

DIPLOMARBEIT

Titel der Diplomarbeit

**Messungen am remanenten Feld in massiven
Hochtemperatur-Supraleitern**

Markus Ruther

angestrebter akademischer Grad

Magister der Naturwissenschaften (Mag. rer. nat.)

Wien, 2013-01-26

Studienkennzahl lt. Studienblatt:

A 411

Studienrichtung lt. Studienblatt:

Diplomstudium Physik

Betreuer:

Univ.Prof. Dr.phil. Dr.h.c. Harald Weber

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Theoretische Grundlagen	3
2.1 Grundlegende Eigenschaften des supraleitenden Zustands	3
2.2 Typ I Supraleiter.....	4
2.3 Die Phasengrenzenergie.....	5
2.4 Typ II Supraleiter	6
2.5 Mikroskopische Theorie	8
2.6 Kritische Ströme in Hochtemperatursupraleitern.....	9
2.7 Haftzentren.....	11
2.8 Das Bean-Modell.....	13
3. Experimentelle Grundlagen	15
3.1 Messaufbau	15
3.2 Die Hallsonden.....	16
3.3 Messmethode	18
4. Parameterbestimmung und Messvorschriften....	21
4.1 Stickstofftemperatur	21
4.2 Relaxation	25
4.3 Sondengröße und Messpunkt Abstand	35
4.3.1 HHP-SF8 bei 0.2 mm Messraster.....	36
4.3.2 HHP-SF8 bei 1 mm Messraster	39
4.3.3 Lake Shore bei 1 mm Messraster	40
4.3.4 Lake-Shore mit 0.2 mm Messraster	41
4.4 Sondenabstand von der Probenoberfläche	42
4.5 Aktivierungsmethode	45
4.5.1 Vergleich zwischen F_c und zF_c	46
4.5.2 Die Pulsfeld-Aktivierung.....	48
4.6 Schlussfolgerungen	53
5. Probencharakteristik und Messergebnisse.....	55
5.1 TG 167/6.....	57
5.2 TG 139/4.....	59
5.3 RJ 4.....	61
5.4 VZ 7.....	63

5.5	VT 4.....	66
5.6	NEG mit Harzverstärkung	67
5.7	GdJp.....	69
5.8	GdJp mit Harzverstärkung	72
5.9	CbdU (Uranium dotierte Probe).....	74
5.10	Schlusswort	76
6.	Zusammenfassung (Summary).....	79
6.1	Deutsch	79
6.2	English	80
7.	Literaturverzeichnis	81
8.	Lebenslauf	83

Abbildungsliste

Abbildung 2-1 Magnetisierungskurve eines Typ I Supraleiters	4
Abbildung 2-2: Supraleitende Kugel im homogenen Magnetfeld B.....	5
Abbildung 2-3: Magnetisierungskurve eines TypII Supraleiters	6
Abbildung 2-4: Vereinfachte Darstellung der Shubnikov-Phase.....	7
Abbildung 2-5: Shubnikov-Phase mit Transportstromdichte	10
Abbildung 2-6: Magnetisierungskurve eines a.) fast reinen Typ 2 Supraleiters.....	11
Abbildung 2-7: Links in der Graphik sieht man die diamagnetische Wechselwirkung und rechts die Kernwechselwirkung	13
Abbildung 2-8: Magnetisierungsprozess eines harten Typ 2 Supraleiters nach Bean	14
Abbildung 3-1: Schematische Skizze des Messaufbaus	15
Abbildung 3-2: Skizze des Hallsondenhalters	16
Abbildung 3-3: Kalibrierungskurve der Hallsonde HHP-SF8.....	17
Abbildung 3-4: Kalibrierungskurve der Hallsonde HGCT-3020.....	18
Abbildung 3-5 Probenanordnung beim Magnetisieren	19
Abbildung 3-6 Probenhalter mit Alu-Zylinder und Probe.....	20
Abbildung 4-1 Messanordnung zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit.....	22
Abbildung 4-2: Normierte Temperaturabhängigkeit der Feldstärke.....	23
Abbildung 4-3: Messung der Probe Tg-139/4 bei 81.2 K	24
Abbildung 4-4: Messung der Probe Tg-139/4 extrapoliert auf 77.4 K	24
Abbildung 4-5: Relaxationsmessung der Probe Tg-139/4.....	26
Abbildung 4-6: Unterschiedliche Abtastverfahren des Hallscanners a.) Messraster läuft von links nach rechts und b.) Messraster läuft spiralförmig nach außen.....	28
Abbildung 4-7: Messung von Tg-139/4 nach einer Wartezeit von 15 Minuten	30
Abbildung 4-8: Auftretende Feldverzerrung bei der in Abb 4-7 durchgeführten Messung	31
Abbildung 4-9: Feldverzerrung in Prozent, resultierend aus streifenförmiger Abtastmethode, von 0 % (blau) bis etwa 6.3% (rot) ansteigend	32
Abbildung 4-10: Prozentuale Feldverzerrung bei spiralförmiger Abtastmethode	32
Abbildung 4-11: Relaxationsfeld der Probe Tg-139/4 bei spiralförmiger Abtastmethode	33
Abbildung 4-12: Temperaturabhängigkeit der Relaxation	34
Abbildung 4-13: Messraster im Verhältnis zur Sondengröße.....	36
Abbildung 4-14: Probe gemessen mit HHP-SF8 und einer Schrittweite von 0.2 mm	37
Abbildung 4-15: Probe gemessen mit HHP-SF8 und einer Schrittweite von 1mm.....	39

Abbildung 4-16: Probe gemessen mit Lake Shore und einer Schrittweite von 1mm	40
Abbildung 4-17: Probe gemessen mit Lake Shore bei einer Schrittweite von 0.2mm	41
Abbildung 4-18: Gemessene Abhängigkeit der Magnetfeldstärke von der Proben- Sondendistanz	43
Abbildung 4-19: Theoretische Abhängigkeit des Magnetfeldes von der Proben- Sondendistanz	43
Abbildung 4-20: Vergleich zwischen gemessener und theoretischer Abhängigkeit des Magnetfeldes von der Proben-Sondendistanz	44
Abbildung 4-21: Vergleich zwischen zero field cooled und field cooled Magnetisierung nach dem Bean'schen Modell	46
Abbildung 4-22: zFc-Magnetisierung der Probe Tg-139/4	47
Abbildung 4-23: Fc-Magnetisierung der Probe Tg-139/4	47
Abbildung 4-24: Pulsfeldspule mit Probenhalter	48
Abbildung 4-25: Folge von Pulsfeldmessungen mit unterschiedlichem Aktivierungsfeld	50
Abbildung 4-26: Der von der Probe erzeugte Fluss in Abhängigkeit des Aktivierungsfeldes	51
Abbildung 4-27: Zunahme des magnetischen Flusses in Abhängigkeit des Aktivierungsfeldes nach Bean	52
Abbildung 5-1: 3D-Plot der Probe TG 167/6	57
Abbildung 5-2: Konturplot der Probe TG 167/6	58
Abbildung 5-3: $B(T)$ der Probe Tg167/6	58
Abbildung 5-4: Relaxationskurve der Probe Tg167/6	59
Abbildung 5-5: 3D-Plot der Probe TG 139/4	59
Abbildung 5-6: Konturplot der Probe TG 139/4	60
Abbildung 5-7: $T(B)$ der Probe TD139/4	60
Abbildung 5-8: Relaxation der Probe TG 139/4 normiert auf den Wert der Hallspannung nach 15 Minuten	61
Abbildung 5-9: 3D-Plot der Probe RJ 4	62
Abbildung 5-10: Konturplot der Probe RJ 4	62
Abbildung 5-11: $B(T)$ - Abhängigkeit der Probe RJ 4	63
Abbildung 5-12: Relaxation der Probe RJ 4	63
Abbildung 5-13: 3D-Plot der Probe VZ 7	64
Abbildung 5-14: Konturplot der Probe VZ 7	64
Abbildung 5-15: $B(T)$ - Abhängigkeit der Probe VZ 7	65
Abbildung 5-16: Relaxation der Probe VZ 7	65

Abbildung 5-17: 3D-Plot der Probe VT 4	66
Abbildung 5-18: Konturplot der Probe VT 4.....	66
Abbildung 5-19: 3D-Plot der Probe NEG.....	67
Abbildung 5-20: Konturplot der Probe NEG.....	68
Abbildung 5-21: B (T) - Abhängigkeit der Probe NEG	68
Abbildung 5-22: Die auf 15 Minuten nach Aktivierung normierte Relaxationskurve der Probe NEG	69
Abbildung 5-23: 3D-Plot der Probe GdJp	70
Abbildung 5-24: Konturplot der Probe GdJp.....	70
Abbildung 5-25: B (T) Abhängigkeit der Probe GdJp	71
Abbildung 5-26: Die auf 15 Minuten nach der Aktivierung normierte Relaxationskurve der Probe GdJp.....	71
Abbildung 5-27: 3D-Plot der Probe GdJp mit Resin	72
Abbildung 5-28: Konturplot der Probe GdJp mit Resin.....	72
Abbildung 5-29: B (T) Abhängigkeit der Probe GdJp mit Resin	73
Abbildung 5-30: Die auf 15 Minuten nach der Aktivierung normierte Relaxationskurve der Probe GdJp mit Resin	73
Abbildung 5-31: 3D-Plot der Probe CbdU	74
Abbildung 5-32: Konturplot der Probe CbdU.....	75
Abbildung 5-33: B (T) Abhängigkeit der Probe CbdU	75
Abbildung 5-34: Die auf 15 Minuten nach der Aktivierung normierte Relaxationskurve der Probe CbdU.....	76
Abbildung 5-35: Absolutwerte von Gütezahl, Relaxationsrate und Temperaturabhängigkeit.....	77

Danksagung

Ich möchte mich in erster Linie bei Prof. Weber für die interessante Aufgabenstellung, seine Unterstützung und vor allem für seine Geduld bedanken.

Mein besonderer Dank gilt auch Dr. Michael Eisterer und Dr. Hermann Foster für die intensive Betreuung während meiner Diplomarbeit und in der Zeit danach.

Desweiteren geht mein Dank auch Prof. Franz Sauerzopf, Dipl. Ing. Wolfgang Streif und Dr. Martin Zehetmayer, die sich immer Zeit nahmen, mir mit Rat und Tat zu helfen.

Ich danke auch allen Kollegen für die vielen Diskussionen und die gute Laune während meiner Zeit am Atominstitut.

Diese Arbeit ist meiner Schwester und meinem Schwager gewidmet, durch deren Unterstützung die Fertigstellung dieser Arbeit ermöglicht wurde.

1. Einleitung

Im Jahre 1911 führte Heike Kammerlingh Onnes Widerstandsmessungen an hochreinem Quecksilber durch, mit denen er die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes für $T \rightarrow 0$ prüfen wollte. Dabei machte er eine erstaunliche Entdeckung: das sprunghafte Verschwinden des elektrischen Widerstandes bei einer bestimmten Temperatur. Die Supraleitung war entdeckt. In den folgenden Jahren konnte der gleiche Effekt bei den meisten Metallen und bei vielen Legierungen gefunden werden. Die höchsten Sprungtemperaturen lagen aber alle unter 25 K. Um jedoch die Supraleitung wirtschaftlich nutzen zu können, brauchte man aber Sprungtemperaturen, die über der des flüssigen Stickstoffs (77,4 K) liegen.

Erst im Jahre 1986 gelang es J.G.Bednorz und K.A.Müller (Weber, 1999) einen Supraleiter zu entwickeln, der eine Sprungtemperatur von über 30 K hatte. Er beruhte auf dem Ba-La-Cu-O System. Als die Ergebnisse von Bednorz und Müller von einer japanischen Gruppe unter der Leitung von S. Tanaka voll reproduziert werden konnten, wurden in vielen Labors auf der ganzen Welt die neuen supraleitenden Oxide untersucht.

Beim System La-Sr-Cu-O konnten Supraleiter hergestellt werden, die Übergangstemperaturen von über 40 K hatten. Wenig später wurde bei einem Y-Ba-Cu-O Supraleiter eine Sprungtemperatur von 90 K gemessen (Weber, 1999). Im Jahr 1988 ist es dann gelungen, mit den Systemen Bi-Sr-Ca-Cu-O und Tl-Ba-Ca-Cu-O Supraleiter herzustellen, bei denen Übergangstemperaturen von 110 K bzw. 120 K gemessen wurden. Bei derart hohen T_c -Werten war eine wirtschaftliche Anwendung der sogenannten Hochtemperatursupraleiter in greifbare Nähe gerückt.

Die Liste der möglichen Anwendungen für die neuen Supraleiter ist lang. Sie reicht vom Bau von Elektromagneten für Motoren und Generatoren, über Gleich- und Wechselstromkabel für den Stromtransport, bis hin zu hochsensiblen Schalt- und Steuerelementen in Computern und anderen elektronischen Geräten. Eine ganz besondere Anwendung der supraleitenden Technologie ist der Bau von Permanentmagneten. Diese üblicherweise aus dem System Y-Ba-Cu-O bestehenden, schmelztexturierten Keramiken sollen unter anderem in Magnetschwebbahnen und reibungsfreien magnetischen Lagern zur Anwendung kommen. In

Japan wurde zum Beispiel eine über 100 km lange Teststrecke für eine Magnetschwebebahn, das MAGLEV, von Japan Railways gebaut.

Die vorliegende Arbeit hat nun zwei Schwerpunkte:

1. Die Untersuchung verschiedener Proben ebensolcher schmelztexturierter Keramiken aus Japan, England und Deutschland bezüglich ihrer magnetischen Eigenschaften sowie ein Versuch diese mittels Bestrahlung mit schnellen Neutronen zu verbessern.
2. Die Bestimmung jener Parameter, welche bei einer typischen Hallsondenmessung das Messresultat am stärksten beeinflussen. Die Rede ist hier von Parametern wie Stickstofftemperatur, Sondengröße, Relaxation, usw.

Die Identifizierung der verschiedenen Parameter führte uns zu der Einsicht, dass eine zufriedenstellende Reproduzierbarkeit der Messungen nur durch die strikte Einhaltung spezieller Messvorschriften zu erreichen ist. Die Vernachlässigung solcher Messvorschriften ohne die Bekanntgabe der verwendeten Parameter kann bei einer Messfolge zu Abweichungen von über 50% zwischen den verschiedenen Messungen führen.

Ich hoffe, mit dieser Arbeit einen kleinen Beitrag auf dem riesigen Gebiet der Hochtemperatursupraleiter erbracht zu haben.

2. Theoretische Grundlagen

2.1 Grundlegende Eigenschaften des supraleitenden Zustands

Man weiß heute, dass der Widerstandssprung beim Eintritt in die Supraleitung mindestens 14 Zehnerpotenzen beträgt (Buckel, 1993). Das Verschwinden des ohmschen Widerstandes ist jedoch nicht die einzige charakteristische Eigenschaft des supraleitenden Zustandes. Ein ebenso bedeutendes Charakteristikum ist der Meissner-Ochsenfeld-Effekt. Nach der Maxwell'schen Elektrodynamik gilt:

$$(2.1) \quad \text{Rot } \mathbf{E} = -\frac{d\mathbf{B}}{dt}$$

Das heißt ein zeitlich veränderliches magnetisches Feld erzeugt ein elektrisches Wirbelfeld (Stöcker, 1994). Im supraleitenden Zustand gilt jedoch nicht nur diese Relation, vielmehr wird sie durch die von F. London gefundene Gleichung ergänzt:

$$(2.2) \quad \text{Rot}(\Lambda \mathbf{j}) = -\mathbf{B}$$

Λ eine vom Supraleiter abhängende Proportionalitätskonstante (Buckel, 1993).

Diese Gleichung besagt, dass jedwedes Magnetfeld in einem supraleitendem Material Abschirmströme induziert, die ein Eindringen des magnetischen Feldes in den Supraleiter verhindern, das heißt der Supraleiter verdrängt jedes Magnetfeld aus seinem Innern. Es dringt nur in die dünne Oberflächenschicht ein, in der die Abschirmströme fließen.

Die Gleichung, die das Verschwinden des elektrischen Widerstandes beschreibt, wurde ebenfalls von London entdeckt:

$$(2.3) \quad \frac{d(\Lambda \mathbf{j})}{dt} = \mathbf{E}$$

Diese beiden Gleichungen sind in der Literatur als die London'schen Gleichungen bekannt. Sie beschreiben das makroskopische Verhalten der Typ I Supraleiter sehr gut. Auf die Supraleiter vom Typ I wird im Folgenden noch genauer eingegangen.

2.2 Typ I Supraleiter

Supraleiter erster Art sind solche, bei denen die London'schen Gleichungen voll wirksam sind. Definiert werden sie aber über ihr magnetisches Verhalten. Ihre Magnetisierungskurve hat einen ganz spezifischen Verlauf. In Abbildung 2-1 ist die ideale Magnetisierungskurve eines langen, dünnen, achsenparallelen Typ I Supraleiters dargestellt.

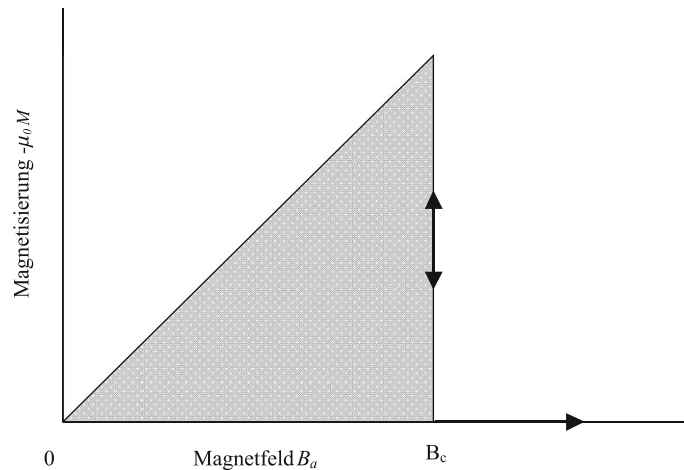


Abbildung 2-1 Magnetisierungskurve eines Typ I Supraleiters

Die Magnetisierung ist dem angelegten äußeren Feld direkt proportional. Der Proportionalitätsfaktor ist $\chi = -1$ ein idealer Diamagnet also. Die Magnetisierung fällt jedoch bei einem bestimmten Feld abrupt auf Null ab. Das Magnetfeld, bei dem die Feldverdrängung so spontan zusammenbricht, nennt man H_c . Bei diesem Feldwert findet der Wechsel von supraleitender Phase zu normalleitender Phase statt.

Messungen (Shoenberg, 1965) zeigen, dass die Ströme, welche die Magnetisierung des Supraleiters hervorrufen, in einer dünnen Schicht dicht unter der Oberfläche fließen. Die Dicke dieser Schicht wird als die *Eindringtiefe* λ bezeichnet. Sie bewegt sich in Größenordnungen von etwa 50 nm (z.B. Pb 40 nm) und ist eine fundamentale Größe für das Verständnis supraleitender Materialien. Die Phase, in der ein Supraleiter ein angelegtes Magnetfeld vollständig aus seinem Inneren verdrängt, nennt man Meissnerphase. Die Ursachen für diese Feldverdrängung werden im nächsten Abschnitt erklärt.

2.3 Die Phasengrenzenergie

Die in Abbildung 2-1 dargestellte Magnetisierungskurve gilt nur für lange, dünne Proben, deren Achse parallel zum äusseren Feld liegt. Bei anderen Probengeometrien ergibt sich ein etwas anderer Feldverlauf. In Abbildung 2-2 wird ein solcher Fall am Beispiel einer Kugel dargestellt.

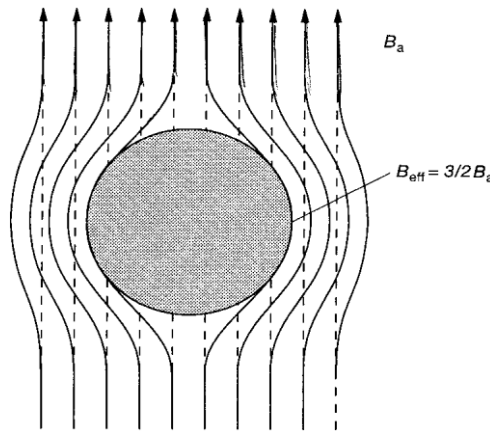


Abbildung 2-2: Supraleitende Kugel im homogenen Magnetfeld B

Man sieht, wie im äquatorialen Bereich der Kugel die Dichte der magnetischen Feldlinien zunimmt. An den Polen der Kugel bleibt das Magnetfeld jedoch unverändert. Die Feldverstärkung ist geometrieabhängig und lässt sich durch eine einfache Zahl beschreiben, den Entmagnetisierungsfaktor n_M . Bei einer Kugel gilt $n_M = 1/3$. Daraus ergibt sich das effektive Magnetfeld, das die Kugel am Äquator spürt, zu:

$$(2.4) \quad \mathbf{B}_{\text{eff}} = \mathbf{B}_a - n_M \mu_0 \mathbf{M} = \mathbf{B}_a - n_M \mathbf{B}_{\text{eff}} \Rightarrow \mathbf{B}_{\text{eff}} = \frac{1}{1 - n_M} \mathbf{B}_a$$

Für die Kugel gilt:

$$(2.5) \quad \mathbf{B}_{\text{eff}} = \frac{3}{2} \mathbf{B}_a$$

Das bedeutet, dass eine supraleitende Kugel schon bei einem Außenfeld von $B_a = 2/3 B_c$ im äquatorialen Bereich die supraleitende Phase verlässt. Da aber andererseits überall sonst auf der Kugel $B_a < B_c$ gilt, müssen Bereiche existieren, in denen supraleitende und

normalleitende Phasen aneinandergrenzen. Diese Grenzbereiche sind von ganz besonderem Interesse. Am Magnetisierungsverhalten der Typ I Supraleiter erkennt man, dass das Eindringen des Magnetfeldes in die Probe, das heißt der Aufbau einer solchen Phasengrenze, energetisch ungünstig ist; die Verringerung der Magnetisierungsenergie ist kleiner als der entsprechende Verlust an Kondensationsenergie. Im Falle der Typ I Supraleiter ist diese Phasengrenzenergie daher positiv, das heißt es muss Energie aufgebracht werden, um die Phasengrenze aufzubauen. Die Parameter, welche das Vorzeichen der Phasengrenzenergie bestimmen, sind materialabhängig und werden weiter unten noch genauer besprochen.

Es gibt aber auch Materialien, bei denen diese Phasengrenzenergie negativ ist. Diese werden als Typ II-Supraleiter bezeichnet.

2.4 Typ II Supraleiter

Das Magnetisierungsverhalten eines Typ II Supraleiters ist völlig anders als dasjenige eines Typ I Supraleiters. In Abbildung 2-3 sieht man eine schematische Magnetisierungskurve eines Typ II Supraleiters.

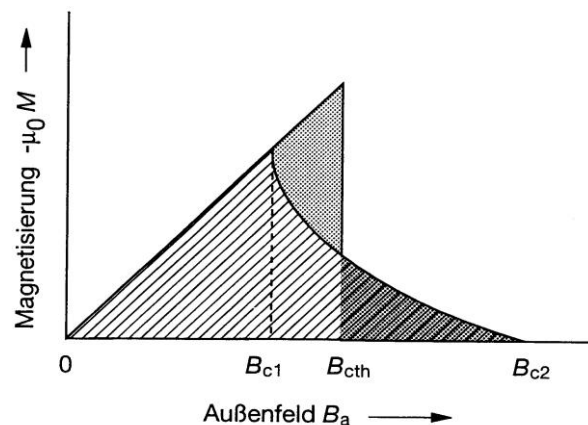


Abbildung 2-3: Magnetisierungskurve eines TypII Supraleiters

Der erste Teil der Magnetisierungskurve ist identisch mit der eines Typ I Supraleiters, er befindet sich hier in der Meissnerphase. Die Magnetisierungsenergie ist hier noch nicht ausreichend, um den Verlust an Kondensationsenergie, der durch das Eindringen des Magnetfeldes in den Supraleiter bewirkt wird, auszugleichen. Erst bei einem Außenfeld größer als B_{c1} reicht die Magnetisierungsenergie aus, um den Verlust an

Kondensationsenergie auszugleichen. Erhöht man das Außenfeld noch weiter, dringt nach und nach immer mehr Fluss in den Supraleiter ein. Erst bei einem Außenfeld grösser als B_{c2} geht der Supraleiter in die normalleitende Phase über (Weber, 1999). Die Fläche unter der Magnetisierungskurve ist der Kondensationsenergie proportional, das thermodynamisch kritische Feld B_{cth} entspricht dem Wert eines Typ I Supraleiters, bis zu dem er bei gleicher Kondensationsenergie das Außenfeld verdrängen würde. Den Bereich zwischen H_{c1} und H_{c2} nennt man *Mischzustand* oder *Shubnikov-Phase*. Alle Hochtemperatursupraleiter sind vom Typ II.

Wie aber dringt das Magnetfeld in den Supraleiter ein?

Das Eindringen des magnetischen Flusses in der Shubnikov-Phase bewirkt, dass auch im Innern des Supraleiters Supraströme fließen. Diese Ströme sind in sich geschlossen und verändern ihrerseits wieder das eindringende Magnetfeld. Abb. 2-4 zeigt eine schematische Darstellung des eingedrungenen Magnetfeldes.

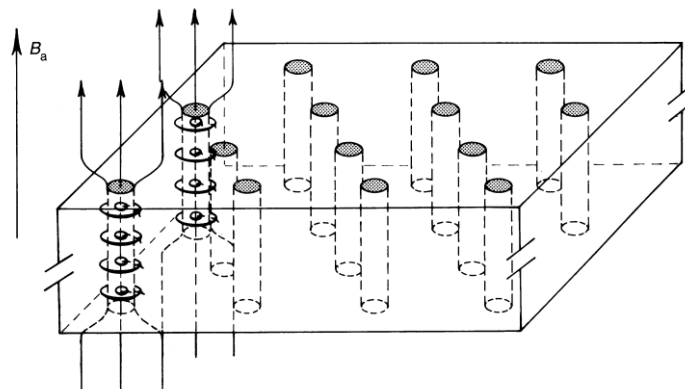


Abbildung 2-4: Vereinfachte Darstellung der Shubnikov-Phase

Der gesamte magnetische Fluss Φ , der den Supraleiter durchdringt, ist aufgeteilt in von Supraströmen umflossene Bereiche, die alle von einem elementaren, kleinsten Fluss Φ_0 durchsetzt werden. Φ_0 wird *Flussschlauch* oder auch *elementares Flussquant* genannt. Seine Größe beträgt:

$$(2.6) \quad \Phi_0 = 2.07 \times 10^{-15} \text{ T m}^2$$

Die energetisch günstigste Anordnung solcher Flussquanten ergibt sich für ein hexagonales Gitter (Abrikosov, 1957). Dieses Gitter kann man durch verschiedene Dekorationstechniken

sichtbar machen. Die Gitterkonstante des hexagonal Gitters ist eine Funktion des Außenfeldes. Sie wird mit zunehmendem Außenfeld immer kleiner.

2.5 Mikroskopische Theorie

Im Vorhergehenden wurden die Erscheinungen der Supraleitung nur phänomenologisch gedeutet. In diesem Kapitel werden die Parameter besprochen, welche auf mikroskopischer Ebene in einem Supraleiter wirksam und somit für die beobachtbaren Phänomene verantwortlich sind. Die zugehörigen Begriffe wurden in zwei unterschiedlichen Theorien entwickelt, zum einen in der Ginzburg-Landau-Theorie (1950) zum anderen in der BCS-Theorie (1957) von *Bardeen, Cooper* und *Schrieffer*.

Für den Ladungstransport im supraleitenden Zustand sind die sogenannten Cooper-Paare verantwortlich. Das sind Elektronenpaare, die aufgrund einer Elektron-Phonon Wechselwirkung zusammengehalten werden. Sowohl der Impuls als auch der Spin der Cooper-Paare beträgt Null. Der Wechselwirkungsbereich der einzelnen Elektronen eines Cooper-Paares ist eine charakteristische Größe und wird üblicherweise mit ξ_0 abgekürzt. Sie ist material- und temperaturabhängig und beträgt zwischen 100 nm und 1000 nm in reinen Supraleitern (Buckel, 2004). Die Bindungsenergie eines Cooper-Paares liegt in der Größenordnung von ca. 10^{-3} eV pro Paar (Hittmair, 1979).

Eine weitere wichtige Größe in der mikroskopischen Beschreibung der Supraleitung ist die sogenannte Kohärenzlänge ξ_{GL} , darunter versteht man jene Länge, innerhalb der sich die Dichte der supraleitenden Ladungsträger merkbar ändern kann. Die Kohärenzlänge ist temperatur- und materialabhängig. Ihre Existenz ergibt sich aus der Überlegung, dass die Cooper-Paardichte an einer Grenzfläche zwischen normalleitender und supraleitender Phase nicht unstetig auf Null abfallen kann.

Das schon im vorigen Abschnitt erwähnte Eindringen eines äußeren Magnetfeldes, und die in makroskopischer Betrachtung eher heuristisch motivierte Eindringtiefe λ haben eine fundamentale Bedeutung. Setzt man die Eindringtiefe λ ins Verhältnis zur Kohärenzlänge ξ_{GL} , so erhält man den dimensionslosen Ginzburg-Landau Parameter:

$$(2.7) \quad \kappa = \frac{\lambda}{\xi_{GL}}$$

Er gehört zu den wichtigsten Bestimmungsgrößen in der Theorie der Supraleitung. Mit ihm lassen sich die supraleitenden Materialien eindeutig klassifizieren. So handelt es sich zum Beispiel bei Werten von $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$ um Typ I Supraleiter während Werte, bei denen $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$ gilt, Typ II Supraleiter charakterisieren.

2.6 Kritische Ströme in Hochtemperatursupraleitern

Hochtemperatursupraleiter haben hohe Übergangstemperaturen und bleiben auch bei hohen Magnetfeldern noch supraleitend. Dies macht sie für Anwendungen sehr attraktiv. Für viele dieser Anwendungen ist jedoch ein hoher Transportstrom erforderlich. Im Hinblick darauf besteht großes Interesse zu wissen, bis zu welchen Stromdichten der supraleitende Zustand stabil bleibt.

Es war F. B. Silsbee (Silsbee, 1916) der bereits im Jahre 1915 vorschlug, dass das Magnetfeld und der Transportstrom eng korreliert sein könnten. Silsbee meinte, dass die kritische Stromdichte von Typ I Supraleitern gerade dann erreicht wäre, wenn das Magnetfeld des Transportstroms an der Oberfläche des Supraleiters gerade den Wert H_{cth} erreicht habe. Demzufolge würde es also keinen Unterschied machen, ob der Transportstrom oder die Abschirmströme Ursache des Magnetfeldes wären. Diese, inzwischen als Silsbee-Hypothese bekannte Vermutung, hat sich in Folge hervorragend bestätigt.

Bei Feldern, die kleiner sind als H_{c1} , verhalten sich Typ I und Typ II Supraleiter gleich. Bei Feldern jedoch, die größer sind als H_{c1} , dringt magnetischer Fluss in den Supraleiter zweiter Art ein. Was bedeutet das für den Transportstrom? Überraschenderweise misst man bei idealen Supraleitern 2. Art schon bei minimalen Belastungsströmen einen endlichen Widerstand. In Abb. 2-5 wird eine Transportstromdichte mit Shubnikov-Phase dargestellt. In dieser Phase ist der Belastungsstrom nicht mehr auf eine dünne Oberflächenschicht beschränkt, sondern fließt über den ganzen Probenquerschnitt (Buckel, 2004). Dies führt zu

einer Wechselwirkung mit den Flussschläuchen. Die Art der Wechselwirkung liegt in der Lorentzkraft begründet.

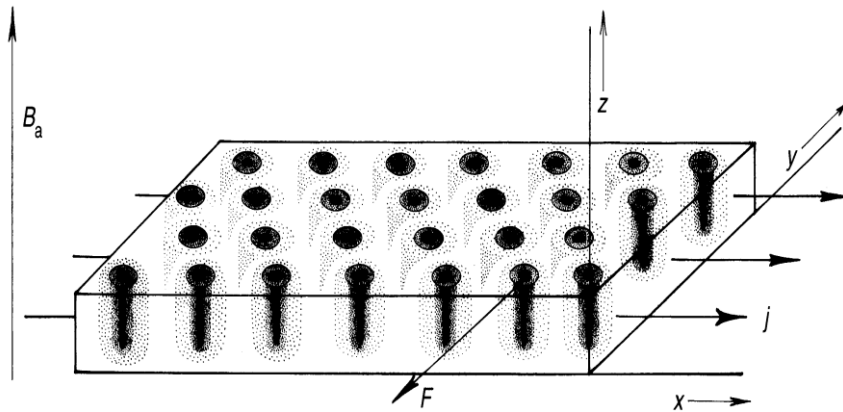


Abbildung 2-5: Shubnikov-Phase mit Transportstromdichte

Unter ihrem Einfluss bewegen sich die Flussquanten normal zu der von Stromrichtung und Magnetfeld aufgespannten Ebene. Diese Bewegung führt zu einer Energiedissipation die sich im Auftreten eines elektrischen Widerstandes äußert. Diese Umwandlung elektrischer Energie in Wärme kann über zwei unterschiedliche Prozesse ablaufen:

1. Die Wanderung eines Flussschlauches bewirkt das Auftreten lokaler, zeitlich veränderlicher Magnetfelder. Ein zeitlich veränderliches Magnetfeld bewirkt seinerseits ein zeitlich veränderliches elektrisches Feld. Dieses beschleunigt die ungepaarten Elektronen, die dann ihre kinetische Energie mit dem Kristallgitter austauschen können -- das heisst es kommt zu einer Erwärmung des Kristalls.
2. Der zweite dissipative Prozess hängt mit der örtlichen Variation der Cooper-Paar-Dichte zusammen. Die Cooper-Paar-Dichte ist im Zentrum eines Flussquants null und steigt dann steil an, hinauf zu jenen Werten, die im feldfreien Raum herrschen. Zu jedem magnetischen Feldwert gehört eine bestimmte Gleichgewichtskonzentration der Cooperpaardichte. Das bedeutet, dass bei der Bewegung eines Flussquants durch den Supraleiter ständig Cooper-Paare aufgebrochen und wieder gebildet werden. Das Erreichen des zum Magnetfeld gehörendem Gleichgewichtszustandes geschieht mit einer gewissen Verzögerung. Bei hinreichender Geschwindigkeit des Flussquants werden die supraleitenden Ladungsträger an der Vorderseite des Flussschlauches in

einem für die herrschende Cooper-Paardichte zu hohen Magnetfeld aufgebrochen, während an der Rückseite das Magnetfeld für die entsprechende Ladungsträgerkonzentration schon zu gering ist. Da die Reaktionswärme beim Aufbrechen eines Cooper-Paares mit wachsendem Magnetfeld abnimmt (Buckel, 2004), wird beim Aufbrechen weniger Energie aufgewendet, als beim Wiedervereinen frei wird. Auf diese Weise wird Energie dissipiert.

Bisher wurden nur kritische Stromdichten von Transportströmen betrachtet. Das eigentliche Interesse gilt jedoch der Untersuchung der in der Einleitung erwähnten schmelztexturierten Proben. Wären diese Keramiken ideale Supraleiter 2. Art, so wäre es nicht möglich, ein Magnetfeld durch sich selbst aufrechterhaltende stationäre Ströme einzufrieren, da initiale Ströme durch die auftretenden Energieverluste zum Stillstand gebracht werden würden. In den realen Supraleitern gibt es aber Bedingungen, die eine Energiedissipation verhindern.

2.7 Haftzentren

Die Abb. 2-6 zeigt die Magnetisierungskurven eines hysteretischen Supraleiters und eines nahezu idealen Supraleiter 2. Art.

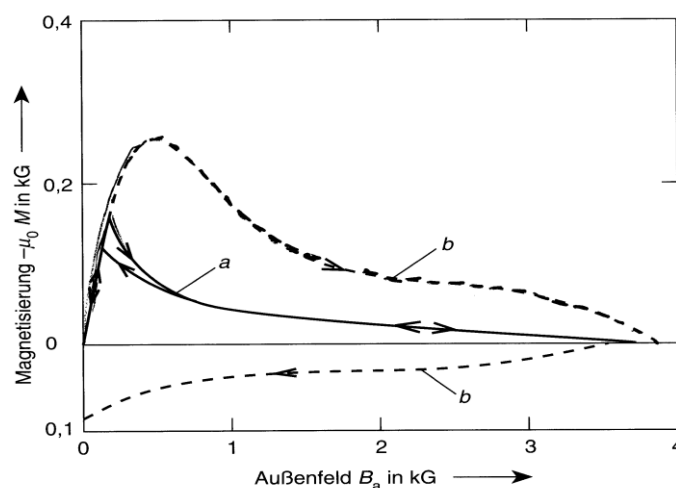


Abbildung 2-6: Magnetisierungskurve eines a.) fast reinen Typ 2 Supraleiters

b.) hysteretischen Supraleiters

Die Ursache für den Verlauf der Magnetisierungskurve eines Hochtemperatursupraleiters liegt in den sogenannten *Haftzentren* oder auch *Pinning-Centers* begründet. Diese Pinning-Centers können verschiedene Ursachen haben, ihre Wirkung auf Flussschläuche ist jedoch immer dieselbe. Sie wirken wie Potentialmulden auf die Flussschläuche, das heißt sie reduzieren deren Energie. Es gibt also in diesen Materialien spezielle Bereiche, in denen sich die Flussquanten bevorzugt aufhalten. Um ein Flussquant aus einem solchen Bereich zu verschieben, ist Energie nötig. Je größer die Potentialmulde, desto mehr Energie ist erforderlich, und desto größer werden dann aber auch die Stromdichten sein, bis zu denen der Stromtransport verlustfrei bleibt. Ziel ist es also, Materialien zu entwickeln, die eine möglichst große Anzahl geeigneter Potentialmulden aufweisen.

Es gibt verschiedene physikalische Ursachen für eine Flusslinienverankerung. Die wichtigsten werden im folgenden aufgelistet:

1. Unter Kernwechselwirkung versteht man die Interaktion der Flusslinien mit normalleitenden Ausscheidungen oder mit Leerstellen des Kristallgitters. Hierbei handelt es sich um Defekte von der Größenordnung ξ_{GL} . Damit eine Flusslinie gebildet werden kann, müssen Cooper-Paare aufgebrochen werden. Wenn dann eine Flusslinie zum Beispiel auf einer normalleitenden Ausscheidung zu liegen kommt, spart sie die für diesen Bereich aufzubringende Kondensationsenergie. Will man sie nun verschieben, muss zuerst die eingesparte Energie zugeführt werden.
2. Bei der diamagnetischen Wechselwirkung wird in normalleitenden Ausscheidungen die Einsparung der gesamten *Selbstenergie* der Flusslinie möglich (Hittmair, 1979). Die Größenordnung der Defekte muss hier im Bereich von 2λ liegen. Unter Selbstenergie versteht man jenen Energiebetrag, der zur Bildung eines normalleitenden Bereiches mit den umgebenden Supraströmen verglichen mit einem rein supraleitenden Bereich nötig ist.
3. Es gibt zwei Arten elastischer Wechselwirkung, die sogenannte *parelastische* Wechselwirkung und die *dielastische* Wechselwirkung. Manche Defektarten erzeugen elastische Verformungen in einem Supraleiter, die auf zwei Arten mit Flusslinien in Wechselwirkung treten. Die parelastische Wechselwirkung beruht auf dem unterschiedlichen spezifischen Volumen eines Metalls im supraleitenden bzw.

normalleitenden Zustand, und der dadurch entstehenden Verzerrung zwischen normalleitendem Flusslinienkern und supraleitender Umgebung. Wenn nun eine solche Verzerrung auf einer geeigneten Verformung des Kristallgitters zu liegen kommt, kann dies zu Energieeinsparungen führen. Der dielastischen Wechselwirkung liegt die Tatsache zugrunde, dass die elastischen Konstanten der beiden Phasen verschieden sind, was eine Veränderung der elastischen Energie der vorhandenen Defekte zur Folge hat.

In Abbildung 2-7 sieht man die Kern- und die diamagnetische Wechselwirkung dargestellt.

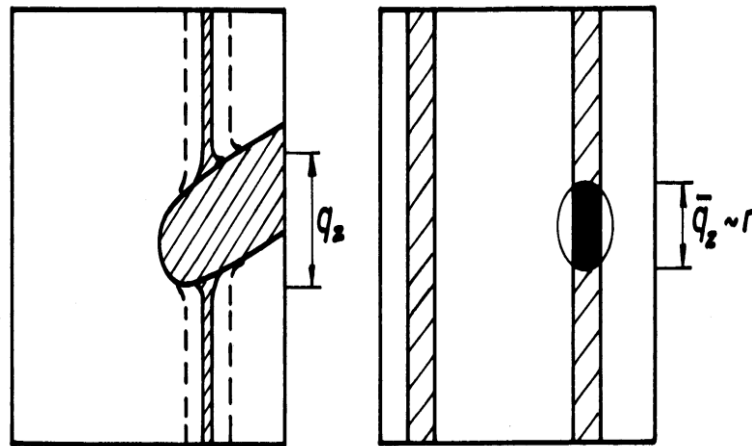


Abbildung 2-7: Links in der Graphik sieht man die diamagnetische Wechselwirkung und rechts die Kernwechselwirkung

2.8 Das Bean-Modell

Mit dem Bean-Modell wird der Magnetisierungsprozess eines harten, das heißt eines mit Verankerungszentren behafteten, Typ II Supraleiters beschrieben. Zur Beschreibung der Magnetisierung wird ein einziger materialabhängiger Parameter verwendet, die kritische Stromdichte j_c . Die grundlegende Annahme dieses Modells besteht darin, dass jede im Supraleiter vom Magnetfeld induzierte Stromdichte gleich der kritischen Stromdichte (Bean, 1964) ist.

In Abbildung 2-8 wird der Magnetisierungsprozess illustriert.

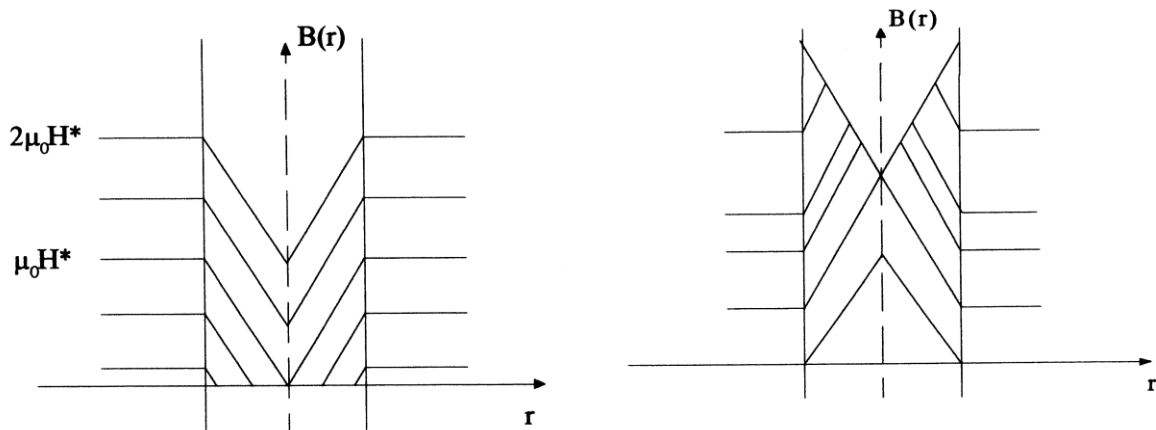


Abbildung 2-8: Magnetisierungsprozess eines harten Typ 2 Supraleiters nach Bean

Der Flussdichtegradient ist konstant. Flusslinien dringen mit ansteigendem Magnetfeld vom Rand bis zur Mitte der Probe vor. Beim Außenfeld $\mu_0 H^*$ wird der ganze Supraleiter vom Magnetfeld durchdrungen. Erhöht man die Feldstärke noch weiter, so verschiebt sich das Flussprofil parallel nach oben. Kehrt man die Feldrichtung um, wandern die Flusslinien nach außen, das heißt, das Flusslinienprofil nimmt vom Rand her wieder ab. Reduziert man das Außenfeld weiter bis zum Werte Null, bleibt ein sogenanntes *trapped field*, auch *remanentes* Feld, übrig. Ursache dessen ist die in 2.7 besprochene Verankerung der Flusslinien. Um also das maximal mögliche Feld „einzufrieren“, ist es daher nötig, ein Außenfeld von mindesten $2 \mu_0 H^*$ anzulegen.

Das Bean Modell unterliegt aber einigen starken Einschränkungen. Zum einen geht es von einer vom Magnetfeld unabhängigen Stromdichte aus. Das heißt es gilt

$$j_c = \text{const.}$$

für alle im Supraleiter herrschenden Feldstärken. Zum anderen werden durch die Annahme einer parallel zum Magnetfeld unendlich ausgedehnten Probe Streufeldeffekte vernachlässigt. Trotz dieser Einschränkungen hat sich das Bean Modell für das Verständnis des Magnetisierungsprozesses harter Supraleiter als äußerst nützlich erwiesen.

3. Experimentelle Grundlagen

3.1 Messaufbau

Der gesamte Messaufbau wurde im Zuge der Diplomarbeit (Novak, 1998) von Wolfgang Novak entwickelt und aufgebaut. In Abbildung 3-1 sieht man eine schematische Skizze des Messapparates.

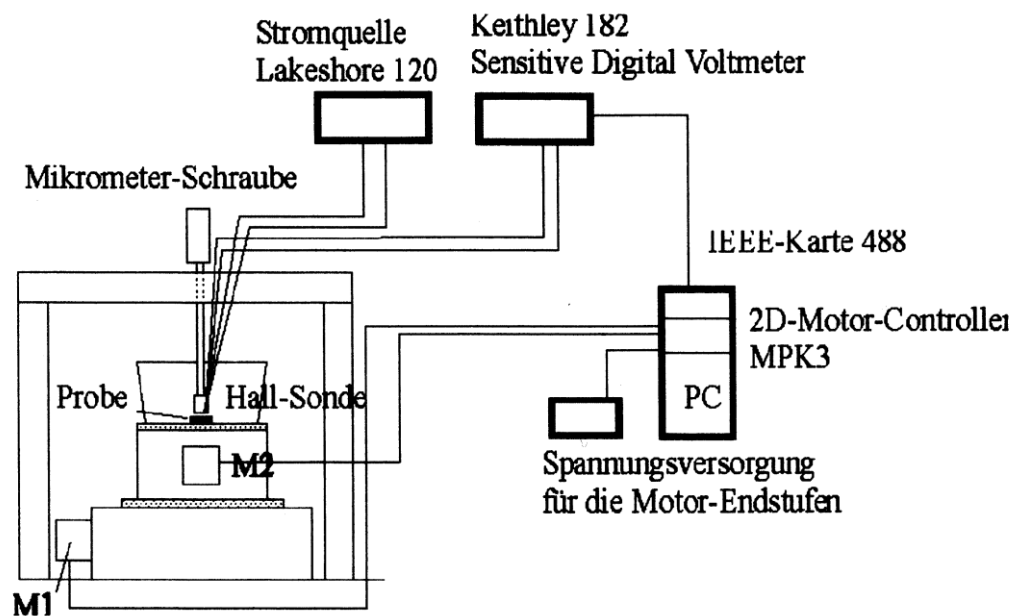


Abbildung 3-1: Schematische Skizze des Messaufbaus

Der Messapparat besteht aus einem im weiteren auch als X-Y-Kreuztisch bezeichneten 2D-Positionierungssystem, einer Hallsonde und einer Elektronik zum Betreiben der Hallsonde. Das Positionierungssystem besteht aus zwei senkrecht zueinander angebrachten Linearführungen, die von 2-Phasen-Schrittmotoren betrieben werden. Die Positionsreproduzierbarkeit der Linearführungen beträgt 0.01mm. Auf dem X-Y-Kreuztisch wurde ein Styroporbehälter fixiert, in dem der Probenhalter aus Aluminium angebracht wurde. Der Hallsondenhalter besteht aus Plexiglas und ist in Abbildung 3-2 abgebildet.

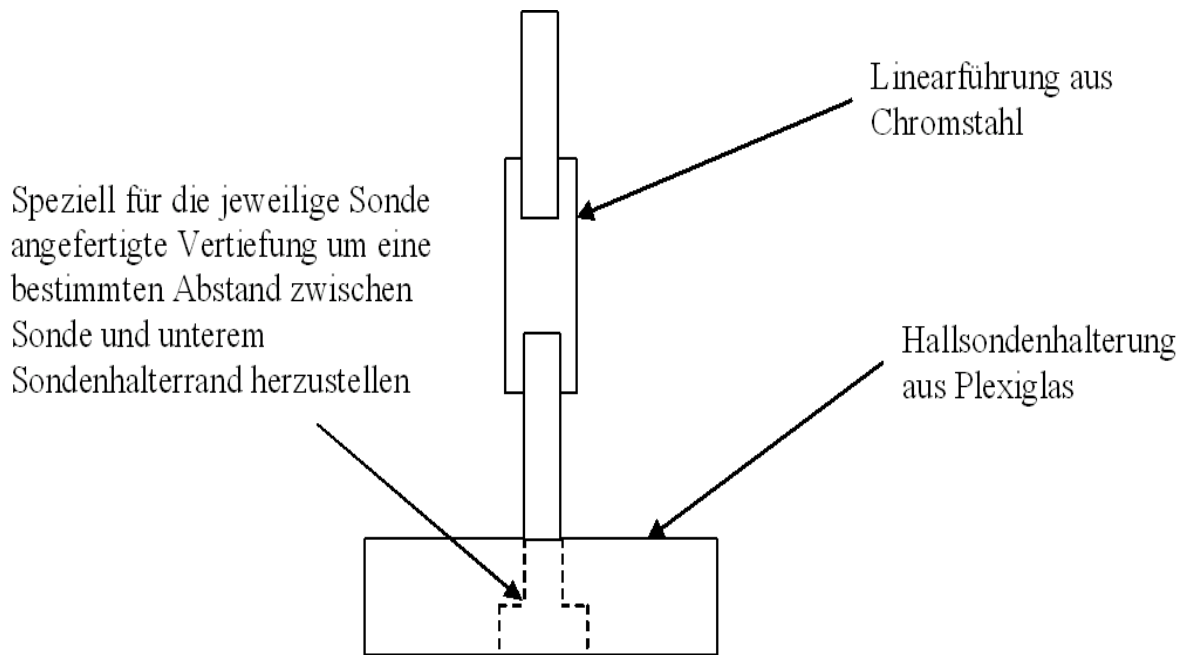


Abbildung 3-2: Skizze des Hallsondenhalters

Der Hallsondenhalter wurde mittels eines ebenfalls aus Aluminium gefertigten Rahmens über dem Probenhalter (siehe Abbildung 3-6) in Ausgangsstellung (dh. $x = 0$, $y = 0$) fixiert. Die Hallsonde kann mittels einer am Trägerrahmen montierten Mikrometerschraube in Z-Richtung verschoben werden. Zwischen Mikrometerschraube und Hallsonde wurde eine frei verschiebbare Linearführung angebracht, welche die während der Messung auftretenden Änderungen in Z-Richtung ausgleichen soll. Mit dieser Anordnung kann der am Sondenhalter eingestellte Abstand während der gesamten Messung aufrechterhalten werden.

Der Gleichstrom für die Hallsonde wird von einer Lakeshore 120 Stromquelle geliefert. Die Hallspannung wird mit einem Keithley 182 Sensitive Digital Voltmeter ermittelt, welches mittels IEEE-Karte an einen PC angeschlossen wurde. Über den PC wird auch das 2D-Positionierungssystem gesteuert.

3.2 Die Hallsonden

Dem Prinzip des Halleffekts liegt die Lorentz-Kraft (Gerthsen, 1993) zugrunde, sie ergibt sich zu

$$\mathbf{F}_L = q (\mathbf{v} \times \mathbf{B})$$

($\mathbf{B}$...magnetische Induktion, $\mathbf{v}$...Geschwindigkeit der Ladungsträger, q ... Ladung)

Unter ihrem Einfluss erfahren die den Strom eines Leiter bildenden Elektronen eine Ablenkung normal zu der von $\mathbf{v}$ und $\mathbf{B}$ aufgespannten Ebene. Dadurch kommt es zur Akkumulation von Ladungsträgern auf einer Seite des Leiters, was wiederum ein elektrisches Feld bewirkt. Nach kurzer Anhäufungszeit gilt:

$$eE_H = -e(\mathbf{v} \times \mathbf{B})$$

Die das E-Feld erzeugende Potentialdifferenz, die Hallspannung, kann mittels eines ausreichend sensitiven Voltmeters gemessen werden. Mit Hilfe von Hallsonden wird bei bekannter Abhängigkeit der Hallspannung vom Magnetfeld ($\mathbf{B}$ -Feld) die Hallspannung gemessen und daraus die magnetische Induktion berechnet. In dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Hallsonden zum Einsatz gebracht. Zum einen die HHP-SF8 der Firma Arepoc aus der Slowakei, zum anderen die HGCT-3020 der Firma Lake Shore aus den USA. Die HHP-SF8 hat eine aktive Fläche von $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$ und benötigt einen Treiberstrom von 30 mA. Ihre Hallkonstante beträgt 31.85 T/mV. In Abb. 3-3 wird ihre Kalibrierungskurve gezeigt.

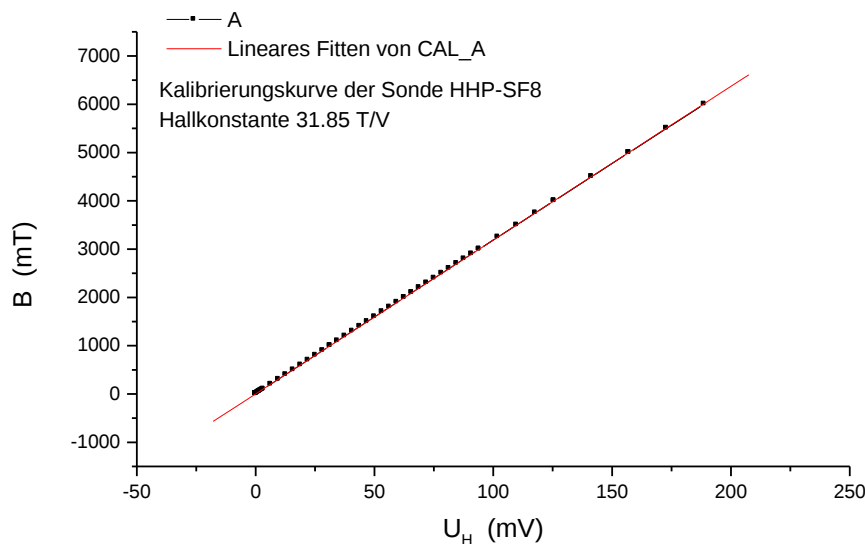


Abbildung 3-3: Kalibrierungskurve der Hallsonde HHP-SF8

Die HGCT-3020 hat eine aktive Fläche von $1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ und benötigt einen Treiberstrom von 100 mA. Ihre Hallkonstante beträgt 159.8 T/V. In Abb.3-4 wird ihre Kalibrierungskurve dargestellt.

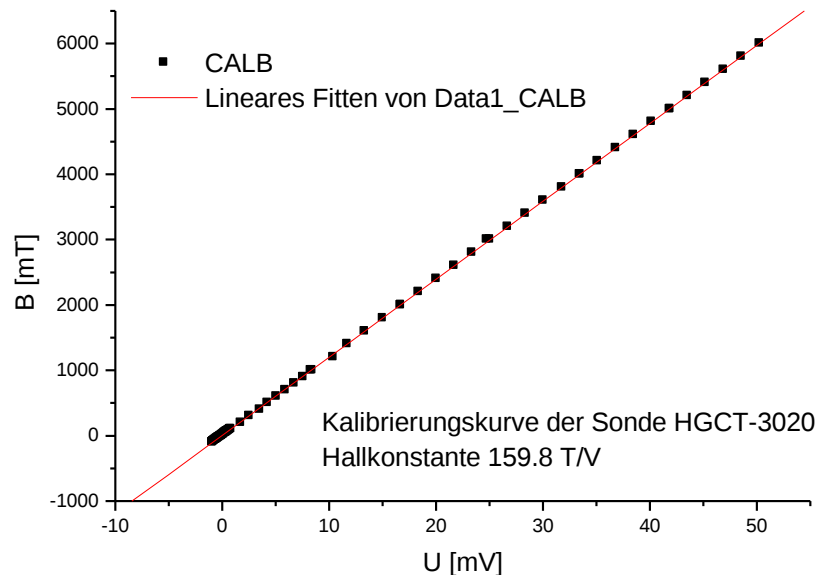


Abbildung 3-4: Kalibrierungskurve der Hallsonde HGCT-3020

3.3 Messmethode

Die Proben wurden in einem mit Helium gekühlten Kryostaten magnetisiert. In dem Kryostaten befindet sich eine Spule, die Magnetfelder bis 8 Tesla produzieren kann. Als erster Schritt wird die Unterseite der Probe mittels Vakuumpaste auf den Aluminiumzylinder geklebt. Die Vakuumpaste wird bei den Temperaturen von flüssigem Stickstoff hart und sorgt dadurch für eine feste Verbindung zwischen Aluminiumzylinder und Probe. Als nächstes wird die Probe auf die in Abbildung 3-5 dargestellte Art und Weise in einem Aluminiumbehälter befestigt.

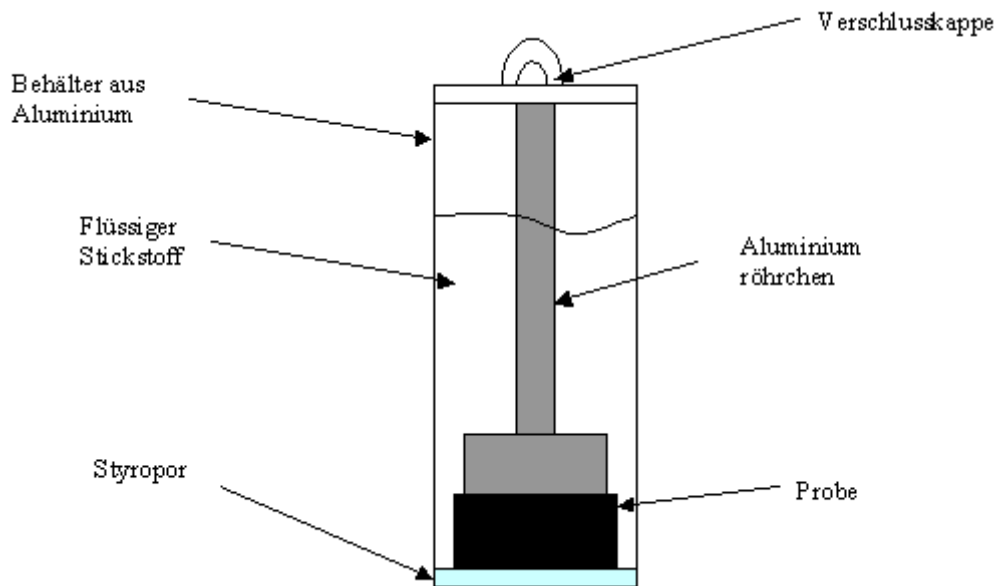


Abbildung 3-5 Probenanordnung beim Magnetisieren

Anschließend wird der ganze Probenbehälter in flüssigen Stickstoff getaucht. Bevor die Probe im flüssigen Stickstoff versenkt werden kann, muss äußerst genau darauf geachtet werden, dass die Probe vollkommen trocken ist. Feuchtigkeit führt zu Eisbildung, was zu Messabweichungen oder sogar zu Proben- oder Sondenzerstörung führen kann. Durch Bohrungen an der Oberfläche der Verschlusskappe dringt Stickstoff in den Probenbehälter ein, wodurch die Probe vollständig mit flüssigem Stickstoff umspült, und so eine gründliche Abkühlung des Supraleiters auf Stickstofftemperatur gewährleistet wird. Nach der Abkühlung wird der Probenbehälter mittels einer langen Stange in das Zentrum der Magnetspule eingebracht. Die Temperatur des Kryostaten wurde vorher auf etwa 77.2 K eingestellt und das Temperaturgleichgewicht abgewartet. Das Magnetfeld wird nun kontinuierlich von 0 T auf 6 T erhöht und dann wieder auf 0 T reduziert. Durch diesen Magnetisierungszyklus bleibt ein remanentes Feld in der Probe eingefangen. Nun wird der Probenbehälter aus dem Kryostaten entfernt und in einem mit Stickstoff gefüllten Gefäß zum Hallscanner gebracht. Es muss darauf geachtet werden, dass der Transfer von Kryostat zu Transportgefäß möglichst schnell durchgeführt wird, um eine Erwärmung der Probe zu vermeiden. Das Styropor am Boden des Probenbehälters soll in dieser Phase eine von der Behälterunterseite erfolgende Erwärmung verhindern. Nun wird der Probenbehälter in das vorher mit Stickstoff gefüllte Styroporgefäß auf dem 2 D-Positionierungssystem gelegt. Mit Hilfe einer hölzernen Gurkenzange wird die Probe aus dem Behälter entfernt und im

Probenhalter fixiert. Die Fixierung der Probe erfolgt im Wesentlichen durch die Schwerkraft. Abbildung 3-6 zeigt einen Schnitt durch den Probenhalter.

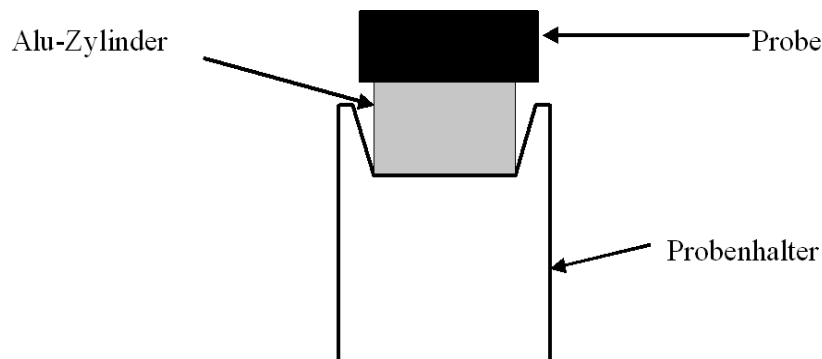


Abbildung 3-6 Probenhalter mit Alu-Zylinder und Probe

Der konische Einschnitt des Probenhalters ermöglicht eine einfache und rutschsichere Verbindung des Aluminiumzylinders mit der Probe. Schließlich wird die Hallsonde mittels Mikrometerschraube auf die Probenoberfläche abgesenkt und das ungefähre Zentrum der Probe unter der Sonde positioniert. Mittels der am X-Y-Kreuztisch befindlichen Handräder wird jetzt das Maximum der Probe per Hand gesucht. Das Probenmaximum wird dann als Ausgangspunkt für die Messung verwendet. Nun kann das Messprogramm gestartet werden. Das Programm misst die Feldwerte der Probe in einem vorher definierten Raster. Die Schrittweite liegt üblicherweise zwischen 0.2 mm und 1 mm. Die Messdauer beträgt zwischen 40 min und 3 h.

Während der Messung muss, speziell bei längeren Messungen, auf den Sauerstoffstand im Styroporbehälter geachtet und gegebenenfalls Stickstoff nachgeschüttet werden. Die Ausgabe der Daten erfolgt in zwei Dateien (Novak, 1998), wobei eines die Positionen und gemessenen Hallspannungen enthält, während das zweite Datei die Messwerte bereits in Matrixform anlegt; Das heißt, die Position eines Wertes in der Matrix stimmt mit der Position eines Messpunktes überein. Mittels eines geeigneten Graphikprogramms kann dann das remanente Feld sichtbar gemacht werden.

4. Parameterbestimmung und Messvorschriften

4.1 Stickstofftemperatur

In der Fachliteratur wird die Siedetemperatur reinen Stickstoffs bei Atmosphärendruck mit 77.4 K (Enss, 2000) angegeben. In der Praxis kommt es jedoch oft zu Abweichungen von dieser idealen Temperatur. Die Abweichungen liegen in der Herstellung und in der Lagerung des Stickstoffs begründet. Stickstoff ist der Hauptbestandteil von gewöhnlicher Luft und man erhält ihn durch Verflüssigung von dieser und anschließender Trennung des Sauerstoffs vom Stickstoff.

Die Siedetemperatur von flüssigem Sauerstoff beträgt 90.2 K. Die gemessene Stickstofftemperatur hängt nur von dessen Reinheitsgrad, das heißt von seinem Sauerstoffanteil, ab. Der Reinheitsgrad hängt wiederum von der Qualität der Verflüssigungsmaschine, der Lagerart und Lagerdauer des Stickstoffs ab. Am Atominstitut der österreichischen Universitäten (ATI), haben wir im Verlauf von etwa 10 Monaten hunderte Temperaturmessungen an flüssigem Stickstoff durchgeführt und nie wurde die in der Literatur angegebene Siedetemperatur von 77.4 K gemessen.

Die gemessenen Temperaturen lagen alle zwischen 77.6 K und 81.2 K, wobei Temperaturen zwischen 78 K und 79 K die Regel waren. Frischer, unmittelbar nach der Verflüssigung entnommener Stickstoff hatte am ATI eine Siedetemperatur von 77.6 K. Diese Temperatur erhöhte sich mit zunehmender Lagerdauer bis auf die oben erwähnten 81.2 K. Theoretisch sind noch höhere Stickstofftemperaturen möglich, da die Temperatur des Stickstoffs ja nur von seinem Sauerstoffanteil abhängt und dieser sich bis zu dem der Luft erhöhen kann, wenn der Stickstoff nicht luftdicht gelagert wird. Man erkennt den Sauerstoffeinschluss an der zunehmend bläulicher werdenden Farbe des Stickstoffs.

Bei derart breitgefächerten Temperaturen des flüssigen Stickstoffes ist die Frage der Abhängigkeit der physikalischen Messgröße des untersuchten Werkstoffes von der Temperatur von entscheidender Bedeutung. Daher wurden bei sämtlichen in dieser Arbeit untersuchten Materialien $B(T)$ -Kurven erstellt. Abbildung 4-1 zeigt den Messaufbau, der zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit verwendet wurde.

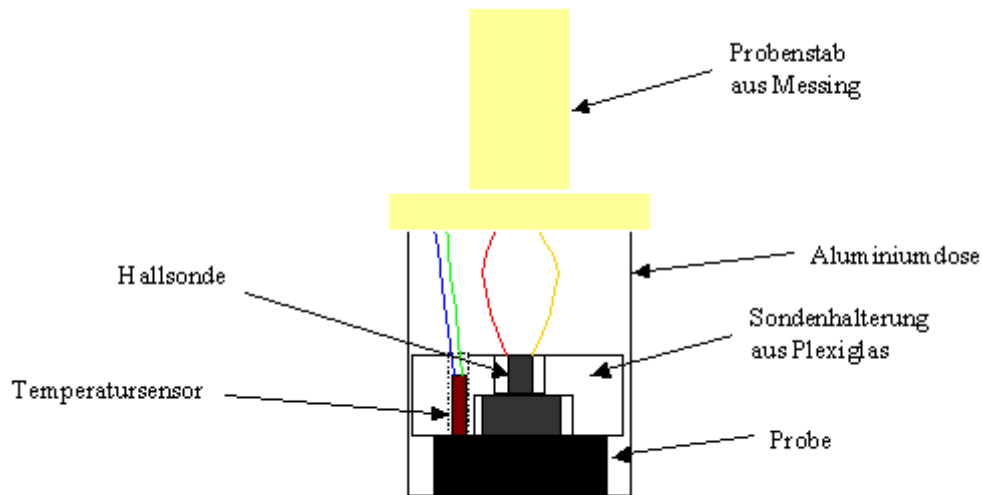


Abbildung 4-1 Messanordnung zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit

Die Temperaturabhängigkeit der supraleitenden Materialien wurde in einem Kryostaten mit variablem Temperatureinsatz bestimmt. Dazu wurde die Probe in die in Abb. 4-1 gezeigte Anordnung gebracht. Die Sondenhaltung aus Plexiglas ist im Wesentlichen ein Diskus mit einer durchgehenden Bohrung durch dessen Mitte und einer Versenkung für die Hallsonde. Die Versenkung wurde so gewählt, dass der Abstand zwischen Probe und Sonde 0.2 mm betrug.

Das ganze Probengefäß wurde mittels eines langen Probenstabes in dem Durchfluss-Kryostaten positioniert. Die Kabel für die Strom und Spannungsversorgung der Hallsonde verliefen im Inneren des Probenstabes. Nun wurde die Temperatur im Kryostaten auf 76 K eingestellt. Nach angemessener Abkühlzeit (etwa 15 min.) hatte sich die gewünschte Probentemperatur eingependelt. Anschließend wurde die Probe wie in Kapitel 3 besprochen, magnetisiert. Nach der Magnetisierung wurde die Hallspannung bestimmt. Danach wurde, um die Magnetisierung zu zerstören, die Temperatur über T_c erhöht und dann auf 76.5 K abgekühlt, wiederum das Temperaturgleichgewicht abgewartet um dann die Probe von neuem zu magnetisieren und wiederum die Hallspannung zu bestimmen. Dieser Prozess wurde dann bis zu einer Temperatur von 82 K fortgesetzt – jeweils in 0.5 K Schritten.

Der Nachteil der in Abbildung 4-1 beschriebenen Anordnung besteht darin, dass die Sonde in einem festen, jedoch nicht genau bekannten Punkt über dem ungefähren Probenzentrum zu liegen kommt. Von den in dieser Messanordnung erhaltenen Werten der Temperaturabhängigkeit des Magnetfeldes wird angenommen, dass sie für die gesamte

Probe repräsentativ sind; eine etwaige Ortsabhängigkeit des B-T Verlaufs wird nicht berücksichtigt. Theoretisch wäre es denkbar, dass aufgrund der starken Inhomogenität schmelztexturierter Materialien und der durch die kleine Ausdehnung der Sondenfläche bedingte Beschränktheit des vermessenen Probenanteils bei der Messung eine Temperaturabhängigkeit ermittelt wurde, welche nicht für die gesamte Probe charakteristisch ist. Auf dieses Problem wurde aber in der vorliegenden Arbeit nicht eingegangen. Stattdessen wird die ermittelte Abhängigkeit auf die gesamte Probe übertragen. In Abbildung 4-2 sieht man eine typische Messkurve für die Temperaturabhängigkeit des remanenten Feldes schmelztexturierter Hochtemperatursupraleiter.

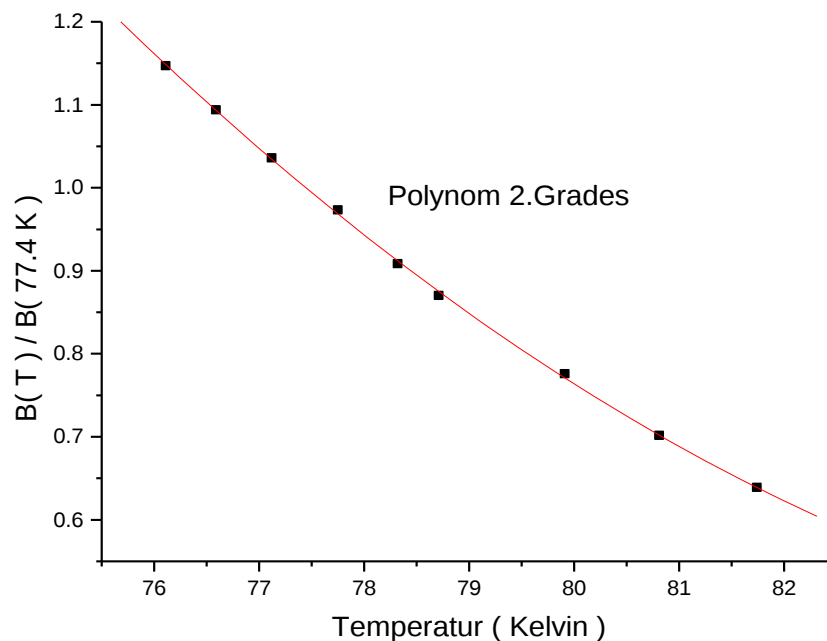


Abbildung 4-2: Normierte Temperaturabhängigkeit der Feldstärke

Bei der durch die Messung erhaltene Kurve wurde mittels eines Polynoms 2. Grades der Wert der Feldstärke bei 77.4 K ermittelt und dann die gesamte Kurve auf diesen Wert normiert.

Die höchste gemessene Stickstofftemperatur im ATI betrug 81.2 K. Bei dieser Temperatur misst man für die Feldstärke nur noch 67.5 % jenes Wertes, den sie bei einer idealen und zumeist auch angenommenen Stickstofftemperatur von 77.4 K gehabt hätte. Im Falle dieser Probe beträgt der Rückgang der Feldstärke also 32.5%. Wie wir in Kapitel 5 noch sehen

werden, handelt es sich hierbei um keinen spektakulären Einzelfall, sondern um eine ganz typische Probe.

Hierdurch wird also klar, dass ein Vergleich verschiedener Messungen nur durch Bekanntgabe der Stickstofftemperatur und der zur Probe gehörenden $B - T$ Abhängigkeit sinnvoll ist. In Abbildung 4-3 und Abbildung 4-4 ist das typische Ergebnis einer Hallscanmessung abgebildet. Die erste Graphik wurde bei einer Stickstofftemperatur von 81.2 K gemessen, die zweite Graphik ist jenes Resultat, das man erhält, wenn man das Messergebnis auf die bei der Temperatur von flüssigem Stickstoff zu erwartenden Werte extrapoliert.

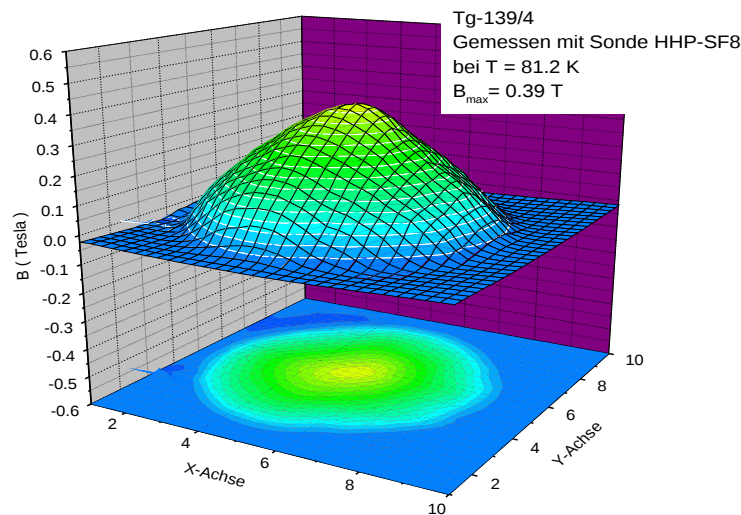


Abbildung 4-3: Messung der Probe Tg-139/4 bei 81.2 K

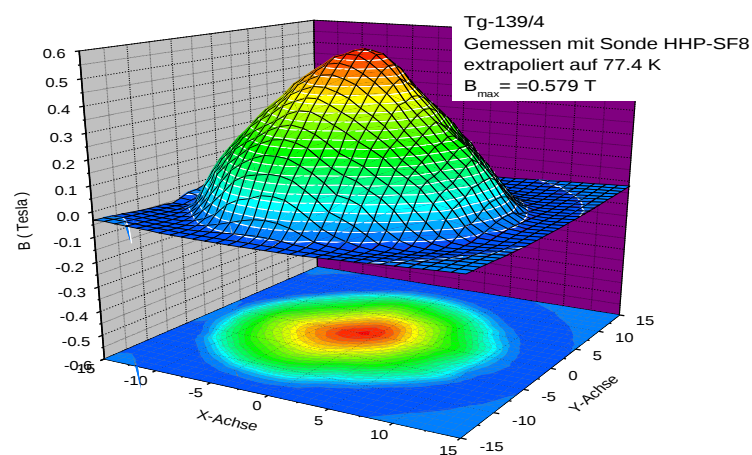


Abbildung 4-4: Messung der Probe Tg-139/4 extrapoliert auf 77.4 K

Der Unterschied der beiden Messungen ist gut zu erkennen und unterstreicht die in diesem Abschnitt angestellten Überlegungen.

4.2 Relaxation

In Kapitel 2.7 wurden die in Hochtemperatursupraleitern vorhandenen Potentialmulden, in denen Flussschläuche zu liegen kommen, als Ursache remanenter Felder erkannt. Bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs, bei der man die neuen Supraleiter zu verwenden hofft, können die Flussschläuche infolge thermischer Aktivierung die Potentialmulde überwinden. Diesen Prozess nennt man auch *Flusskriechen*. Aufgrund der beim Flusskriechen auftretenden dissipativen Prozesse kommt es zu einer Reduktion der Stromdichte j_c . Das bedeutet, dass das remanente Feld magnetisierter Hochtemperatursupraleiter zeitlich nicht konstant ist, und daher eine Abnahme der magnetischen Feldstärke mit voranschreitender Zeit beobachtet werden kann. Mit anderen Worten, das Feldprofil *relaxiert*.

Für die Messungen der magnetischen Relaxation wurde derselbe, in Abbildung 4-1 dargestellte, Messaufbau verwendet wie schon zur Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der Feldstärke. Der Probenbehälter wurde wieder mittels des langen Probenstabes in dem Kryostaten positioniert. Die gewünschte Temperatur, meistens 77.4 K, am Temperaturregler eingestellt und das thermische Gleichgewicht abgewartet. Sobald sich das Temperaturgleichgewicht eingependelt hatte, wurde die Probe magnetisiert. Dabei wurde die Feldstärke auf 6 Tesla erhöht und dann wieder langsam reduziert. Kurz vor Erreichen der bekannten Maximalfeldstärke der Probe wurde die Reduktionsrate der Spulenfeldstärke erhöht. Der Augenblick in dem das Außenfeld den Wert $B = 0$ erreicht hatte, wurde als Zeitpunkt $t = 0$ definiert. Da sich die Feldwerte der Probe in den ersten Sekunden der Messung so schnell veränderten, dass ein genaues Ablesen des Spannungswertes der Hallsonde unmöglich war, wurde der erste Messwert erst nach 30 Sekunden aufgenommen. Die weiteren Messwerte wurden dann in immer größer werdenden Intervallen abgelesen. Die Intervalllänge betrug anfangs nur wenige Sekunden, später dann bis zu einigen Minuten. Die gesamte Messung dauerte in der Regel zwei Stunden. In Abbildung 4-5 sieht man eine typische Messkurve einer solchen Relaxationsmessung.

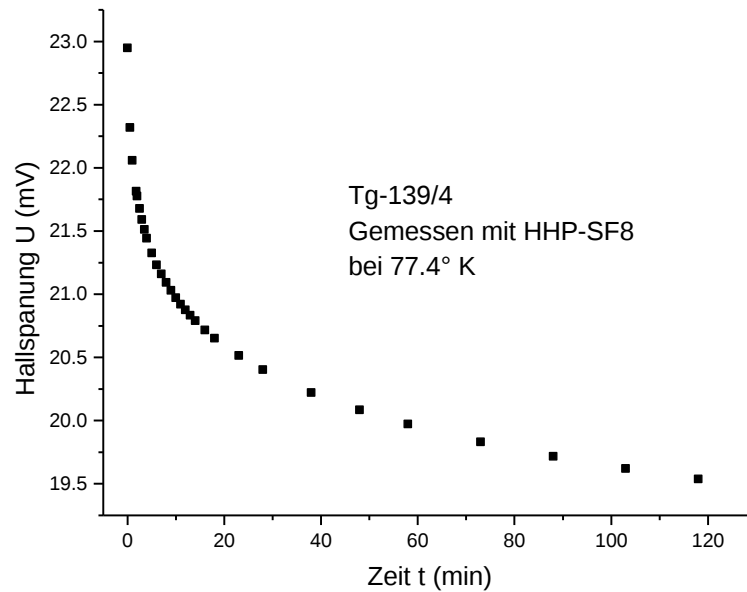


Abbildung 4-5: Relaxationsmessung der Probe Tg-139/4

Inwieweit hat nun eine solche Relaxationskurve Einfluss auf das Messresultat? Prinzipiell müssen zwei unterschiedliche Faktoren berücksichtigt werden. Zum einen der Messbeginn, das heißt wie viele Minuten nach Beendigung der Magnetisierung mit der Messung begonnen wurde, und zum anderen die Messdauer, das heißt wie lange der gesamte Scan der Probe währte.

Bei einer durchschnittlichen Probengröße von etwa 2 – 3 cm und einem Abtastraster von 1 mm dauerte der Messvorgang auf dem Hallscanner am ATI etwa 40 Minuten. In dieser Zeit relaxiert die Probe natürlich weiter und verzerrt so die Messung. Man erhält also keine Momentaufnahme sondern nur ein zeitverschmiertes Bild des Magnetfeldes der Probe, etwa so wie bei einem zu lange belichteten Film. Diese Feldverzerrung ist umso geringer, je später mit der Messung der Probe begonnen wird.

Betrachtet man Abbildung 4-5, so erkennt man den steilen Abfall der Feldstärke während der ersten 15 Minuten der Messung. Bei jeder Probe konnte ein nahezu identischer Verlauf der Relaxationskurve festgestellt werden. Aus diesem Grund sind wir zu der Schlussfolgerung gelangt, dass es aus Gründen der Reproduzierbarkeit am sinnvollsten ist, mit der Messung erst 15 Minuten nach Beendigung der Magnetisierung zu beginnen. Bei Berücksichtigung dieser Empfehlung sind bei den relativ kurzen Messperioden von etwa 40 Minuten nur geringe

Feldverzerrungen zu erwarten. Wenn man zum Beispiel die obige Relaxationskurve zugrunde legt, so beträgt die Feldverzerrung vom ersten bis zum letzten Punkt bei einer 40-minütigen Messdauer ansteigend von 0 bis maximal 3 % der Feldstärkenwerte. Unter der Annahme des Probenmaximums im Zentrum der Probe und Verlauf des Scanbereichs vom Rand zur Probenmitte und von da wieder zum Rand, folgt daraus, dass das Probenmaximum 1,5 % seines ursprünglichen Wertes verliert.

Im Gegensatz dazu verläuft bei einem sofortigem Messbeginn, das heisst etwa zwei Minuten nach der Magnetisierung, die Feldverzerrung von 0 % bis 7.2 % und das Probenmaximum hat nur noch 5.3 % seines ursprünglichen Wertes. Daraus ergibt sich, dass der Unterschied zwischen den Probenmaxima verschiedener Messungen 3.8 % beträgt. Noch gravierender wird der Unterschied, wenn man Messungen langer Dauer miteinander vergleicht. Die Messdauer hängt von der Probengröße aber hauptsächlich von der Anzahl der Messpunkte ab. Bei einer durchschnittlichen Probengröße und einer Rastergröße von 1 mm beträgt die Messdauer etwa 40 Minuten. Reduziert man die Schrittweite der Sonde auf 0.2 mm, so erhöht sich die Messdauer auf etwa 180 Minuten. Wenn wir wieder die in Abbildung 4-5 dargestellte Kurve zugrunde legen, ergibt sich für die Feldverzerrung der unmittelbar begonnenen Messung einen Wert von 10.4 % und für den Rückgang des Probenmaximums einen Wert von 9.8 %. Jene Messung welche erst nach einer Wartezeit von 15 Minuten durchgeführt wurde, hat zum Vergleich eine Feldverzerrung von 6.1 % und einen Maximumsrückgang von 5.2 %. Das entspricht einer zwischen den Probenmaxima verschiedener Messungen herrschenden Differenz von 4.6 %.

Eine weitere Fehlerquelle, welche durch die Relaxation verursacht wird, ergibt sich durch den Vergleich von Messungen unterschiedlicher Dauer. Wenn wir zu Demonstrationszwecken wieder die in Abbildung 4-5 dargestellte Kurve verwenden und je eine Messung von 40 Minuten und eine von 180 Minuten miteinander vergleichen, erhalten wir für die Feldverzerrung bei der 180-minütigen Messung einen Wert von 6.1 % und für die Reduktion des Maximums einen Wert von 5.2 %. Im Gegensatz dazu ergibt sich die Feldverzerrung bei der 40-minütigen Messung zu 2.7 % und die Maximumsreduktion zu 1.6 %. Beide Messungen wurden erst nach einer Wartezeit von 15 Minuten begonnen. Man erhält hier eine Maximadifferenz zwischen den beiden Messungen von 3.6% , und das obwohl die Wartezeit nach der Magnetisierung dieselbe war.

Es sei noch einmal darauf hingewiesen, dass die prozentualen Angaben der Feldverzerrung und der Maximumsreduktion auf der Abtastmethode des Hallscanners am ATI beruhen. In Abbildung 4-6a. wird dieser Scannvorgang dargestellt. Die Zahlen sollen dabei die Reihenfolge der Messpunkte symbolisieren und der dunkle Kreis die Probe darstellen. In Abbildung 4-6b. wird eine gänzlich andere Methode beschrieben.



Abbildung 4-6: Unterschiedliche Abtastverfahren des Hallscanners a.) Messraster läuft von links nach rechts und b.) Messraster läuft spiralförmig nach außen

Beim Abtastvorgang wie ihn Abbildung 4-6b beschreibt, gelten die obigen Zahlen natürlich nicht, vielmehr werden die genannten Angaben bezüglich der Maximadifferenz zweier Messungen für unterschiedliche Beginnzeiten erheblich nach oben zu korrigieren sein. Beim Vergleich von Messungen unterschiedlicher Dauer wird man trivialerweise keine Änderung der Maxima feststellen. An der prozentuellen Gesamtfeldverzerrung ändert sich auch nichts, nur dass sie bei dieser Methode keinen Einfluss auf das Maximum hat. Mir ist aber nicht bekannt ob es physikalische Institute gibt, deren Hallscanner nach der obigen Methode arbeiten; es sollte hier nur auf die Abhängigkeit der Relaxationsüberlegungen vom Abtastvorgang hingewiesen werden.

Die obigen Überlegungen zeigen, dass durch die verschiedenen Verweilzeiten nach erfolgter Magnetisierung eine Messdifferenz von fast 5 % in Kauf genommen werden muss. Durch eine einheitliche Wartezeit von 15 Minuten zwischen Aktivierung und Scan kann man diese Fehlerquelle eliminieren. Uns erscheinen 15 Minuten auch deshalb angebracht weil so die Feldverzerrung bereits stark minimiert wird. Wie oben schon ausgeführt wurde, lässt sich aber auf diese Weise der Messunterschied, welcher durch Vergleich zweier Messungen unterschiedlicher Dauer entsteht, so bestenfalls nur reduzieren, jedoch nicht völlig eliminieren. Bei großen Unterschieden kann die zwischen den Maxima auftretende Differenz etwa 4% betragen. Auch die Feldverzerrung lässt sich auf diese Weise nur bei kurzen

Messungen zufriedenstellend verringern. Für eine lange Messdauer kann die Feldverzerrung trotz 15-minütiger Wartezeit noch beträchtliche Werte annehmen.

Will man sowohl eine bessere Vergleichbarkeit verschiedener Messungen bei variierender Beginnzeit und Messdauer als auch eine völlige Elimination der Feldverzerrung, so ist dies nur mit einigem Aufwand zu bewerkstelligen. Für den Fall einer möglichen Berechnung von j_c oder bei einer sehr hohen Auflösung des Magnetfeldes, ist ein solcher Aufwand jedenfalls gerechtfertigt. Als Beispiel verwenden wir wieder einmal die in Abbildung 4-5 dargestellte Relaxationskurve. Ihre Messpunkte lassen sich mittels einer Exponentialfunktion 2. Grades recht gut approximieren. Es gilt:

$$(2.8) \quad f(t) = 19.539 + 1.523 e^{\frac{-t}{1.678}} + 1.933 e^{\frac{-t^2}{34.787}}$$

Die Messdauer pro Punkt δ ergibt sich aus der Gesamtdauer der Messung Δ und der Anzahl der Messpunkte n_0 zu

$$(2.9) \quad \delta = \frac{\Delta}{n_0}$$

Bezeichnen wir mit $B_{absolut}$ dasjenige Feld das ohne Relaxationsverlust gemessen worden wäre, so erhalten wir den relaxierten Anteil (B_{relax}) durch:

$$(2.10) \quad B_{relax} = B_{absolut} - B_{gemessen}$$

Bezeichnet man mit t_0 den Beginn der Messung, so erhält man für $B_{absolut}$:

$$(2.11) \quad B_{absolut} = B_{gemessen} \frac{f(t_0)}{f(t_0 + \delta_n)}$$

wobei $\delta_n = n\delta$

Daraus ergibt sich für den Feldverlust beim n -ten Messpunkt

$$(2.12) \quad B_{relax} = B_{gemessen} \left(\frac{f(t_0)}{f(t_0 + \delta_n)} - 1 \right)$$

B_{relax} bezeichnet also die Feldverminderung, die aus der Relaxation während der Messung resultiert. Mit Hilfe eines kleinen C++ - Programms und der obigen Formel lässt sich die Relaxation für jeden einzelnen Messpunkt bestimmen. Abbildung 4-7 zeigt ein Hallscanexperiment der Probe Tg-139/4, durchgeführt mit einem Scanraster von 0.2 mm und einer nach der Aktivierung eingehaltenen Wartezeit von 15 Minuten. Die Dauer des Experiments betrug 180 Minuten.

In Abbildung 4-8 sieht man die Berechnung jener Feldverzerrung, welche durch die Relaxation während der obigen Messung stattgefunden haben muss. Man sieht, dass der Messwert am Maximum nur noch etwa 94 % seines ursprünglichen, bei Messbeginn vorhandenen Wertes, hat. Addiert man beide Felder so erhält man eine Momentaufnahme des bei Messbeginn vorhandenen Magnetfeldes. Auf diese Weise lassen sich jene Fehler, die auf den Vergleich von Messungen unterschiedlich langer Dauer zurückzuführen sind, leicht

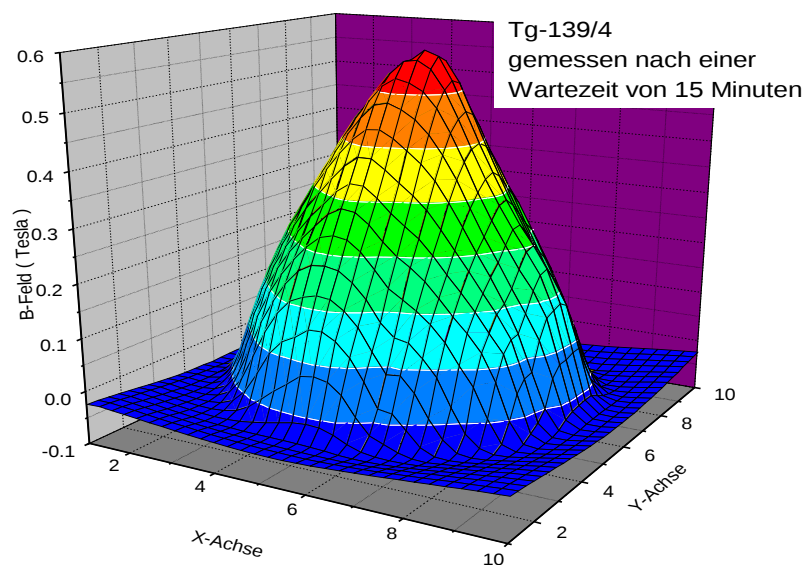


Abbildung 4-7: Messung von Tg-139/4 nach einer Wartezeit von 15 Minuten

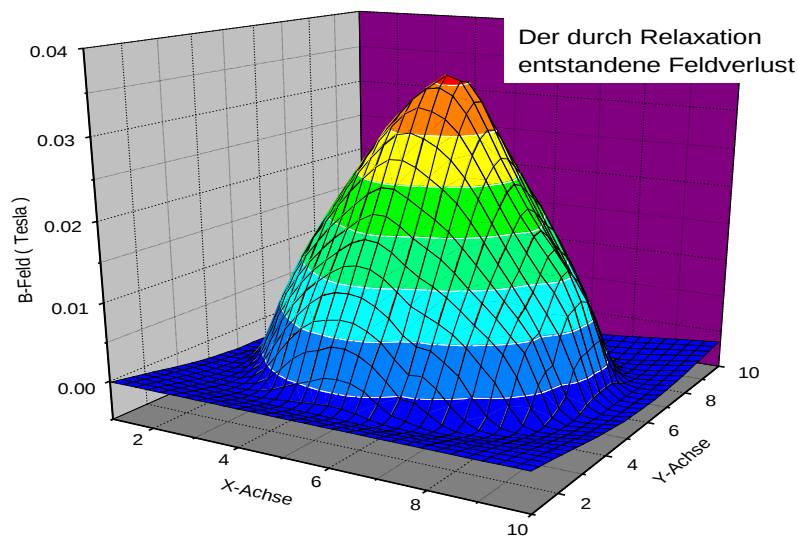


Abbildung 4-8: Auftretende Feldverzerrung bei der in Abb 4-7 durchgeführten Messung

eliminieren. Man muss nur das Programm auf die zu vergleichenden Messungen anwenden. Aber auch Fehler, deren Ursache in der unterschiedlichen Wartezeit nach der Aktivierung liegen, können auf diese Weise beseitigt werden. Angenommen, wir haben zwei Messungen A und B mit den Wartezeiten t_1 und t_2 , wobei $t_1 < t_2$ gelten soll. Für die Messung A führen wir das Programm in der oben beschriebene Weise aus, für die Messung B ersetzen wir t_2 durch t_1 und δ_n durch $\delta_n + (t_2 - t_1)$. Auf diese Art werden die Resultate der Messung B in der Weise verändert als hätte die Messung zur Zeit t_1 begonnen und eliminieren die Feldverzerrungen in A und B. Als Resultat erhält man zwei Feldmatrizen, die frei sind von jedem durch die Relaxation hervorgerufenen Fehler.

Das Programm kann auch dazu benutzt werden den prozentualen Verlust, unabhängig vom Messwert, für eine gegebene Relaxationskurve sichtbar machen. Abbildung 4-6a zeigt das Abtastverfahren des Hallscanners am ATI und in Abbildung 4-9 sieht man, die aus diesem Abtastverfahren resultierende Feldverzerrung.

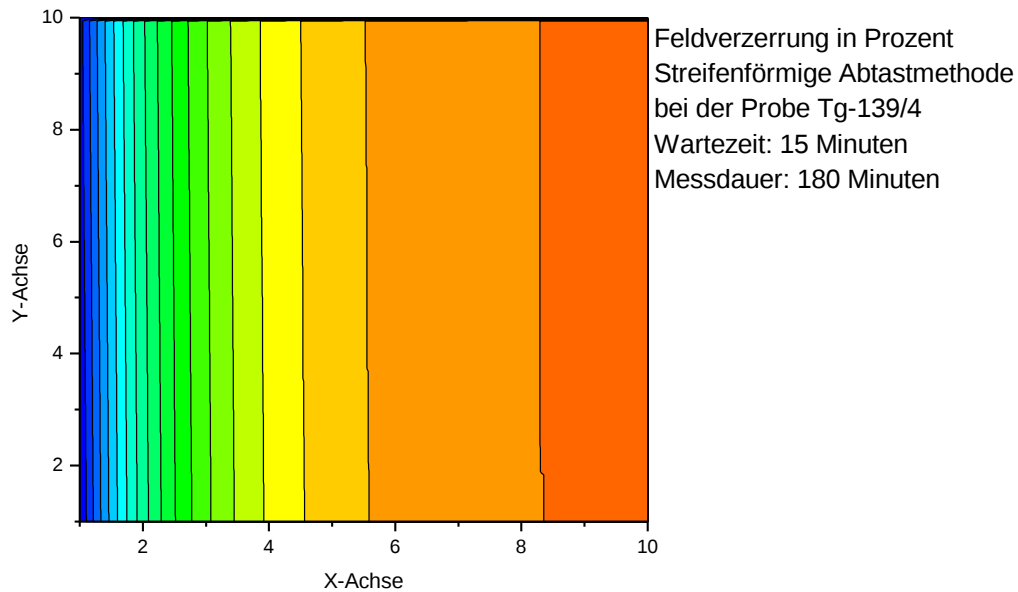


Abbildung 4-9: Feldverzerrung in Prozent, resultierend aus streifenförmiger Abtastmethode, von 0 % (blau) bis etwa 6.3% (rot) ansteigend

Abbildung 4-6b zeigt einen Messverlauf, der im Probenzentrum beginnt und von dort spiralförmig nach außen wandert.

Abbildung 4-10: Prozentuale Feldverzerrung bei spiralförmiger Abtastmethode zeigt die dazugehörige prozentuale Feldverzerrung. Auch bei diesem Messverlauf hat die Feldverzerrung dieselben Werte von 0 % bis 6.3 % wie bei der vorherigen Methode, die Auswirkungen auf das gemessene Feld sind jedoch deutlich geringer.

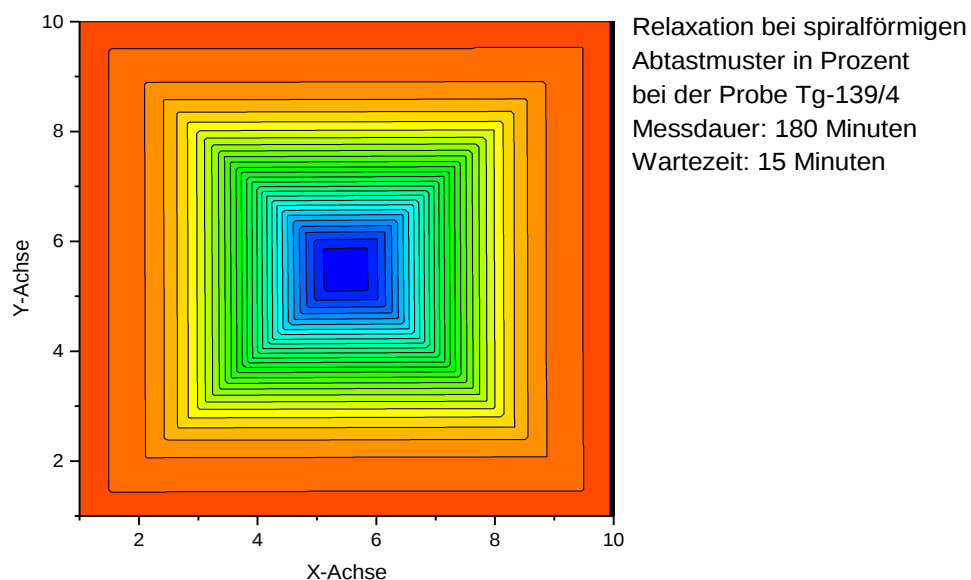


Abbildung 4-10: Prozentuale Feldverzerrung bei spiralförmiger Abtastmethode

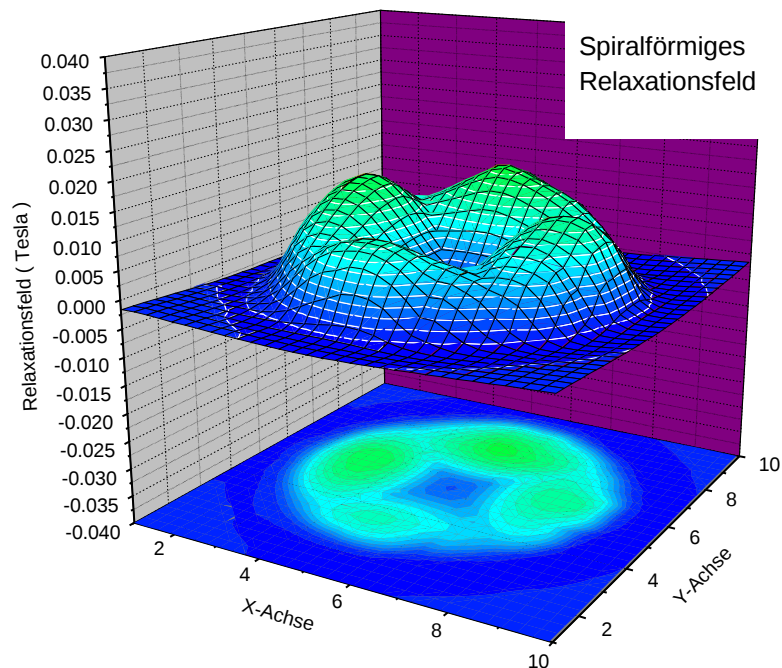


Abbildung 4-11: Relaxationsfeld der Probe Tg-139/4 bei spiralförmiger Abtastmethode

Bei diesem Messvorgang sind die hohen prozentualen Relaxationsverluste am Rand der Probe zu finden, das heißt an den Orten geringster Feldstärke. Das Probenmaximum liegt hingegen im Bereich geringer Feldverluste. Abbildung 4-11 zeigt den durch die Relaxation hervorgerufenen Feldverlust der Probe Tg-139/4 bei spiralförmigem Messverlauf. Vergleicht man ihn mit Abbildung 4-8, so wird hier der deutlich geringere Feldverlust offenbar, die Maxima des Feldverlustes unterscheiden sich sogar um etwa 50 %. Bei diesem Messverlauf ist also mit einer deutlich reduzierten Feldverzerrung zu rechnen.

Am Beginn dieses Abschnittes wurden als Ursache der degenerativen Feldveränderungen thermische Aktivierung genannt, welche es den Flussschläuchen ermöglicht, die Verankerungskräfte zu überwinden. Die dadurch auftretende Flussschlauchbewegung ist bestrebt, die Feldenergie zu minimieren, was eine Relaxation des Feldprofils zur Folge hat. Im ersten Abschnitt dieses Kapitels wurde gezeigt, dass die Stickstofftemperatur zwischen 77.4 K und 81 K schwanken kann. Da die thermischen Bewegungen mit steigender Temperatur zunehmen, ist anzunehmen, dass auch das der Relaxation zugrundeliegende Flusskriechen zunimmt. Man wird also eine Abhängigkeit zwischen Relaxationskurve und Temperatur vermuten.

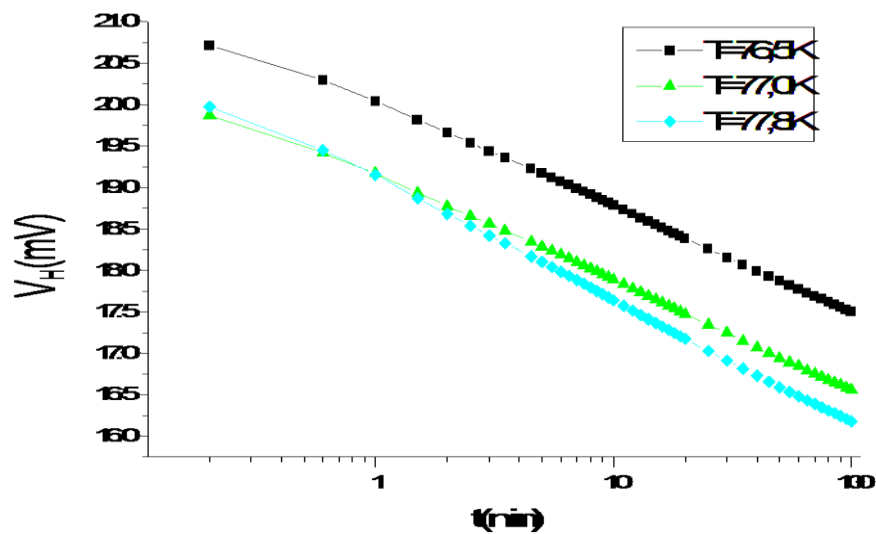


Abbildung 4-12: Temperaturabhängigkeit der Relaxation

In Abbildung 4-12 sind drei Relaxationskurven, welche bei unterschiedlicher Temperatur gemessen wurden, logarithmisch dargestellt. Die Distanz zwischen den Kurven liegt in der Abhängigkeit der Feldstärke von der Temperatur begründet, dem Unterschied in den Steigungen liegt aber ein unterschiedliches Relaxationsverhalten bei verschiedenen Temperaturen zu Grunde. Die Unterschiede zwischen erster und zweiter Kurve sind minimal, nicht jedoch jene zwischen erster und dritter oder zweiter und dritter. Man erkennt bei der dritten Kurve eine deutlich höhere Relaxationsrate als bei den anderen zwei. Für eine genauere Analyse sind jedoch zu wenig Daten vorhanden, die schlüssige Interpretationen zulassen. Aber man kann sich leicht vorstellen, dass bei Temperaturen des flüssigen Stickstoffs um die 80 K der degenerative Verfall der magnetischen Feldstärke beträchtliche Ausmasse annehmen kann. Bei diesen Temperaturen ist also auch mit beträchtlichen Feldverzerrungen zu rechnen.

Welche Schlussfolgerungen kann man nun aus den obigen Daten ziehen, und wie können sowohl Reproduzierbarkeit als auch Messgenauigkeit optimiert werden? Als ersten Schritt sollte man sich auf eine bestimmte Normzeit zwischen Aktivierung und Messung einigen, wir schlagen aus den oben genannten Gründen 15 Minuten vor.

Will man überdies einen fehlerfreien Messdatensatz, so ist dies nur über eine Manipulation der Daten möglich. Die Messung muss in der Weise nachbehandelt werden, dass die Feldverminderung wieder zur eigentlichen Messung hinzuaddiert wird. Dazu muss zuerst die Relaxationskurve bestimmt werden. Da sich diese aber mit der Temperatur ändert, muss jene Relaxationskurve bestimmt werden, die gerade zu der Temperatur gehört bei welcher der Scanvorgang ablief.

Auf dieser Kurve basierend wird mittels eines Computerprogramms zu jedem Messwert der zu ihm gehörende relaxierte Wert errechnet und hinzuaddiert. Das so erhaltene Feld ist eine Momentaufnahme der zu Messbeginn vorhandenen Feldstärkevektoren. Es ist frei von jeglicher Relaxation und normiert auf 15 Minuten Wartezeit nach der Aktivierung.

Die nächstbeste Methode zur Fehlereliminierung liegt in der Wahl des Abtastverfahrens, mit dem der Hallscanner betrieben wird. Es wurde gezeigt, dass bei einem streifenförmigen Messverlauf die Maximumsreduktion über 9 % betragen kann, wohingegen es bei der Verwendung des spiralförmigen Abtastverfahrens unter der Voraussetzung, dass als erster Messpunkt das Probenmaximum gewählt wurde, möglich ist, dass gar keine Relaxationsverluste im Probenmaximum auftreten. Wählt man hingegen das Probenzentrum als ersten Messpunkt, so ist für die Reduktion des Maximums die Distanz zwischen Probenmitte und Probenmaximum entscheidend.

Hat man nur kurze Messungen bis etwa 40 Minuten Dauer und geringe Feldstärken so erhält man auch schon zufriedenstellende Ergebnisse wenn man einfach die 15 Minuten Wartezeit zwischen Aktivierung und Messbeginn berücksichtigt. Wie schon gezeigt wurde, liegt dann der Fehler im Probenmaximum bei tolerierbaren 1.5 % des Messwertes.

4.3 Sondengröße und Messpunktabstand

Die beiden Parameter Sondengröße und der Messpunktabstand können nicht unabhängig voneinander betrachtet werden. Vielmehr wird die Messung entscheidend durch deren Verhältnis zueinander beeinflusst. Die verwendeten Sonden sind von Lake Shore mit einer aktiven Fläche von $1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ und von Arepoc HHP-SF8 mit einer aktiven Fläche von $20\text{ }\mu\text{m} \times 20\text{ }\mu\text{m}$. Die Messraster, das heißt der Abstand zwischen den Messpunkten sowohl in x-

als auch in y-Richtung, betrugen 1 mm respektive 0.2 mm. Demzufolge gibt es vier zu unterscheidende Fälle mit unterschiedlichen Bestimmungsgrößen. Jede Hallsonde wurde sowohl mit einem 1 mm Raster als auch mit 0.2 mm Raster untersucht.

4.3.1 HHP-SF8 bei 0.2 mm Messraster

Bei dieser Kombination haben wir die Sonde mit der kleinsten aktiven Fläche und zudem den engsten Messraster. Man wird also eine sehr gut aufgelöste Magnetfeldstruktur erwarten können.

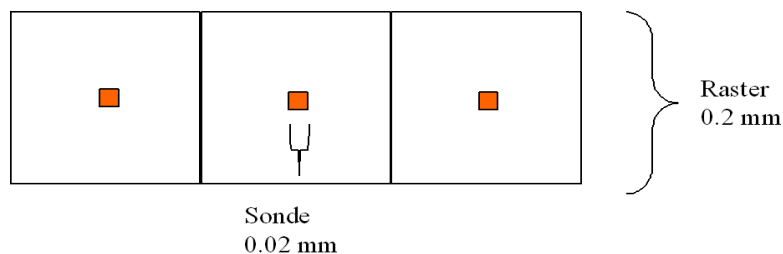


Abbildung 4-13: Messraster im Verhältnis zur Sondengröße

Abb. 4-14 zeigt die Verhältnisse zwischen Sondengröße und Schrittweite bei dieser Konfiguration. Es wird aus dieser Abbildung klar, dass der eigentlich größte Teil des Magnetfeldes der Probe nicht gemessen wird, genaugenommen beträgt die Größe des gemessenen Bereichs nur 1% der Probenfläche. Zwischen den Messpunkten ist das Feld im Prinzip unbekannt. Dennoch erhält man bei dieser Konfiguration die genaueste Auflösung des Magnetfeldes. Der prozentuale Fehler, der durch die Mittelung des Magnetfeldes über die Sondenfläche entsteht, ist bei der einfachsten Annahme eines linearen Anstiegs des Magnetfeldes innerhalb der Sondenbegrenzungen gleich null. Aufgrund der kleinen Sondenabmessungen von nur 20 μm ist die Annahme eines linearen Anstiegs des Magnetfeldes jedoch unbedenklich und der so begangene Fehler vernachlässigbar. Abbildung 4-14 zeigt ein mit den besprochenen Parametern gemessenes Feld.

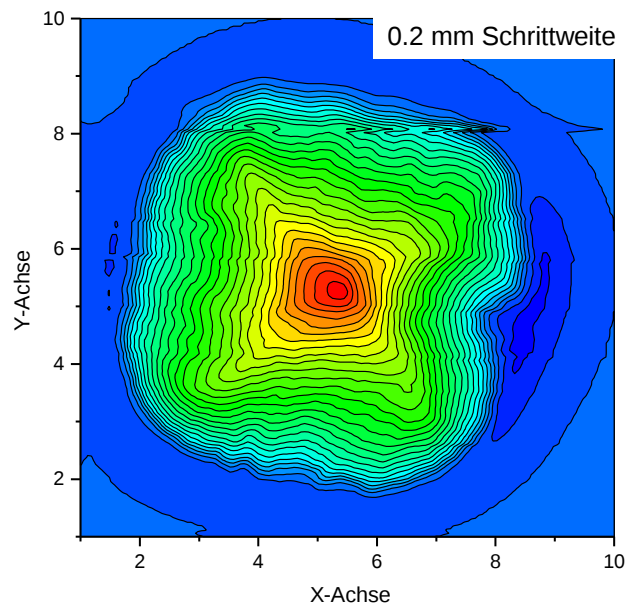


Abbildung 4-14: Probe gemessen mit HHP-SF8 und einer Schrittweite von 0.2 mm

Man sieht die feine Struktur des Magnetfeldes, besonders am oberen Rand der Probe, die durch die empfindliche Sonde und die geringe Schrittweite zustande kommt.

Wie groß sind nun die Auswirkungen auf das Probenmaximum? Mit welcher Reduzierung muss gerechnet werden, wenn man die Mittelung über die Sondenfläche und den Messpunkt Abstand mitberücksichtigt? Es soll hier ein „worst case“ Szenario gebildet werden, um eine Idee von den Größenordnungen zu bekommen, innerhalb derer die Fehler liegen. Für eine Fehlerabschätzung benötigt man zunächst die durchschnittliche Magnetfeldänderung pro Messschritt ΔB . (Der Einfachheit halber wird ein linearer Anstieg des Magnetfeldes angenommen) Diese ergibt sich mit dem Probenradius R und der Schrittweite L zu:

$$(2.13) \quad \Delta B = B_{\max} \frac{L}{R}$$

wobei $B_{\max}$ das Maximalfeld der Probe bezeichnet.

Unter der Annahme, dass sich die Position des Maximums jeweils in der Mitte zweier Messpunkte befindet, ergibt sich der mögliche prozentuelle Maximalfehler $\sigma_{\max}$ zu:

$$(2.14) \quad \sigma_{\max} = \frac{\Delta B}{2 B_{\max}} \frac{100}{R} = \frac{L}{R} 50$$

Wie zu erwarten war, ist für eine fixe Probengröße R , $\sigma_{\max}$ nur von der Schrittweite abhängig. Die durchschnittliche Probengröße beträgt etwa 30 mm, bei einer Schrittweite von 0.2 mm erhält man somit für den prozentuellen Maximalfehler 0.7 % am Probenmaximum. Diese Überlegungen sind jedoch überflüssig, wenn man den Nullpunkt der Messung in das Probenmaximum legt, wie dies in Kapitel 4.2 beschrieben wurde.

Die Mittelung des Feldes über die Sondenfläche muss aber auf jeden Fall berücksichtigt werden. Auch hier können wir wieder nur ein „worst case“ Szenario bilden. Hierbei wird eine hinsichtlich des Probenmaximums zentrierte Sondenposition angenommen. Man berechnet in diesem Fall die durchschnittliche Änderung des Magnetfeldes innerhalb der Sondengeometrie ΔB^* . Wenn man mit L^* die Sondendimension bezeichnet, folgt:

$$(2.15) \quad \Delta B^* = B_{\max} \frac{L^*}{R}$$

Bei einer Sonde mit einer quadratischen aktiven Fläche hat das Magnetfeld, das die Sonde durchsetzt, annähernd die Form einer quadratischen Pyramide mit der Höhe $\frac{\Delta B}{2}$. Da die Berechnungen die zur Hallspannung führen immer von einem konstanten Magnetfeld ausgehen muss über das Magnetfeld gemittelt werden. Dazu wird jener Quader gesucht, der dasselbe Volumen besitzt wie die Pyramide. Dies entspricht einem Quader der Höhe $\frac{\Delta B}{2} \frac{1}{3}$.

Daraus erhält man für den prozentuellen Maximalfehler

$$(2.16) \quad \sigma^* = 50 \frac{\Delta B^*}{B_{\max}} \frac{1}{3} = 16.67 \frac{L^*}{R}$$

Der konstante Wert von $\frac{1}{3}$ berücksichtigt die 2-dimensionale Geometrie des Problems. Für die Sonde HHP-SF8 mit einer Seitenlänge von 20 μm ergibt sich der prozentuelle Maximalfehler bei 30 mm Probendurchmesser zu 0.01 %. Dies entspricht einem Wert von

0.06 mT bei einem Maximalfeld von 600 mT, was ein weitgehend vernachlässigbarer Fehler ist.

4.3.2 HHP-SF8 bei 1 mm Messraster

Bei einer Schrittweite von 1 mm und einer Sondenlänge von 20 μm werden nur 0.04 % der Probe vermessen. In dieser Anordnung stecken große potentielle Fehler.

Abbildung 4-15 zeigt dieselbe Messung wie in Abbildung 4-14, jedoch mit einer Schrittweite von 1mm gemessen.

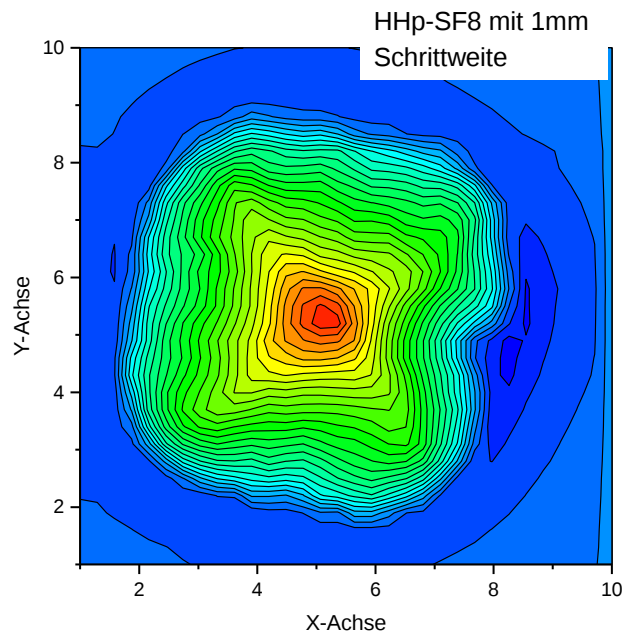


Abbildung 4-15: Probe gemessen mit HHP-SF8 und einer Schrittweite von 1mm

Vergleicht man die beiden Abbildungen miteinander, so erkennt man die deutlich feinere Struktur der ersteren. So sind zum Beispiel die Kurvenzüge bei der zweiten nicht so ausgeprägt wie bei der ersten.

Der Fehler, der durch die Mittelung über die Sondenfläche entsteht, ist hier der gleiche wie vorher. Anders hingegen ist aber der Fehler, der über die Schrittweite eine Reduzierung des Maximums hervorruft. Wendet man die in 4.3.1 entwickelte Formel an und setzt die Schrittweite gleich 1 mm, so erhält man für den prozentuellen Maximalfehler 3.3 % des Probenmaximums. Es sei aber nochmal erwähnt, dass dieser Fehler nur dann zum Tragen

kommt, wenn der Nullpunkt der Messung nicht über dem Probenmaximum gewählt wurde. Bei Proben hingegen, deren Felder stark zerfurcht sind und die mehrere spitze lokale Maxima besitzen kann es aber zu einer noch größeren Abweichung kommen als jene, die hier beschrieben wurde. Im Allgemeinen werden die Abweichungen jedoch geringer sein, da die Annahme die zu Gleichung 4.11 führt, speziell im Bereich des Maximums, eine starke Vereinfachung darstellt.

4.3.3 Lake Shore bei 1 mm Messraster

Die Lake Shore-Sonde hat eine Seitenlänge von 1 mm. Bei einer Schrittweite von 1mm erhält man eine Messung, welche 100 % der Probe abdeckt.

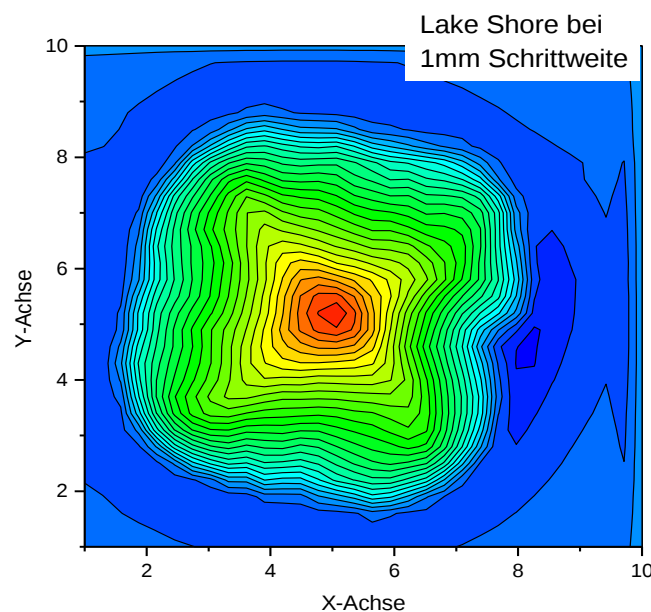


Abbildung 4-16: Probe gemessen mit Lake Shore und einer Schrittweite von 1mm

Diese Messung sieht im wesentlichen genauso aus wie die in Abbildung 4-15 dargestellte, was die innerhalb der Sondenfläche angenommene lineare Änderung des Magnetfeldes recht gut bestätigt. Da die Messung 100 % der Probenfläche abdeckt, gibt es keinen Fehler bezüglich der Schrittweite, sondern nur den Mittelungsfehler über die Sondenfläche. Setzt man die Sondenmaße in die entsprechende Formel, ein erhält man für den Maximalfehler 0.75 % des Probenmaximums. Auch hier gilt, dass die Abweichung umso stärker ausgeprägt ist, je

spitzer die Maxima sind. Bei einer homogenen Probe mit glattem Magnetfeld werden die zu erwartenden Fehler um einiges geringer ausfallen als der vorhin erwähnte Wert von 0.75 %.

4.3.4 Lake-Shore mit 0.2 mm Messraster

Bei dieser Konfiguration von Schrittweite und Sondengrösse kommt es zu einer starken Überlappung der einzelnen Messpunkte. Es wird zwar wiederum 100 % der Probenoberfläche abgescant, durch die vielfache Überschneidung der Messpunkte kommt es aber zu einer starken Mittelung der Werte. Die Mittelung führt zu einer Glättung des gesamten Feldprofils, was im Bereich des Probenmaximums in Abbildung 4-17 zu erkennen ist.

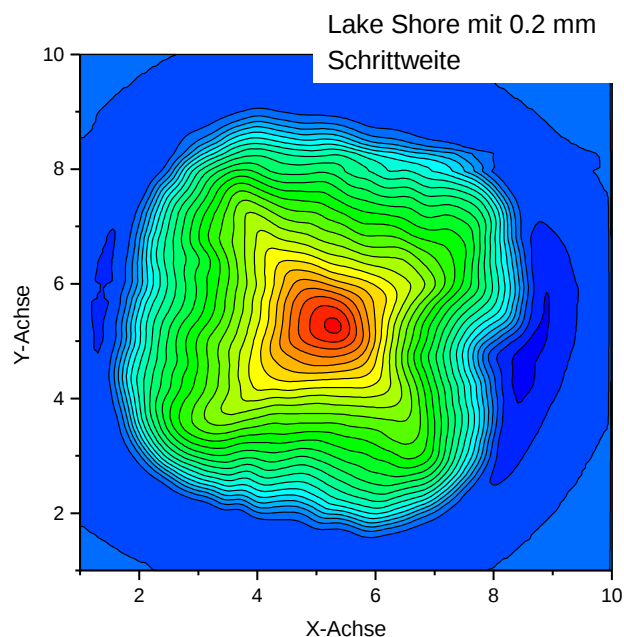


Abbildung 4-17: Probe gemessen mit Lake Shore bei einer Schrittweite von 0.2mm

Sonst ist bei dieser Messung die Auflösung ähnlich wie bei den vorhergehenden zwei Messungen. Die kurze Schrittweite bringt in Verbindung mit der großen Sondenfläche keinerlei Vorteile. Der Mittelungsfehler über das Probenmaximum bleibt natürlich derselbe wie in 4.3.3 besprochen.

Bei einem Vergleich der in den letzten vier Abschnitten besprochenen Konfigurationen werden die Vorteile einer Sonde mit kleiner aktiver Fläche in Verbindung mit geringer Schrittweite klar ersichtlich. Sowohl der Mittelungsfehler über die Sondenfläche als auch jener über die Schrittweite werden so ein Minimum, bei den hier gewählten Dimensionen 0.7 % respektive 0.03 % des Probenmaximums. Dies stellt für die meisten Proben eine absolute Obergrenze dar, der wahre Fehler dürfte weitaus geringer sein. Es ist jedoch klar, dass solche Konfigurationen einen erheblichen Zeitaufwand mit sich bringen. Will man diesen vermeiden, so ist die nächstbeste Konfiguration eine große Sonde mit entsprechend angepasster Schrittweite. Hier ist der Zeitaufwand deutlich geringer, wobei darauf zu achten ist, dass die Schrittweite in der Größenordnung der Sondendimension liegt. Auf diese Weise werden 100% der Probenoberfläche abgetastet und man muss sich daher nur um die Mittelung über die Sondenfläche kümmern, die bei unserer Geometrie bei maximal 0.75 % des Probenmaximums liegt.

Prinzipiell kann gesagt werden, dass die Möglichkeiten einer gegebenen Sonde immer dann am besten genutzt werden, wenn die Schrittweite dieselbe Grösse wie die Sondenlänge hat. Ist dies nicht der Fall, so hat man entweder einen großen Fehler, der vom Messpunktabstand herrührt, oder einfach nur einen unnötigen Zeitaufwand für die Messungen.

4.4 Sondenabstand von der Probenoberfläche

Dass der Sondenabstand von der Probenoberfläche die Messung beeinflusst, ist offensichtlich. Abbildung 4-18 zeigt eine Messung, bei der das quer über das Maximum verlaufende Magnetfeldprofil in Abhängigkeit von der Sondendistanz aufgenommen wurde. Man kann die hier beobachtete Abhängigkeit auch berechnen. Dazu wird die Probe in N Mantelringe aufgeteilt, welche dieselbe Höhe besitzen wie die Probe. Die Dicke d eines solchen Mantelringes ergibt sich mit dem Probenradius R zu: $d = R / N$. Jeder dieser Ringe wird dann nochmal in M Schleifen aufgeteilt. Die Höhe h einer solchen Schleife beträgt dann $h = D / M$, wobei D die Probendicke darstellt. Man unterteilt also die Probe in $N \times M$ Schleifen mit einer Dicke d und Höhe h . Berechnet man nun mit Hilfe der Biot-Sarvart'schen Formel die Magnetfeldstärke entlang einer, quer über das Maximum verlaufenden Linie und wählt dabei den Strom so, dass die Stromdichte für jede Schleife $1 \frac{A}{M^2}$ beträgt, erhält man, wenn

man ferner den Sondenabstand in der Gleichung zwischen 0.2 mm und 1.6 mm variiert, und die Stromdichte so wählt, dass die Feldstärken der gemessenen Feldstärken in Abbildung 4-18 gleicht, die in Abbildung 4-19 dargestellten Kurven.

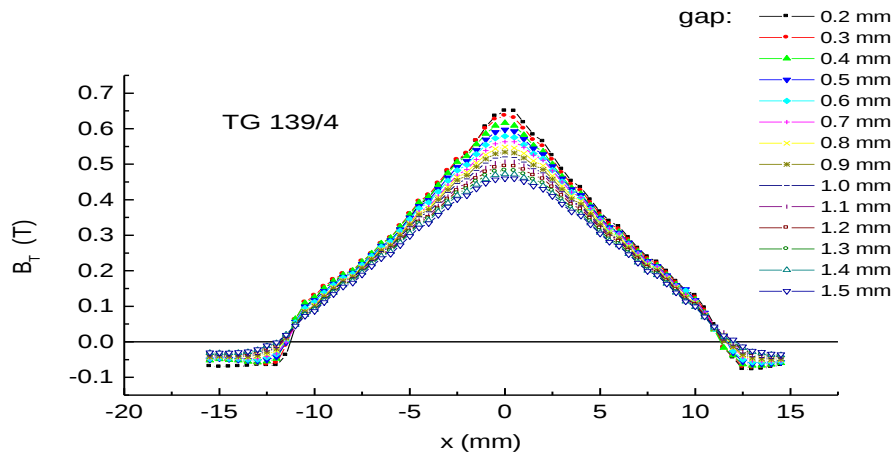


Abbildung 4-18: Gemessene Abhängigkeit der Magnetfeldstärke von der Proben-Sondendistanz

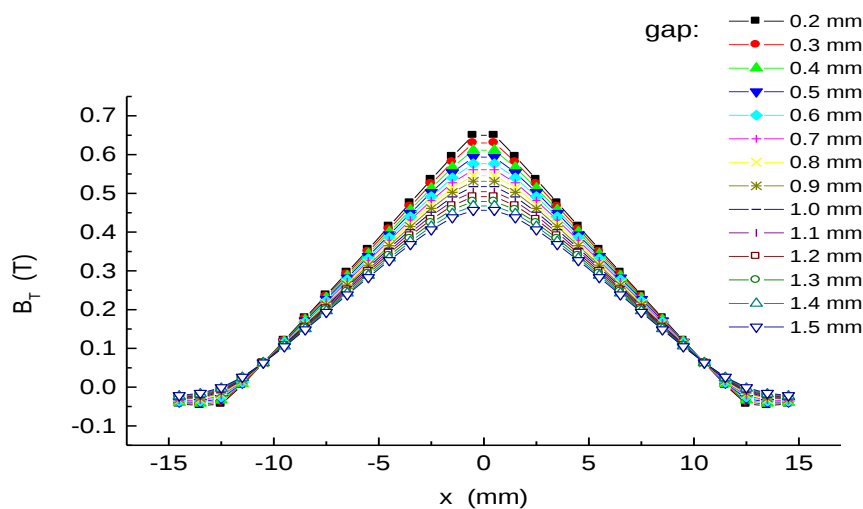


Abbildung 4-19: Theoretische Abhängigkeit des Magnetfeldes von der Proben-Sondendistanz

Wählt man nun nur die Punkte des Maximums in Abhängigkeit von dem Sondenabstand, erhält man eine Kurve, welche einen fast linearen negativen Verlauf besitzt. Verfährt man auf dieselbe Weise mit den Punkten des Maximums in Abbildung 4-18, erhält man die zu dieser Messserie gehörende Kurve. Zeichnet man nun beide Kurven in dasselbe Diagramm, erhält

man einen unmittelbaren Vergleich zwischen der gemessenen Abhängigkeit und der theoretischen Vorhersage. Abbildung 4-20 zeigt diesen Graphen.

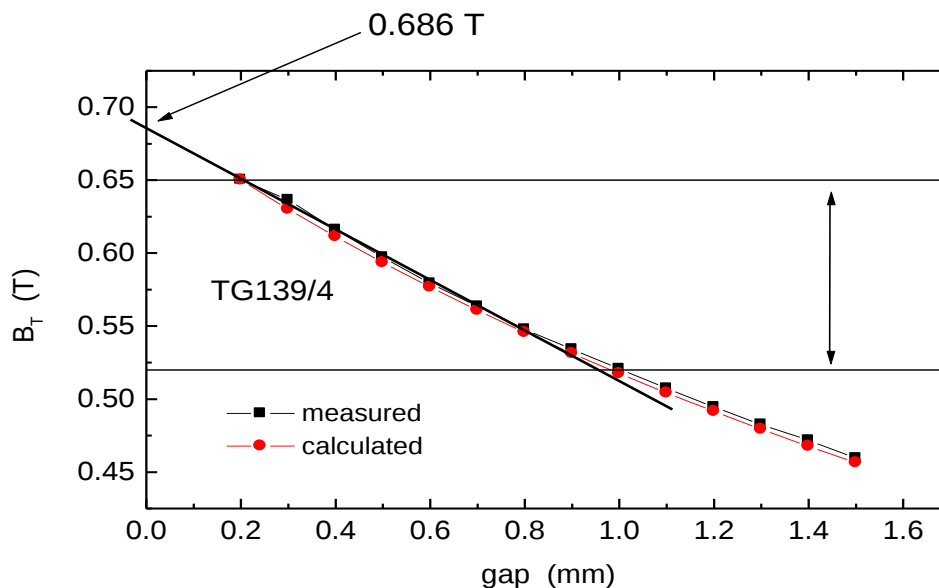


Abbildung 4-20: Vergleich zwischen gemessener und theoretischer Abhängigkeit des Magnetfeldes von der Proben-Sondendistanz

Wie man sieht stimmt die theoretische Voraussage ausgezeichnet mit der Messkurve überein. Betrachtet man nun die gemessene Kurve etwas genauer, stellt man eine Reduktion des Maximums von 20 % zwischen 0.2 mm und 1 mm fest. Um auch hier sowohl eine Reproduzierbarkeit als auch eine Vergleichbarkeit von unterschiedlichen Messungen zu gewährleisten ist eine Angabe des bei der Messung verwendeten Abstandes unbedingt erforderlich. Besser wäre noch, eine allgemein gültige Norm einzuführen, die den Sondenabstand standardisiert.

Die Bestimmung des Abstandes sowie dessen Beibehaltung während der Messdauer hat sich aber als sehr schwierig herausgestellt. Es hat sich nämlich gezeigt, dass die Distanz zwischen Sonde und Probenoberfläche sich im Verlauf einer Messung verändern kann. Ursache dafür war in unserem Fall der Styroporbehälter, der den flüssigen Stickstoff enthielt. Bei der Befüllung des Behälters kühlten dessen Wände ab und zogen sich zusammen. Dadurch wurde die am Boden des Behälters befindliche Aluminiumplatte, auf welcher die Probenhalterung befestigt war, angehoben. Im Verlauf des Scans verdampfte dann ein Teil des Stickstoffs und die Wände des Behälters entspannten sich wieder, was zu einem Absinken des Probenhalters

führte. Da der gewünschte Sondenabstand jedoch immer zu Beginn einer Messung mittels Mikrometerschraube eingestellt wurde, bewirkte das Absinken des Probenhalters eine Vergrößerung des Sondenabstandes während der Messung. Die Grösse dieses Effektes betrug bei einer 40-minütigen Messdauer etwa 0.1 mm. Wenn man hier die in Abbildung 4-20 dargestellte Kurve zugrundelegt, ergibt sich ein Fehler von bis zu 2.2 % während des Messverlaufs. Wir haben das Problem durch das Einfügen einer Linearführung zwischen Mikrometerschraube und Sonde gelöst. Die Linearführung bewirkte, dass die Abstandsänderungen zwischen Probenoberfläche und Sonde ausgeglichen wurden. Es kann aber auch einfach in regelmässigen kurzen Abständen Stickstoff nachgefüllt werden, um das Problem zu eliminieren oder zumindest stark zu reduzieren.

Was den Abstand zwischen Sondenoberfläche und dem eigentlichen stromführenden Plättchen angeht, so ist man hier auf die Angaben des Herstellers angewiesen, dieser dürfte wohl umso genauer sein, je teurer die Sonde war.

Aber auch die Fixierung der Sonde im Sondenhalter kann eine Fehlerquelle darstellen. Dies geschieht im ATI mittels Vakuumfett, welches im flüssigem Stickstoff fest wird und so die Sonde fixiert. Durch das Festwerden des Vakuumfettes ist es aber möglich dass es zu einer Positionsänderung der Sonde kommt. Diese mögliche Fehlerquelle wurde aber nicht genauer untersucht und so kann keine quantitative Aussage darüber gemacht werden.

4.5 Aktivierungsmethode

Es stehen prinzipiell drei verschiedene Methoden der Magnetfeldaktivierung zur Verfügung. Es sind dies *Fc*, *zFc* und *Puls*. *Fc* steht für *field cooled*, das heißt man legt ein äußeres Feld an und kühlt dann die Probe auf die Temperatur des flüssigen Stickstoffs ab. Bei der *zFc*-Methode, das steht für *zero field cooled*, wird die Probe erst abgekühlt und dann magnetisiert. Bleibt noch der *Puls*. Dies ist im Prinzip eine *zFc*-Methode, bei der die Magnetisierung nur einige Millisekunden dauert. Welchen Einfluss hat nun die Magnetisierungsmethode auf das remanente Magnetfeld der Probe?

4.5.1 Vergleich zwischen Fc und zFc

Die Unterschiede zwischen diesen beiden Magnetisierungsmethoden werden durch Abbildung 4-21 gezeigt. Wir bezeichnen mit B^* das Maximalfeld der Probe und legen das Bean'sche Modell der Stromdichteverteilung zugrunde. Die Unterschiede im Magnetisierungsverlauf der beiden Magnetisierungsmethoden werden durch die nachstehenden Diagramme ersichtlich.

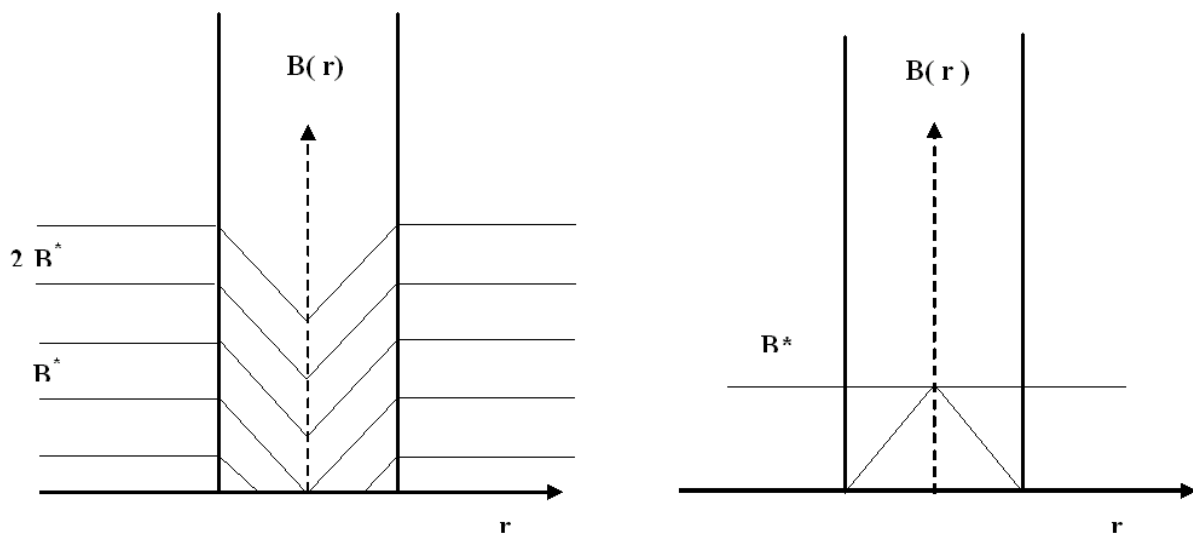


Abbildung 4-21: Vergleich zwischen zero field cooled und field cooled Magnetisierung nach dem Bean'schen Modell

Man sieht: Um bei der zFc-Aktivierung ein für die Probe größtmögliches Magnetfeld zu erzeugen, muss das Aktivierungsfeld also mindesten zwei mal so groß sein wie das Maximalfeld der Probe. Bei der Fc-Aktivierung hingegen genügt es, wenn Aktivierungsfeld und Maximalfeld der Probe gleich groß sind. In Abbildung 4-22 und Abbildung 4-23 sind jeweils eine zFc und eine Fc Aktivierung der gleichen Probe zu sehen.

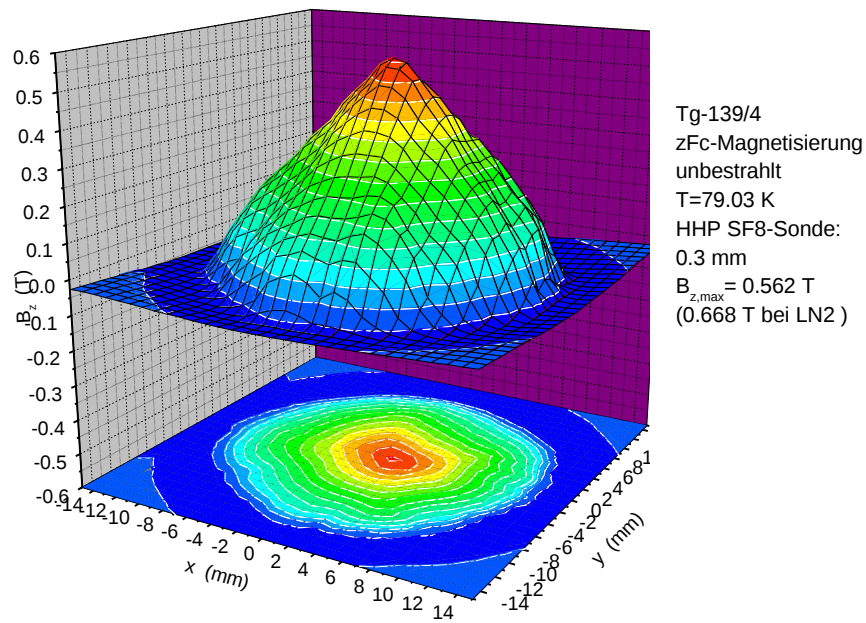


Abbildung 4-22: zFc-Magnetisierung der Probe Tg-139/4

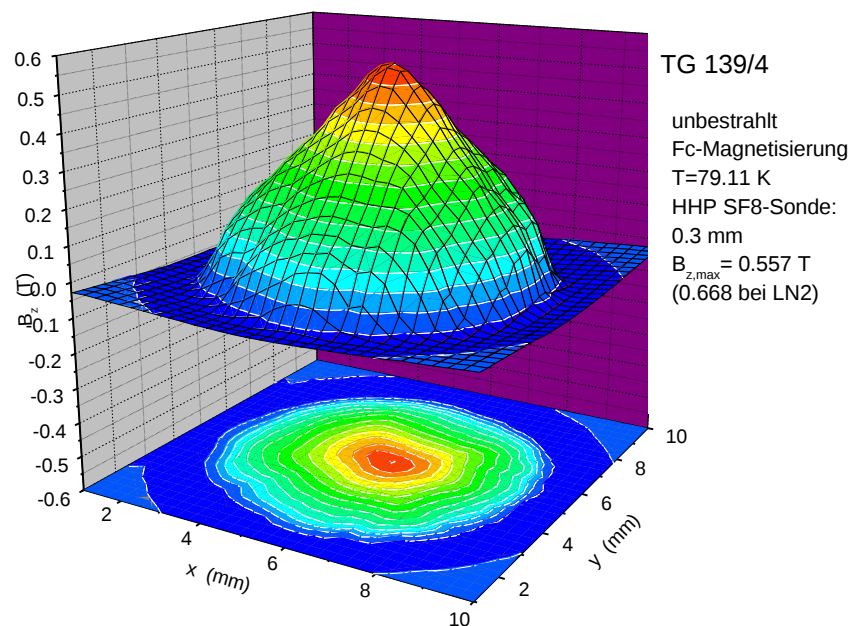


Abbildung 4-23: Fc-Magnetisierung der Probe Tg-139/4

Beide Messungen wurden unter den gleichen äußeren Bedingungen durchgeführt. Das heißt, die Messungen stimmen hinsichtlich Sonde, Sondenabstand und Wartezeit nach der Aktivierung völlig überein. Die geringfügig voneinander abweichenden Maxima lassen sich

auf die unterschiedlichen Temperaturen zurückführen. Ansonsten gibt es keinerlei Unterschiede; sie haben sowohl einen identischen Feldverlauf als auch dieselben auf 77.4 K normierten Maxima. Man kann daher davon ausgehen, dass die Messergebnisse unabhängig davon sind, welche der beiden Aktivierungsmethoden verwendet wurden.

4.5.2 Die Pulsfeld-Aktivierung

Die Pulsfeldaktivierung ist, wie schon erwähnt, eine zFc-Aktivierung mit einer extrem kurzen Magnetisierungszeit. Die Pulsdauer am ATI beträgt 12.5 Millisekunden. In dieser Zeit fährt das Magnetfeld von 0 Tesla auf bis zu 6 Tesla und wieder zurück. Der hohe zeitliche Magnetfeldgradient erfordert besondere Vorkehrungen an die Messvorrichtung. So darf zum Beispiel der Probenbehälter nicht aus Aluminium sein wie bei der Fc-zFc-Aktivierung, weil ansonsten die Wärmebildung des induzierten Stromes sich negativ auf die Messung auswirken würde. Des weiteren muss die Probe sehr gut verankert werden, um ein Herauspringen aus dem Probenbehälter zu verhindern. Abbildung 4-23 zeigt eine schematische Skizze des Versuchsaufbaus bei einer Pulsfeld-Aktivierung.

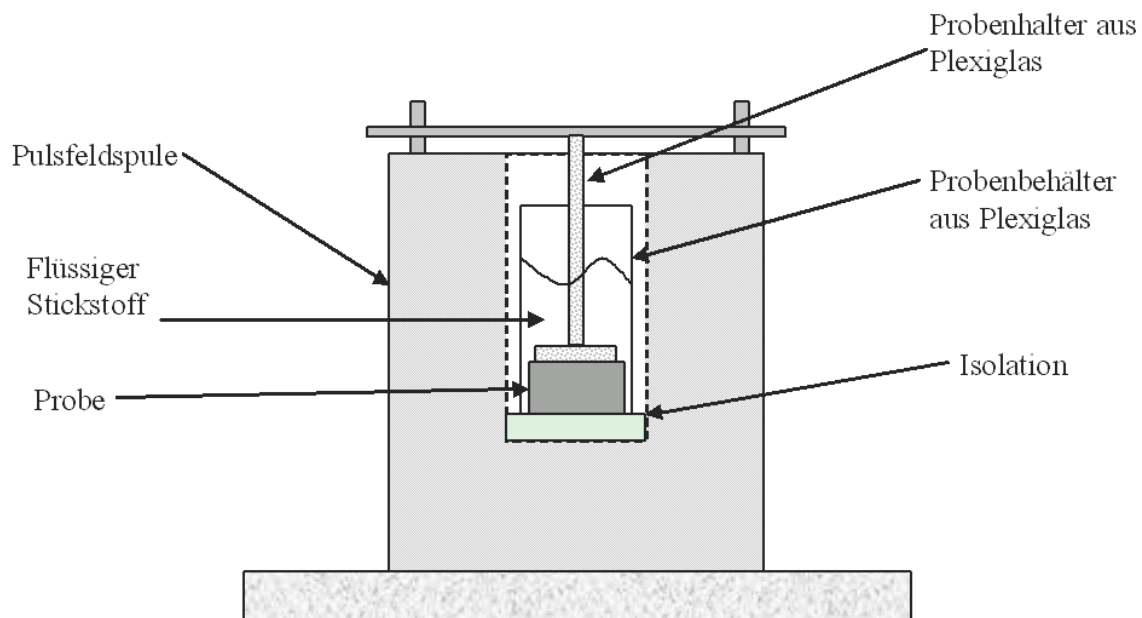
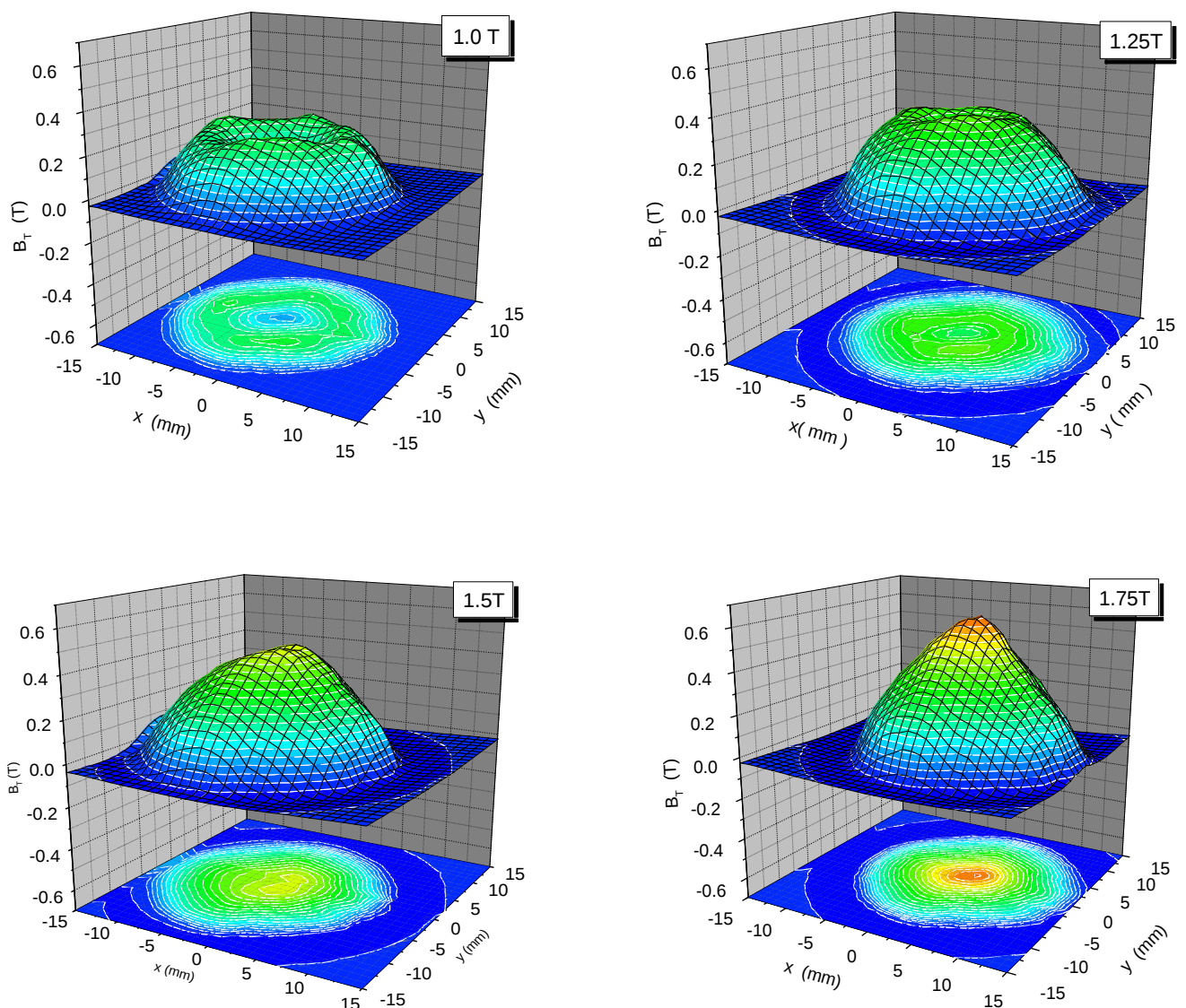


Abbildung 4-24: Pulsfeldspule mit Probenhalter

Da die Pulsdauer konstant ist, ändert sich der zeitliche Magnetfeldgradient mit dem eingestellten Aktivierungsfeld. Je höher das Aktivierungsfeld, desto größer der Gradient. Man wird also einen Zusammenhang zwischen Aktivierungsfeld und gemessenem Feldverlauf

vermuten. In der Abbildung 4-25 ist eine Folge von Messungen für die Probe Tg-139/4 mit unterschiedlichen Aktivierungsfeldern dargestellt. Die Magnetisierungsfelder reichen von 1.0 Tesla bis zu 6.0 Tesla. Wie man unschwer erkennen kann, ist der Einfluss des Aktivierungsfeldes ziemlich drastisch. Das am besten ausgebildete Magnetfeld erhält man bei einer Aktivierung mit 1.75 Tesla, dies entspricht etwa dem Dreifachen des Probenmaximums. Nach dem Bean'schen Modell müsste dies aber schon bei dem zweifachen Maximalfeld, also bei etwa 1.2 Tesla geschehen. Die Ursache dafür dürfte in der Annahme von einer in Z-Richtung unendlich ausgedehnten Probe liegen. Die tatsächliche Probenhöhe betrug hingegen nur etwa 10 mm. Für die folgende Reduzierung des magnetischen Flusses bei einer weiteren Erhöhung des Aktivierungsfeldes werden Probenerwärmungen verantwortlich gemacht, welche infolge der kurzen Pulsaktivierung nicht schnell genug an den flüssigen Stickstoff abgegeben werden können (Weber, 1999).



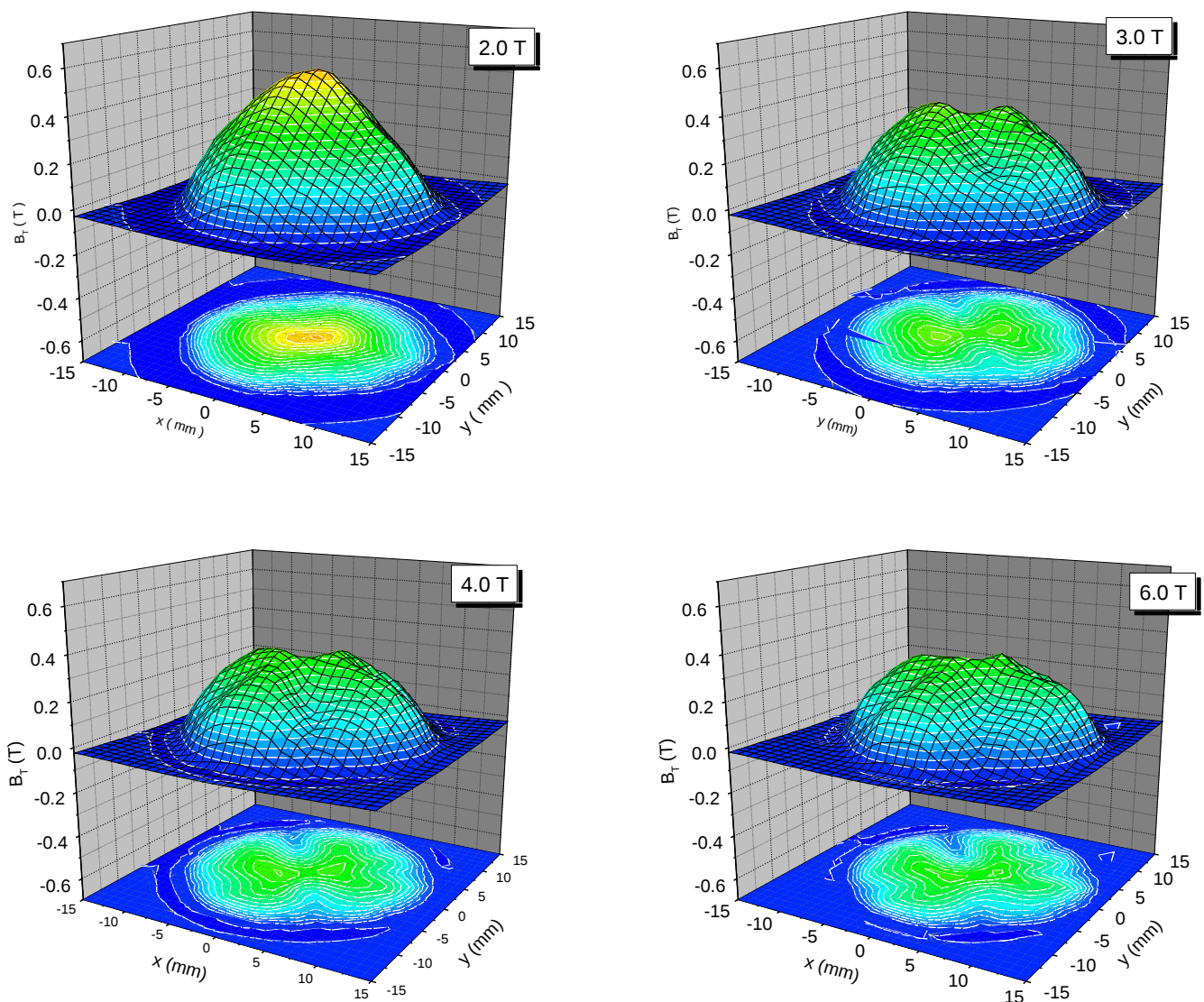


Abbildung 4-25: Folge von Pulsfeldmessungen mit unterschiedlichem Aktivierungsfeld

Die in Abbildung 4-25 dargestellten Resultate machen deutlich, dass die Wahl des Aktivierungsfeldes eine entscheidende Rolle für den Messausgang besitzt.

Eine weitere Möglichkeit, die Abhängigkeit des Probenfeldes vom Aktivierungsfeld darzustellen, besteht darin, den von der Probe erzeugten magnetischen Fluss als Funktion des Aktivierungsfeldes aufzutragen. Der magnetische Fluss wird folgendermaßen ermittelt:

Eine grundlegende Annahme bei der Berechnung des magnetischen Flusses ist die Idee, dass die Bahnen des Stromtransportes innerhalb der supraleitenden Probe entlang der Äquipotentiallinien des magnetischen Feldprofils liegen. Zur Berechnung des magnetischen Flusses wird nun jene Äquipotentiallinie herangezogen, deren größte Ausdehnung gerade

noch kleiner ist als der Durchmesser der Probe. Nun werden jene Messpunkte summiert welche innerhalb der Grenzen der Äquipotentiallinie liegen. Für die Messungen wurde die Lake-Shore Sonde mit Schrittweiten von 1 mm verwendet. Daraus folgt nun aber, dass zu jedem Messpunkt eine Fläche von 1 mm^2 gehört da die Schrittweite 1 mm^2 betrug. Durch Summation der einzelnen Messpunkte erhält man den Gesamtfluss durch die Probenfläche in $[\text{T m}^2]$. Abbildung 4-26 zeigt den entsprechenden Graphen.

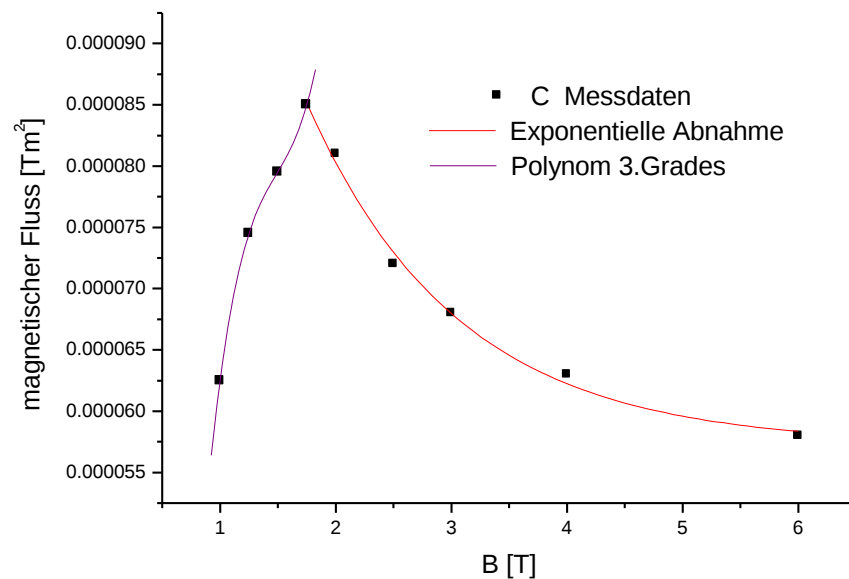


Abbildung 4-26: Der von der Probe erzeugte Fluss in Abhängigkeit des Aktivierungsfeldes

Jeder Punkt auf der Kurve entspricht einer Pulsfeldmessung. An der obigen Kurve erkennt man für $B < 1.75\text{ T}$ einen Verlauf des magnetischen Flusses, der einem Polynom 3.Grades entspricht. Warum gerade ein Polynom dritten Grades ausgewählt wurde, wird weiter unten noch begründet. Der geringe magnetische Fluss bei kleinen Feldern hat seine Ursache in der unvollständigen Flussdurchdringung während der Magnetisierung. Bei einer weiteren Felderhöhung über 1.75 Tesla hinaus stellt man ein exponentielles Absinken des magnetischen Flusses durch die Probe fest. Die Ursache dieser Reduzierung mag in der extrem kurzen Pulsfrequenz von 12.5 ms liegen. Die durch die Wanderung der Flussschläuche erzeugte Wärme kann deshalb nicht schnell genug an den Stickstoff abgegeben werden. Dieser Effekt ist natürlich umso stärker, je höher der Pulsfeldgradient ist. Theoretisch wäre es daher möglich, dass Proben, welche durch die Bestrahlung schneller Neutronen ein sehr hohes remanentes Feld aufweisen und daher ein sehr hohes Pulsfeld benötigen, um vollständig

durchdrungen zu sein, bei der Pulsfeldaktivierung nicht mehr dasselbe Maximum aufweisen wie bei einer Fc oder einer gewöhnlichen zFc Aktivierung, da das zur vollständigen Durchdringung der Probe benötigte Pulsfeld zu einer zu starken Erwärmung der Probe führen würde.

Das Bean'sche-Modell sagt eine etwas andere Abhängigkeit der Zunahme des magnetischen Flusses im Bereich $0 < A < 2B^*$ (A ...Aktivierungsfeld) als der in Abbildung 4-26 dargestellte Graph voraus. Abbildung 4-27 zeigt den nach Bean zu erwartenden Verlauf der Fluss-Pulsfeldkurve. Sie wurde für eine runde Probe mit einem Radius von 15 mm und einem B^* von 0.6 Tesla berechnet.

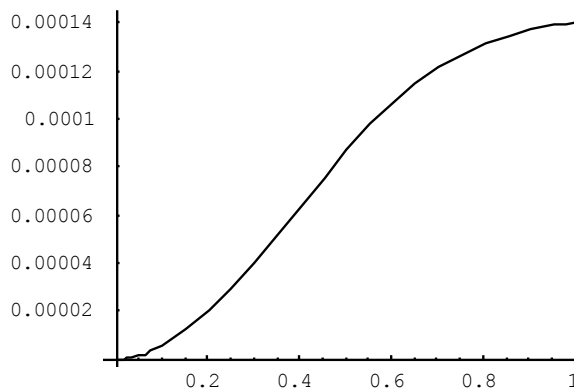


Abbildung 4-27: Zunahme des magnetischen Flusses in Abhängigkeit des Aktivierungsfeldes nach Bean

Auch hier dürfte der Unterschied zur gemessenen Kurve wohl in den zu einfachen Annahmen der in z-Richtung unendlich ausgedehnten Probe und in der Unabhängigkeit des Magnetfeldes von der Stromdichte liegen. Die in Abbildung 4-26 dargestellte Kurve ist aber in guter Übereinstimmung mit früher erhaltenen Messungen (Mizutani, 1996).

Will man jetzt eine mit Pulsfeldaktivierung durchgeführte Messung mit einer Fc oder zFc Messung vergleichen, so muss natürlich jenes Aktivierungsfeld bekannt sein, bei dem die Probe vom Maximalfluss durchsetzt wird. Bei bekanntem Maximalfluss-Pulsfeld sind aber keine Unterschiede zwischen den beiden Aktivierungsmethoden feststellbar, wie ein Vergleich zwischen der Messung in Abbildung 4-25 mit einem Aktivierungsfeld von 1.75 Tesla und der Messung in Abbildung 4-22 zeigt. Auch hier stimmt der Messvorgang wieder in allen wichtigen Bestimmungsgrößen überein.

Aus dem oben Dargelegten kann geschlossen werden dass die Wahl der Aktivierungsmethode keinen Einfluss auf das remanente Feld eines Hochtemperatursupraleiters hat. Als mögliche Ausnahme von dieser Regel seien nochmals Supraleiter erwähnt welche ein sehr hohes remanentes Feld aufweisen. Dieser Sachverhalt sollte jedoch noch genauer geklärt werden.

4.6 Schlussfolgerungen

Wie man im Verlauf dieses Kapitels gesehen hat, ist sowohl die Anzahl der Fehlermöglichkeiten als auch die in Betracht zu ziehende Auswahl an unterschiedlichen Messparametern groß. Schon allein die Unterschiede in der Stickstofftemperatur können, wie in 4.1 beschrieben wurde, Messdifferenzen von über 30 % verursachen. Addiert man dazu noch die in 4.4 behandelte, aus dem Sondenabstand resultierende Variation des Magnetfeldes hinzu, so können Messdifferenzen von 50 % und mehr entstehen. Unter diesem Gesichtspunkt betrachtet, ist die bei verschiedenen Messkonfigurationen auftretende Unterschiedlichkeit der Ergebnisse nachvollziehbar und eine volle Übereinstimmung solcher Ergebnisse eher überraschend.

Um dieses Gebiet der Messtechnik zu strukturieren, müssen prinzipiell zwei unterschiedliche Typen von messungsverändernden Größen berücksichtigt werden. Zum einen die Messparameter, hierzu gehören die Stickstofftemperatur, der Sondenabstand und, mit Einschränkungen, die Relaxation. Zum anderen die sogenannten fehlerverursachenden Größen wie die Schrittweite, die Größe der aktiven Fläche der Sonde und die Relaxation, die auch hier wieder hinzu gezählt werden muss.

Die Unterschiede, die ihre Ursache in den verschiedenen Messparametern haben, sind einfach zu korrigieren; Es müssen nur die gewählten Werte der Messparameter sowie deren Abhängigkeiten von der Messgröße bekannt sein. Diese Zielsetzung wird unterstützt durch die mögliche Vorgangsweise, Messungen prinzipiell nur mit bestimmten Parametern durchzuführen; das heißt, man definiert allgemein anerkannte Normen für Stickstofftemperatur, Sondenabstand und Wartezeit nach der Aktivierung, und schafft

hierdurch eine Grundlage, welche zu einer hohen Reproduzierbarkeit der Messungen sowie zu einer interinstitutionellen Komparabilität führt.

Schwieriger wird es mit jenen Größen, welche die Messresultate verfälschen. Für die aktive Fläche der Sonde sowie für die Schrittweite gilt, dass die durch sie entstehenden Fehler bei geeigneter Wahl der Parameter beliebig klein gehalten werden können. Dabei gilt, je genauer die Messung, desto größer der Messaufwand. Die durch die Relaxation entstehende Messverzerrung kann, wie wir in Kapitel 4.2 gesehen haben, entweder durch eine günstige Wahl des Messablaufs entschärft, oder aber durch eine geeignete Nachbearbeitung der Daten korrigiert werden.

Zusammenfassend kann man sagen, dass der Messfehler eines typischen Hallscanexperimentes derart reduziert werden kann, dass er weniger als 1% des Messwertes beträgt. Die noch zu überwindende Schwierigkeit, um diese Messgenauigkeit zu garantieren, liegt meines Erachtens nur noch in der genauen Bestimmung des Sondenabstandes von der Probenoberfläche. Dies kann jedoch nur unter Einbeziehung des Sondenherstellers geschehen, da die Distanz zwischen Sondenrand und aktiver Fläche bisher nur unzureichend bekannt war.

5. Probencharakteristik und Messergebnisse

Die in dieser Arbeit vermessenen Proben sind ausnahmslos schmelztexturierte 1 2 3 Keramiken. Diese Proben sind von der Form $\text{RE}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, wobei die seltenen Erden (RE) für Yttrium (Y), Neodym (Nd), Europium (Eu) und Gadolinium (Gd) stehen. Als Besonderheit sei noch die Probe CbUd aus Cambridge erwähnt, welche mit natürlichem Uran dotiert wurde. Tabelle 1 zeigt eine Liste der verwendeten Proben und deren wichtigsten Kenngrößen:

Probenbezeichnung	Hersteller	Probenmaterial	Radius [mm]	Höhe [mm]
Tg167/6	IFW Dresden	Y $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	12.5	11
Tg139/4	IFW Dresden	Y $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	12.5	10
RJ4	Jena	Y $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	12.41	10.09
VZ7	Jena	Y $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	12.405	9.94
VT4	Jena	Y $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	12.625	15.43
Neg	ISTEC/Tokyo	$\text{Nd}_{0.33}\text{Eu}_{0.33}\text{Gd}_{0.33}$ $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	20.02 ¹	5.04
GdJp	ISTEC/Tokyo	Gd $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	8.67	6.28
GdJp mit Harz	ISTEC/Tokyo	Gd $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	8.67	6.28
CbUd	IRC Cambridge	NU/ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ [NU] = (0.1% wt)	12.35	9.94

Tabelle 1: Liste der wichtigsten Probenparameter

¹ Hier handelt es sich um eine quadratische Probe mit einer Seitenlänge von 20.02 mm

Tabelle 2 zeigt eine Zusammenfassung der wichtigsten Messgrößen, nämlich $B_{\max}$, $\frac{\partial B}{\partial T}$ sowie die Relaxationsrate.

Probenbezeichnung	$\frac{\partial B}{\partial T}$ [TK ⁻¹]	$B_{\max}$ [T]	Relaxationsrate []
Tg167/6	-0.082	0.608	-0.027
Tg139/4	-0.090	0.579	-0.025
CbdU	-0.088	0.285	-0.026
GdJp-Harz	-0.081	0.353	-0.037
Neg	-0.075	0.511	0.024
VZ7	-0.097	0.501	-0.035
RJ4	-0.095	0.603	-0.031
GdJp	-0.079	0.494	-0.037
VT4	Keine Daten	0.778	Keine Daten

Tabelle 2: Liste der wichtigsten Messgrößen

Die Änderung $\frac{\partial B}{\partial T}$ der – näherungsweise linearen – Temperaturabhängigkeit des Magnetfeldes wurde durch lineare Regression berechnet. $\frac{\partial B}{\partial T}$ ist ein Maß für die Temperaturstabilität der Proben. Je geringer der Wert, desto unempfindlicher ist die Probe gegen Temperaturerhöhungen. Das Maximum $B_{\max}$ des Feldprofils wurde unter Berücksichtigung der in Kapitel 4 dargelegten Überlegungen ermittelt. $B_{\max}$ ist allerdings nur eingeschränkt als Maß für die Qualität einer Probe zu gebrauchen, da sämtliche Proben unterschiedliche Volumina besitzen, und das Feldprofil vom Volumen abhängt.

Wenn man die gemessenen Relaxationskurven doppellogarithmisch aufträgt, haben sie in dieser Darstellung annähernd die Form einer Geraden. Die Steigung dieser Geraden wird als Relaxationsrate bezeichnet. Sie ist ein Maß für die zeitliche Stabilität des Feldprofils.

Im Folgenden werden sämtliche vermessenen Proben diskutiert, sowie deren Feldprofil, Temperaturabhängigkeit und Relaxationskurve dargestellt. Des weiteren soll eine *Gütezahl* eingeführt werden, mit deren Hilfe Aussagen über die „Qualität“ einer Probe gemacht werden können. Der eigentliche Parameter, der eine solche Aussagen zulässt, wäre die kritische Stromdichte j_c . Da es sich aber als äußerst schwierig herausgestellt hat, j_c zu berechnen, soll die Gütezahl $[T/m^3]$ wie folgt definiert werden:

$$\alpha := \frac{B_{\max} / \text{mT}}{\text{Probenvolumen} / \text{mm}^3}$$

Die Division durch das Probenvolumen bewirkt eine Normierung des Maximums des Magnetfeldes auf das Einheitsvolumen. Die Gütezahlen der vermessenen Proben bewegen sich zwischen 0.333 und 0.0598.

5.1 TG 167/6

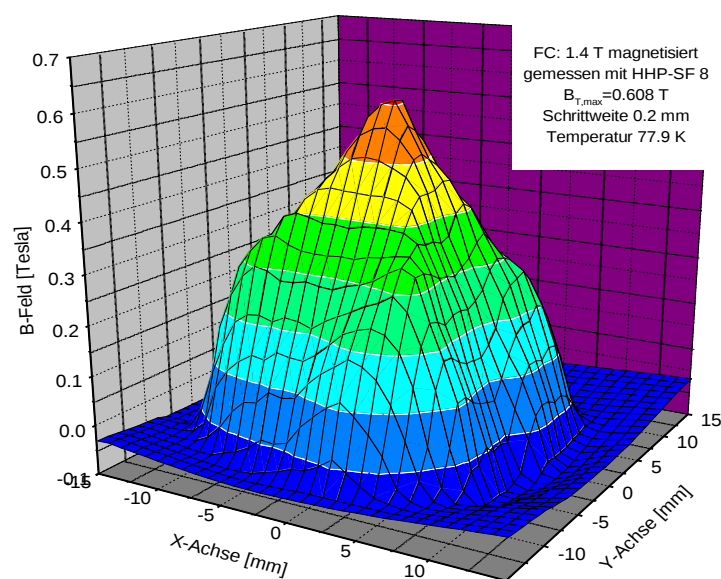


Abbildung 5-1: 3D-Plot der Probe TG 167/6

Die Gütezahl dieser Probe beträgt 0.112. Damit liegt sie bei den betrachteten Proben im guten Durchschnitt. Auch hinsichtlich Relaxationsrate und $\frac{\partial B}{\partial T}$ liegt die Probe im Mittelfeld. Auffallend ist ihr nahezu quadratisches Feldprofil trotz ihrer runden Geometrie. Grund dafür ist ihr quadratischer „Seed“-Kristall, dessen Struktur während des Wachstumsprozesses übernommen wurde.

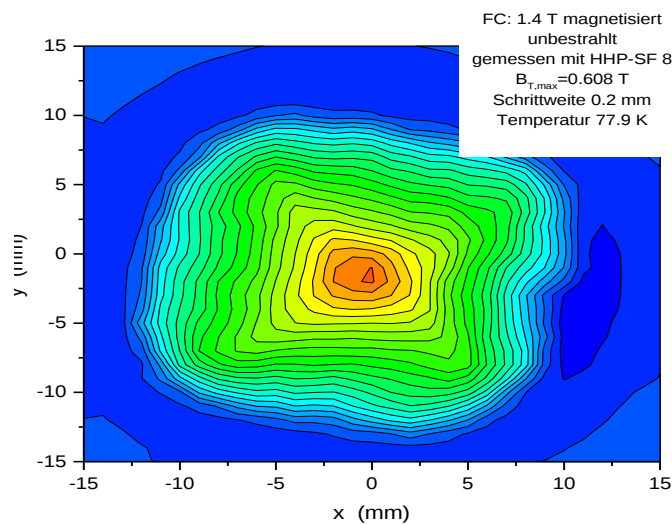


Abbildung 5-2: Konturplot der Probe TG 167/6

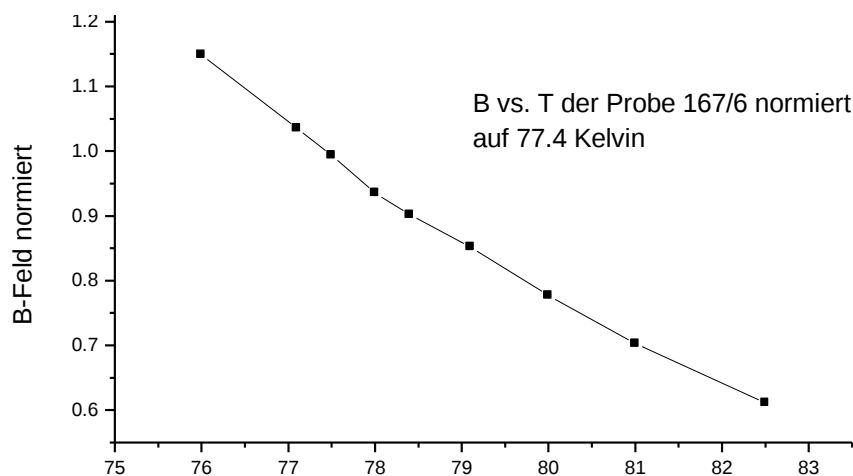


Abbildung 5-3: B (T) der Probe Tg167/6

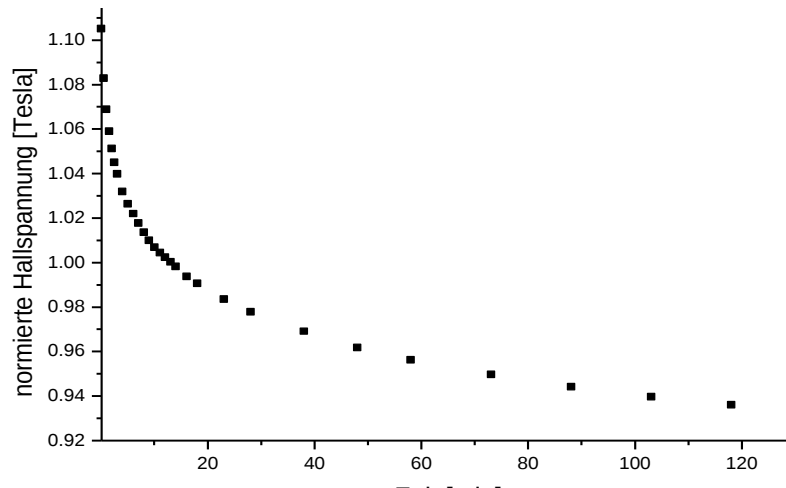


Abbildung 5-4: Relaxationskurve der Probe Tg167/6

5.2 TG 139/4

Diese Probe hat die Gütezahl 0.117. Damit ist sie geringfügig besser als bei der vorhergehenden Probe. Beide Proben stammen vom selben Hersteller. Die Probe TG 167/6 hat zwar ein höheres $B_{\max}$ als die hier betrachtete Probe, dafür aber eine etwas geringere Gütezahl. Hieraus erkennt man deutlich den Einfluss des Volumens auf das Maximum. Wie man Tabelle 2 entnehmen kann, hat TG 139/4 auch bezüglich der Relaxationrate einen besseren Wert als TG 167/6, jedoch nicht bezüglich $\frac{\partial B}{\partial T}$.

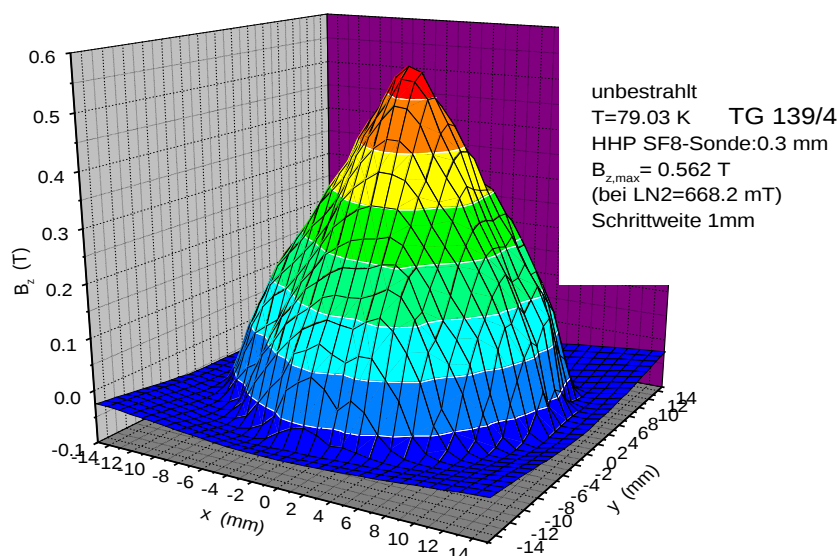


Abbildung 5-5: 3D-Plot der Probe TG 139/4

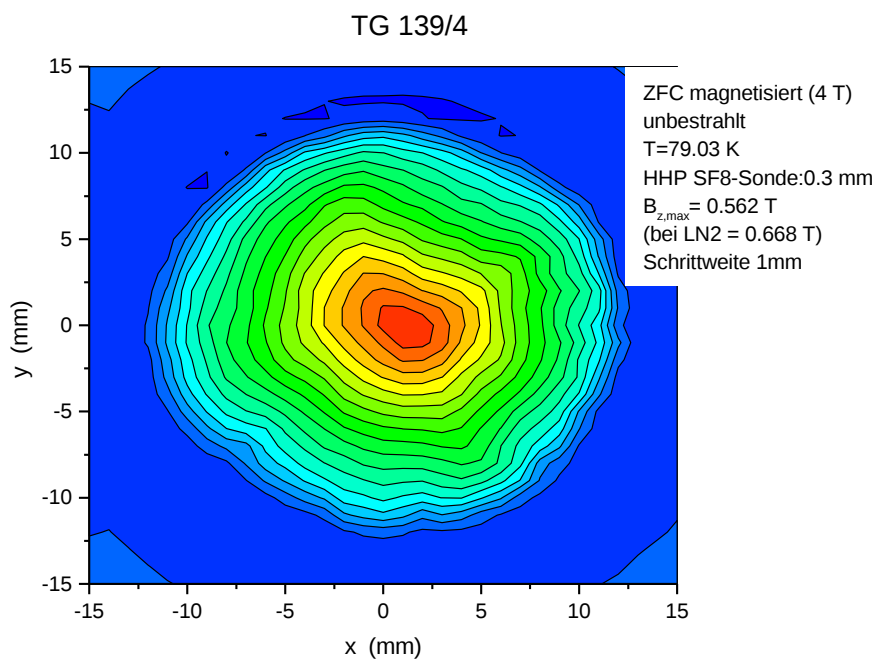


Abbildung 5-6: Konturplot der Probe TG 139/4

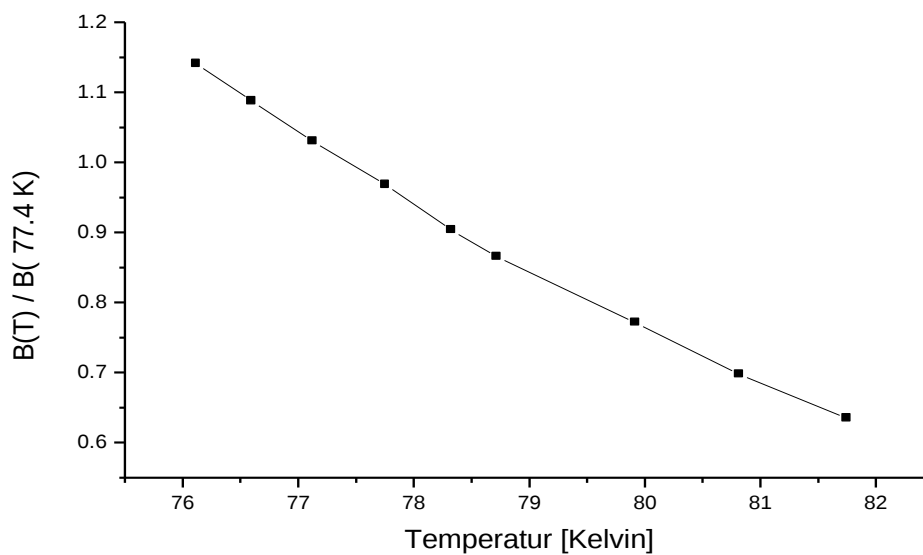


Abbildung 5-7: T (B) der Probe TD139/4

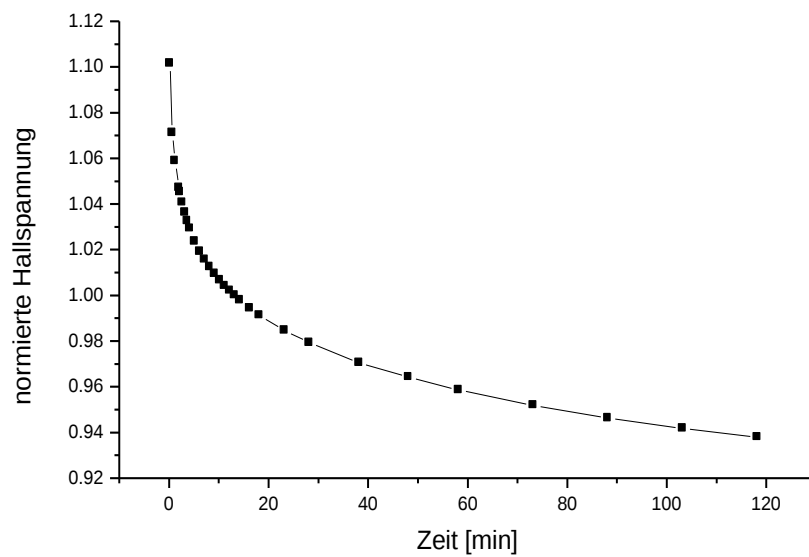


Abbildung 5-8: Relaxation der Probe TG 139/4 normiert auf den Wert der Hallspannung nach 15 Minuten

5.3 RJ 4

Diese Probe und auch die folgenden zwei Proben stammen aus Jena. Die RJ 4 hat mit 0.123 die bisher größte Gütezahl. Hinsichtlich Relaxationsrate und $\frac{\partial B}{\partial T}$ ist die Probe RJ 4 allerdings weniger gut gelungen. Sie hat die zweitschlechteste Relaxationsrate und hinsichtlich $\frac{\partial B}{\partial T}$ rangiert sie im unteren Mittelfeld. Betrachtet man Abbildung 5-10, bemerkt man das stark aus der Mitte verschobene Maximum. Diese Verschiebung kann zweierlei Ursachen haben. Zum einen eine ungenaue Platzierung des Seed-Kristalls, zum anderen ein ungleichförmiges Kristallwachstum. Läge das Maximum der Probe genau in der Mitte, wäre es um einige Prozent größer.

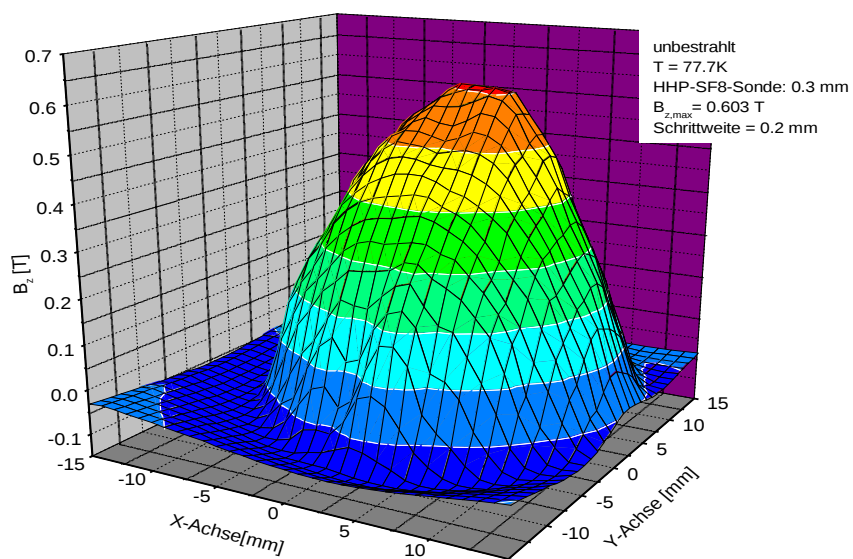


Abbildung 5-9: 3D-Plot der Probe RJ 4

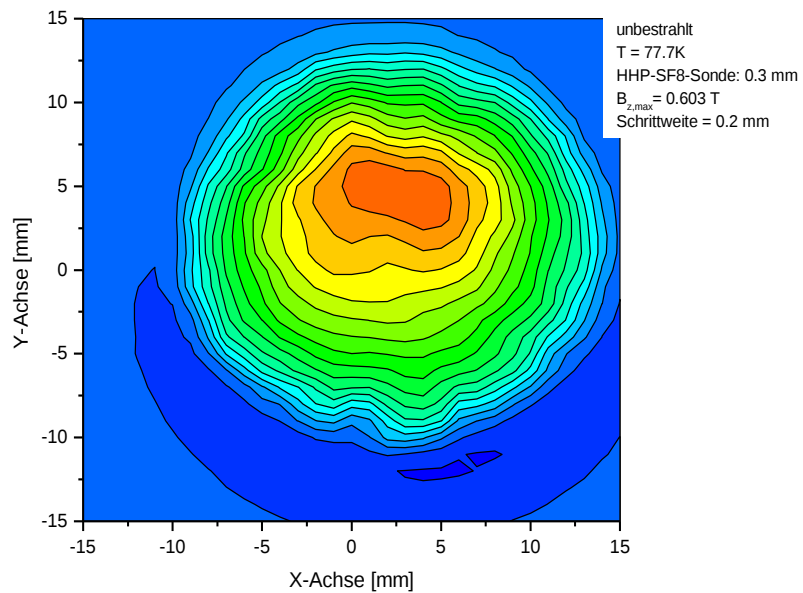


Abbildung 5-10: Konturplot der Probe RJ 4

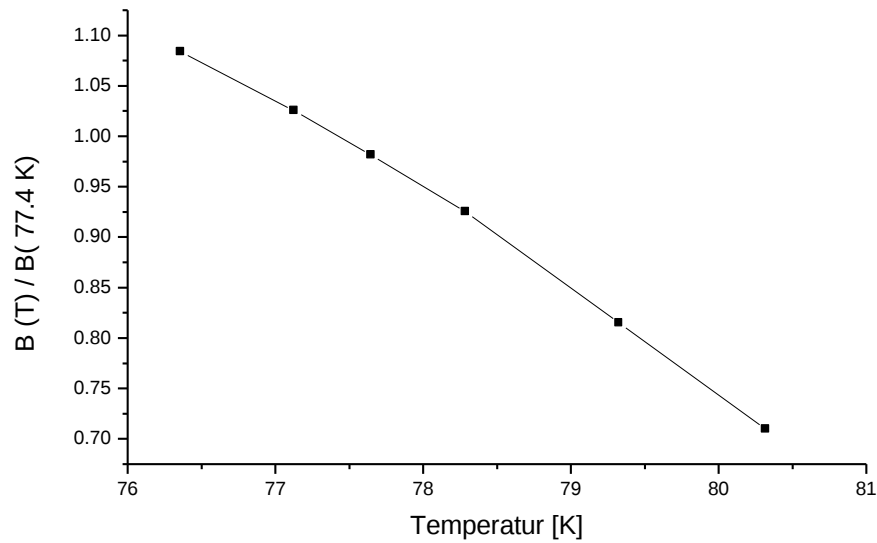


Abbildung 5-11: B(T) - Abhängigkeit der Probe RJ 4

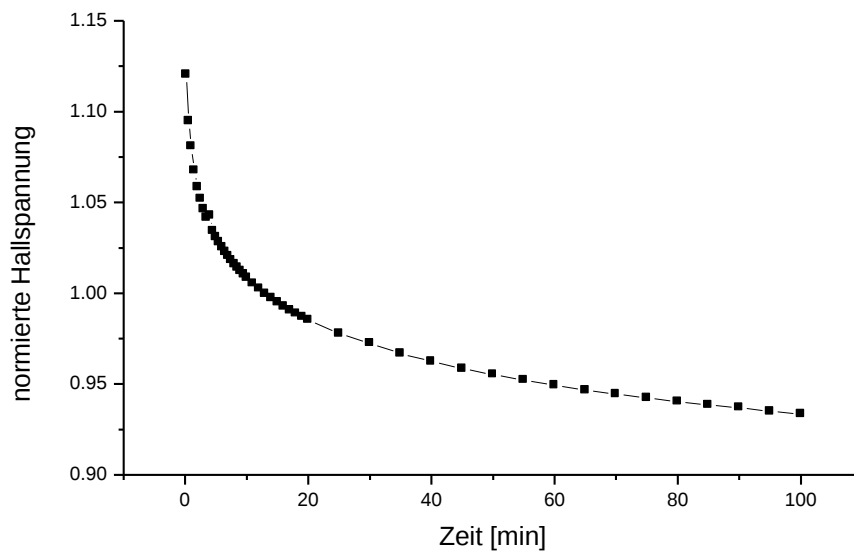


Abbildung 5-12: Relaxation der Probe RJ 4

5.4 VZ 7

Mit 0.104 hat die VZ 7 die bisher schlechteste Gütezahl. VZ 7 hat hinsichtlich Relaxationsrate und Temperaturabhängigkeit von allen vermessenen Proben die schlechtesten Werte. In Abbildung 5-13 und Abbildung 5-14 sieht man vier lokale Maxima. Sie werden durch ein fehlerhaftes Wachstum entlang der Hauptdiagonalen des Seed-Kristalls verursacht.

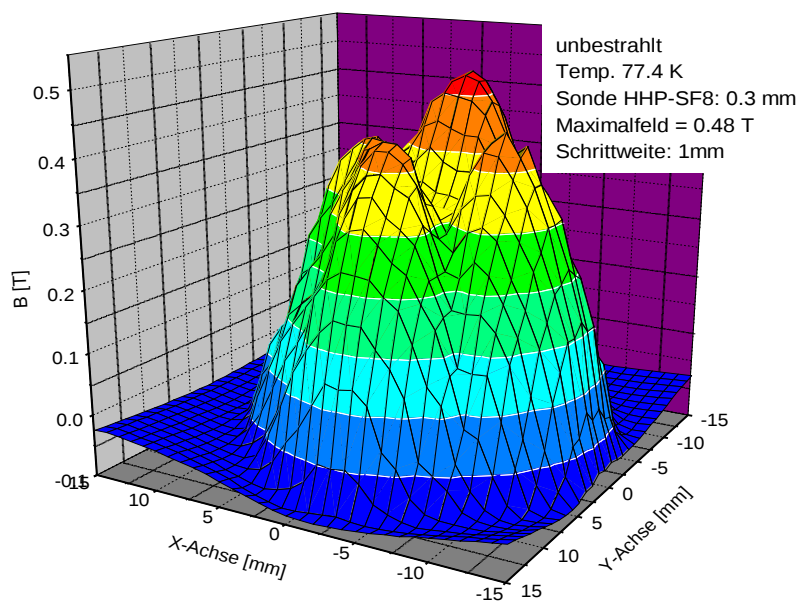


Abbildung 5-13: 3D-Plot der Probe VZ 7

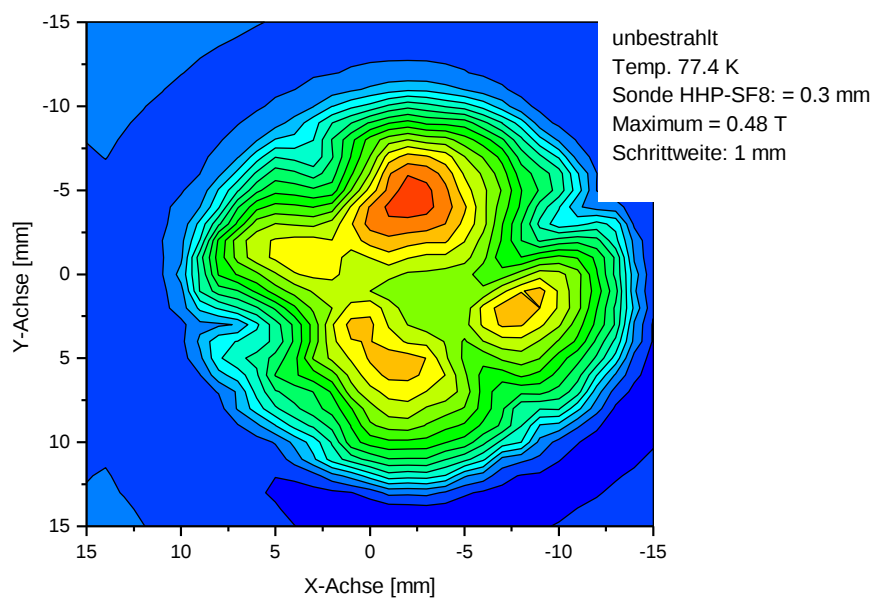


Abbildung 5-14: Konturplot der Probe VZ 7

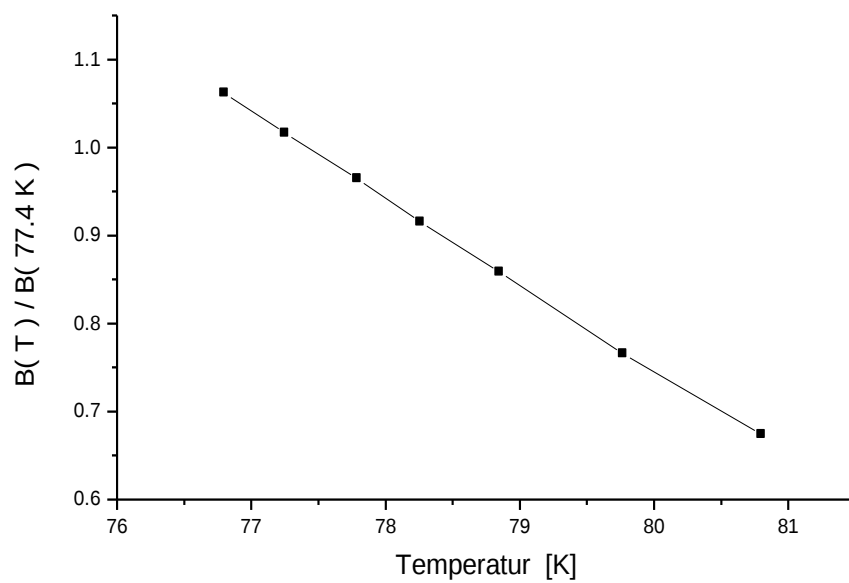


Abbildung 5-15: $B(T)$ - Abhängigkeit der Probe VZ 7

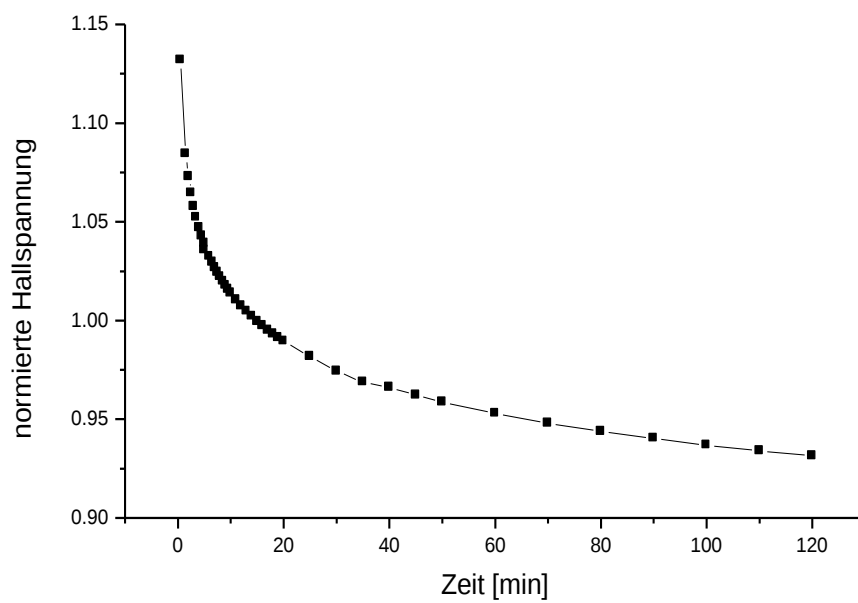


Abbildung 5-16: Relaxation der Probe VZ 7

5.5 VT 4

Von dieser Probe ist weder die Temperaturabhängigkeit noch die Relaxation bekannt, da die Messvorrichtung eine Probe dieser Größe nicht fassen konnte. Im Folgenden werden daher nur 3D-Plot und Konturplot abgebildet. Das hohe $B_{\max}$ von VT 4 ist nur eine Folge des großen Probenvolumens; Der Wert der Gütezahl beträgt nur 0.100.

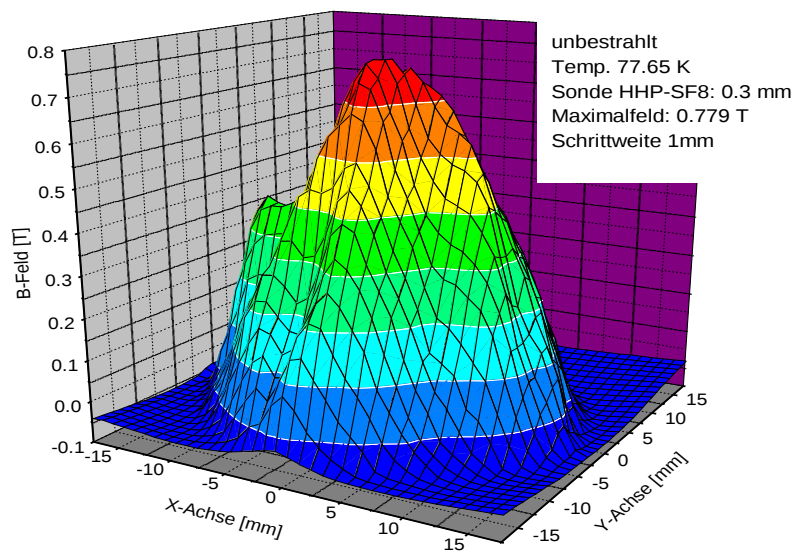


Abbildung 5-17: 3D-Plot der Probe VT 4

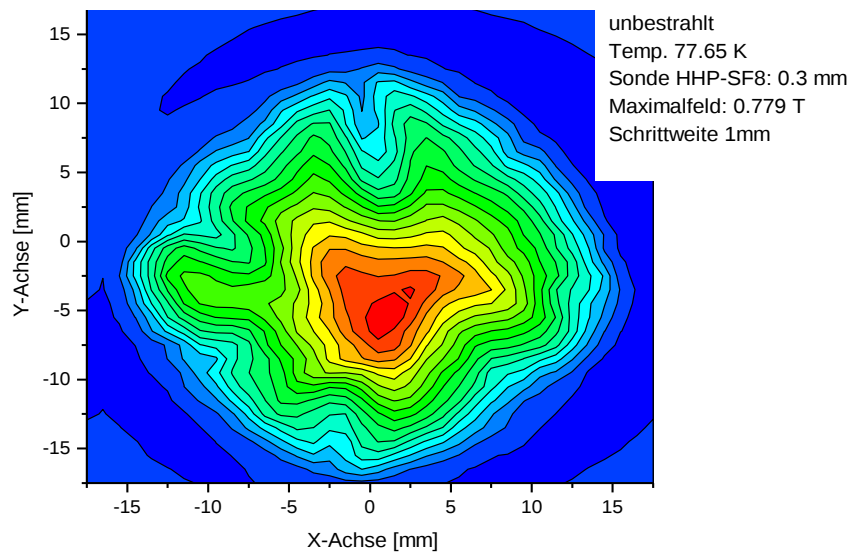


Abbildung 5-18: Konturplot der Probe VT 4

5.6 NEG mit Harzverstärkung

Für diese Probe wurde eine Ummantelung aus Harz gefertigt. Sie soll als Verstärkung dienen und somit die Kräfte, die während des Magnetisierens entstehen, aufnehmen. Die Probe NEG und auch die in 5.7 und 5.8 behandelten Proben kommen aus Japan. Die NEG gehört zu den besten Proben, die in dieser Arbeit untersucht wurden. Sie hat die zweithöchste Gütezahl und hat sowohl hinsichtlich der Relaxationsrate als auch hinsichtlich der Temperaturabhängigkeit die besten Werte. Es ist die einzige Probe mit einem quadratischen Grundriss. In Abbildung 5-20 erkennt man einen Fehler im Profil im rechten unteren Quadranten des ansonsten nahezu perfekten Feldprofils. Auffallend ist auch der steile Anstieg des Magnetfelds am Rande der Probe sowie das gut ausgeprägte Plateau im Bereich des Maximums. Wäre $\mathbf{j}_c(\mathbf{B}) = \text{const.}$, wie die Bean'sche Modell-Annahme lautet, gäbe es kein Plateau, sondern eine Spitze. Der Verlauf dieses Feldprofils zeigt also die begrenzte Gültigkeit des Bean-Modells.

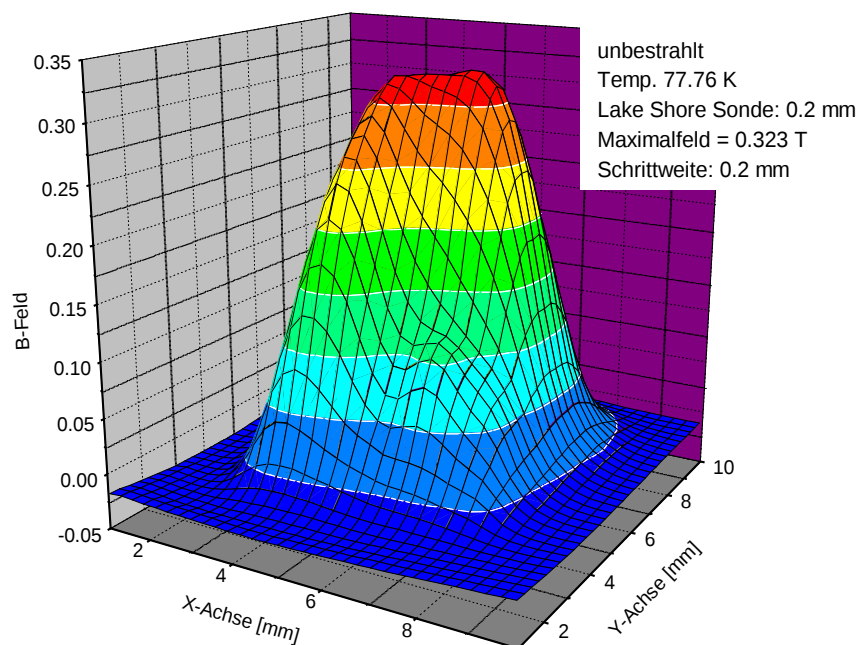


Abbildung 5-19: 3D-Plot der Probe NEG

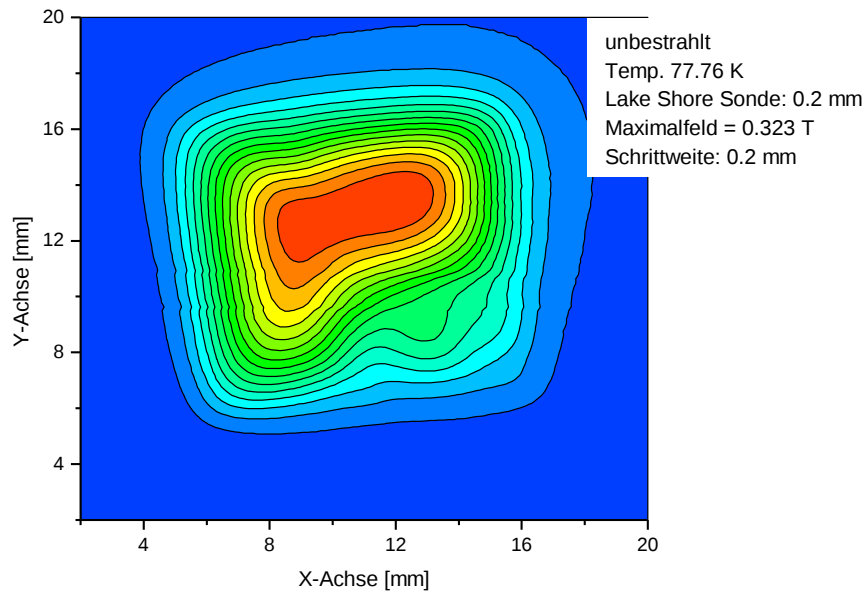
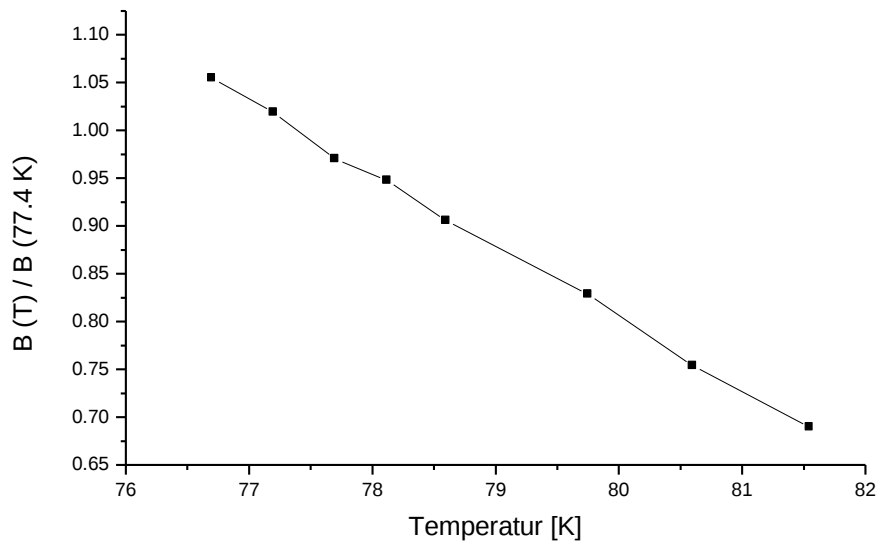


Abbildung 5-20: Konturplot der Probe NEG

Abbildung 5-21: $B(T)$ - Abhängigkeit der Probe NEG

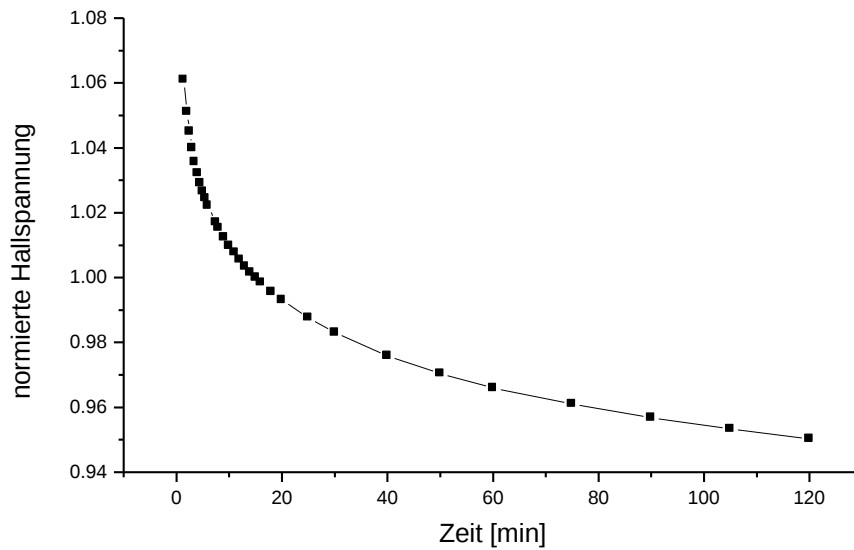


Abbildung 5-22: Die auf 15 Minuten nach Aktivierung normierte Relaxationskurve der Probe NEG

5.7 GdJp

Mit einer Gütezahl von 0.333 ist GdJp die beste der in dieser Arbeit vermessenen Proben. GdJP hat eine relativ schwache Temperaturabhängigkeit, jedoch eine hohe Relaxationsrate. Wie schon bei RJ 4 ist auch ihr Maximum nicht in der Mitte lokalisiert. Der obere Teil der Abbildung 5-24 zeigt eine weitläufige Zerfurchung des Feldprofils. Der untere und zentrale Teil des Graphen ist aber sehr kompakt ausgebildet. Wäre der Kristall gleichmäßig über das ganze Volumen gewachsen, könnte man ein deutlich höheres $B_{\max}$ erwarten. Auf den ersten Blick scheint es widersprüchlich, dass eine qualitativ hochwertige Probe eine hohe Relaxationsrate aufweist. Man muss jedoch bedenken, dass eine hohe Gütezahl immer auch eine hohe Flussschlauchdichte bedeutet. Bei einer hohen Flussschlauchdichte müssen abstoßende Wechselwirkungen der Flussschläuche untereinander in Betracht gezogen werden. Diese machen das ganze System anfälliger gegenüber thermischer Aktivierung.

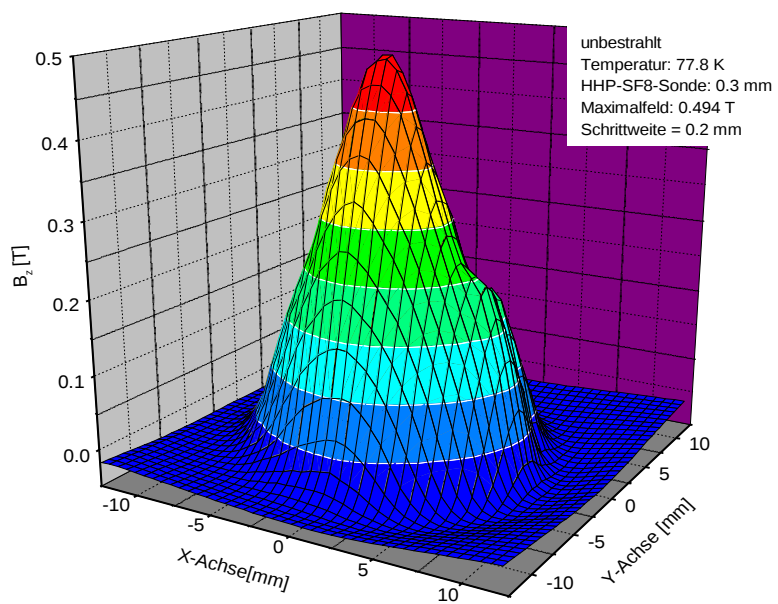


Abbildung 5-23: 3D-Plot der Probe GdJp

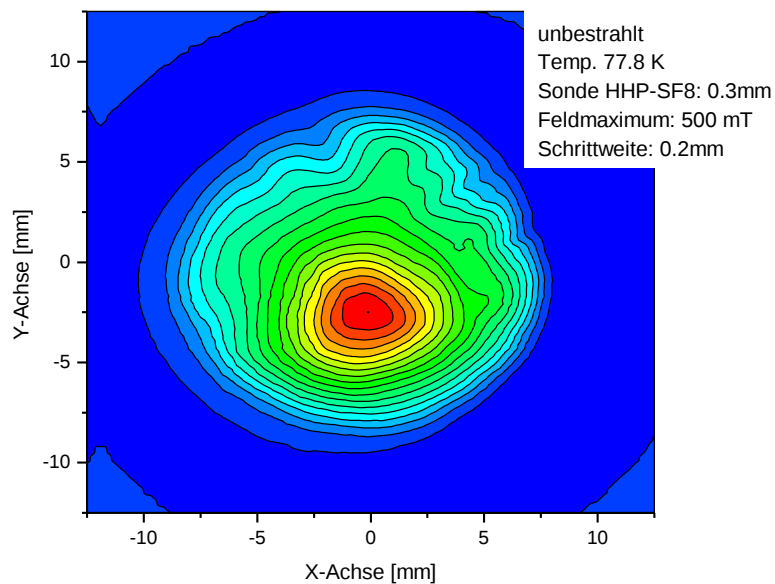


Abbildung 5-24: Konturplot der Probe GdJp

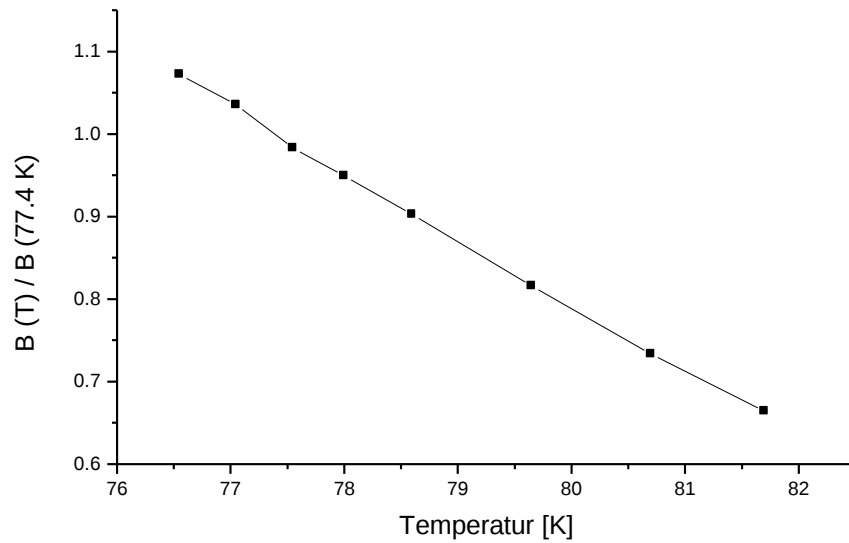


Abbildung 5-25: $B(T)$ Abhängigkeit der Probe GdJp

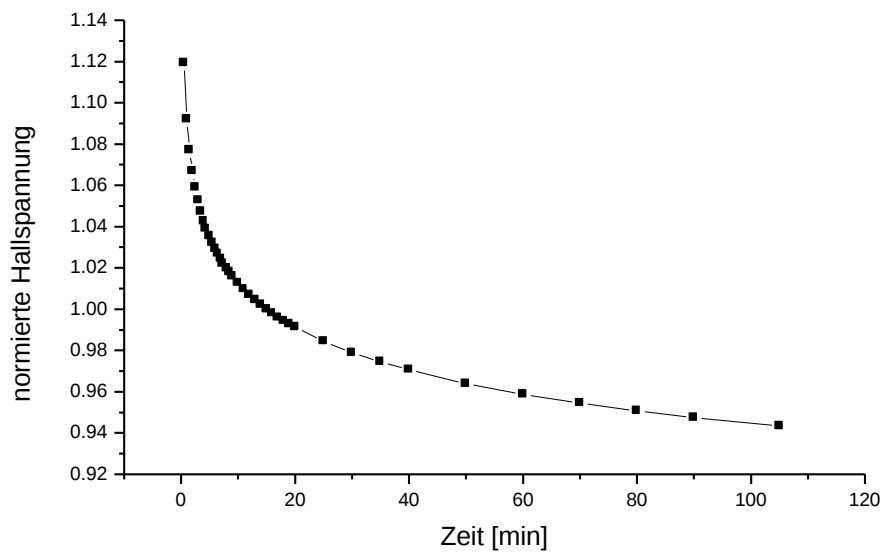


Abbildung 5-26: Die auf 15 Minuten nach der Aktivierung normierte Relaxationskurve der Probe GdJp

5.8 GdJp mit Harzverstärkung

Auch diese Probe wurde durch eine Harz-Ummantelung verstärkt. Die Ummantelung überzog ursprünglich die ganze Probe. Auf der Oberseite der Probe wurde das Harz jedoch entfernt, sodass sich Oberseite und Sonde berührten. Zweck der Verstärkung bestand auch bei GdJP darin, die Radialkräfte, welche beim Magnetisierungsvorgang entstehen, aufzunehmen und dadurch die Probe belastbarer zu machen.

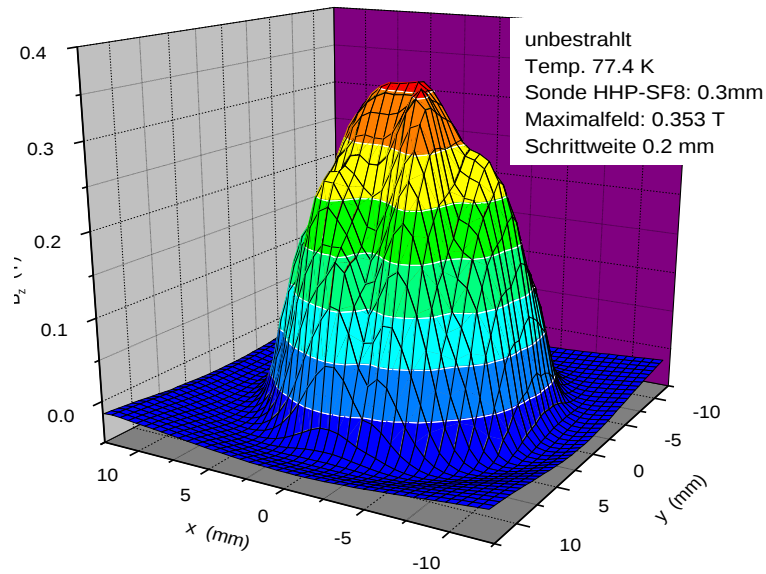


Abbildung 5-27: 3D-Plot der Probe GdJp mit Resin

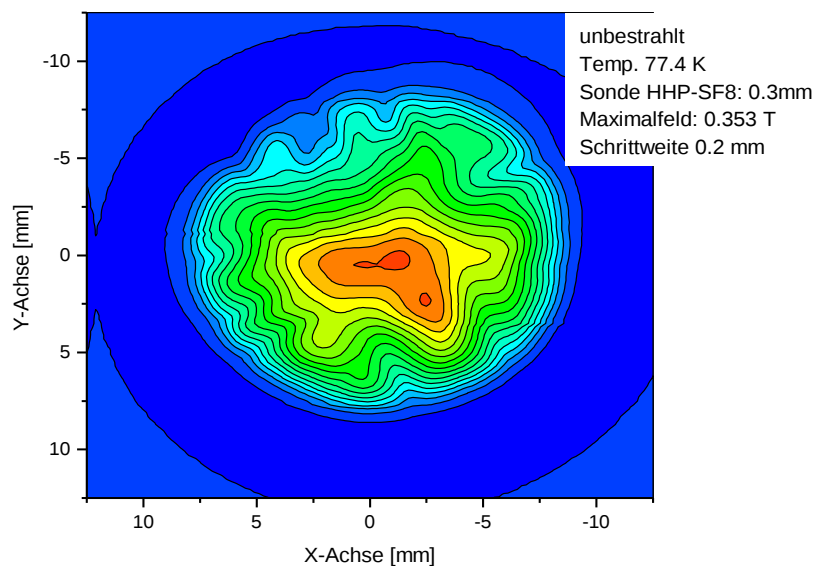


Abbildung 5-28: Konturplot der Probe GdJp mit Resin

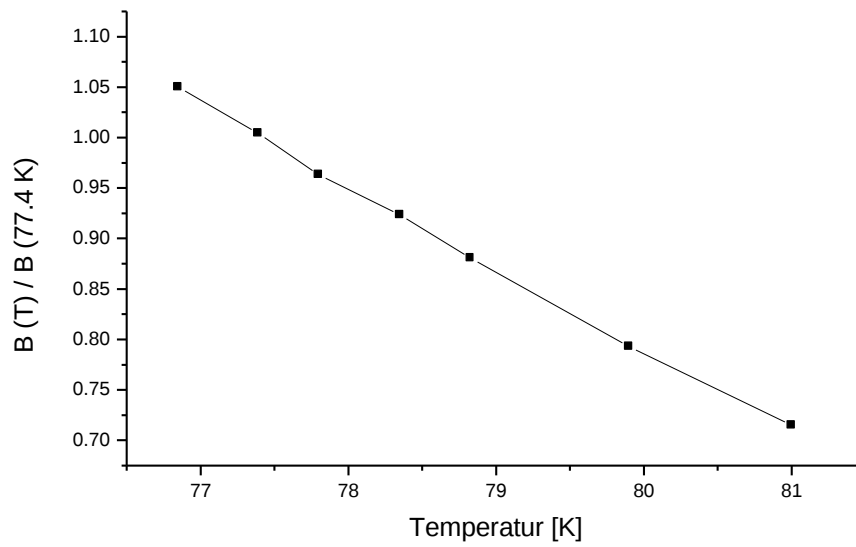


Abbildung 5-29: $B(T)$ Abhängigkeit der Probe GdJp mit Resin

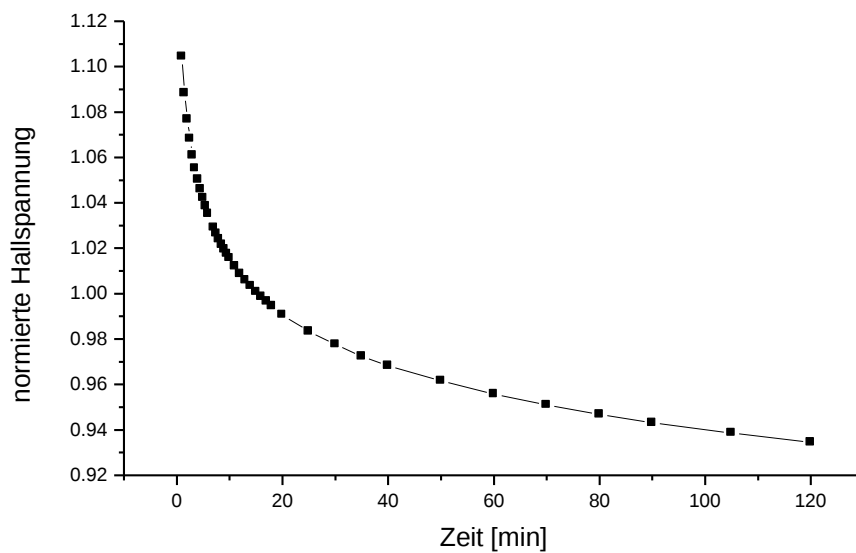


Abbildung 5-30: Die auf 15 Minuten nach der Aktivierung normierte Relaxationskurve der Probe GdJp mit Resin

5.9 CbdU (Uranium dotierte Probe)

Diese Probe wurde mit 0.1%wt natürlichem Uran dotiert. Dahinter steht die Idee, dass nach der Bestrahlung mit Neutronen das Uran-Isotop ^{235}U gespalten wird. Die Kernfragmente des Urans hinterlassen Störungen in der Kristallstruktur des Supraleiters. Diese Störungen sollen dann als Potentialmulden für die Flussschläuche dienen. Sowohl Gütezahl (0.059) als auch Feldprofil betreffend, rangiert CbdU am unteren Ende der vermessenen Proben. Hinsichtlich ihrer Temperaturabhängigkeit ist sie mittelmäßig. Einzig ihre Relaxationsrate ist sehr gut. Abbildung 5-32 zeigt den Konturplot der Probe. Das Feldprofil ist stark zerfurcht und es gibt mehrere lokale Maxima. Ob nun das Uran in der Probe das Kristallwachstum behindert, oder ob Herstellungsfehler Ursache des zerfurchten Feldprofils sind, kann von meiner Seite nicht beantwortet werden.

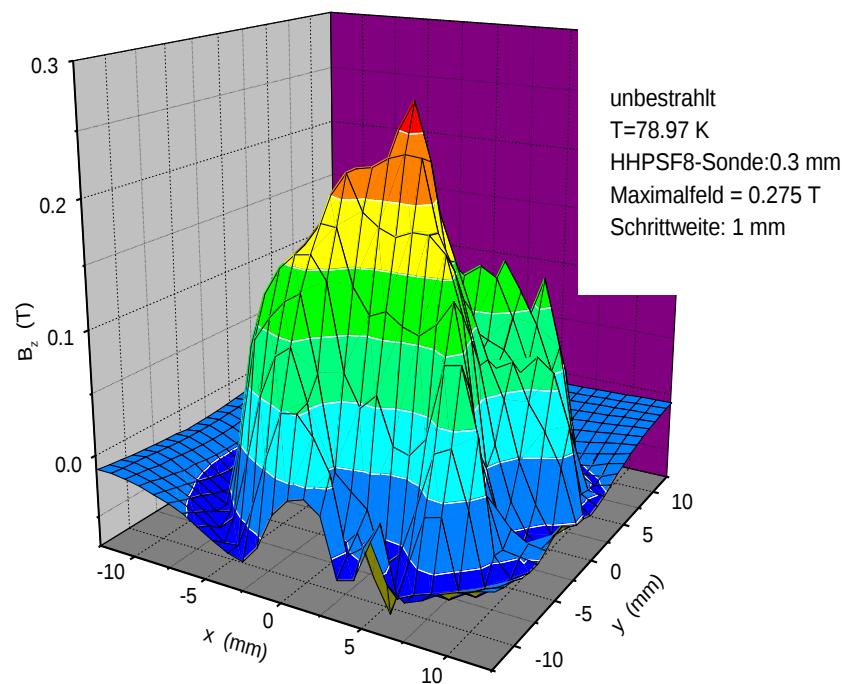


Abbildung 5-31: 3D-Plot der Probe CbdU

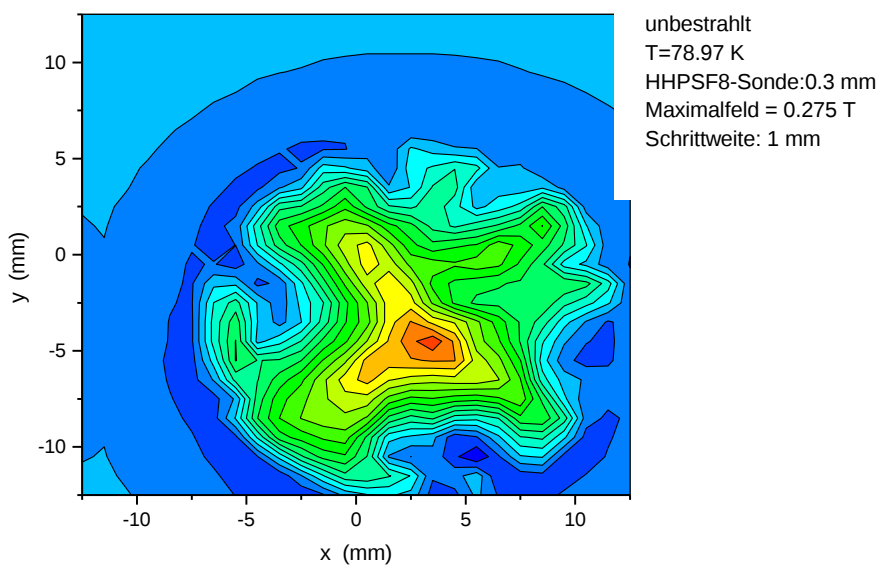
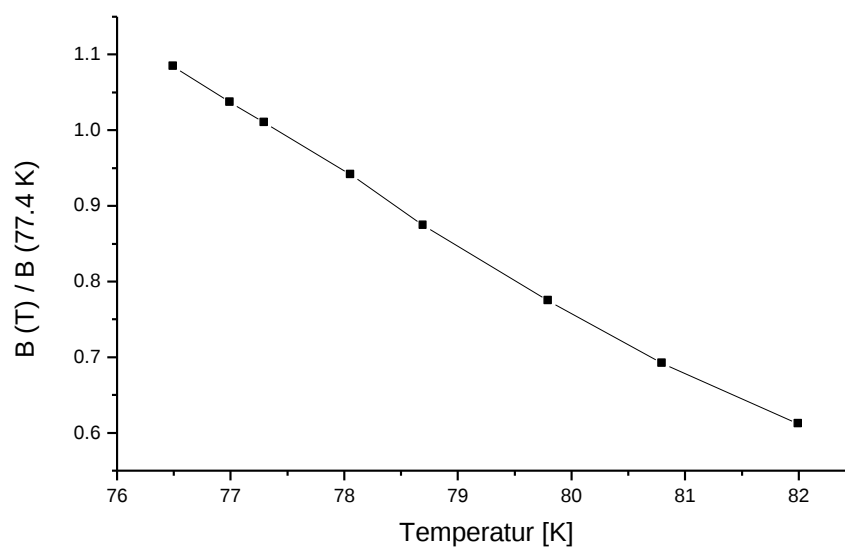


Abbildung 5-32: Konturplot der Probe CbdU

Abbildung 5-33: $B(T)$ Abhängigkeit der Probe CbdU

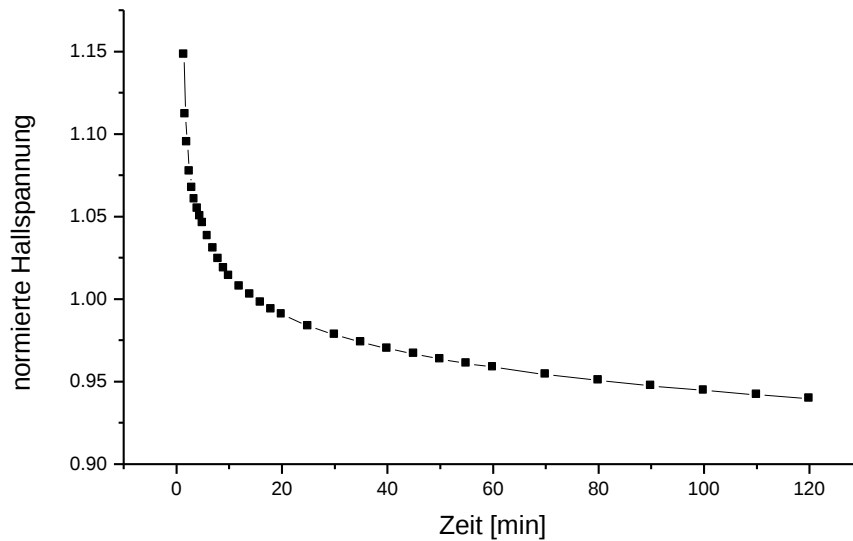


Abbildung 5-34: Die auf 15 Minuten nach der Aktivierung normierte Relaxationskurve der Probe CbdU

5.10 Schlusswort

Im Kapitel 5 wurden die Messergebnisse sämtlicher Proben präsentiert, die in dieser Arbeit verwendet wurden. Eine Probe ist durch die Angabe von Magnetfeldprofil, Relaxationsrate, $\frac{\partial B}{\partial T}$ und Volumen vollständig charakterisiert. Relaxationsrate und $\frac{\partial B}{\partial T}$ sind Werte, die unabhängig vom jeweiligen Probenvolumen sind. Das Magnetfeldprofil zeigt eine direkte Abhängigkeit. Das heißt, je größer das Probenvolumen, desto größer ist $B_{\max}$. Um $B_{\max}$ unabhängig vom Volumen zu machen, wurde eine neue Größe – die Gütezahl – definiert. Mit ihrer Hilfe ist es möglich, die Proben hinsichtlich ihrer magnetfeldbezogenen Materialgüte zu klassifizieren. Wie bei der Einführung der Gütezahl schon erwähnt wurde, wäre die eigentlich interessante Größe die kritische Stromdichte j_c . Deren Berechnung ist bis dato jedoch noch nicht möglich, weswegen man sich genötigt sieht, eine Alternative zu finden, um unterschiedliche Proben entsprechend ihrer Güte zu klassifizieren. Mein Vorschlag hierfür ist die Gütezahl, i.e. das volumensspezifische maximale Magnetfeld. Sie hat nur relativ zu den Gütezahlen anderer Proben Aussagekraft.

Abbildung 5-35 zeigt uns die drei Größen in einem Balkendiagramm. Dabei wurden die Werte für $\frac{\partial B}{\partial T}$ und Relaxationsrate mit -1 multipliziert. Es fällt auf, dass es keinerlei Zusammenhang zwischen den einzelnen Größen gibt. Es kann nur tendenziell festgestellt werden, dass eine hohe Gütezahl eine flachere Temperaturabhängigkeit mit sich bringt. Abhängigkeiten zwischen Gütezahl und Relaxationsrate sowie zwischen Relaxationsrate und $\frac{\partial B}{\partial T}$ lassen sich nicht feststellen.

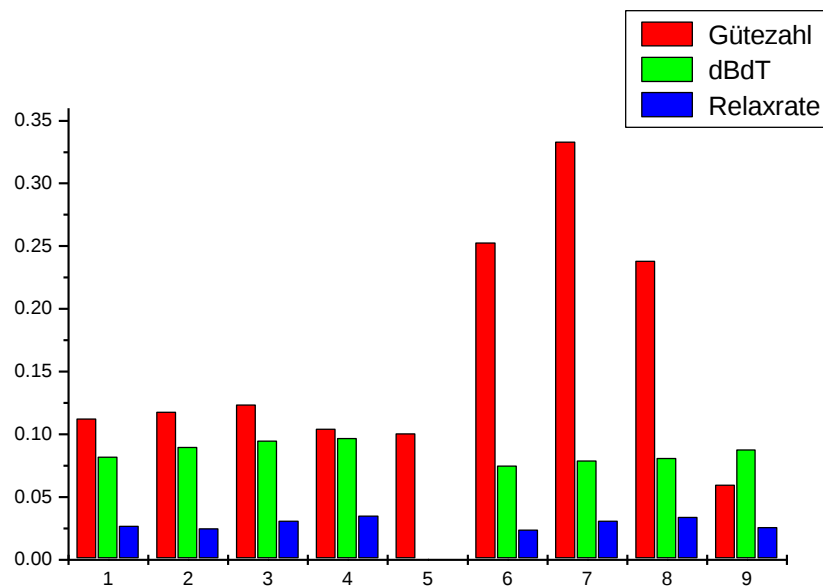


Abbildung 5-35: Absolutwerte von Gütezahl, Relaxationsrate und Temperaturabhängigkeit

Auszüge dieser Arbeit wurden bereits im November 2000 veröffentlicht (M.Ruther, 2000). Teile aus den in diesem Artikel enthaltenen Ergebnissen dienten dazu, den Standard IEC 61788 (Mizue, 2004) der International Electrotechnical Commission (IEC) zu etablieren.

6. Zusammenfassung (Summary)

6.1 Deutsch

Aufgrund der geringen Reproduzierbarkeit von Magnetfeldmessungen an massiven kristallinen Supraleitern wurde versucht, jene Parameter zu identifizieren, welche für einen typischen Magnetfeldscan mittels Hallsonde entscheidend sind. Desweiteren wurden Proben aus Dresden, Jena, Tokio und Cambridge vermessen und deren Qualität bezüglich des produzierten Magnetfeldes, mithilfe einer neu definierten Gütezahl, evaluiert.

Die untersuchten Parameter waren Stickstofftemperatur, Relaxation, die Größe der aktiven Sondenfläche sowie deren Abstand zur Probenoberfläche und die Aktivierungsmethode. Temperaturmessungen am Stickstoff zeigten eine Streuung von bis zu 4 K. Bei den gemessenen $B(T)$ – Kurven der Proben führt diese Temperaturvarianz zu Unterschieden von über 30% im Magnetfeld unterschiedlicher Messungen. Eine Änderung der Distanz zwischen Hallsonde und Probe kann Unterschiede von 20% (zb. bei 0.8 mm) im Magnetfeld zur Folge haben.

Nicht ganz so drastische Ergebnisse lieferte die Untersuchung der Relaxation. Es wurde zwischen der Wartezeit nach der Aktivierung und der Messdauer unterschieden. Beide Faktoren zusammen genommen können Änderungen des Magnetfeldes von bis zu 8% nach sich ziehen.

Einen nur geringen Einfluss auf die Messung hat hingegen die Sondengröße ($< 1\%$). Hinsichtlich der Aktivierungsmethode wurde zwischen F_c , zF_c und Pulsfeldaktivierung differenziert. Die Änderung der Aktivierungsmethode hatte keine Wirkung auf die Messung. Es muss nur beachtet werden, dass das Aktivierungsfeld bei der Pulsfeldaktivierung etwa dem dreifachen Wert des maximalen Probenfeldes entspricht.

Um Messungen vergleichbar zu machen, müssen die Parameter, welche den Ausgang der Messung bestimmen, bekannt sein. Im speziellen sind dies Stickstofftemperatur, Distanz zwischen Hallsonde und Probe, Messdauer und Wartezeit nach der Aktivierung.

6.2 English

Measurements of the magnetic field of massive crystalline superconductors show only poor reproducibility. Therefore, it was attempted to identify the parameters critical for a typical magnetic field scan with a Hall probe. Furthermore, samples from Dresden, Jena, Tokyo and Cambridge were measured and their quality with respect to the magnetic field produced was evaluated with the help of a newly defined "quality number".

The parameters examined were the nitrogen temperature, the relaxation, the size of the active probe area and its distance to the sample surface, and the method of activation. Measurements of the nitrogen temperature showed a variation of up to 4 K. In the measured $B(T)$ graphs of the samples, this temperature variation leads to differences of over 30% in the magnetic field between measurements. A change in the distance between Hall probe and sample can lead to differences of 20% in the magnetic field (e.g. at 0.8 mm).

The examination of the relaxation led to less drastic results. A distinction was made between the waiting period after activation and the duration of the measurement. Both factors together can lead to changes in the magnetic field of up to 8%.

The probe size, conversely, has only a small effect on the measurement ($< 1\%$). With respect to the method of activation, a distinction was made between F_c , zF_c and pulse field activation. Changing the method of activation had no effect on the measurement. It should be noted, though, that in pulse field activation, the activation field is approximately equal to the three-fold value of the maximal sample field.

In order to make measurements comparable with each other, the parameters which determine the outcome of the measurement must be known. Specifically, these are the nitrogen temperature, the distance between Hall probe and sample, the measurement duration and the waiting period after activation.

7. Literaturverzeichnis

- Abrikosov, A. A. 1957.** Zh. Eksp. Teor. Fiz. 32. Sov. Phys. JETP 5. 1957.
- Bean, Ch. P. 1964.** Magnetization of High-Field Superconductors. *Rev. Mod. Phys.* 1964, 36.
- Buckel, Werner. 1993.** *Supraleitung*. s.l. : VCH Verlagsgesellschaft, 1993.
- . **2004.** *Supraleitung*. s.l. : Wiley-Vch Verlag, 2004.
- Enss, Siegfried und Hunklinger, Christian. 2000.** *Tieftemperaturphysik*. s.l. : Springer, 2000.
- Gerthsen, Christian und Vogel, Helmut. 1993.** *Physik*. s.l. : Springer, 1993.
- Hittmair, H.W. Weber und O. 1979.** *Supraleitung*. München : Karl Thieme, 1979.
- M.Ruther, H.Forster. 2000.** Trapped field measurements on melt textured bulk superconductors in liquid nitrogen. *Physica C* 341-348. 2000.
- Mizue, Takezawa. 2004.** *Measurements for bulk high temperature superconductors*. s.l. : INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION , 2004. International Standard IEC 61788-9.
- Mizutani, Y. Itoh und U. 1996.** Pulsed Field Magnetization of Melt-Processed Y–Ba–Cu–O Superconducting Bulk Magnet. *Jpn J. Appl. Phys.* 35 pp 2114-2125. 1996.
- Novak, Wolfgang. 1998.** *Zweidimensionale Messung remanenter Flussprofile in 123-Supraleitern*. Wien : s.n., 1998.
- Shoenberg, D. 1965.** *Superconductivity*. s.l. : Cambridge University Press, 1965.
- Silsbee, F.B. 1916.** *Introduction to Superconductivity*. s.l. : j. Wash. Acad. Sci., 1916.
- Stöcker, Horst. 1994.** *Taschenbuch der Physik*. s.l. : Verlag Harri Deutsch, 1994.
- Weber, H. C. 1999.** Persönliche Mitteilung. 1999.
- Weber, H. W. 1999.** *Vorlesung über Supraleitung*. Universität Wien : s.n., 1999.

8. Lebenslauf

Persönliche Daten

Markus Ruther

Geboren am 29.12.1966 in Bregenz

Adresse: Pfluggasse 1

1090 Wien

Tel: 0660 6543617

Email: markus.ruther@gmx.at

Schul Ausbildung

1972 – 1976 Volksschule Höchst

1976 – 1980 Hauptschule Höchst

1980 – 1981 Realschule Schwanden (Schweiz)

1993 – 1994 Studienberechtigungsprüfung an der Universität Wien

Studienverlauf

1994 – 2000 Diplomstudium der Physik an der Universität Wien

2000 – 2001 Zivildienst

2012 Wiederaufnahme des Diplomstudiums an der Universität Wien

Publikationen

Physica C Volumes 341 – 348 (2000)

Trapped field measurements on melt textured bulk superconductors in liquid nitrogen

Sprachen

Deutsch – Muttersprache

Englisch – C1

Arabisch – B1

Rumänisch – A1