orthorhombische, supraleitende Phase mit $\delta = 0$. Die Einheitszelle ist jeweils hellgrau hinterlegt (nach [22]).

Der Übergang von der tetragonalen Struktur in die orthorhombische verläuft praktisch unter konstantem Volumen der EZ. Abb. 2.2 zeigt die Änderung der Gitterparameter bei variierender Sauerstoffdotierung. Während die Ausdehnung in c -Richtung kontinuierlich kleiner wird, wächst ab $\delta \approx 0,65$ die b -Achse durch den sukzessiven Einbau von Sauerstoff bei gleichzeitigem Schrumpfen der a -Achse durch das Fehlen der O-Atome. Die Änderung der Gitterparameter ($< 2\%$) ist energetisch betrachtet

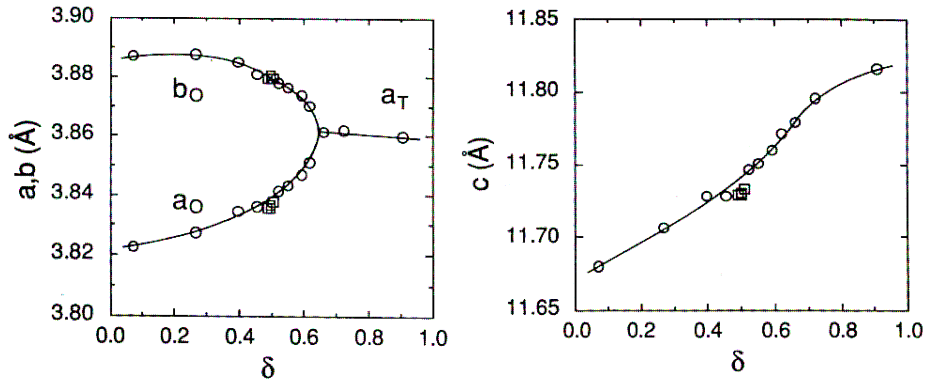


Abb. 2.2: Änderung der Gitterparameter a_O , b_O (orthorhombisch) bzw. a_T (tetragonal) und c bei variierendem Sauerstoffgehalt [23].

sehr klein und begünstigt unter anderem während des Kristallwachstums die Bildung von Zwillingsgrenzen (Vertauschung der a - und b -Richtung von unmittelbar benachbarten EZ).

Auch wenn der genaue Mechanismus der Cooperpaarbildung bis heute noch nicht verstanden ist, kann man trotzdem mit Gewissheit davon ausgehen, dass der für die Bildung der Cooperpaare relevante Bereich in den CuO_2 -Ebenen zu finden ist, d.h. die Cooperpaardichte innerhalb der Ebenen wesentlich größer als außerhalb ist. Die CuO -Ketten spielen dabei die entscheidende Rolle, da sie als Ladungsreservoir für die CuO_2 -Ebenen dienen. Konkret binden die O-Atome der CuO -Ketten Elektronen aus den CuO_2 -Ebenen an sich und lassen dort positive Löcher entstehen, weshalb die Cooperpaare Löcherleitung darstellen.

Die Anisotropie der Kristallstruktur, zusammen mit der räumlichen Beschränkung der Ladungsträger, vornehmlich auf parallele Schichten, führen zu richtungsabhängigen Werten für die Kohärenzlänge ξ_{GL} und die magnetische Eindringtiefe λ . Typische Werte für YBCO liegen hier bei $\xi_c \approx 0,4$ nm und $\lambda_c \approx 800$ nm in c -Richtung, sowie $\xi_{ab} \approx 2$ nm und $\lambda_{ab} \approx 150$ nm innerhalb der Ebenen. Diese Werte machen deutlich, dass es sich speziell bei Y-123 aber auch ganz allgemein bei Hochtemperatursupraleitern um extreme Typ-II-Supraleiter handelt ($\kappa \gg 1$). Da die Kohärenzlänge in c -Richtung vergleichbar mit dem Abstand der CuO_2 -Ebenen ist, besteht nur eine relativ schwache Kopplung zwischen den Ebenen benachbarter EZ. Hinzu kommt speziell bei polykristallinen Proben auch noch der Einfluss von Korngrößen und diverser Kristallfehler als limitierender Faktor für die Suprastromdichte. Dies kann bei anderen Typen von Hochtemperatursupraleitern so weit führen, dass man zwischen

2D- und 3D-Modellen für Supraleitung unterscheiden muss.¹

2.2 Herstellungsverfahren

Zu den frühen Verfahren der Herstellung von YBCO-Proben zählt das Sintern. Hier werden die in Pulverform vorliegenden Ausgangssubstanzen wie z.B. Y_2O_3 , BaCO_3 und CuO , im richtigen Verhältnis gemischt, gemahlen, gepresst und anschließend knapp unter die Schmelztemperatur von YBCO erhitzt, sodass sich die einzelnen Körner größtenteils über Festkörperreaktionen bilden. Der Nachteil besteht darin, dass diese Proben sehr porös sind und aus vielen zufällig orientierten Körnern mit einigen μm an Durchmesser bestehen. Aus Messungen an Bikristallen mit unterschiedlichen Ausrichtungen weiß man, dass die Stromdichten über die Korngrenzen hinweg sehr stark vom Verkipfungswinkel der Körner abhängen. Dabei stellen die Korngrenzen für den Suprastrom sogenannte *weak links* dar, da sich dort bevorzugt Verunreinigungen sammeln und Kristallbaufehler entstehen, die zusammen mit der kleinen Kohärenzlänge die Stromdichten stark herabsetzen. Sintermaterialien sind daher für hohe Stromdichten ungeeignet.

2.2.1 Schmelztexturierung

Aus dem Bestreben die Körner besser auszurichten, wurde schon bald eine Vielzahl an neuen Verfahren entwickelt. Das am weitesten verbreitete Verfahren zur Herstellung massiver Proben ist die erstmals von Jin et al. [24] angewandte Schmelztexturierung. Seither sind zahlreiche Verbesserungen und Abwandlungen entstanden, um den Anforderungen für technische Anwendungen gerecht zu werden. Es sollen hier aber nicht sämtliche Varianten im Detail besprochen, sondern vielmehr die wichtigsten Eckpunkte anhand des *MPMG-Verfahrens* erwähnt werden, da dieses die wesentlichen Aspekte der meisten Varianten in sich vereint. Eine weiterführende Darstellung anderer Verfahren ist z.B. in [25] zu finden.

Im Unterschied zur Sinterung findet bei der Schmelztexturierung das Wachstum von Y-123-Körnern aus der Schmelze heraus statt. Im Phasendiagramm von YBCO

¹ Im Falle der extrem anisotropen Verbindung Bi-2223 (EZ: $0,54 \times 0,54 \times 3,7 \text{ nm}^3$) haben jeweils drei CuO_2 -Ebenen einen Abstand von 1,2 nm. Dieser ist auch bei tiefen Temperaturen deutlich größer als die Kohärenzlänge $\xi_c = 0,1 \text{ nm}$.

findet man zwei Temperaturen, bei denen jeweils eine peritektische Reaktion² abläuft. Bei Abkühlung ab $T_1 \approx 1200\text{ °C}$: $\text{Y}_2\text{O}_3 + \text{L}(\text{BaO}+\text{CuO}) \rightarrow \text{Y}_2\text{BaCuO}_5$, wobei das Endprodukt gemäß der stöchiometrischen Zusammensetzung als 211-Phase bezeichnet wird, sowie bei weiterer Kühlung ab der peritektischen Temperatur $T_2 \approx 1000\text{ °C}$: $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5 + \text{L}(3\text{BaCuO}_2+2\text{CuO}) \rightarrow 2\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$. Im Wesentlichen bestimmen diese beiden Temperaturen gemeinsam mit der chemischen Zusammensetzung der Ausgangssubstanzen (*precursor*) das texturierte Wachstum der Körner.

Beim MPMG-Verfahren (*Melt Powder Melt Growth*) wird eine zuvor gesinterte Probe sehr schnell über die erste peritektische Temperatur T_1 erhitzt und kurze Zeit später ebenso rasch abgeschreckt (*quenching*). In diesem ersten Schmelzprozess segregieren relativ große (einige $10\text{ }\mu\text{m}$) Y_2O_3 -Körner, die noch keine gleichförmige Verteilung in der erstarrten Schmelze aufweisen. Deshalb erfolgt anschließend eine Zermahlung zu feinem Pulver und erst danach eine erneute schnelle Erhitzung in den Bereich zwischen T_1 und T_2 , da in dieser Region die Bildung der 211-Phase stattfindet, welche später als Ausgangspunkt für die Entstehung der 123-Phase dient. Um zu große 211-Ausscheidungen zu vermeiden, was die Homogenität der supraleitenden Phase stark vermindern würde, wird nach kurzer Zeit (20 – 60 min) schnell auf eine Temperatur knapp oberhalb von T_2 abgekühlt und von da an mit geringer Abkühlrate (einige K/h) auf ca. $850 - 950\text{ °C}$ (siehe Abb. 2.3). Auf diese Weise erreicht man eine relativ homogene YBCO-Matrix mit einer feinen, gleichmäßigen Verteilung der 211-Einschlüsse und deutlich geringerer Größe (einige μm).

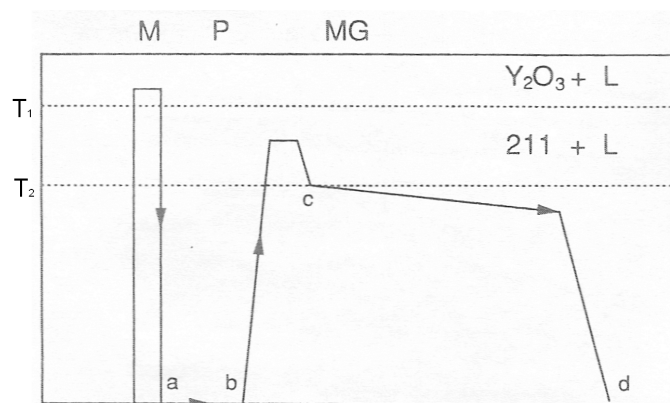


Abb. 2.3: Schematische Illustration des MPMG-Prozesses. Aufgetragen ist die Temperatur gegen die Zeit (nach [25]).

² Reaktionen der Form: feste Phase A + flüssige Phase L $\rightarrow$ feste Phase B.

Schließlich sei noch erwähnt, dass das Precursor-Material eine Zusammensetzung haben sollte, die von der stöchiometrisch korrekten, nämlich $\text{Y}:\text{Ba}:\text{Cu}=1:2:3$, in Richtung der 211-Zusammensetzung etwas abweicht, um mehr 211-Ausscheidungen zu erreichen. Zudem bewirkt das Hinzufügen geringer Mengen von Pt eine Verzögerung des Wachstums der 211-Körner. Ein Vergleich von schmelztexturierten mit gesinter-ten Proben zeigt nun, dass die 123-Phase aufgrund des deutlich schnelleren Kristallwachstums in a - bzw. b -Richtung aus länglichen, nadelähnlichen Körnern besteht. Diese haben eine Ausdehnung von einigen $100\text{ }\mu\text{m}$ parallel zur ab -Ebene bzw. einige μm entlang der c -Achse und überwiegend einen hohen Orientierungsgrad mit Verkip-pungswinkeln von wenigen Grad. Um größere Monodomänen von YBCO zu erhalten, wird außerdem ein Einkristall mit höherem Schmelzpunkt als YBCO, beispielsweise Sm-123 oder Nd-123, sowie fast gleichen Gitterparametern auf die Precursor-Probe gesetzt, wodurch dieser während des Wachstums aus der Schmelze als Nukleations-keim für YBCO dient und damit auch über größere Distanzen eine Ausrichtung der Körner stattfindet. Die so hergestellten Proben weisen allerdings einen Sauerstoff-mangel auf und müssen daher zuletzt bei einigen hundert $^{\circ}\text{C}$ in eine Sauerstoffum-ggebung gebracht werden (*annealing*), um die für die Supraleitung ausschlaggebende Dotierung zu erreichen (vergl. Abb. 2.2).

Die 211-Phase weist keine supraleitenden Eigenschaften auf und kann daher als nor-malleitende Ausscheidung in YBCO als potentiell Haftzentrum für Flussschläuche dienen, um die kritische Stromdichte auch in Magnetfeldern groß zu halten. Aus die-sem Grund ist man bei der Herstellung daran interessiert, eine möglichst homogene Verteilung von 211-Ausscheidungen zu erreichen, sowie deren mittlere Ausdehnung idealerweise sehr klein (in der Größenordnung der Kohärenzlänge) zu halten, um op-timales Pinning und somit höhere Stromdichten zu gewährleisten. Dieses Vorhaben lieferte bei einer speziellen Modifikation von YBCO, den sogenannten NEG-Proben, vielversprechende Ergebnisse und soll im nächsten Abschnitt diskutiert werden.

2.2.2 NEG-Proben

Bei diesen Proben handelt es sich wie schon bei YBCO um Verbindungen vom Typ RE-123, wobei RE für *Rare Earth* steht. Dabei wird das Element Y durch ande-re Seltene-Erden-Elemente der Lanthanidenreihe, wie z.B. Nd, Eu, Sm, Gd, aber auch Kombinationen von ihnen ersetzt. Im Falle von NEG-123 ergibt sich somit die stöchiometrische Zusammensetzung $\text{Nd}_{0,33}\text{Eu}_{0,33}\text{Gd}_{0,33}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ für die supralei-

tende Matrix. Der positive Einfluss von 211-Einschlüssen hinsichtlich erreichbarer Stromdichten spielt daher auch bei NEG-Proben eine fundamentale Rolle. Um in der vorliegenden Arbeit die Auswirkungen der 211-Phase systematisch untersuchen zu können, wurden Proben mit unterschiedlichem 211-Gehalt verwendet³ [26]. Um dies zu erreichen wurden dem Precursor-Material jeweils unterschiedliche Mengen (10 – 50 mol%) an NEG-211 zugesetzt, wobei es sich hier entsprechend um Nd-422, Eu-211 und Gd-211 handelt. Für die Verfeinerung der 211-Einschlüsse wurden ebenso 0,5 mol% Pt hinzugefügt und unter 0,1% Sauerstoffpartialdruck der OCMG-Prozess (*Oxygen Controlled Melt Growth*) angewandt. Der OCMG-Prozess ist identisch mit anderen Schmelztexturierungsverfahren, mit Ausnahme einer reduzierten O₂-Atmosphäre während des Kristallwachstums. Für die verbesserte Ausrichtung der Körner in der Wachstumsphase von NEG-123 sorgte ein auf den Sinterkörper aufgesetzter MgO-Einkristall in $\langle 100 \rangle$ -Richtung.⁴ Aus dem Endprodukt wurden dann würfelförmige Proben in geeigneter Größe herausgeschnitten, wobei die Kanten entlang der kristallografischen Hauptachsen lagen. Abb. 2.4 zeigt eine fotografische Aufnahme einer der schmelztexturierten Proben, wie sie in dieser Arbeit zur Untersuchung vorlagen.

Die Besonderheit von NEG-123 äußert sich in einer extrem feinen Verteilung von 211-Einschlüssen, wie sie bei Y-123 bis dahin noch nie erreicht wurde. Allerdings ist hier zwischen zwei Sorten von 211-Einschlüssen zu unterscheiden: Größere, im μm -Bereich liegende NEG-211-Einschlüsse, sowie kleine, im Submikrometerbereich liegende Gd-211-Einschlüsse. Die Größe der Gd-211-Partikel wird von den Herstellern mit ungefähr 0,1 μm angegeben [26]. In den Abb. 2.5 und 2.6 sind etwa 100 μm breite Ausschnitte von drei der vier in dieser Arbeit untersuchten NEG-Proben mit jeweils unterschiedlichem 211-Gehalt zu sehen. Die hellen Bereiche zeigen die relativ homogene Verteilung der größeren NEG-211-Einschlüsse. Die kleineren Gd-211-Partikel sind bei dieser Vergrößerung allerdings kaum zu erkennen, wurden jedoch an anderer Stelle nachgewiesen (siehe ebenfalls [26]). Letztere Defekte spielen daher besonders im Zusammenhang mit den strahlungsinduzierten Defekten eine wichtige Rolle hinsichtlich möglicher Haftzentren für Flussschläuche.

³ Diese wurden von der japanischen Arbeitsgruppe um K. Murakami vom *International Superconductivity Technology Center* (ISTEC) zur Verfügung gestellt.

⁴ MgO besitzt eine kubisch flächenzentrierte Struktur mit einer Gitterkonstanten von $\approx 4,2 \text{ \AA}$, die vergleichbar mit der von NEG-123 ist.

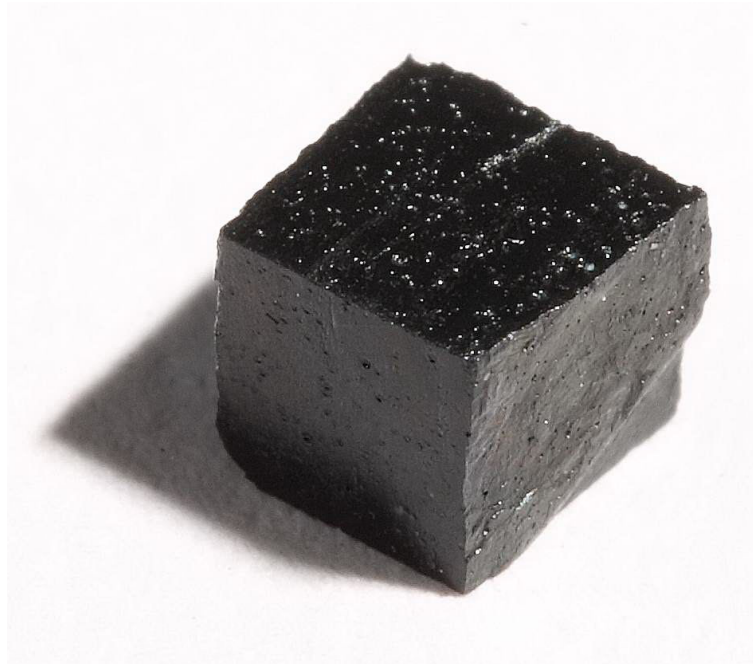


Abb. 2.4: Foto einer schmelztexturierten würfelförmigen Probe mit einer Kantenlänge von ungefähr 3 mm. Die Würfelkanten entsprechen den kristallografischen $\langle 100 \rangle$ -Richtungen.

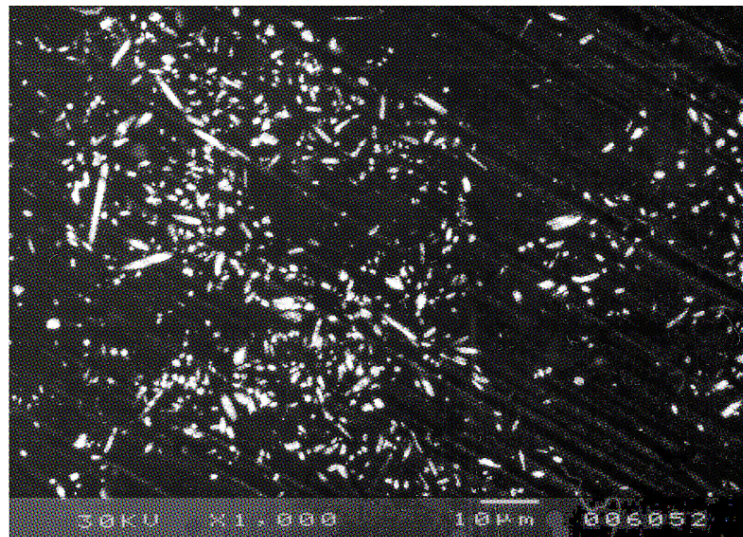


Abb. 2.5: Elektronenmikroskopische Aufnahme der Probe NEG10 mit 10 mol% 211-Gehalt. Die hellen Bereiche stellen die NEG-211-Einschlüsse dar.

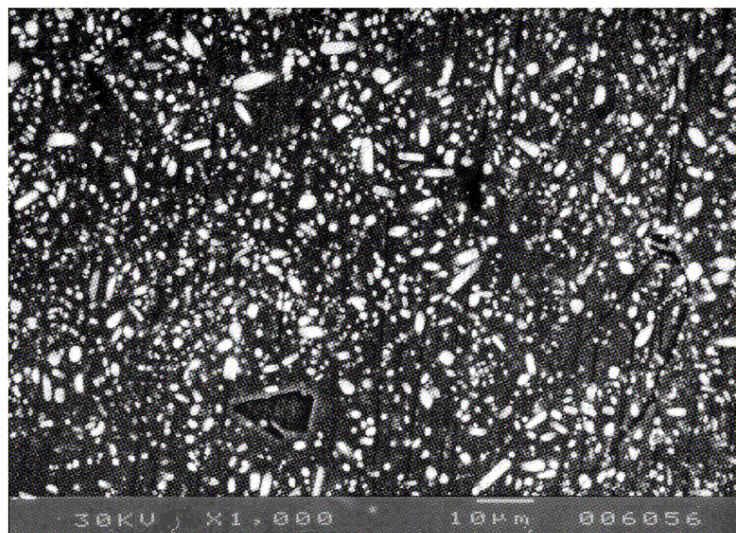
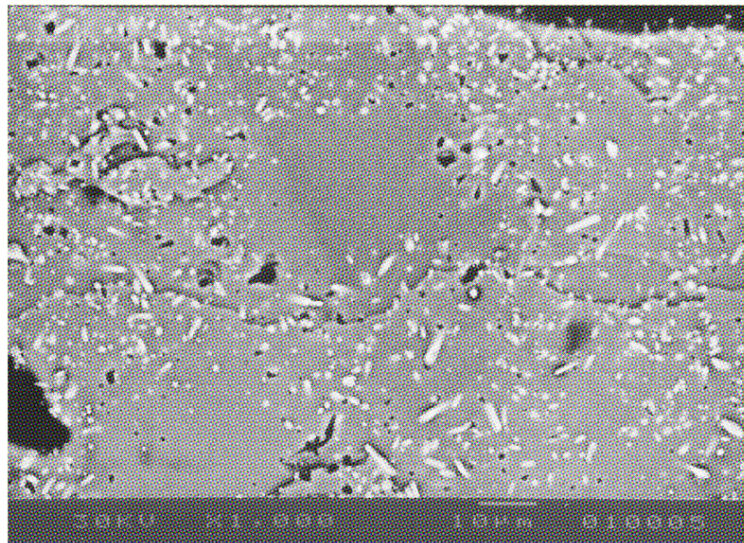


Abb. 2.6: Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Proben NEG20 (oben) und NEG30 (unten) mit 20 mol% bzw. 30 mol% NEG-211-Gehalt.

3 Neutronenbestrahlung

Wie bereits erwähnt, spielen Defekte im Kristallgitter eines Supraleiters eine äußerst wichtige Rolle, da Flussverankerung eine zentrale Möglichkeit darstellt, um Verlusten bei Stromtransport entgegenzuwirken. Als Defekte wirken z.B. Versetzungen, Korngrenzen, Zwillingsgrenzen, Cluster von Sauerstofffehlstellen, Fremdphasen oder strahlungsinduzierte Veränderungen der Gitterstruktur. Zu der letzten Gruppe zählt die Bestrahlung mit Elektronen, (schweren) Ionen, Protonen oder Neutronen. Für die in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden ausschließlich Neutronen aus dem Spektrum des Forschungsreaktors TRIGA-Mark-II am Atominstitut verwendet. Deswegen folgt zunächst eine kurze Beschreibung der wichtigsten technischen Daten des Reaktors.

3.1 Der TRIGA-Mark-II Reaktor

Beim Wiener TRIGA-Reaktor (TRIGA = Training, Research, Isotope Production, General Atomic) handelt es sich um einen reinen Forschungsreaktor des Swimmingpool-Typs mit einem Tankdurchmesser von 1,98 m und einer Tiefe von 6,4 m. Der Reaktor hat eine maximale Dauerleistung von 250 kW_{th}. Die erzeugte Wärme wird über einen Primärkühlkreislauf (deionisiertes, destilliertes Wasser, Temperatur 20–40 °C) und einen Sekundärkühlkreis (Brunnenwasser, Temperatur 12–18 °C), die über einen Wärmeaustauscher miteinander gekoppelt sind, an den Donaukanal abgegeben. Der Reaktorkern besteht aus etwa 80 Brennelementen (Durchmesser 3,75 cm, Länge 72,25 cm), die in einer regelmäßigen Gitterplatte angeordnet sind. Zwei Brennelemente enthalten je 3 Thermoelemente, welche die Temperatur des Brennstoffs überwachen. Innerhalb der Brennelementhülle (Aluminium bzw. Stahl) befindet sich der Brennstoff in Form einer homogenen Mischung aus 8 gew% Uran, 91 gew% Zirkon, und 1 gew% Wasserstoff, wobei das Zirkon-Hydrid als Moderator dient. Das Uranmaterial ist zu 20% mit ²³⁵U angereichert, das entspricht einer Masse von 3,6 kg. Die Regelung der Leistung des Reaktors erfolgt über drei Borkarbid-Absorberstäbe.

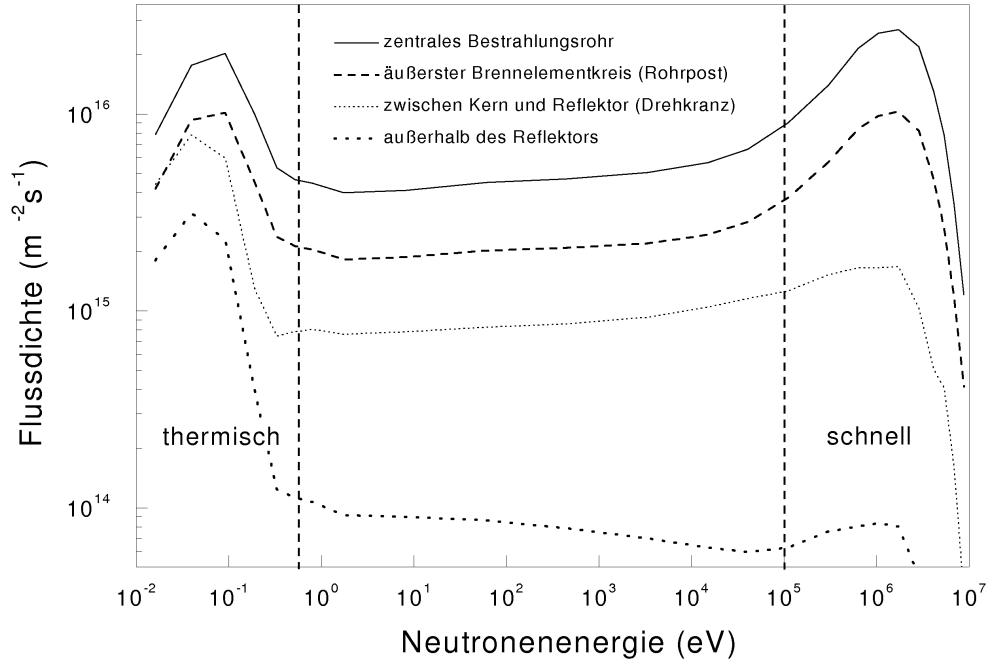


Abb. 3.1: Das vom Hersteller General Atomic berechnete Neutronenspektrum des Wiener TRIGA-Mark-II Reaktors. Für thermische Neutronen ist die Cd-Grenze von 0,55 eV eingezeichnet, die für schnelle Neutronen bei 0,1 MeV.

3.2 Strahlungsinduzierte Defekte

Bereits kurz nach der Entdeckung der Hochtemperatursupraleiter wurden Experimente an YBCO-Einkristallen durchgeführt, die klar zeigten, dass Neutronenbestrahlung die kritischen Stromdichten signifikant erhöhte [27]. Durch den Neutronenbeschuss wurden Defekte im Kristallgitter erzeugt, die folglich als Pinningzentren für die Flussschläuche dienten, da an diesen normalleitenden Stellen die Kondensationsenergie von Cooperpaaren gespart werden kann. Um den Einfluss auf die kritische Stromdichte systematisch untersuchen zu können, muss man Kenntnis über die Anzahl, die Größenverteilung sowie die Art der erzeugten Defekte haben. Detaillierte Ergebnisse aufgrund von TEM-Untersuchungen und Simulationen sind in Ref. [28] nachzulesen, deren wichtigste Ergebnisse im Hinblick auf die vorliegende Arbeit kurz zusammengefasst werden sollen:

- Bei der Bestrahlung mit schnellen Neutronen (Energie $> 0,1$ MeV) entstehen unter anderem sphärische Defektkaskaden, die die Periodizität des Kristallgitters lokal zerstören und in der Folge amorphe Strukturen mit Ausdehnungen

von 2 – 5 nm hinterlassen.

- Durch Sekundärkollisionen bzw. Stoßprozesse höherer Ordnung werden zudem viele kleinere Defekte (interstitielle Cluster- und Punktdefekte) erzeugt, deren Einfluss auf die kritischen Stromdichten jedoch eine untergeordnete Rolle spielt.
- Bei Fluenzen zwischen 10^{21} m^{-2} und 10^{22} m^{-2} wächst die erzeugte Dichte der Kaskadendefekte linear mit der Fluenz und beträgt $0,5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3} / 10^{21} \text{ m}^{-2}$.
- Praktisch alle Kaskadendefekte durch schnelle Neutronen sind stabil bei Temperaturen bis 400 °C. Einzelne Punktdefekte und Sauerstoffcluster beginnen schon bei Raumtemperatur aufgrund ihrer viel höheren Mobilität auszuheilen. Für Pinning sind daher hauptsächlich die größeren Defektkaskaden verantwortlich.

Abb. 3.1 zeigt das Neutronenspektrum für verschiedene Positionen innerhalb des Reaktorkerns. Werden die NEG-Proben der Neutronenstrahlung ausgesetzt, reagiert hierbei das Element Europium am empfindlichsten auf eine Aktivierung durch langsame Neutronen des Reaktorspektrums.¹ Um daher die Radioaktivität der Proben gering zu halten, wurden diese vor der Bestrahlung mit einer Cd-Folie umgeben, da Kadmium im Energiebereich von thermischen Neutronen einen zu Europium sehr ähnlichen Wirkungsquerschnitt aufweist – siehe dazu Abb. 3.2 – selbst aber relativ insensitive gegenüber Neutronenaktivierung ist. Die auf diese Weise abgeschirmten Proben wurden anschließend in Röhren aus Quarzglas gebracht, versiegelt und im zentralen Bestrahlungsrohr des TRIGA-Reaktors der Neutronenstrahlung ausgesetzt. Nach erfolgter Bestrahlung wurden die Proben noch einige Wochen sicher gelagert, um schwach aktivierte Elemente (Nd, Gd, Y, Ba, Cu und O werden im Vergleich zu Eu $10^3 - 10^7$ mal schwächer aktiviert!) mit geringer Halbwertszeit ausreichend abklingen zu lassen.

Bei einer Reaktorleistung von 250 kW beträgt die integrale Neutronen-Flussdichte für Energien $> 0,1 \text{ MeV}$ $7,6 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$ [33]. Somit ergibt eine Bestrahlungsdauer von 7 h 19 min die gewünschte Fluenz von $2 \times 10^{21} \text{ m}^{-2}$ – dies entspricht gemäß obigen Ausführungen einer Defektdichte von 10^{22} m^{-3} . Nimmt man eine homogene und

¹ Europium hat zwei stabile Isotope, ^{151}Eu und ^{153}Eu , die durch n -Absorption/-Einfang (hoch) angeregte radioaktive Isotope bilden, welche über γ -Strahlung und β^- -Zerfall ihre Energie abgeben. Dabei beträgt beispielsweise die Halbwertszeit von ^{152}Eu mehr als 13 Jahre.

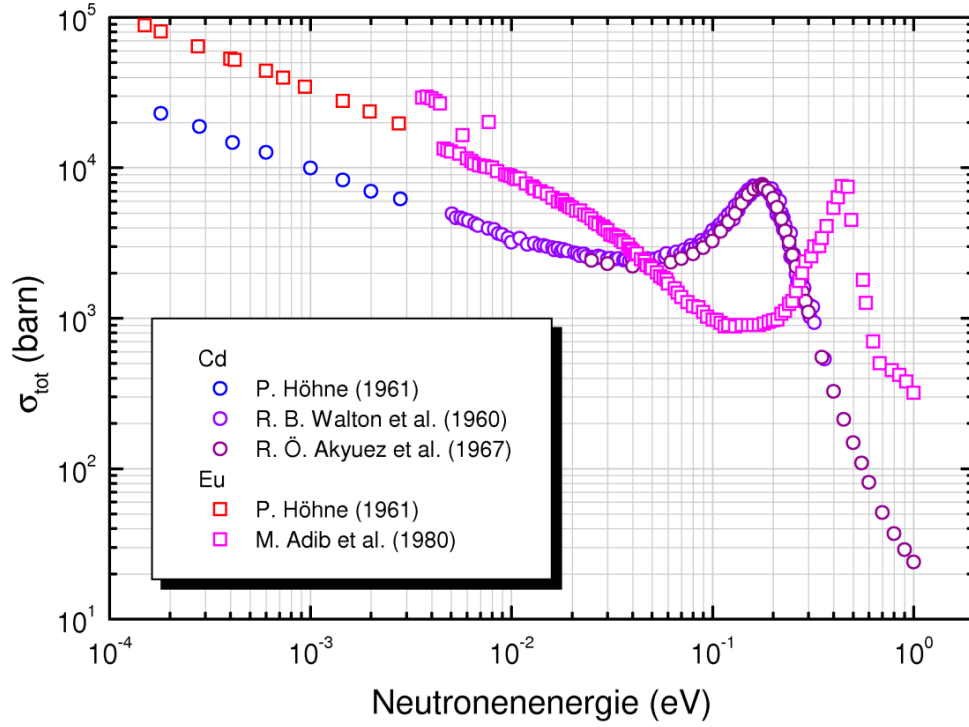


Abb. 3.2: Totaler Neutronen-Wirkungsquerschnitt von natürlichem Europium und Kadmium für Energien bis 1 eV. Mit zunehmender Energie (abgesehen von einigen Resonanzen zwischen 1 und 100 eV für Eu) nimmt σ_{tot} für beide Elemente sehr rasch ab. Quelle: Online-Datenbank EXFOR via www.nndc.bnl.gov/exfor. Siehe dazu auch [29, 30, 31, 32].

isotrope Verteilung der Defekte in der Probe an, was im zentralen Bestrahlungsrohr plausibel erscheint, ergibt sich ein mittlerer Abstand der Defekte in der Größenordnung von ca. 50 nm. Zum Vergleich sei der Abstand einzelner Flusslinien bei gegebener Flussdichte B angeführt. Dieser beträgt für eine ideale Dreiecksanordnung im Vortextgitter

$$d = \sqrt{\frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\Phi_0}{B}} \approx 1,075 \sqrt{\frac{\Phi_0}{B}}, \quad (3.1)$$

was beispielsweise für $B = 1$ T bzw. 3 T einen Wert von $d \approx 50$ nm bzw. 30 nm ausmacht und daher gut an die Defektdichte angepasst ist. Auch die mittlere Ausdehnung der Kaskadendefekte von 2,5 nm entspricht ziemlich gut dem Durchmesser einer Flusslinie, die durch das Doppelte der Kohärenzlänge ξ_{ab} gegeben ist. Somit liegen durch Neutronenbestrahlung im Prinzip günstige Eigenschaften für Pinning in YBCO bzw. REBCO vor.

4 Messmethode

In diesem Kapitel werden zunächst die physikalischen Grundlagen, auf denen Wechselfeldmessungen an Supraleitern beruhen, erläutert. Anschließend wird der experimentelle Messaufbau mit den wichtigsten Komponenten beschrieben und zum Schluss werden die verschiedenen messtechnischen Schritte zur Ermittlung der Sprungtemperatur T_c , der Irreversibilitätslinie (im Folgenden als IL bezeichnet) sowie der kritischen Stromdichte J_c behandelt. Dabei sollen auch einige Probleme, die bei den Messungen selbst, aber auch bei der anschließenden Auswertung der Messdaten auftraten, erwähnt werden.

4.1 Wechselfeldmessungen

4.1.1 Allgemeines zu Suszeptibilitätsmessungen

Die in dieser Arbeit durchgeführten Wechselfeldmessungen beruhen auf dem klassischen 3-Spulen-System zur Messung der magnetischen Suszeptibilität: Eine Primär- oder Sendespule erzeugt ein magnetisches Wechselfeld $H_{ac}f(t)$ (dabei kann $f(t)$ eine beliebige periodische Funktion sein), dem nach Bedarf ein Gleichfeld H_{dc} überlagert ist. Im Inneren der Primärspule und coaxial zu dieser befindet sich die Probe, die ihrerseits von einer Sekundär- oder Pick-Up-Spule umgeben ist und Änderungen des magnetischen Flusses über die in ihr induzierte Spannung registriert. Befindet sich innerhalb der Primärspule eine zweite Sekundärspule, die Kompensationsspule, welche ebenfalls coaxial aber antiseriell zur Pick-Up-Spule geschaltet ist, so ermöglicht dies eine Differenzmessung der in Pick-Up- und Kompensationsspule induzierten Spannungen. Auf diese Weise misst man im Idealfall nur Signale, die von der Probe selbst verursacht werden – hier also eine Spannung, die proportional zur Suszeptibilität der Probe ist. An den Idealfall kommt man sehr nahe heran, wenn man zudem das Spannungssignal der Kompensationsspule unabhängig von dem der Pick-Up-Spule verändern kann, um etwa unterschiedliche Wicklungszahlen oder Querschnittsflächen

der Spulen auszugleichen. Bei Suszeptibilitätsmessungen an Polykristallen stammt der Hauptteil des Signals von *intragranularen* Strömen und man ist daher nicht wie bei Transportstrommessungen auf einen durchgehenden Strompfad angewiesen, der bekanntlich stark von *intergranularen* Strömen über weak links abhängt.

4.1.2 Harte Supraleiter im Magnetfeld: Bean-Modell

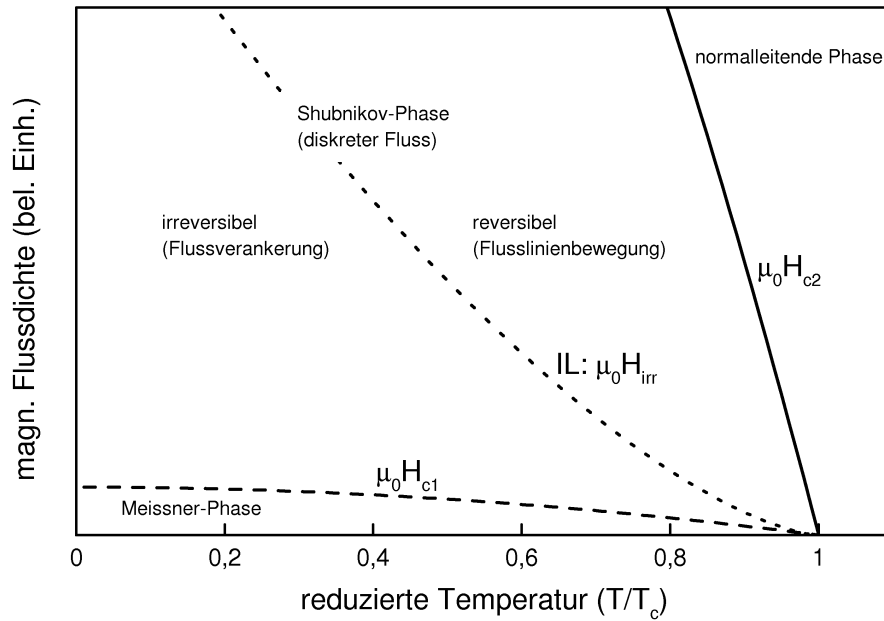


Abb. 4.1: Schematische Darstellung der Hauptbereiche im B-T-Phasendiagramm eines Typ-II-Supraleiters. Die Steilheit von $\mu_0 H_{c2}$ ist typisch für Hochtemperatursupraleiter.

Als Orientierung für die weiteren Ausführungen sei zunächst Abb. 4.1 mit den wichtigsten Bereichen im B-T-Phasendiagramm eines harten Supraleiters vorangestellt. Wird ein Typ-II-Supraleiter einem Magnetfeld ausgesetzt, so dringt das Feld ab einer Stärke von H_{c1} in Form von Flusslinien in den Supraleiter ein. Aufgrund von Verankerungszentren kann sich nun aber kein thermodynamischer Gleichgewichtszustand der Magnetisierung bilden, da die Flusslinien beim Eindringen behindert werden. Dadurch entsteht ein Feldgradient, der gemäß der Maxwellschen Gleichung $\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{j}$ mit einer Stromdichte $\mathbf{j}$ verknüpft ist.

Eine zentrale Annahme bei der Beschreibung der Magnetisierung eines harten Supraleiters ist die Ausbildung des sogenannten *kritischen Zustandes*. Dieser ist dadurch

definiert, dass die makroskopische Pinningkraft pro Einheitsvolumen, $\mathbf{F}_P$, entgegengesetzt gleich der auf die Flusslinien wirkenden Lorentzkraft, $\mathbf{F}_L = \mathbf{j} \times \mathbf{B}$, ist. In dem von C. P. Bean vorgeschlagenen Modell [34] wird die Annahme gemacht, dass diese Stromdichte im kritischen Zustand der kritischen Stromdichte J_c entspricht und zudem unabhängig vom Magnetfeld sein soll, d.h. $J_c(B) = \text{const.}$

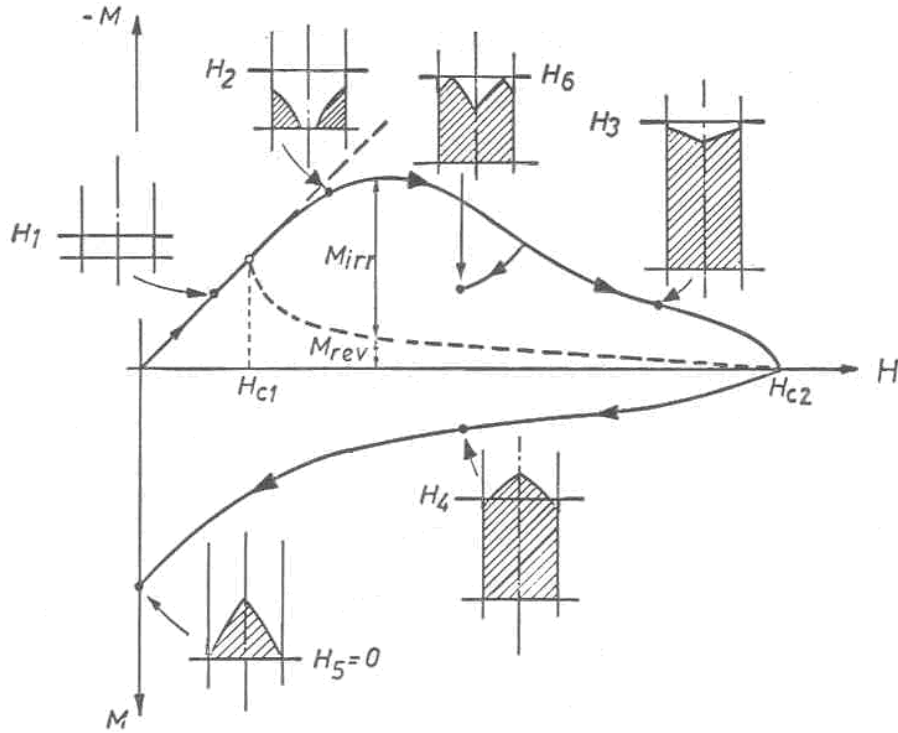


Abb. 4.2: Schematische Darstellung des Magnetisierungszyklus eines Supraleiters mit Pinning und den entsprechenden momentanen Feldverteilungen. Die durchgezogene Linie gibt den Verlauf der irreversiblen Magnetisierung, verursacht durch Flussverankerung wieder. Die strichlierte Kurve entspräche der reversiblen Magnetisierung eines Typ-II-Supraleiters ohne Verankerungszentren; sie würde bei Auf- und Entmagnetisierung deckungsgleich durchlaufen werden. (Aus [5])

Solange $F_P \gg F_L$ gilt, sind die Flusslinien fest verankert und die Magnetisierung steigt mit dem äußeren Feld an. Ist $F_L \gg F_P$, sind die Flusslinien nicht länger an ihre Verankerungszentren gebunden und es kommt zum sogenannten *flux flow*. Die Stromdichte und damit die Magnetisierung geht dann sehr rasch gegen Null. Die Grenze zwischen diesen beiden Vortextzuständen wird im Phasendiagramm durch die Irreversibilitätslinie markiert. Mit diesen Annahmen konnten gemessene Hysteresekurven recht gut beschrieben werden. Ein typischer Magnetisierungszyklus ist in

Abb. 4.2 dargestellt. Die vereinfachende Annahme einer konstanten und vom Magnetfeld unabhängigen Stromdichte ist hier nicht berücksichtigt. Tatsächlich wird die Stromdichte mit steigendem Magnetfeld kleiner, was durch ein flacher werdendes Feldprofil angedeutet wird. Unter gewissen Voraussetzungen stellt das Bean-Modell jedoch eine sehr gute Näherung an die tatsächlichen Gegebenheiten bei harten Supraleitern dar. Im folgenden Abschnitt wird eine Methode erläutert, mit der man trotz der Annahme $J_c = \text{const.}$ die B-Abhängigkeit der Stromdichte $J_c(B)$ aus Wechselfeldmessungen bestimmen kann.¹

4.1.3 Wechselfeldmessungen an harten Supraleitern

Die in dieser Arbeit verwendete Messmethode zur Bestimmung der kritischen Stromdichte geht auf A. M. Campbell zurück und nutzt die Abhängigkeit der AC-Suszeptibilität von kleinen Wechselfeldamplituden [35]. Um einen Zusammenhang mit J_c herzustellen,² sei nochmals das Verhalten einer supraleitenden Probe im Magnetfeld demonstriert.

Abb. 4.3 zeigt, dass unter der vereinfachenden Annahme einer konstanten Stromdichte im kritischen Zustand ein linearer Feldverlauf in der Probe vorliegt. Dadurch lässt sich leicht der magnetische Fluss $\Phi(H_a)$ in Abhängigkeit des anliegenden Feldes H_a berechnen. Zur Vereinfachung sei die Probe als ein Zylinder mit Radius R parallel zum Außenfeld angenommen. Für ein beliebiges $H_a \leq H^*$, wie in Abb. 4.3 beispielsweise für $H_a = H_1$ ersichtlich, ist das Feldprofil durch

$$H(r) = J_c(r - R) + H_a \quad , \quad (R - \delta < r < R) \quad (4.1)$$

gegeben. Der dazugehörige Fluss

$$\Phi(H_a) = 2\pi \int_{R-\delta}^R \mu_0 H(r) r dr, \quad (4.2)$$

mit $\delta = H_a/J_c$, ergibt sich somit zu

$$\Phi(H_a) = \mu_0 \pi \frac{H_a^2}{J_c^2} (J_c R - H_a/3). \quad (4.3)$$

¹ Da die Magnetfelder in den hier beschriebenen Messungen immer parallel zur kristallographischen c -Achse lagen, ist im Folgenden mit J_c immer die Stromdichte innerhalb der ab -Ebenen gemeint.

² Die konkrete Ableitung orientiert sich zum Teil an [36].

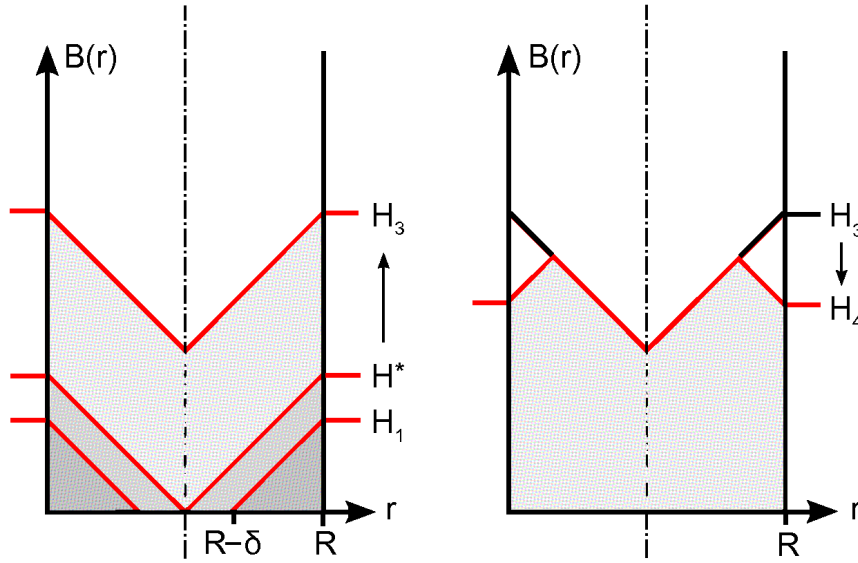


Abb. 4.3: Das Flussdichteprofil $B(r)$ (rot) und der Gesamtfluss (grau hinterlegt) in einer zylindrischen Probe mit Radius R bei verschiedenen äußeren Feldern H . Links: In ansteigendem Feld dringt die Flussfront vom Rand der Probe in eine Tiefe δ vor. Bei H^* ist die gesamte Probe mit Flusslinien durchsetzt. Rechts: Bei abnehmender Feldstärke kehren sich die Verhältnisse exakt um.

Wird dem Außenfeld ein Wechselfeld $H_{ac} \cos(\omega t)$ überlagert, mit $H_{ac} \leq H^*$, und betrachtet man nur die den Maximalwerten des Wechselfeldes entsprechenden Feldprofile, so zeigt Abb. 4.4 links, dass diese äquivalent zum Feldprofil für ein gleichgroßes Gleichfeld, wie z.B. H_1 in Abb. 4.3, sind.

In Abb. 4.4 links entsprechen somit die grau hinterlegten Flächen der Differenz des Flusses bei den jeweiligen Maximalwerten $H_{dc} + H_{ac}$ und $H_{dc} - H_{ac}$, dargestellt für jeweils 3 verschiedene Amplituden H_{ac} . Dieser zeitlich veränderliche Fluss induziert in der Pick-Up-Spule mit N Windungen eine Spannung gemäß

$$U(t) = -N \frac{d\Phi(t)}{dt}, \quad (4.4)$$

die von einem Lock-In-Verstärker registriert wird. Neben dessen Eigenschaft, Signale mit sehr kleinem S/R-Verhältnis noch detektieren zu können (siehe Abschnitt 4.2.2), kann sein Funktionsprinzip dazu genutzt werden, um die oben angesprochenen Flussdifferenzen direkt zu messen. Der Lock-In-Verstärker multipliziert ein Referenzsignal $U_{ref}(t) = \text{sign}(\sin(\omega t - \vartheta))$, das die gleiche Frequenz wie das Sendesignal $H_{ac} \cos(\omega t)$ aufweist, mit der Spannung der Pick-Up-Spule $U(t)$ und mittelt über viele Perioden

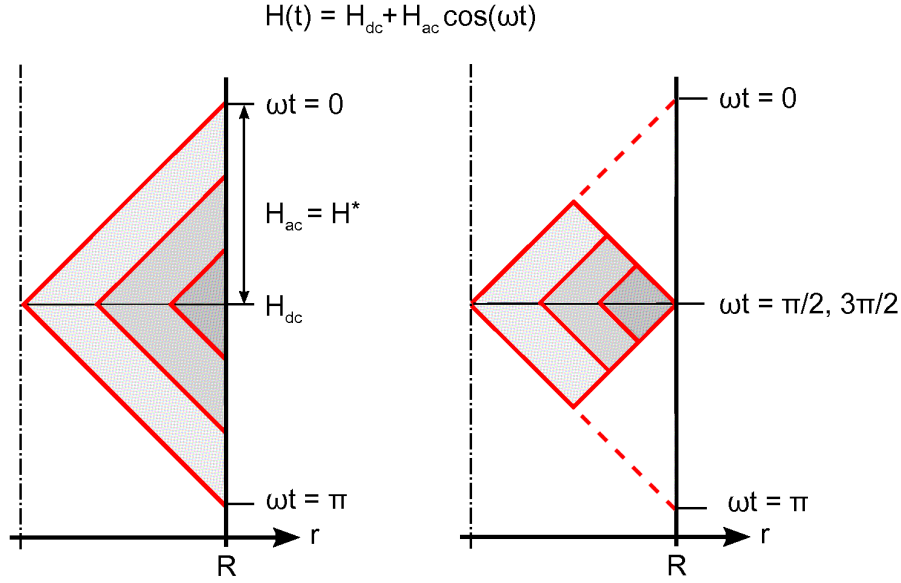


Abb. 4.4: Schematische Darstellung des Flusses, der das In-Phase- und Out-Of-Phase-Signal bestimmt. Ein äußeres Gleichfeld H_{dc} wird mit einem Wechselfeld variabler Amplitude H_{ac} moduliert. Links: Aus der Differenz des Flusses zu den Zeiten $t = 0$ und $t = \pi/\omega$ (graue Flächen) leitet sich das In-Phase-Signal ab. Rechts: Die Flussverteilung um $\pi/2$ phasenverschoben ist proportional zum Out-Of-Phase-Signal.

$T = 2\pi/\omega$, wobei die Phase ϑ in Bezug auf $U(t)$ beliebig festgelegt werden kann. Für $\vartheta = 0$, d.h. $U_{ref}(t)$ ist in Phase mit $U(t)$, lautet das resultierende Signal des Lock-In-Verstärkers für eine Periode

$$S_{in} = -\frac{N\omega}{2\pi} \int_0^T U_{ref}(t) \frac{d\Phi(t)}{dt} dt = -\frac{N\omega}{2\pi} \left[\int_0^{T/2} \frac{d\Phi(t)}{dt} dt - \int_{T/2}^T \frac{d\Phi(t)}{dt} dt \right]. \quad (4.5)$$

Da die beiden Integrale betragsgleich aber entgegengesetztes Vorzeichen haben, ergibt sich

$$S_{in} = \frac{N\omega}{\pi} [\Phi(0) - \Phi(T/2)] = \frac{2N\omega}{\pi} \Phi(0). \quad (4.6)$$

Weil, wie bereits erwähnt, das Feldprofil für den Fluss $\Phi(t = 0)$ gleich dem Flussprofil $\Phi(H(t = 0)) = \Phi(H_{dc} + H_{ac})$ ist und in (4.5) der konstante Offset H_{dc} herausfällt, kann man (4.3) für $\Phi(0)$ in (4.6) einsetzen und erhält das In-Phase-Signal

$$S_{in}(H_{ac}) = 2N\omega\mu_0 \frac{H_{ac}^2}{J_c^2} (J_c R - H_{ac}/3). \quad (4.7)$$

Für das Out-Of-Phase-Signal wird $\vartheta = \pm\pi/2$ gesetzt und die gleichen Schritte wie zuvor durchgeführt. Die entsprechenden Verhältnisse sind in Abb. 4.4 rechts zusammengefasst.

Zur Herleitung des Lock-In-Signals (4.7) wurde eine zylindrische Probe herangezogen. Da die tatsächlich verwendeten Proben aber Quadergestalt mit einer Querschnittsfläche $a \times b$ aufweisen, modifiziert sich der Ausdruck für S_{in} entsprechend. Man kann durch rein geometrische Überlegungen zeigen, dass der Fluss $\Phi(H_a \leq H^*)$ durch einen rechteckigen Probenquerschnitt wie folgt aussieht:

$$\Phi(H_a) = \mu_0 \frac{H_a^2}{J_c^2} \left(J_c(a+b) - \frac{4}{3} H_a \right), \quad (4.8)$$

vorausgesetzt, dass die Eindringtiefen δ_a und δ_b gleich sind. Glg. (4.8) wiederum in Glg. (4.6) eingesetzt liefert das In-Phase-Signal für einen rechteckigen Probenquerschnitt:

$$S_{in}(H_{ac}) = \frac{2N\omega\mu_0}{\pi} \frac{H_{ac}^2}{J_c^2} \left(J_c(a+b) - \frac{4}{3} H_{ac} \right). \quad (4.9)$$

Auf diese Weise lässt sich die kritische Stromdichte aus dem quadratischen Anteil von (4.9) bestimmen, wenn der auftretende kubische Anteil wegen $\delta \ll R$ vernachlässigt werden kann. Für die konkrete Auswertung von J_c wird schlussendlich noch eine Normierung auf das Meissner-Signal durchgeführt. Dieses erhält man aus dem Lock-In-Signal bei vollständiger Flussverdrängung aus der Probe für $T < T_c$ bei konstanter Wechselfeldamplitude. Das Signal im normalleitenden Zustand berechnet sich wiederum mittels Glg. (4.6):

$$S_{nl} = \frac{2N\omega}{\pi} \Phi(0) = \frac{2N\omega}{\pi} ab \mu_0 H_{ac}. \quad (4.10)$$

Hier ist der Fluss $\Phi(0) = ab \mu_0 H_{ac}$, weil die Probe vollständig und gleichmäßig vom Feld durchsetzt wird. Da über die Kompensationsspule das Signal S_{nl} auf Null abgeglichen wird, ist das Signal im Meissner-Zustand bei $T < T_c$ betragsmäßig gleich S_{nl} . S_{nl} hängt jedoch von der Amplitude H_{ac} ab, weshalb für die Normierung die von H_{ac} unabhängige Größe $MS = S_{nl}/\mu_0 H_{ac}$ in VT^{-1} als Meissner-Signal verwendet wird. Aus dem Verhältnis von MS zur 2. Ableitung von S_{in} (doppelter quadratischer Anteil von S_{in}) lässt sich dann J_c bestimmen:

$$J_c = \frac{2 MS (a+b)}{\mu_0 ab} \left(\frac{d^2 S_{in}}{dH_{ac}^2} \right)^{-1}. \quad (4.11)$$

In Glg. 4.11 geht das äußere Feld H_{ac} nicht explizit ein, bestimmt aber in erster Näherung die Steigung des Feldprofils und damit J_c . Da die Wechselfeldamplitude H_{ac} im Vergleich zum Gleichfeld H_{dc} sehr klein ist, kann man mit hinreichender Genauigkeit $J_c(B) = \text{const.}$ annehmen.

Bei der Bestimmung der kritischen Stromdichte sowie der Irreversibilitätslinien wurden zwei unterschiedliche Vorgangsweisen gewählt. Beide basieren auf der variablen Eindringtiefe des Wechselfeldes in die Probe, da die Ausbildung der Flussfront sowohl vom Magnetfeld, als auch von der Temperatur abhängt. Man kann daher einerseits bei konstantem Gleichfeld und konstanter Temperatur schrittweise $\mu_0 H_{ac}$ erhöhen, wie dies für die Bestimmung von J_c eben vorgeführt wurde. Andererseits kann man bei konstantem Gleich- und Wechselfeld die Temperatur verändern, was auf die Bestimmung der IL bzw. von T_c führt.

Abb. 4.5 zeigt das Verhalten der Flussfront, wenn bei konstantem Wechselfeld die Temperatur verringert wird. Bei $T > T_{irr}$ befindet sich die Probe im reversiblen Zustand, d.h. die Flusslinien sind noch nicht an die Verankerungszentren gebunden und es kann sich daher kein Flussgradient einstellen. Bei $T = T_{irr}$ entspricht die Eindringtiefe δ genau dem Probenradius – die elektrische Verlustleistung $P_{el} \propto J(E(r)) \cdot E(r)$ ist dann am größten und resultiert in einem Maximum des Out-of-Phase-Signals. Die auf diese Weise bestimmte Temperatur T_{irr} ist daher über ein Stromkriterium definiert, da gilt: $H_{ac} = J_c R$. Mit $\mu_0 H_{ac} = 0,1$ mT und der halben Probendicke $a/2 = 1,5$ mm ergibt sich daher $J_c^{Krit} \approx 10^5$ Am $^{-2}$.

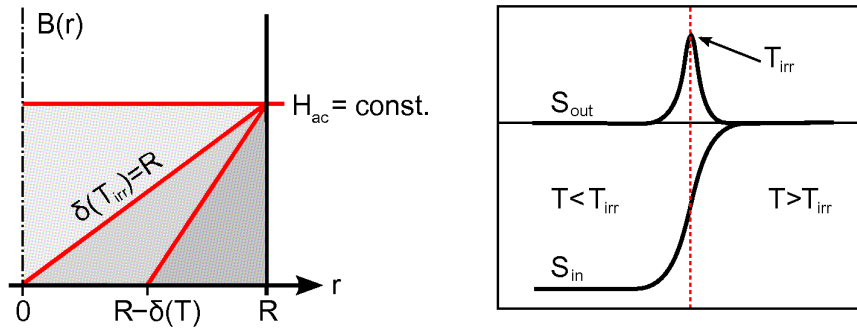


Abb. 4.5: Verhalten des Flussprofils bei Verringerung der Temperatur in konstantem Wechselfeld. Bei $T = T_{irr}$ ist die Probe gerade vollständig vom Fluss durchsetzt (links). Die dabei auftretenden elektrischen Verluste spiegeln sich im Out-Of-Phase-Signal als Maximum wider (rechts).

4.2 Experimenteller Aufbau

4.2.1 Kryostat und 17-T-Magnet

Das Kernstück des Messaufbaus bildet das Kryostatsystem mit einem supraleitenden 17-T-Hybridmagneten, dessen innerer Teil aus Nb_3Sn ($T_c = 18 \text{ K}$) und dessen äußere Wicklungen aus NbTi ($T_c = 9,6 \text{ K}$) bestehen. Die 17-T-Spule befindet sich während der Messungen im Kryostaten vollständig in einem Heliumbad ($T = 4,2 \text{ K}$), das durch Strahlungsschilde aus Aluminium und ein äußeres Vakuum von der Umgebung isoliert ist. Durch ein inneres Hochvakuum vom Heliumbad abgeschirmt befindet sich im Zentrum des Magneten der VTI (*Variable Temperature Insert*) – ein Einsatz, der es gestattet, die Temperatur im Probenraum zwischen 2 und 150 K zu regeln.

Für Messungen oberhalb der Siedetemperatur von Helium wird dazu im VTI mit einer Pumpe ein Unterdruck von 600 – 800 mbar erzeugt und so vom Heliumreservoir flüssiges Helium über ein Nadelventil³ in den unteren Bereich des VTI gedrückt, um dort an einem Wärmetauscher verdampft zu werden. Mit einer Heizspule lässt sich der Dampf auf die für den Probenraum erforderliche Temperatur regeln. Die Ist-Temperatur wird hierbei von einem Temperatursensor aufgenommen, der sich am unteren Ende des VTI befindet. Aufgrund der Entfernung zum Probenort besteht allerdings eine Abweichung von etwa 1 K zur tatsächlichen Temperatur am Probenort, der im VTI etwas höher liegt. Dieser Temperaturgradient wird durch einen zweiten Sensor am Ort der Probe erfasst und nachgeregelt (s. Abschnitt 4.2.2).

Bei Messungen in einem äußeren konstanten Gleichfeld muss die 17-T-Magnetspule mit einem entsprechenden Strom versorgt werden. Um hierbei Leistungsverluste gering zu halten und ein stabiles Magnetfeld zu ermöglichen, kommt der Dauerstrom-Modus zum tragen. Dazu befindet sich parallel zu den Spulenwicklungen eine supraleitende Drahtbrücke, die während des Hochfahrens des Stromes geheizt und daher normalleitend ist. Sobald der Strom das gewünschte Magnetfeld aufgebaut hat, wird die Heizung abgeschaltet, die Überbrückung der Spulenkontakte somit supraleitend und dadurch die Spule kurzgeschlossen, sodass die Stromzufuhr von außen heruntergefahren werden kann. Das Magnetfeld der Spule wird dann nur durch die praktisch verlustfreien Supraströme ohne zusätzlichen Leistungsaufwand aufrechterhalten.

³ Die Öffnung des Nadelventils wird von außen manuell eingestellt und bestimmt so den Heliumdurchsatz bzw. die Kühlleistung.

4.2.2 Sendespule, Probenstab und Pick-Up-System

An der Außenwand des VTI, also im inneren Vakuum zwischen 17-T-Magnet und Probenraum, befindet sich die 5 cm lange Sendespule. Diese erhält von einem Sinus-Generator mit nachgeschaltetem Verstärker das AC-Signal. Das resultierende Magnetfeld ist wie das Gleichfeld des 17-T-Magneten vertikal orientiert. Der Probenstab selbst wird coaxial zur Sendespule senkrecht von oben in den VTI eingeführt. Abb. 4.6 zeigt die aus Plexiglas gefertigte Probenhalterung am unteren Ende des Probenstabes. Die Kompensationsspule ist symmetrisch um die Pick-Up-Spule angeordnet, um einen besseren Abgleich zu ermöglichen. Unmittelbar neben der Pick-Up-Spule befindet sich ein zweiter Temperatursensor, der die oben angesprochene Abweichung zum ersten Sensor im VTI registriert. Da die durchgeführten Messungen einen weiten Temperaturbereich von 5–95 K, in teils starken Magnetfeldern bis 15 T, erforderten, wurden für beide Sensoren Carbon-Glass-Widerstände (mit Kohlenstoff bedampfte Glasplättchen) verwendet, die in Bezug auf die Magnetfeldabhängigkeit über einen großen Temperaturbereich hinweg kalibriert werden können.

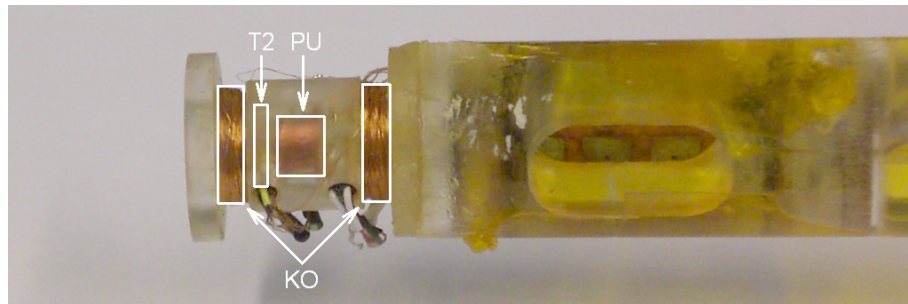


Abb. 4.6: Das untere Ende des Probenstabes mit der Pick-Up-Spule (PU), der Kompensationsspule (KO) und dem Temperatursensor (T2). Der rechts der Pick-Up-Spule sichtbare Temperatursensor kam nicht zum Einsatz.

Für die Messungen wurde die Probe in Vakuumfett getaucht und direkt über eine stirnseitige Öffnung der Probenhalterung in die Pick-Up-Spule eingesetzt. Da das Vakuumfett bei tiefen Temperaturen hart wird, ist somit eine ausreichende Stabilisierung der Probe in der Spule gewährleistet. Nach Einbau der Probe wurde das Spulensystem mit einem Teflonband umwickelt, um allfällige abstehende Drähte der Spulenzuführungen sowie des Temperatursensors beim Einführen des Probenstabes in bzw. beim Herausziehen aus dem VTI nicht zu beschädigen.

Da das Spannungssignal von der Pick-Up-Spule sehr klein und naturgemäß stark verrauscht ist, wurde zur Detektion desselben ein Lock-In-Verstärker verwendet. Wie

schon in Abschnitt 4.1.3 erwähnt, ist ein Lock-In-Verstärker ein phasensensitiver Verstärker, der aus einem verrauschten, periodischen Signal nur die der Grundfrequenz entsprechende Fourierkomponente herausfiltert. Dazu benötigt er ein Referenzsignal mit fester Frequenz und Phase, mit dem das Messsignal (inklusive des Rauschanteils) der Pick-Up-Spule periodisch umgepolt wird und über eine einstellbare Zeit durch einen nachgeschalteten Tiefpass integriert und gemittelt wird. Die Frequenz des Referenzsignals muss dabei genau derjenigen des Signals der Sendespule entsprechen. Dazu wird das Spannungs-Signal für die Sendespule direkt an den Eingang des Lock-In-Verstärkers für die Referenzspannung gelegt. Am Ausgang des Lock-In-Verstärkers entsteht dadurch eine Gleichspannung, die im Idealfall der Amplitude des Messsignals (ohne Rauschanteil) proportional ist. Die Festlegung der Phase des Referenzsignals in Bezug auf das Messsignal ermöglicht eine Aufspaltung des Lock-In-Signals in einen In-Phase- (Phase 0) bzw. einen Out-Of-Phase-Anteil (Phase $\pm\pi/2$). Auf diese Weise lässt sich der Realteil der Wechselfeld-Suszeptibilität getrennt vom Imaginärteil detektieren. Abb. 4.7 zeigt an einem willkürlich gewählten Beispiel die Trennung der komplexen Wechselfeld-Suszeptibilität $\chi(T)$ in den In-Phase- bzw. den Out-Of-Phase-Anteil. Da es bei den durchgeführten Messungen nicht auf die Absolutwerte von χ_1 und χ_2 ankam, wurde auf eine Normierung verzichtet.

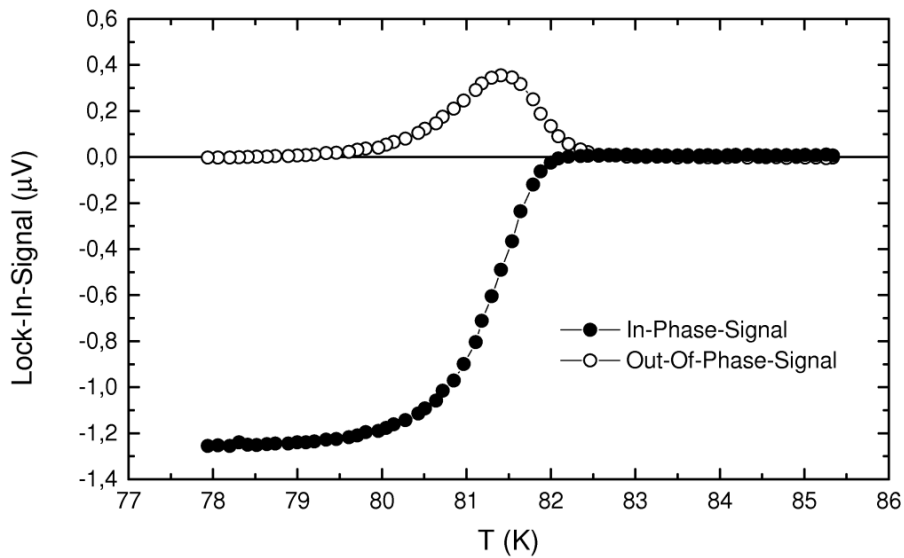


Abb. 4.7: Beispiel zur komplexen Wechselfeld-Suszeptibilität $\chi(T) = \chi_1(T) + i\chi_2(T)$ beim Übergang vom normalleitenden in den supraleitenden Zustand.

4.3 Experimentelle Durchführung

Zu Beginn jeder Messreihe musste ein Phasen- und Signalabgleich durchgeführt werden: Dazu wurde die Kompensationsspule vom Lock-In-Verstärker abgehängt, an die Sendespule ein Wechselfeld mit der Amplitude $\mu_0 H_{ac} = 0,1 \text{ mT}$ gelegt und über den Lock-In-Verstärker die Out-Of-Phase-Komponente des Pick-Up-Signals auf Null gestellt. Somit befand sich das Probensignal in Phase mit dem Referenzsignal der Sendespule. Anschließend wurde die Kompensationsspule wieder angesteckt und die Amplitude des In-Phase-Signals manuell über das externe Potentiometer minimiert. Bei sämtlichen Messungen wurde eine Frequenz des Wechselfeldes von 9 Hz gewählt.

4.3.1 Bestimmung der Irreversibilitätslinie

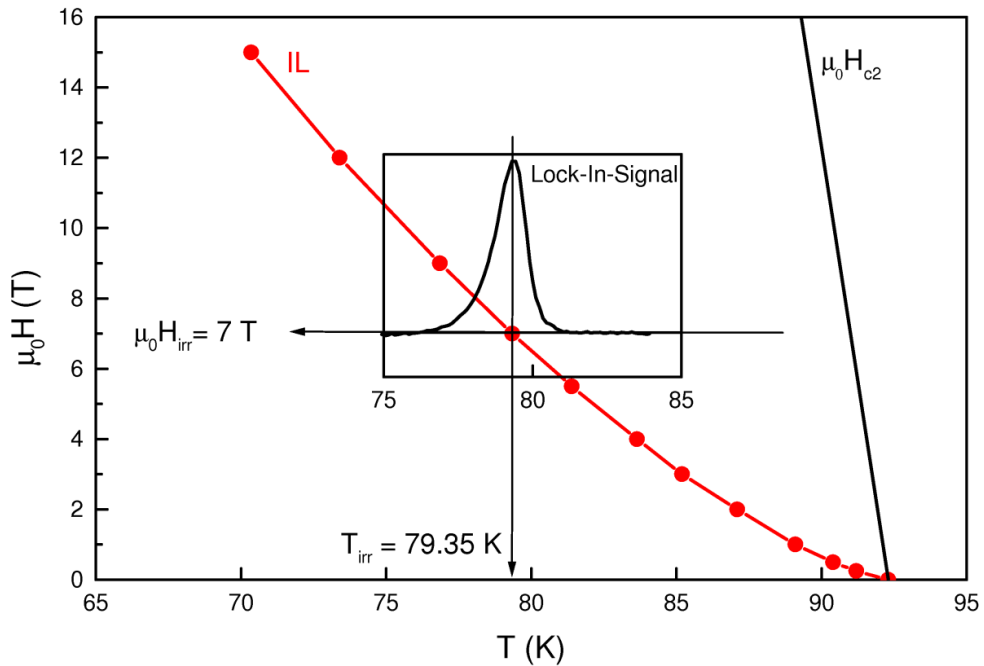


Abb. 4.8: Messprinzip zur Bestimmung der IL $\mu_0 H_{irr}(T_{irr})$. Bei konstantem äußeren Gleichfeld wird die Temperatur schrittweise erniedrigt und die Position des Peaks im Out-Of-Phase-Signal des Lock-In-Verstärkers ausgewertet.

Zur Bestimmung der Irreversibilitätslinie wurde zunächst das Gleichfeld auf 0 T heruntergefahren und die Temperatur auf einen Wert etwas oberhalb vom vermuteten Wert für T_c gesetzt. Die Probe befand sich somit im normalleitenden Zustand, in welchem dann der Phasen- und Signalabgleich durchgeführt wurde. Abb. 4.8 zeigt den

Messablauf zur Bestimmung der IL. Bei konstantem Gleichfeld $\mu_0 H_{irr}$ und konstanter Wechselfeldamplitude von 0,1 mT wurde ein Temperaturbereich von etwa 10 K durchlaufen und das Out-Of-Phase-Signal aufgezeichnet. An der Position des Signal-Peaks erreicht die Wechselfeldamplitude die maximale Eindringtiefe $\delta = a/2 = H^*/J_c$ und die auftretenden Verluste sind dann am größten. Durch diese Temperatur ist somit $T_{irr}(\mu_0 H_{irr})$ festgelegt. Dies wurde für jeden weiteren Feldwert wiederholt.

Abschließend sollen noch zwei Probleme erwähnt werden. Abb. 4.9 zeigt eine komplette Messreihe zur Bestimmung der IL bei der Probe NEG10. Aus nicht näher bekannten Gründen veränderte sich der *Sensitivity*-Wert des Lock-In-Verstärkers während der 7-T-Messung. Da der entsprechende Peak noch bestimmbar war, mussten die Messungen nur für die letzten 3 Gleichfelder wiederholt werden.

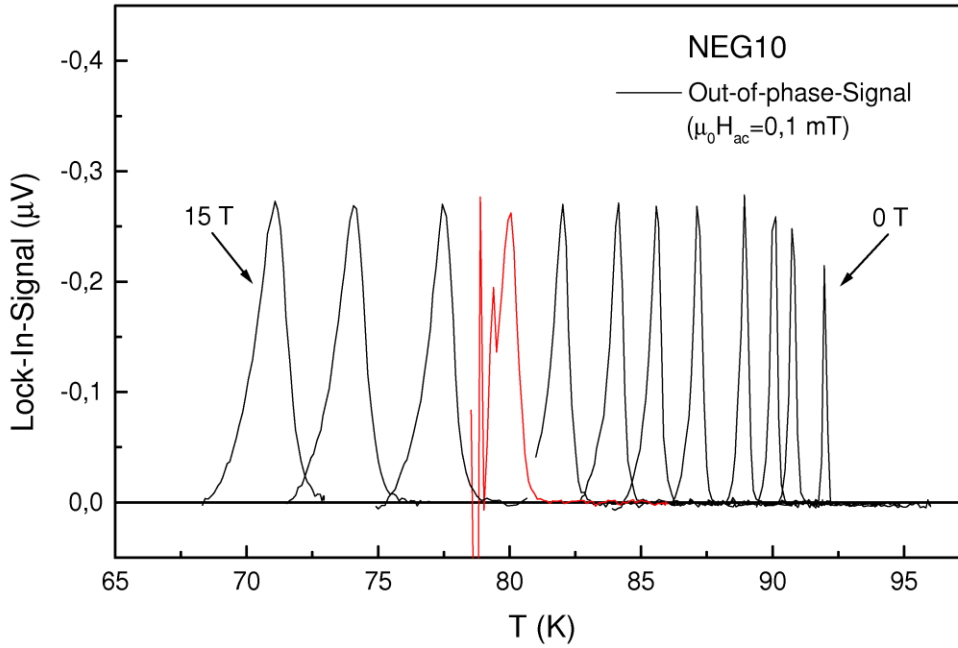


Abb. 4.9: Auswirkung auf das Out-Of-Phase-Signal bei $\mu_0 H_{dc} = 7$ T bei falsch eingestellter *Sensitivity* am Lock-In-Verstärker (rote Kurve).

Etwas problematischer war hingegen die Auswertung der IL-Messung bei der Probe NEG20. In Abb. 4.10 weist das Lock-In-Signal für kleine Felder bis 1 T jeweils eine Doppelspitze auf. Die zugehörige Temperatur ließ sich daher nur abschätzen, indem der Mittelwert aus beiden Einzelpeaks herangezogen wurde. Glücklicherweise entsprechen kleine Felder dem flachen Teil in der IL, sodass der Fehler nicht stark

ins Gewicht fällt. Wesentlicher ist jedoch die Feststellung, dass bei der Probe NEG20 in kleinen Feldern offenbar kein kontinuierlicher Übergang vom reversiblen in den gepinnten Vortextzustand stattfindet.

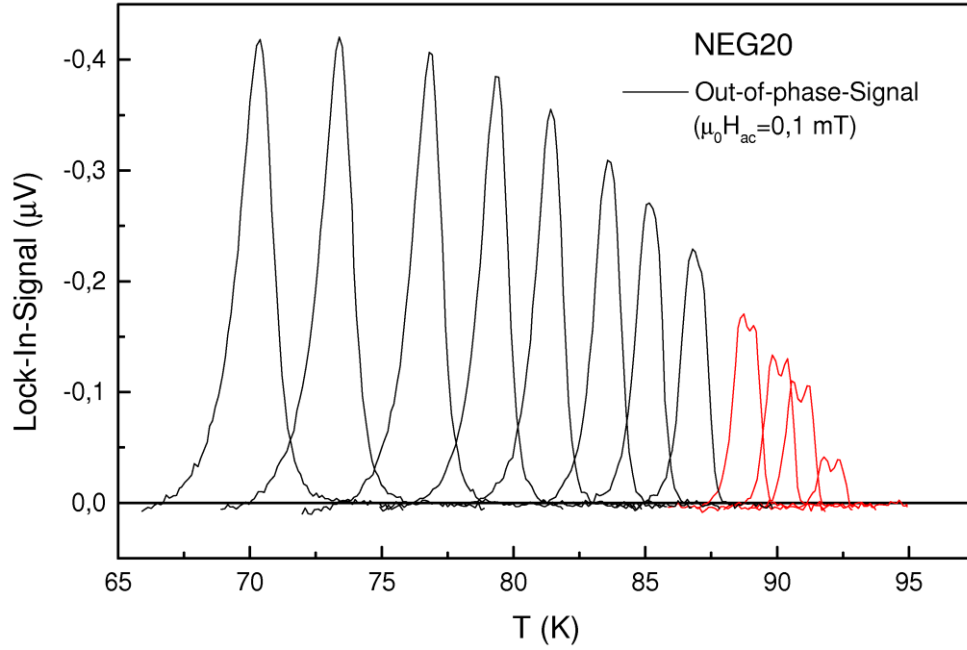


Abb. 4.10: Bei den rot gezeichneten Kurven war eine eindeutige Bestimmung von T_{irr} aufgrund des Doppelpeaks nicht durchführbar.

4.3.2 Bestimmung der Sprungtemperatur

Für die T_c -Bestimmung konnte einfach die erste Sequenz der IL-Messung im Nullfeld herangezogen werden, da $T_c \approx T_{irr}(\mu_0 H = 0 \text{ T})$ gilt. Im Unterschied zur IL wurde aber das In-Phase-Signal des Lock-In-Verstärkers für die Auswertung der Messung herangezogen. Abb. 4.11 stellt als Beispiel die Bestimmung von T_c bei der Probe NEG10 im unbestrahlten Zustand dar. Hierzu wurde das allgemein übliche „Onset-Kriterium“ angewendet, bei dem der Schnittpunkt des Signals im normalleitenden Zustand mit der Wendetangente an den Übergang in die Meissner-Phase bestimmt wurde.

Des Weiteren wurde aus der T_c -Messung das in Abschnitt 4.1.3 definierte Meissner-Signal bestimmt, das als Normierung für die spätere Auswertung der kritischen Stromdichten diente.

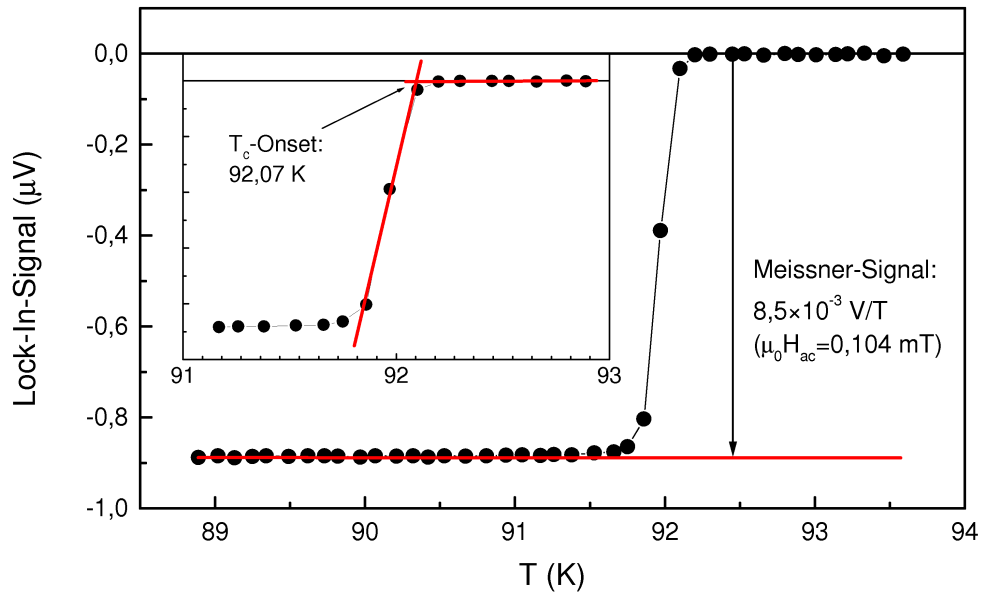


Abb. 4.11: Bestimmung der Onset-Sprungtemperatur T_c . An das In-Phase-Signal im Nullfeld wird eine Wendetangente gelegt und der Schnittpunkt mit dem Nullsignal bestimmt.

4.3.3 Bestimmung der kritischen Stromdichte

Vor dem Start der Messsequenz wurde wieder ein Phasen- und Signalabgleich, wie oben beschrieben, durchgeführt; in diesem Falle allerdings im supraleitenden Zustand bei 77 K und einem Gleichfeld von 0,25 T. Da während der gesamten Laufzeit der Messung in der Folge verschiedene Gleichfelder an den Supraleiter angelegt wurden und sich dadurch der Abgleich aufgrund des sich ändernden Magnetowiderstandes des Spulensystems verstellte, erfolgte für alle weiteren Felder ein automatischer Abgleich über ein digitales Potentiometer.

Die kritische Stromdichte wurde bei jeweils konstantem Gleichfeld und konstanter Temperatur bestimmt, indem die Wechselfeldamplitude schrittweise erhöht und das In-Phase-Signal aufgezeichnet wurde. Abb. 4.12 zeigt das Auswerteprinzip anhand einer Messreihe, um aus dem quadratischen Anteil des Signals $J_c(\mu_0 H, T)$ berechnen zu können. Da es sich bei jedem kompletten J_c -Messzyklus um insgesamt 93 einzelne Messreihen handelte, übernahm diese Aufgabe ein schon bestehendes Programm, das die einzelnen Messdaten einlas, den quadratischen Fit bestimmte und danach für jede Messtemperatur $J_c(\mu_0 H)$ in eine Datei ausgab. Dazu wurde bei $T = 77 \text{ K}$ das resultierende Signal bis $\mu_0 H_{ac} = 5 \text{ mT}$ ausgewertet, bei allen anderen Temperaturen bis

$\mu_0 H_{ac} = 10 \text{ mT}$.⁴ Bei den Messungen für $T = 5 \text{ K}$ waren die Stromdichten bereits so groß, dass das Lock-In-Signal wegen $S_{in} \propto J_c^{-1}$ sehr klein wurde. Aus diesem Grund waren die Unsicherheiten bei der Bestimmung des quadratischen Fits auch am größten (ungefähr um einen Faktor 10 größer als bei höheren Temperaturen). Dies führte einerseits zu nicht ganz glatten J_c -Kurven, andererseits aber auch manches Mal während der Messungen in hohen Feldern, bedingt durch die dabei auftretenden enormen Kräfte auf die Probe, zu einer Beschädigung der Pick-Up-Spule. Diese musste dann ausgebaut und neu gewickelt werden. Aus diesen Gründen existieren für die Probe NEG20 nach der Bestrahlung keine vertrauenswürdigen J_c -Daten bei 5 K.

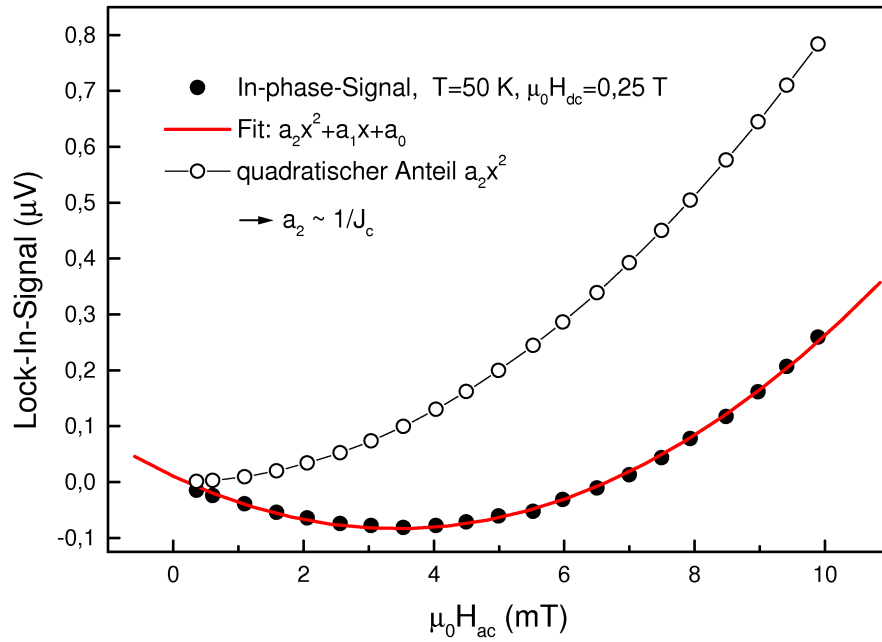


Abb. 4.12: Messprinzip zur Bestimmung von J_c . Für jede Temperatur T und jedes konstante äußere Gleichfeld $\mu_0 H_{dc}$ wird das In-Phase-Signal aufgezeichnet. Der quadratische Anteil des Signals ist invers proportional zu $J_c(\mu_0 H, T)$.

⁴ Damit der statistische Fehler bzw. die Anzahl der Messpunkte, die in die Bestimmung des quadratischen Fits eingehen, bei allen Temperaturen gleich ist, wurde bei $T=77 \text{ K}$ für $\mu_0 H_{ac}$ die halbe Schrittweite (0,25 mT) verwendet.

5 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Messergebnisse für die einzelnen Sprungtemperaturen T_c die kritischen Stromdichten J_c , sowie die Irreversibilitätslinien, jeweils vor bzw. nach der Bestrahlung mit schnellen Neutronen, behandelt. Die Proben gehören alle zur selben Klasse von Hochtemperatursupraleitern des Typs RE -123, wobei RE für Seltene-Erden-Elemente und deren Kombinationen steht. Das Hauptaugenmerk wird aber speziell auf den NEG-Proben und ihren besonderen Eigenschaften liegen. Alle Messungen der kritischen Stromdichte, sowie der Irreversibilitätslinien fanden unter der selben Magnetfeldorientierung $H \parallel c$ statt, weshalb bei den einzelnen Diagrammen auf die übliche Angabe verzichtet wurde. Ebenso bezieht sich „Bestrahlung“ immer auf die gleiche Neutronen-Fluenz von $2 \times 10^{21} \text{ m}^{-2}$. Zudem wird der Terminus „Magnetfeld“ auch für die Magnetische Induktion oder Flussdichte $B = \mu_0 H$ verwendet.

5.1 Probenparameter und T_c

Tabelle 5.1 gibt einen Überblick über die in den folgenden Ausführungen behandelten Proben, einschließlich ihrer Sprungtemperaturen vor und nach der Bestrahlung. Die bei den NEG-Proben scheinbar auftretende Systematik, nämlich dass T_c mit steigendem 211-Gehalt größer wird, muss allerdings relativiert werden, da von jeder Probe

Name	Chemische Zusammensetzung	T_c (K)	T_c^{bestr} (K)
NEG10	(NdEuGd)Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ} + 10 mol% 211	92,05	91,65
NEG20	(NdEuGd)Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ} + 20 mol% 211	92,50	92,25
NEG30	(NdEuGd)Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ} + 30 mol% 211	92,65	92,30
SmGd	(SmGd)Ba ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	93,40	93,15
Nd	NdBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	94,10	93,70
YBCO	YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	91,50	91,00

Tabelle 5.1: Zusammenstellung einiger Probendaten sowie der Sprungtemperaturen vor und nach der Bestrahlung.

mit definiertem 211-Gehalt nur eine zur Verfügung stand. Wie allerdings zu erwarten war, wurden bei allen Proben die T_c -Werte durch die Bestrahlung leicht verringert.

5.2 Irreversibilitätslinien

Abb. 5.1 zeigt die gemessenen IL der NEG-Proben vor der Bestrahlung. Auch hier lässt sich feststellen, dass offenbar kein Zusammenhang mit dem variierenden 211-Gehalt der Proben besteht. Dennoch weisen die Proben hohe Irreversibilitätsfelder auf. Beispielsweise beträgt für NEG10 bei einer Temperatur von 77 K $\mu_0 H_{irr} = 9,3$ T und ist damit um ca. 2 T größer als bei herkömmlichen YBCO-Proben. Dieser Wert wurde nur von der Probe SmGd übertroffen, wie Abb. 5.2 zeigt. Interessant zu erwähnen ist allerdings die Tatsache, dass die IL der NEG-Proben praktisch unbeeinflusst von der Bestrahlung die selben Werte zeigten. Abb. 5.3 zeigt einen Vergleich zwischen der YBCO-Probe und NEG10. Während bei YBCO ein typischer Anstieg in der IL auszumachen ist, bleibt jene von NEG10 annähernd unverändert.

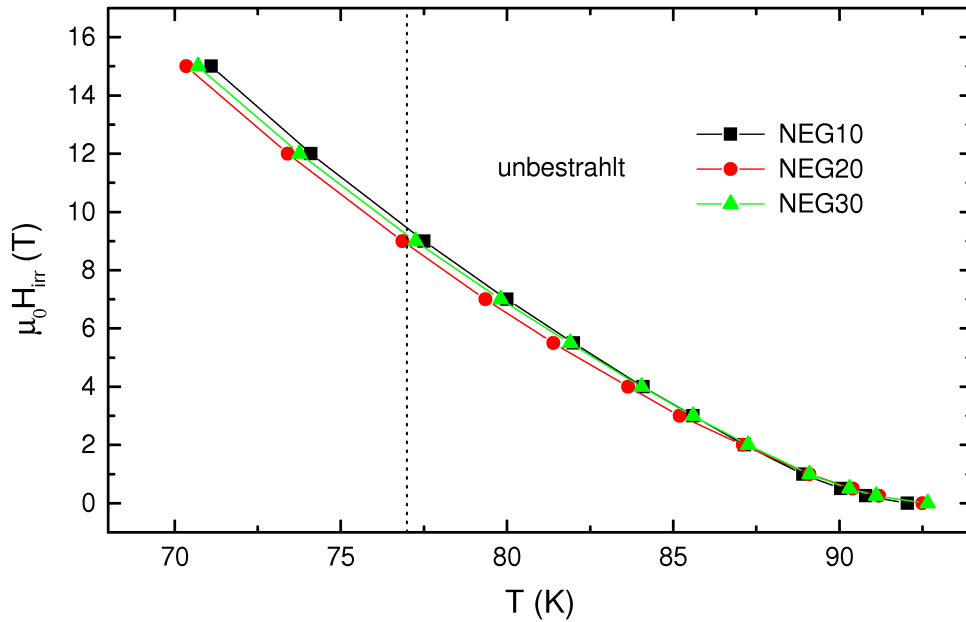


Abb. 5.1: IL der NEG-Proben vor der Bestrahlung. Bei der Siedetemperatur von flüssigem Stickstoff beträgt das Irreversibilitätsfeld um die 9 T.

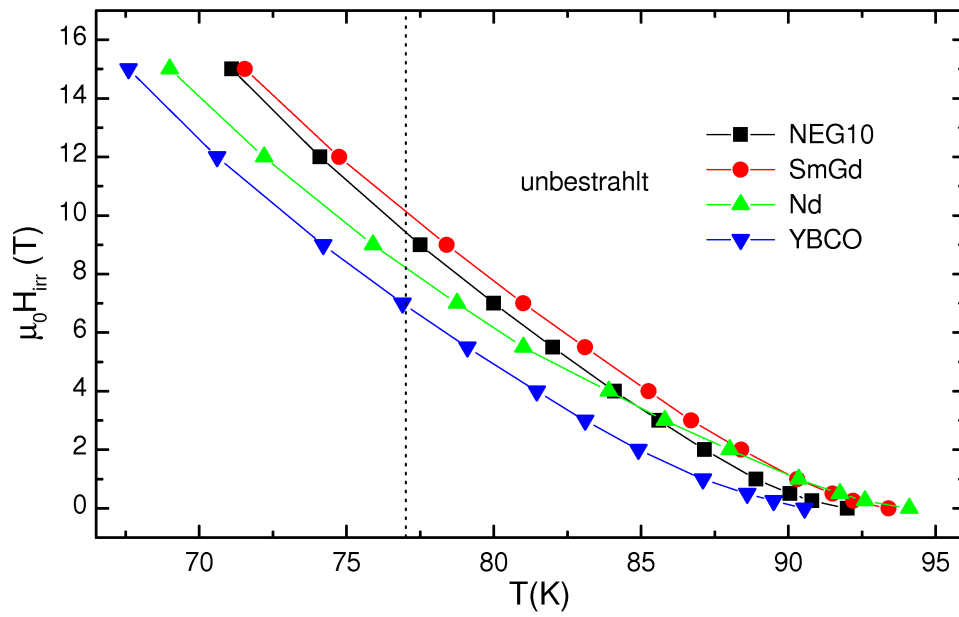


Abb. 5.2: Vergleich der IL von RE-123-Verbindungen im unbestrahlten Zustand.

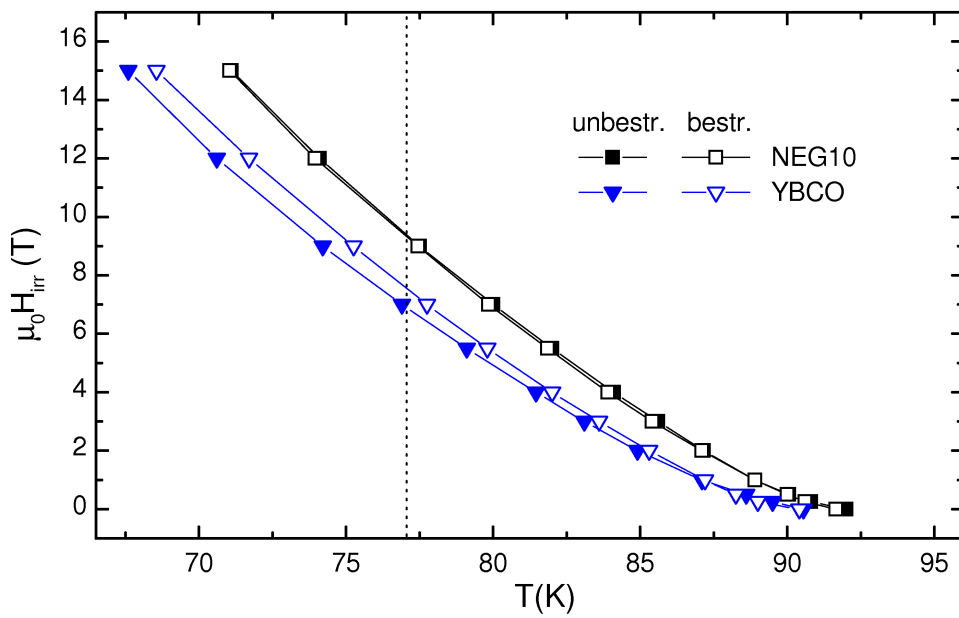


Abb. 5.3: Auswirkung der Bestrahlung auf die IL von NEG10 und der YBCO-Probe.

5.3 Kritische Stromdichten

Abb. 5.4 zeigt die kritischen Stromdichten der vier verschiedenen RE -Verbindungen in Abhängigkeit des Magnetfeldes bei $T = 77$ K. Wie es typisch für 123-Verbindungen ist, tritt hier bei allen Proben der sogenannte *Fishtail*- oder *Second-Peak*-Effekt auf, ein zweites Maximum (nebst $B \rightarrow 0$) von J_c bei steigendem Magnetfeld. Bei der Probe NEG10 kann man tatsächlich von einem ausgeprägten Fishtail sprechen, während bei den anderen drei Proben nur ansatzweise ein solcher zu erkennen ist. Zudem ist der Peak bei NEG10 in den höheren Feldbereich verschoben und im Vergleich zu den anderen Proben deutlich breiter.

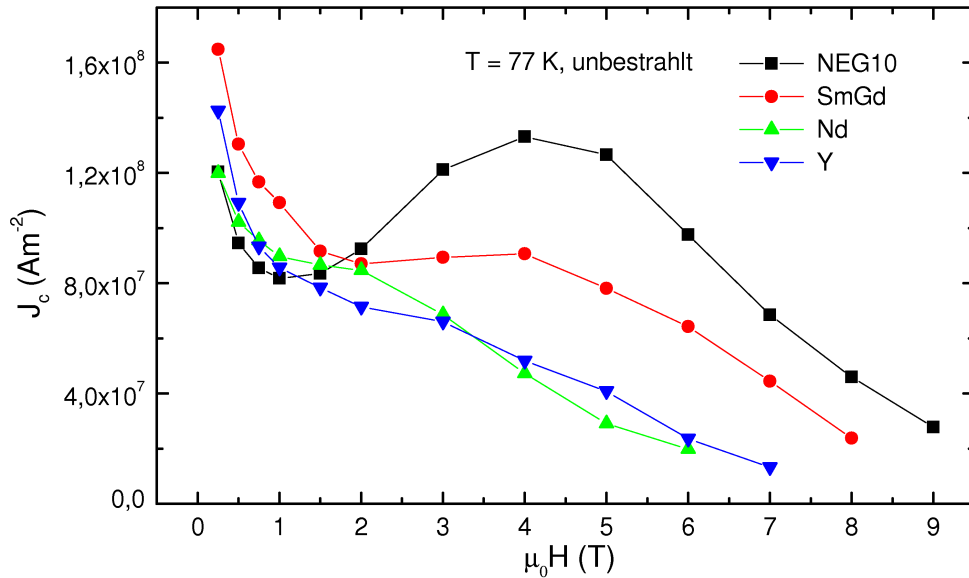


Abb. 5.4: Vergleich der kritischen Ströme der verschiedenen RE -123 Verbindungen bei $T = 77$ K. Auffallend ist der überaus starke Fishtail-Effekt bei der Probe NEG10.

Um dies weiter zu verdeutlichen, geben die folgenden drei Abb. 5.5 – 5.7 einen ersten Überblick zur Magnetfeld-Abhängigkeit der kritischen Stromdichte aller drei NEG-Proben bei den sechs verschiedenen Messtemperaturen. (Um jeweils alle Temperaturen in einem Diagramm darstellen zu können, wurde eine logarithmische Skala verwendet; deshalb scheint der Fishtail-Effekt nicht allzu groß zu sein.)

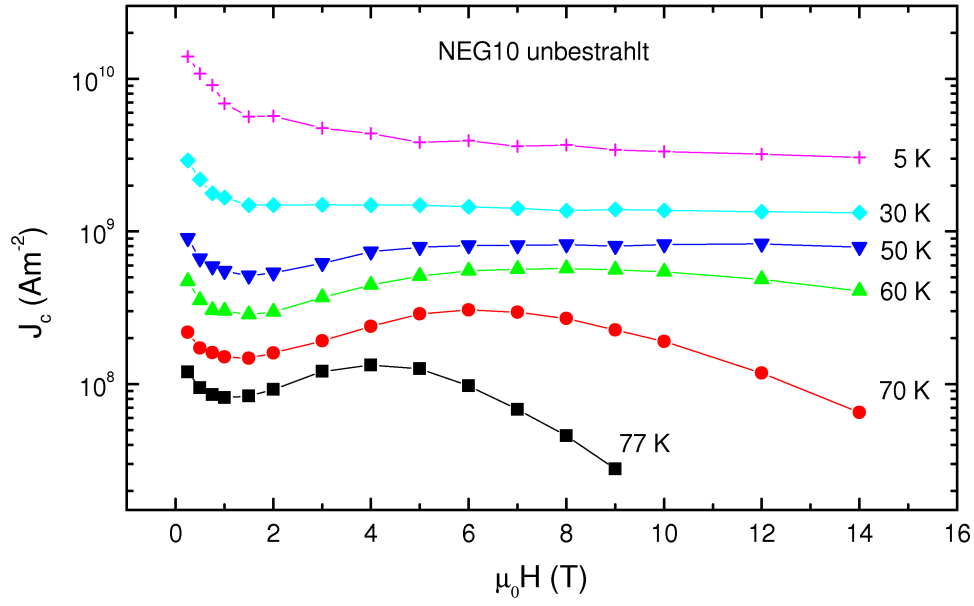


Abb. 5.5: NEG10 vor der Bestrahlung: J_c als Funktion des Magnetfeldes für alle sechs Messtemperaturen.

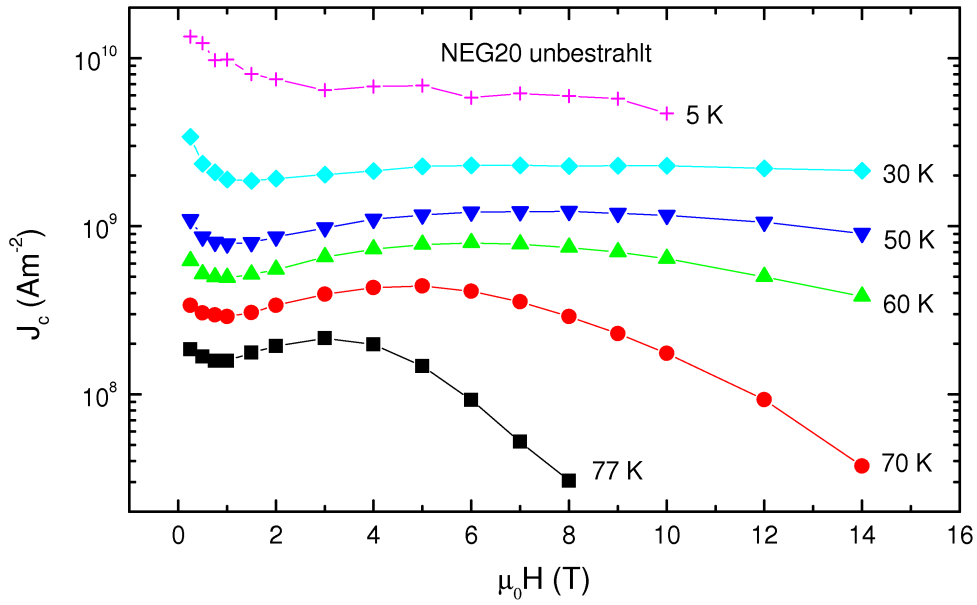


Abb. 5.6: NEG20: Der Fishtail-Effekt ist bei $T = 30$ K gerade noch erkennbar. NEG20 weist im unbestrahlten Zustand die höchsten Stromdichten auf.

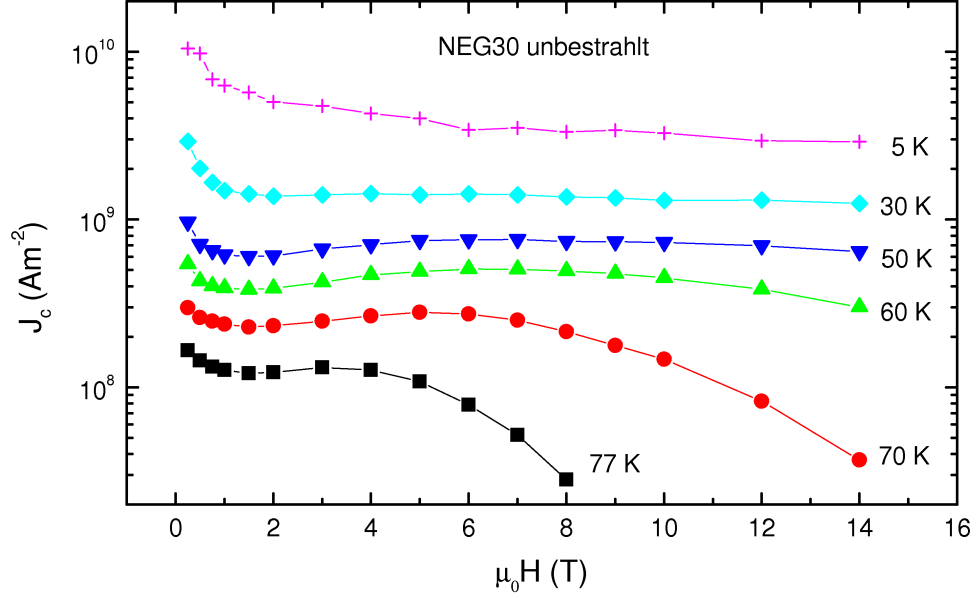


Abb. 5.7: NEG30: Die Absolutwerte von J_c sind ähnlich denen von NEG10.

Man kann erkennen, dass bei jeder Probe und bei Temperaturen bis hinab zu 50 K ab ca. 1 T ein Anstieg von J_c in zunehmendem Feld erfolgt. Bei der Probe NEG20 ist dieser sogar noch bei $T = 30$ K auszumachen. Bei kleineren Temperaturen ist kein Peak mehr vorhanden, sondern ein beinahe konstanter Kurvenverlauf. Somit kann festgehalten werden, dass die NEG-Proben generell eine verbesserte Abhängigkeit der Stromdichte vom Magnetfeld aufweisen. Die höchsten J_c -Werte im unbestrahlten Zustand weist die Probe NEG20 auf: für $T = 77$ K und kleine Felder ca. $2 \times 10^8 \text{ A m}^{-2}$.

Einen Vergleich der NEG-Proben untereinander zeigt Abb. 5.8. Hier ist wiederum die kritische Stromdichte als Funktion vom Magnetfeld für nur eine Temperatur (60 K) aufgetragen. Die Situation ist bei allen anderen Temperaturen annähernd gleich: Die Probe NEG20 weist praktisch über den gesamten Feldbereich hinweg die größte Stromdichte auf. Die entsprechenden Werte von NEG10 hingegen liegen bei Feldern kleiner als ca. 4 T unterhalb, bei größeren Feldern oberhalb derer von NEG30. Untersuchungen an anderen NEG-Proben mit einem 211-Gehalt bis zu 50 mol% zeigten eine systematische Zunahme von J_c bis zu einem Gehalt von 40 mol% [26]. Möglicherweise stammen die in dieser Arbeit verwendeten Proben von unterschiedlichen Positionen des Ausgangspellets, aus welchem sie herausgeschnitten wurden. Zu erwarten wäre, dass bei steigenden Defektdichten aufgrund des 211-Gehaltes zunächst J_c ansteigt, dann ein Maximum durchläuft und schließlich wieder wegen des geringer

werdenden supraleitenden Volumenanteils abnimmt. Die Ergebnisse im vorliegenden Fall würden daher auf einen optimalen 211-Gehalt von 20% schließen lassen, doch kann dies aufgrund der kleinen Anzahl an Proben nur als Hypothese gelten.

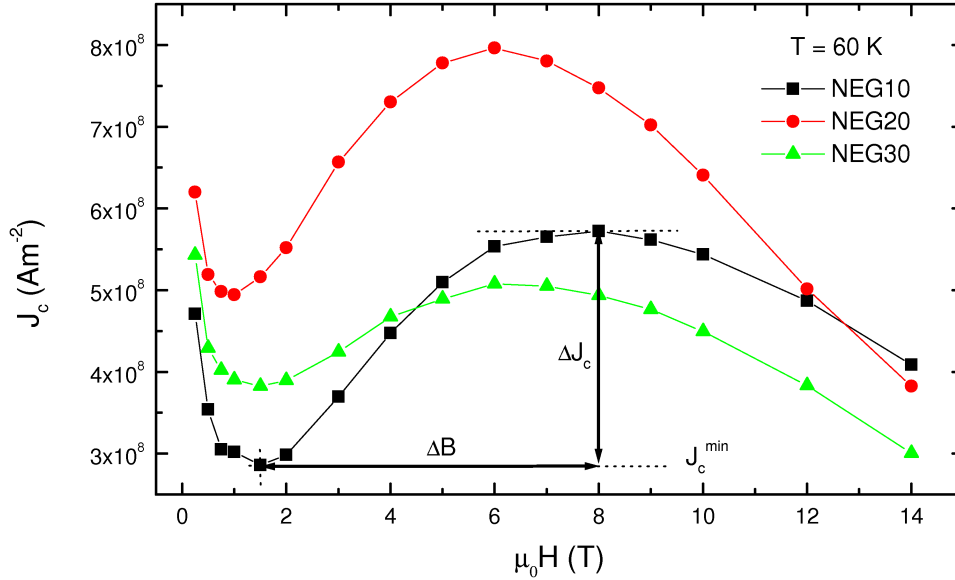


Abb. 5.8: Fishtail-Effekt bei den NEG-Proben für $T = 60$ K.

Definiert man, wie in Abb. 5.8 ersichtlich, die relative Höhe des Peaks mit $\Delta J_c / J_c^{\min}$, so lässt sich diese als Funktion der Temperatur darstellen. Abb. 5.9 zeigt, dass der Fishtail-Effekt bei allen NEG-Proben zwischen 60 und 70 K jeweils am stärksten ausgeprägt ist und mit zunehmendem 211-Gehalt schwächer wird. Ebenso lässt sich der Feldbereich ΔB , in dem J_c zunimmt, als Funktion der Temperatur darstellen, was in Abb. 5.10 zu sehen ist. Hier sind zwar die Unsicherheiten bei $T = 50$ K wegen der Flachheit der zugehörigen J_c -Kurve ziemlich groß, der Trend ist aber trotzdem klar erkennbar. Da die Position von $J_c^{\min}$ bei allen Temperaturen annähernd konstant blieb, kommt dies einer Verschiebung des Fishtails zu höheren Feldern mit abnehmender Temperatur gleich. Der Fishtail-Effekt entsteht aus einem Wechselspiel zwischen der Pinningenergie E_p und der elastischen Energie E_{el} des Flussliniengitters. Bei kleinen Feldern gilt $E_{el} \gg E_p$ und das Vortexgitter ist in einem geordneten Zustand. Mit steigendem Magnetfeld dominiert aber E_p , das Vortexgitter geht in einen ungeordneten Zustand über, der durch die statistisch verteilten Defekte bestimmt wird und J_c im Bereich des Fishtails ansteigen lässt.

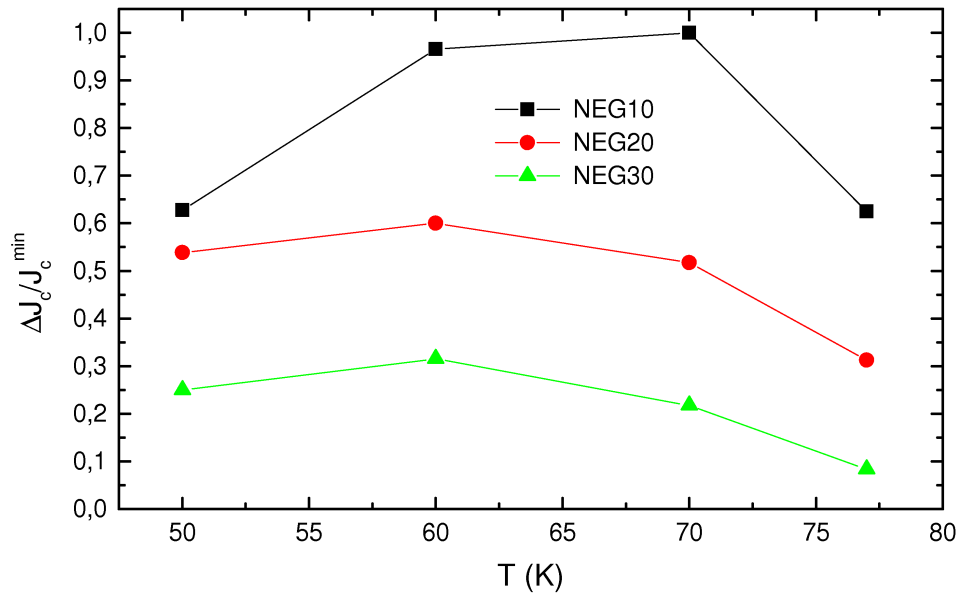


Abb. 5.9: Temperatur-Abhängigkeit des Fishtail-Effekts bei den NEG-Proben. Aufgetragen ist die relative Höhe des 2. Maximums in Bezug auf das lokale Minimum gegen die Temperatur. Mit steigendem 211-Gehalt wird demnach die relative Höhe des Peaks kleiner.

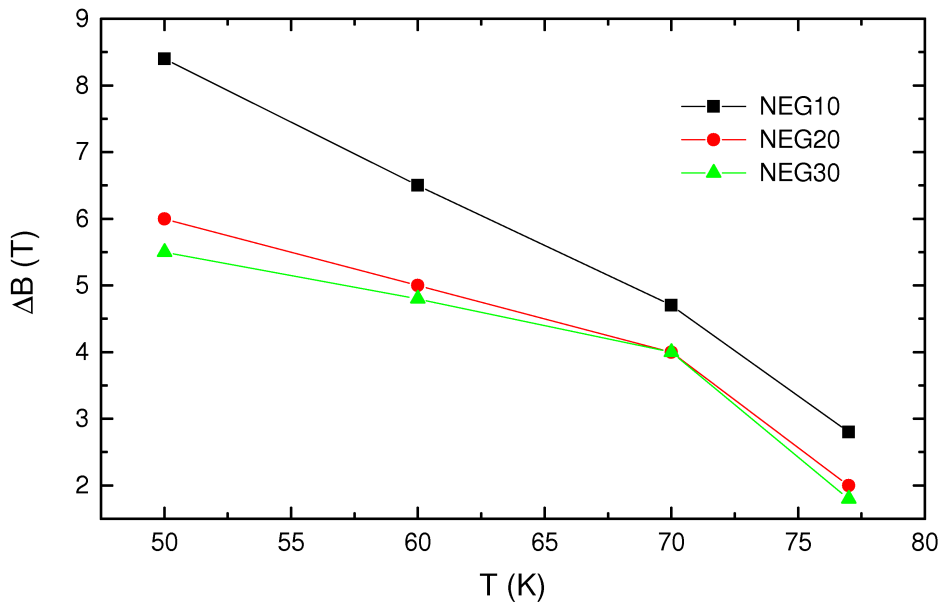


Abb. 5.10: Mit fallender Temperatur findet eine Verbreiterung des Fishtails statt und der Peak verschiebt sich zu höheren Feldern.

Abb. 5.11 zeigt die Auswirkung der Bestrahlung auf die kritische Stromdichte für die verschiedenen 123-Verbindungen. Einerseits führen die erzeugten Defekte zu einer deutlichen Erhöhung der Stromdichte bei kleineren Feldwerten, andererseits wird dadurch die Magnetfeld-Abhängigkeit von J_c deutlich größer. Bei den Proben NEG10 und SmGd kann man einen beinahe konstanten exponentiellen Abfall über den gesamten Feldbereich erkennen. Außerdem tritt der Fishtail-Effekt nach der Bestrahlung nicht mehr auf.

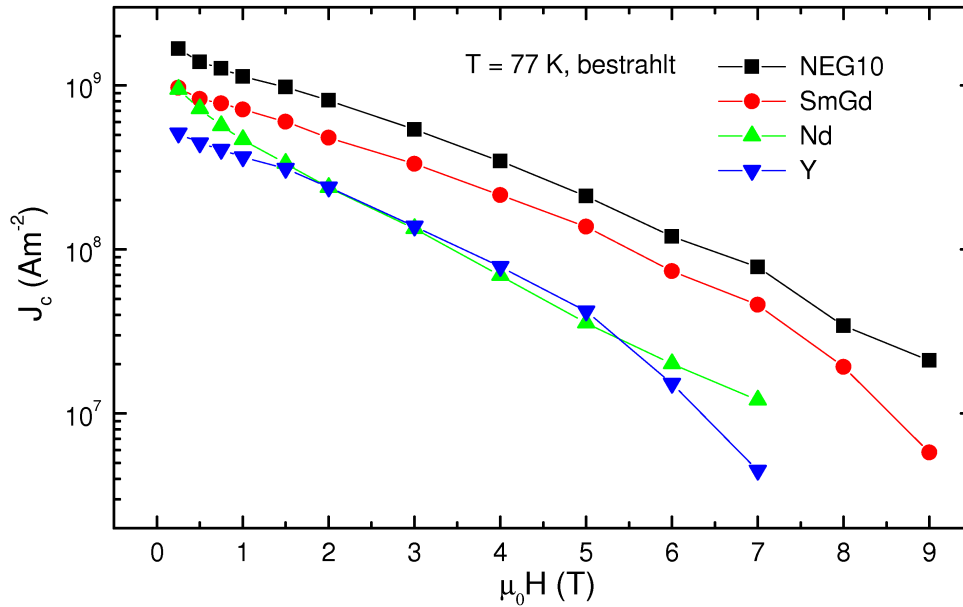


Abb. 5.11: Kritische Ströme von unterschiedlichen *RE*-123-Verbindungen bei 77 K nach der Bestrahlung mit schnellen Neutronen.

Zur Verdeutlichung zeigen die Abb. 5.12 – 5.14 die kritischen Stromdichten vor und nach der Bestrahlung für die NEG-Proben bei verschiedenen Temperaturen. Bei $T = 77$ K, wie in Abb. 5.12 ersichtlich, zeigt sich wiederum bei allen Proben über den gesamten Messbereich das annähernd konstante exponentielle Verhalten von J_c . Bei niedrigeren Temperaturen hingegen (Abb. 5.13 und 5.14) nimmt J_c bei kleinen Feldwerten schneller ab, als bei größeren. Die Kurven werden aber generell bei abnehmender Temperatur flacher. Die höchsten Stromdichten werden bei allen Temperaturen von der Probe NEG10 erreicht und nehmen mit steigendem 211-Gehalt ab. Auffällig ist, dass sich die J_c -Kurven nach der Bestrahlung bei Feldern, die nahe der IL liegen, immer an die entsprechenden Kurven vor der Bestrahlung annähern.

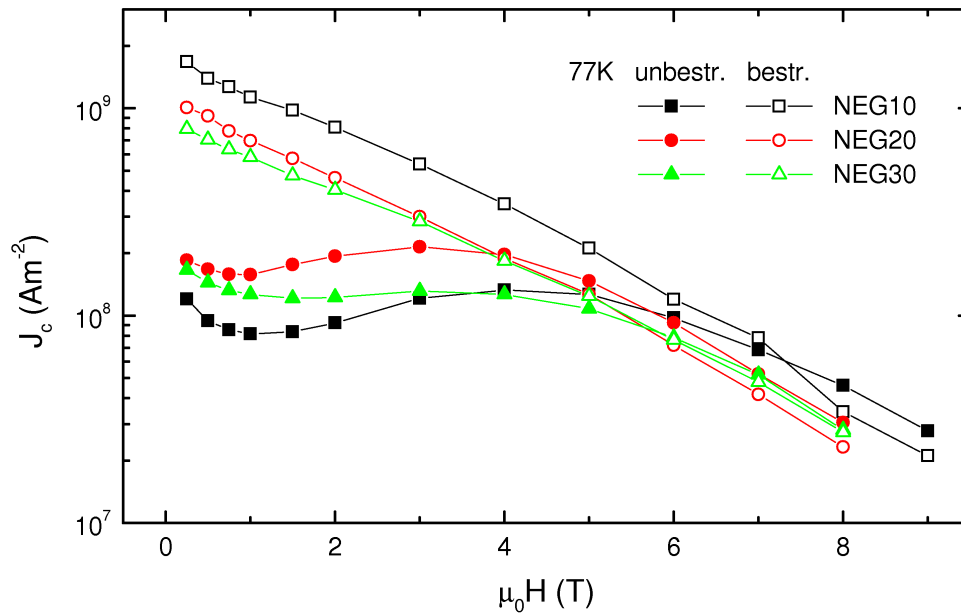


Abb. 5.12: Vergleich der kritischen Ströme in Abhängigkeit des Magnetfeldes vor und nach der Bestrahlung bei 77 K

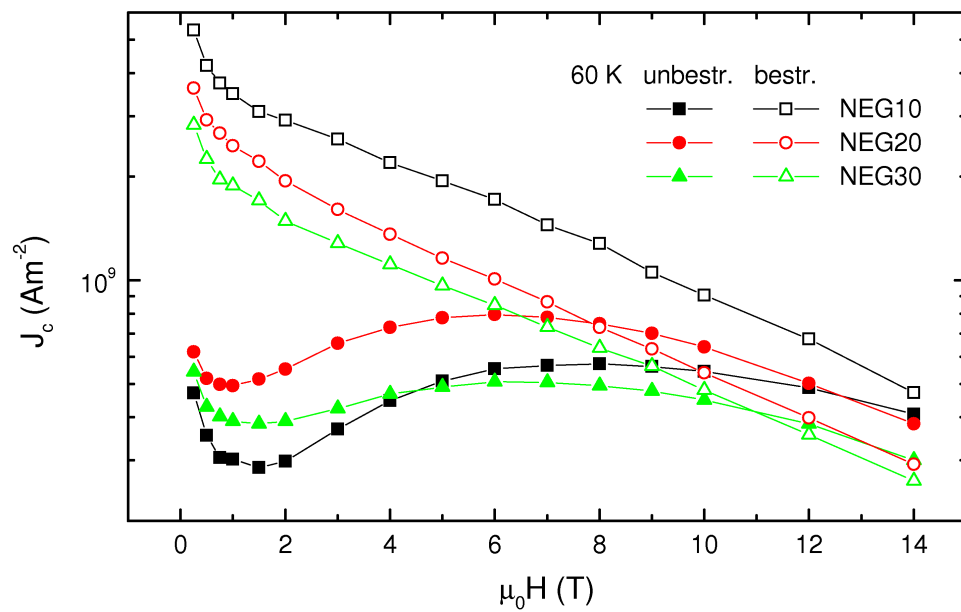


Abb. 5.13: Vergleich der kritischen Ströme in Abhängigkeit des Magnetfeldes vor und nach der Bestrahlung.

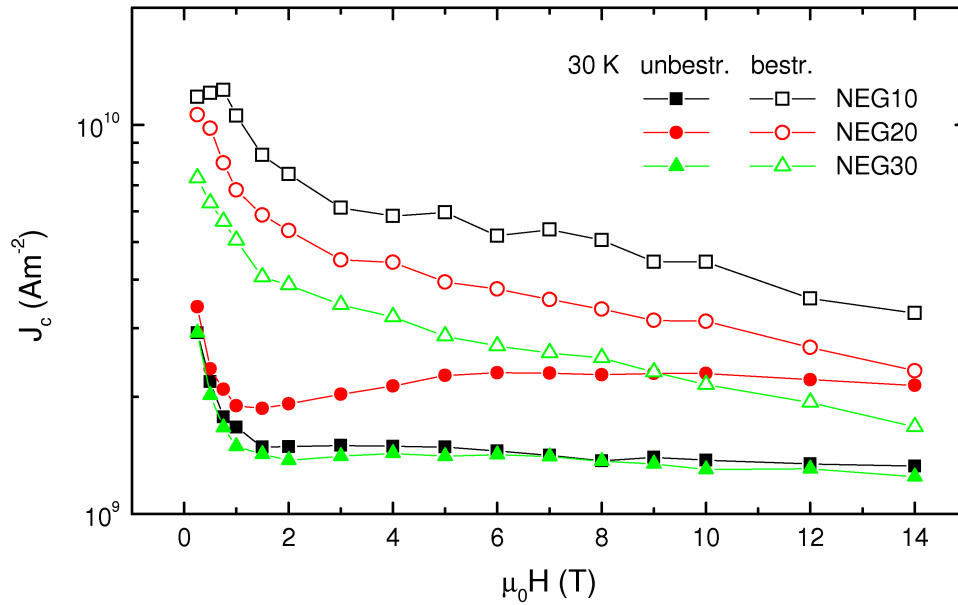


Abb. 5.14: Vergleich der kritischen Ströme in Abhängigkeit des Magnetfeldes vor und nach der Bestrahlung.

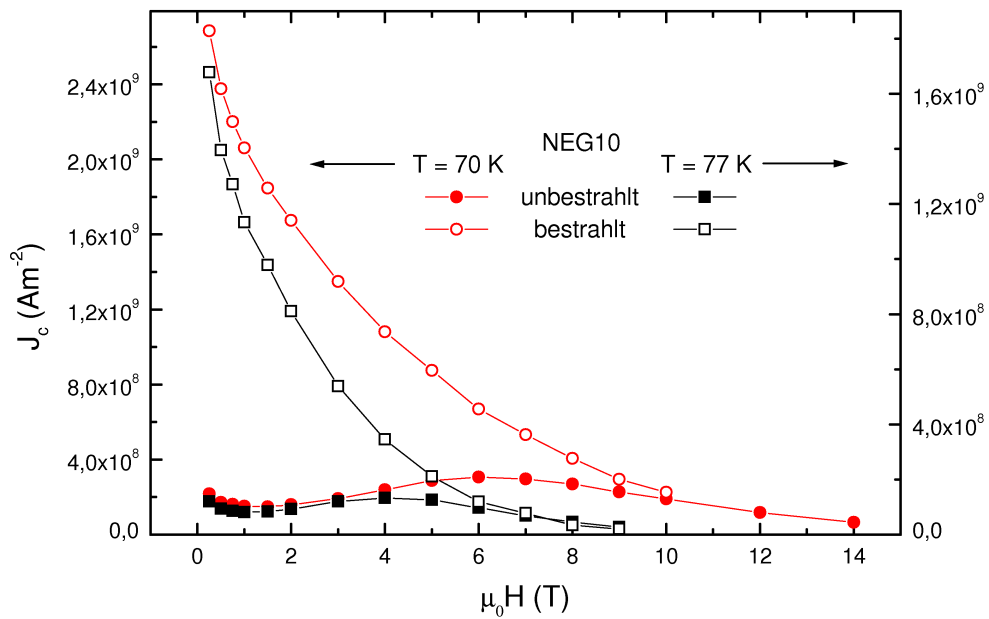


Abb. 5.15: Veränderung der Feldabhängigkeit nach der Bestrahlung für die Probe NEG10.

Diesen Sachverhalt zeigt Abb. 5.15 auf einer linearen Skala am Beispiel der Probe NEG10 sehr deutlich. Die Kurven schmiegen sich gleichsam bei höheren Feldern an

die Kurven für die Probe im unbestrahlten Zustand. Eine Erhöhung von J_c aufgrund der Bestrahlung tritt demnach nur bis zu einem gewissen maximalen Feldwert auf, der in der Nähe des entsprechenden Punktes der IL liegt. Man kann allgemein festhalten, dass eine deutliche Erhöhung der kritischen Stromdichte nur bei kleinen Feldern gegeben ist und die relative Erhöhung mit steigender Temperatur größer wird. Dieses Verhalten spiegelt sich demnach auch in der Temperatur-Abhängigkeit von J_c wider. Abb. 5.16 zeigt einen Vergleich der kritischen Stromdichte vor und nach der Bestrahlung als Funktion der Temperatur bei konstantem Magnetfeld. Man sieht eine deutlich schwächere T-Abhängigkeit im bestrahlten Zustand, die schließlich bei höheren Temperaturen bezüglich der J_c -Erhöhung zum Tragen kommt.

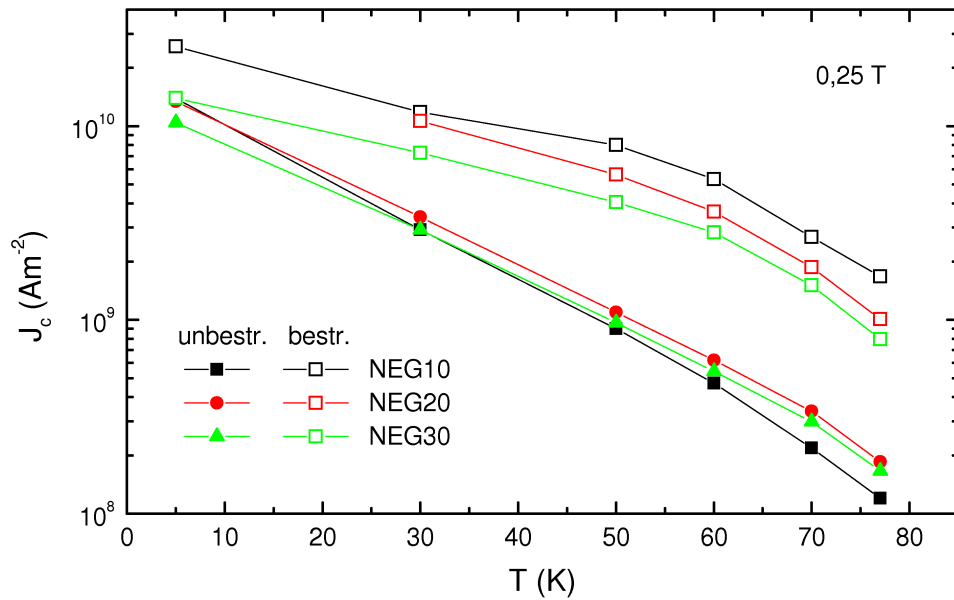


Abb. 5.16: Vergleich der kritischen Ströme in Abhängigkeit der Temperatur vor und nach der Bestrahlung bei 250 mT.

Des Weiteren weist die Probe NEG10 nach der Bestrahlung nicht nur absolut die höchste Stromdichte auf, sondern auch die größte relative J_c -Erhöhung. Dieser entsprechende Erhöhungsfaktor für die Proben NEG10 und NEG20 als Funktion des Magnetfeldes ist in den Abb. 5.17 und 5.18 zu sehen. Bei der Probe NEG10 findet durch die Bestrahlung eine maximale Erhöhung um den Faktor 15 statt, die bei kleinen Feldern und hohen Temperaturen auftritt, während für NEG20 bei den gleichen äußeren Parametern lediglich eine Verbesserung um den Faktor 5,5 auftritt. NEG30 weist eine fast idente Charakteristik zu NEG20 auf. Man erkennt auch, dass sich die

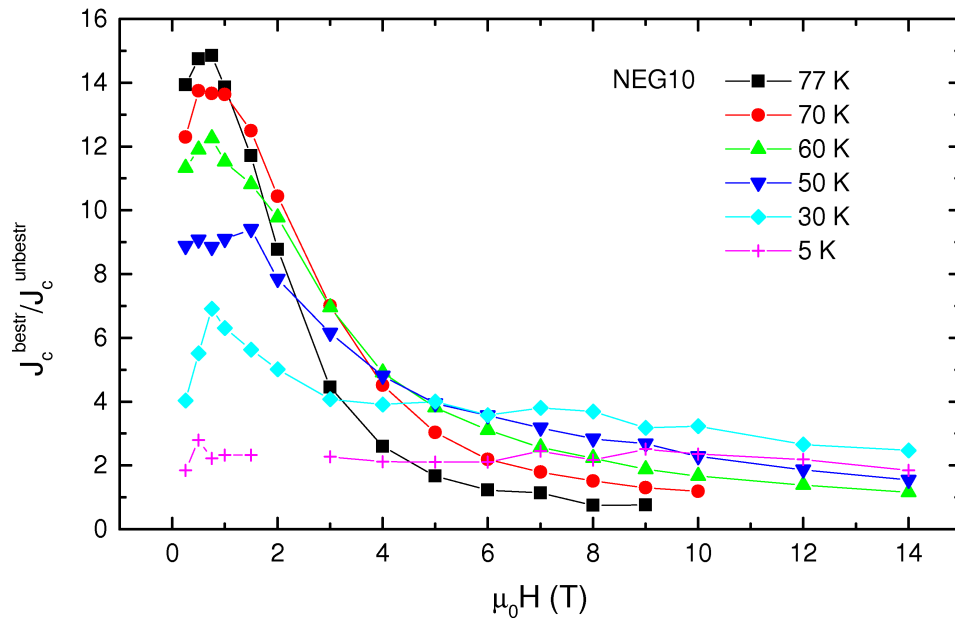


Abb. 5.17: NEG10: Relative Erhöhung der kritischen Stromdichte nach der Bestrahlung.

maximalen Feldwerte, bis zu denen eine Erhöhung von J_c auftritt, bei abnehmender Temperatur immer weiter zu höheren Feldern verschieben.

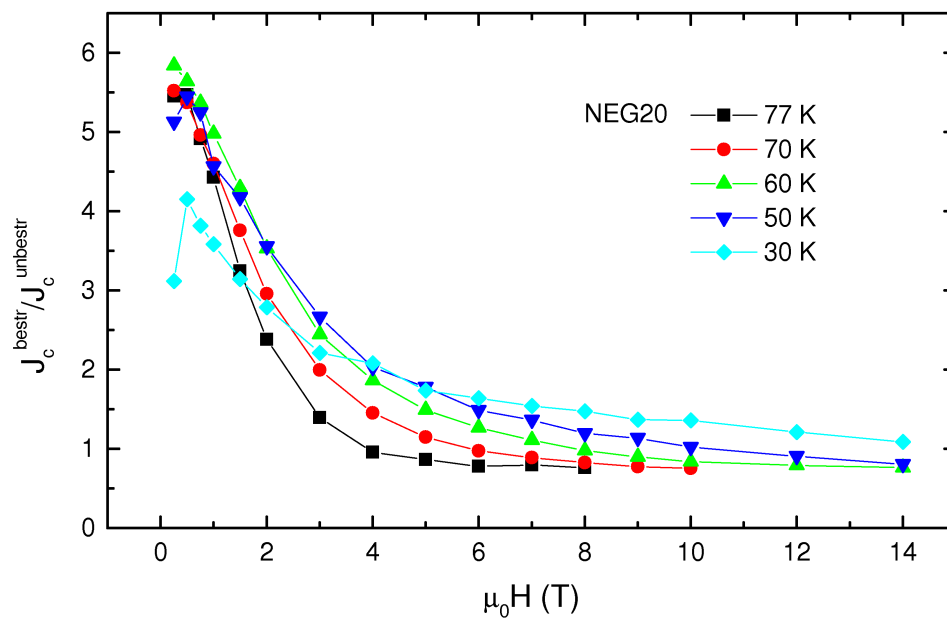


Abb. 5.18: NEG20: Relative Erhöhung der kritischen Stromdichte nach der Bestrahlung

6 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden wichtige Parameter wie kritische Ströme, Irreversibilitätslinien sowie Sprungtemperaturen von schmelztexturierten keramischen Hochtemperatursupraleitern des Typs $REBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ – RE =Seltene Erden – untersucht. Der Fokus lag hierbei auf einer speziellen Klasse, den sogenannten NEG-123 Verbindungen (NEG-Proben), bei denen RE für jeweils gleiche Molanteile der Elemente Nd, Eu und Gd steht. Da deren Kristallstruktur auf derjenigen von YBCO basiert, konnten auch direkte Vergleiche von NEG mit einer herkömmlichen Y-123 und zwei weiteren Seltenen-Erden-Verbindungen, SmGd-123 und Nd-123, angestellt werden. Die annähernd würfelförmigen NEG-Proben ($3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$) wurden mittels OCMG-Prozess in einer reduzierten Sauerstoffumgebung hergestellt und wiesen jeweils einen unterschiedlichen Gehalt an normalleitenden 211-Einschlüssen auf.

Neben der bei schmelztexturierten Proben typisch vorkommenden normalleitenden RE -211-Phase, äußerte sich die Besonderheit der NEG-Proben durch eine sehr feine Verteilung von Gd-211-Einschlüssen, deren durchschnittliche Größe mit $0,1 \text{ }\mu\text{m}$ deutlich kleiner als die üblichen NEG-211-Partikel ist. Die Kleinheit der Einschlüsse ließ darauf schließen, dass es sich dabei um gute Verankerungszentren handeln könnte, die einen wichtigen Faktor bei der Erzielung hoher Stromdichten darstellen. Um diesen Einfluss systematisch untersuchen zu können, wurden die Proben im Wiener Forschungsreaktor einer zusätzlichen Neutronenbestrahlung mit schnellen Neutronen ($E > 0,1 \text{ MeV}$, Fluenz= $2 \times 10^{21} \text{ m}^{-2}$) ausgesetzt, die in der Probe normalleitende Defekte in Form von sphärischen Defektkaskaden (Größe $2 - 5 \text{ nm}$) mit einer Defektdichte von 10^{22} m^{-3} erzeugten und ebenfalls zum Pinning beitrugen.

Als Methode zur Ermittlung der kritischen Größen wurde die AC-Suszeptibilitätstechnik bei niedrigen Frequenzen (9 Hz) angewandt, die auf der Bestimmung von Flussprofilen basiert. T_c - und IL-Messungen fanden bei jeweils konstantem Gleichfeld ($0 - 15 \text{ T}$) und konstanter Wechselfeldamplitude ($0,1 \text{ mT}$) statt, J_c -Messungen bei jeweils konstanter Temperatur ($5 - 77 \text{ K}$) und Gleichfeldern ($0,25 - 14 \text{ T}$) mit variabler AC-Amplitude ($0,25 - 10 \text{ mT}$).

Bei den Ergebnissen für die kritische Stromdichte zeigte sich bei allen Proben der für schmelztexturierte 123-Verbindungen typische Fishtail-Effekt, d.h. ein zweites Maximum in der Magnetfeldabhängigkeit von J_c , wobei dieses für die NEG-Proben bei hohen Temperaturen am stärksten ausgeprägt und noch bis zu $T = 30$ K beobachtbar war. Ebenso lag dieses Maximum für die NEG-Verbindungen bei deutlich höheren Feldern als bei den übrigen Verbindungen, was auf die günstigen Pinning-Eigenschaften der kleineren Gd-211-Ausscheidungen zurückzuführen ist. Die kritischen Stromdichten waren zwar bei $T = 77$ K für NEG20 am größten, es konnte aber keine systematische Abhängigkeit vom 211-Gehalt festgestellt werden, da zu wenige Proben vorlagen. Trotz ausgeprägtem Fishtail bestand vor der Bestrahlung, absolut betrachtet, eine sehr schwache Abhängigkeit der kritischen Stromdichte vom Magnetfeld.

Nach der Bestrahlung konnte für alle Proben eine deutlich stärkere Abhängigkeit von J_c im Magnetfeld festgestellt werden. Diese äußerte sich besonders bei hohen Temperaturen in einer nahezu gleichmäßigen exponentiellen Abnahme mit steigendem Feld. Bei niedrigeren Temperaturen wurde die Feldabhängigkeit kontinuierlich geringer. Die relative Erhöhung der kritischen Stromdichte nach der Bestrahlung war generell bei kleinen Feldern und hohen Temperaturen am größten (für NEG10 bei 77 K und 0,75 T um den Faktor 15), wenngleich die NEG-Proben mit steigendem 211-Gehalt eine kleinere Erhöhung aufwiesen (für NEG30 nur noch um den Faktor 5). Dies zeigte auch die Temperatur-Abhängigkeit von J_c vor und nach der Bestrahlung, bei jeweils kleinen Feldern. In beiden Fällen lag eine exponentielle Abnahme von J_c mit der Temperatur vor, die nach der Bestrahlung deutlich geringer war und somit bei höheren Temperaturen zu einer größeren relativen J_c -Erhöhung führte. Für größere Felder in der Nähe der Irreversibilitätslinie ging die relative J_c -Erhöhung gegen Null. Die absoluten J_c -Werte nach der Bestrahlung waren für NEG ebenfalls höher als bei den anderen Verbindungen, wobei J_c wiederum mit steigendem 211-Gehalt kleiner wurde.

Literaturverzeichnis

- [1] H. KAMMERLINGH ONNES. Further experiments with liquid helium. G. On the electrical resistance of pure metals etc. VI. On the sudden change in the rate at which the resistance of mercury disappears. *Leiden Comm.*, **124c**, 1911.
- [2] H. KAMMERLINGH ONNES. Further experiments with liquid helium. C. On the change of electric resistance of pure metals at very low temperatures etc. IV. The resistance of pure mercury at helium temperatures. *Leiden Comm.*, **120b**: S. 3, 1911.
- [3] W. MEISSNER und M. OCHSENFELD. Ein neuer Effekt beim Eintritt der Supraleitfähigkeit. *Naturwissenschaften*, **21**: S. 787–788, 1933.
- [4] F. LONDON und H. LONDON. Supraleitung und Diamagnetismus. *Physica*, **2**: S. 341–354, 1935.
- [5] H.W. WEBER und O. HITTMAYER. *Supraleitung*. Verlag Karl Thieme, München, 1979.
- [6] B.S. DEVER und W.M. FAIRBANK. Experimental evidence for quantized flux in superconducting cylinders. *Physical Review Letters*, **7**(2): S. 43–46, 1961.
- [7] E. MAXWELL. Isotope Effect in the Superconductivity of Mercury. *Physical Review*, **78**: S. 477, 1950.
- [8] C.A. REYNOLDS et al. Superconductivity of Isotopes of Mercury. *Physical Review*, **78**: S. 487, 1950.
- [9] H. FRÖHLICH. Theory of the Superconducting State. *Physical Review*, **79**: S. 845–856, 1950.
- [10] J. BARDEEN, L.N. COOPER, J.R. SCHRIEFFER. Theory of Superconductivity. *Physical Review*, **108**(5): S. 1175–1204, 1957.

- [11] B.D. JOSEPHSON. Possible new effects in superconductive tunneling. *Physics Letters*, **1**(7): S. 251–253, 1962.
- [12] P.W. ANDERSON und J.M. ROWELL. Probable observation of the superconducting tunneling effect. *Physical Review Letters*, **10**(6): S. 230–232, 1963.
- [13] S. SHAPIRO. Josephson currents in superconducting tunneling: the effect of microwaves and other observations. *Physical Review Letters*, **11**(2): S. 80–82, 1963.
- [14] I. GIAEVER. Detection of the ac Josephson effect. *Physical Review Letters*, **11**(2): S. 904–906, 1963.
- [15] J.M. ROWELL. Magnetic field dependence of the Josephson tunnel current. *Physical Review Letters*, **11**(5): S. 200–202, 1963.
- [16] C.A. HAMILTON. Josephson voltage standards. *Review of Scientific Instruments*, **71**(10): S. 3611–3623, 2000.
- [17] J. NAGAMATSU et al. Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. *Nature*, **410**: S. 63–64, 2001.
- [18] J.G. BEDNORZ und K.A. MÜLLER. Possible High T_c Superconductivity in the Ba–La–Cu–O System. *Zeitschrift für Physik B*, **64**: S. 189–193, 1986.
- [19] Y. KAMIHARA et al. Iron-Based Layered Superconductor $\text{La}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$ ($x = 0.05 - 0.12$) with $T_c = 26$ K. *Journal of the American Chemical Society*, **130**: S. 3296–3297, 2008.
- [20] A. SCHILLING et al. Superconductivity above 130 K in the Hg–Ba–Ca–Cu–O system. *Nature*, **363**: S. 56–58, 1993.
- [21] W. BUCKEL und R. KLEINER. *Supraleitung, Grundlagen und Anwendungen*. WILEY-VCH, Weinheim, 2004.
- [22] <http://mmch.uni-kiel.de>.
- [23] J.D. JORGENSEN. Structural properties of oxygen-deficient $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. *Physical Review B*, **41**(4): S. 1863–1877, 1990.

- [24] S. JIN et al. Melt-textured growth of polycrystalline $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ with high transport J_c at 77 K. *Physical Review B*, **37**: S. 7850–7852, 1988.
- [25] M. MURAKAMI. *Melt Processed High-Temperature Superconductors*. World Scientific, 1992.
- [26] M.R. KOBLISCHKA, M. MURALIDHAR, M. MURAKAMI. Flux pinning sites in melt-processed $(\text{Nd}_{0.33}\text{Eu}_{0.33}\text{Gd}_{0.33})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_y$ superconductors. *Physica C*, **337**: S. 31–38, 2000.
- [27] A. UMEZAWA et al. Enhanced critical magnetization currents due to fast neutron irradiation in single-crystal $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. *Physical Review B*, **36**(13): S. 7151–7154, 1987.
- [28] M.C. FRISCHHERZ et al. Defect cascades produced by neutron irradiation in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. *Physica C*, **232**: S. 309–327, 1994.
- [29] R. B. WALTON et al. Total Neutron Cross Sections of C, BeO, Fe and Cd. *Bulletin of the American Physical Society*, **5**: S. 288, 1960.
- [30] P. HÖHNE. Ein mechanischer Geschwindigkeitsselektor für subthermische Neutronen und seine Anwendung bei der Messung der totalen Wirkungsquerschnitte von Kadmium, Samarium, Europium und Gadolinium. *Annalen der Physik*, **7**: S. 50, 1961.
- [31] R. O. AKYUZ et al. Parameters for the First Neutron Resonance in ^{113}Cd . *Nuclear Science and Engineering*, **28**: S. 359, 1967.
- [32] M. ADIB et al. The Total Neutron Cross-Sections of ^{151}Eu , ^{153}Eu and Eu below 1 eV. *Egyptian report to the I.N.D.C.*, 1980.
- [33] H.W. WEBER et al. Neutron dosimetry and damage calculations for the TRIGA MARK-II reactor in Vienna. *Journal of Nuclear Materials*, **137**: S. 236–240, 1986.
- [34] C.P. BEAN. Magnetization of high-field superconductors. *Reviews of Modern Physics*, **36**: S. 31–39, 1964.
- [35] A.M. CAMPBELL. The response of pinned flux vortices to low-frequency fields. *Journal of Physics C*, **2**: S. 1492–1501, 1969.

- [36] M. EISTERER. *Wechselfeldmessungen an schmelztexturierten Proben von $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$* . Diplomarbeit, TU Wien, 1994.

Abbildungsverzeichnis

1.1 Einsetzen der Supraleitung. Aus der Originalarbeit von H. K. Onnes (1911)	1
2.1 Veranschaulichung der Perowskitstruktur von YBCO	14
2.2 Änderung der Gitterparameter von YBCO bei variierendem Sauerstoffgehalt	15
2.3 Schematische Illustration des MPMG-Prozesses	17
2.4 Foto einer schmelztexturierten YBCO-Probe (© Reinhold Seeböck) .	20
2.5 Elektronenmikroskopische Aufnahme der NEG10-Probe	20
2.6 Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Proben NEG20 und NEG30	21
3.1 Das Neutronenspektrum des Wiener TRIGA-Mark-II Reaktors	24
3.2 Totaler Neutronen-Wirkungsquerschnitt von natürlichem Europium und Kadmium	26
4.1 B-T-Phasendiagramm für Typ-II-Supraleiter	28
4.2 Magnetisierungszyklus eines harten Supraleiters	29
4.3 Illustration des Flussdichteprofiles bei variierendem Magnetfeld	31
4.4 Illustration der Flussverteilung bei Wechselfeldmessungen	32
4.5 Verhalten der Flussfront bei konstantem Wechselfeld	34
4.6 Probenhalterung mit Pick-Up-System	36
4.7 $\chi(T)$: In- und Out-Of-Phase-Signal des Lock-In-Verstärkers	37
4.8 Prinzip der IL-Auswertung	38
4.9 Auswirkung auf das Lock-In-Signal bei falsch eingestellter <i>Sensitivity</i>	39
4.10 Out-Of-Phase-Peaks für unterschiedliche Gleichfelder bei der Probe NEG20	40
4.11 Prinzip der T_c -Auswertung	41
4.12 Prinzip der J_c -Bestimmung	42

5.1	IL für die NEG-Proben im unbestrahlten Zustand	44
5.2	Vergleich der IL von <i>RE</i> -123-Verbindungen im unbestrahlten Zustand	45
5.3	Auswirkung der Bestrahlung auf die IL von NEG10 und einer YBCO-Probe	45
5.4	Vergleich von J_c verschiedener <i>RE</i> -123-Verbindungen bei 77 K	46
5.5	NEG10: $J_c(B)$ im unbestrahlten Zustand für alle Messtemperaturen	47
5.6	NEG20: $J_c(B)$ im unbestrahlten Zustand für alle Messtemperaturen	47
5.7	NEG30: $J_c(B)$ im unbestrahlten Zustand für alle Messtemperaturen	48
5.8	Fishtail-Effekt bei den NEG-Proben für $T = 60$ K	49
5.9	T-Abhängigkeit des Fishtail-Effekts bei den NEG-Proben	50
5.10	T-Abhängigkeit des Fishtail-Effekts bei den NEG-Proben	50
5.11	Kritische Stromdichten von unterschiedlichen <i>RE</i> -123-Verbindungen bei 77 K nach der Bestrahlung	51
5.12	Vergleich von J_c der NEG-Proben vor und nach der Bestrahlung bei $T = 77$ K	52
5.13	Vergleich von J_c der NEG-Proben vor und nach der Bestrahlung bei $T = 60$ K	52
5.14	Vergleich von J_c der NEG-Proben vor und nach der Bestrahlung bei $T = 30$ K	53
5.15	NEG10: Veränderung der Feldabhängigkeit nach der Bestrahlung	53
5.16	Vergleich der T-Abhängigkeit der kritischen Ströme vor und nach der Bestrahlung	54
5.17	NEG10: $J_c^{bestr}/J_c^{unbestr}$ in Abhängigkeit vom Magnetfeld für verschiedene Temperaturen	55
5.18	NEG20: $J_c^{bestr}/J_c^{unbestr}$ in Abhängigkeit vom Magnetfeld für verschiedene Temperaturen	55

Curriculum Vitae

Name	Wolfgang Seeböck
Geburtsdatum	27. Mai 1973
Geburtsort	Wien
Staatsangeh.	Österreich
Ausbildung	
1979–1983	Öffentliche Volksschule Wien VII, Zieglergasse
1983–1992	Bundesrealgymnasium Wien VI, Rahlgasse
06/1992	Reifeprüfung
1992–1993	Diplomstudium Pharmazie, Universität Wien
1993–2001	Diplomstudium Physik, Universität Wien
03/2009	Inskription Bachelorstudium Physik, Universität Wien
04/2009	Abschluss Bachelorstudium Physik, Inskription Masterstudium Physik, Universität Wien
03/2011	Abschluss Masterstudium Physik