



universität
wien

DIPLOMARBEIT

Titel der Diplomarbeit

„Nichtlinearer Hall-Effekt in der
Pseudogap-Phase von
unterdotierten Kupratsupraleitern“

verfasst von

Georg Zechner

angestrebter akademischer Grad

Magister der Naturwissenschaften (Mag. rer. nat.)

Wien, 2013

Studienkennzahl lt. Studienblatt: A 411

Studienrichtung lt. Studienblatt: Diplomstudium Physik

Betreut von: Ao. Univ.-Prof. Dr. Wolfgang Lang

Zusammenfassung

Der Inhalt dieser Arbeit war die Untersuchung des unterdotierten Hochtemperatur-Supraleiters $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ auf Abweichungen vom Ohmschen Gesetz, also dem linearen Verhältnis von Strom und Spannung, über der Sprungtemperatur T_c . Da solche Nichtlinearitäten ein typisches Merkmal der Supraleitung sind, ist ihre Existenz deutlich über der Sprungtemperatur für sich genommen schon spannend. Weiters stellt sich die Frage ob ihr Auftreten mit dem Pseudogap in Verbindung steht, über dessen Ursprung seit seiner Entdeckung 1989 Uneinigkeit besteht. Fest steht, dass das Pseudogap einige Ähnlichkeiten mit dem Supraleitungsgap besitzt und mit verringerter Dotierung bei immer höheren Temperaturen einsetzt-Eigenschaften, die auch die nichtohmschen Effekte in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ in den Messungen zeigten.

Um diese Nichtlinearitäten sichtbar zu machen, müssen sehr hohe Stromdichten in den Proben erreicht werden, damit gehen Probleme einher deren Umgehung ein sehr spezielles Messdesign erfordert. Um die hohen Stromdichten zu erreichen und die entstehende Wärme ableiten zu können, wurden als Proben dünne Schichten von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ mit einer Dicke von 35 nm bzw. 42 nm auf einem MgO-Substrat gewählt. Die tatsächlich gemessenen Brücken hatten eine Länge von 118 μm und eine Breite von 59 μm . Der Strom wurde dabei in kurzen Pulsen von 3 μs durch die Probe geleitet um die Erwärmung zu minimieren, zusätzlich war in der Auswertung eine rechnerische Korrektur der Temperaturerhöhung notwendig.

An den beiden Proben wurde in drei verschiedenen Messaufbauten die longitudinal und transversal abfallende Spannung in einem Temperaturbereich von 8 K bis Raumtemperatur in einem Magnetfeld von 1 T gemessen. Die gemessenen Stromdichten lagen einem Bereich von 4 kA cm^{-2} bis 2.84 MA cm^{-2} .

Aus den so gewonnenen Werten wurden der spezifische Widerstand, der Hallwiderstand sowie die Halleitfähigkeit berechnet und ihre Abhängigkeit von der Stromdichte veranschaulicht.

Dabei hat sich gezeigt, dass der Einfluss von Amplitudenfluktuationen des supraleitenden Ordnungsparameters nur in einem kleinen Temperaturbereich über T_c die Nichtlinearitäten erklären kann. Bei der stärker unterdotierten Probe ist bei tiefen Temperaturen sehr deutlich der Einfluss eines negativen Beitrags zur Halleitfähigkeit zu sehen. Die nichtohmschen Effekte reichen bis weit über T_c hinaus und könnten vielleicht durch die Existenz von Cooperpaaren ohne Phasenkohärenz erklärt werden-einem der Erklärungsmodelle des Pseudogaps. Die Temperatur bei der die Nichtlinearitäten auftreten scheint, wie beim Pseudogap, mit Erhöhung der Dotierung zu sinken. Auffallend ist außerdem, dass die Halleitfähigkeit im selben Temperaturbereich von einem (bei höheren Temperaturen gültigen) Potenzgesetz abweicht.

Abstract

The contents of this thesis are the examination of deviations from Ohm's law, that is the linear dependence between current and voltage, in underdoped high- T_C superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ above the critical temperature T_c . As such non-linearities are a typical feature of superconductivity, their existence way above the critical temperature is already exciting. Moreover the question arises whether there is a connection between their appearance and the pseudogap whose origin is debated since its discovery in 1989. It is certain, that there are some similarities between the pseudogap and the superconducting gap and that its onset temperature rises with reduced doping-properties it shares with the non-ohmic effects in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, as shown in the measurements.

To make these non-linearities visible, one must realise very high current densities in the samples, which causes problems that can only be overcome in a very special measurement set-up. To achieve these high current densities and dissipate the heat, thin films of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ with a thickness of 35 nm and 42 nm, respectively, on a substrate from MgO were chosen. The bridges that were actually measured had a length of 118 μm and a width of 59 μm . The current was injected in short pulses of 3 μs to minimize warming of the sample, additionally a calculated correction of the measured temperature rise was necessary.

On both samples longitudinal and transverse voltage was measured in three different set-ups in a temperature range from 8 K to room-temperature in a magnetic field of 1 T. Measured current densities were in a range from 4 kA cm^{-2} up to 2.84 MA cm^{-2} . From this data, resistivity, Hall-resistivity and Hall-conductivity were calculated and their dependence of current density illustrated. In doing so it became clear, that the influence of amplitude-fluctuations of the order-parameter can only explain the non-linearities in a small temperature range above T_c . In the more underdoped sample the influence of a negative contribution to the Hall-conductivity at low temperatures is clearly visible. The non-ohmic effects reach far above T_c and could possibly be explained by the existence of Cooper-pairs without phase-coherence, one of the models to explain the pseudogap. The onset temperature of the non-linearities seems to fall with stronger doping, as it is the case with the onset temperature of the pseudogap. Another remarkable finding is, that the Hall-conductivity starts to deviate from a high-temperature power law in the same temperature range.

Inhaltsverzeichnis

1	Geschichte der Supraleitung	1
1.1	Der Hintergrund	1
1.2	Die Entdeckung	1
1.3	Meißner-Ochsenfeld-Effekt	2
1.4	Phänomenologische Theorien	2
1.5	BCS-Theorie	3
1.6	Hochtemperatursupraleiter	3
1.7	Anwendungen	4
2	YBa₂Cu₃O_{7-δ}	5
2.1	Die Kristallstruktur von YBa ₂ Cu ₃ O _{7-δ}	5
2.2	Einfluss des Sauerstoffgehalts	7
3	Das Pseudogap	9
3.1	Die Entdeckung	9
3.2	Messungen der Wärmekapazität	9
3.3	Tunnelspektroskopie	10
3.4	ARPES	11
3.5	Transportmessungen	12
3.5.1	Nernst-Effekt	12
3.5.2	Spezifischer Widerstand	12
3.5.3	Nichtohmsche Effekte	13
4	Proben und Messaufbau	15
4.1	Die Proben	15
4.1.1	Pulsed-Laser-Deposition	15
4.1.2	Kontaktpads	16
4.1.3	Strukturierung	16
4.1.4	Sauerstoffgehalt	17
4.2	Der Kryostat	17
4.2.1	Vakuum	17
4.2.2	Wärmeabschirmung	18
4.2.3	Kühlung und Temperaturregelung	19
4.2.4	Probeneinbau	20
4.2.5	Verkabelung	20
4.3	Der Magnet	21
5	Messungen	23
5.1	DC-Sweep Messungen	23
5.1.1	Messaufbau	23
5.1.2	DC-Sweep.tst	23

5.2	DC-Hall Messungen	25
5.2.1	Messaufbau	25
5.2.2	DC-Hall.tst	27
5.3	Gepulste Messungen	30
5.3.1	Impedanzwandler	31
5.3.2	Messaufbau	31
5.3.2.1	Die GaGe-Karte	31
5.3.2.2	Das Oszilloskop	31
5.3.2.3	Stromversorgung und Strommessung	33
5.3.2.4	Longitudinal- und Transversalspannungsmessung	33
5.3.3	Das Programm „Probenmessung.tst“	34
6	Ergebnisse	37
6.1	DC-Sweep Messungen	37
6.2	DC-HALL Messungen	37
6.3	Gepulste Messungen	41
6.3.1	Temperaturkorrektur	45
6.3.2	Skalierung	52
7	Diskussion	57
	Literaturverzeichnis	62
	Danksagungen	67
	Lebenslauf	69

Abbildungsverzeichnis

2.1	Die Kristallstruktur von Perowskit (CaTiO_3).	5
2.2	Die Kristallstruktur von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	6
2.3	Phasendiagramm der Kuprate in Abhängigkeit der Löcher pro Kupferion.	8
3.1	Tunnelspektrum bei 4.2 K von Bi2212 mit unterschiedlicher Dotierung.	10
3.2	Tunnelspektrum von unterdotiertem Bi2212 bei verschiedenen Temperaturen.	11
4.1	Mikroskopfoto der Probe A.	17
4.2	Schema der Temperaturregelung.	19
4.3	Das Probenplättchen mit kontaktierter Probe.	20
4.4	Der Probenspieß mit eingebauter Probe.	21
4.5	Anschlüsse am Kryostaten	22
5.1	Schematischer Messaufbau der Gleichstrom-Messungen mit DC-Sweep ohne Temperaturregelung	24
5.2	Schematischer Ablauf von DC-Sweep.	24
5.3	Userinterface von DC-Sweep.	25
5.4	Schematischer Messaufbau der Messungen mit DC-Hall ohne Temperaturregelung.	26
5.5	Benutzeroberfläche von DC-HALL.tst.	30
5.6	Schematischer Messaufbau der Pulsmessungen ohne Temperaturregelung.	32
5.7	Schaltskizze des Messaufbaus zur Pulsmessung.	34
5.8	Benutzeroberfläche von Probenmessung.tst.	35
6.1	Spezifischer Widerstand von Probe A bei 10 μA DC.	38
6.2	Spezifischer Widerstand von Probe B bei 10 μA DC.	38
6.3	Vergleich der Messungen des spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe A ohne Magnetfeld mit DC-SWEEP bei 10 μA DC und DC-HALL bei 100 μA	39
6.4	Vergleich der Messungen des spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe B ohne Magnetfeld mit DC-SWEEP bei 10 μA DC und DC-HALL bei 100 μA	40
6.5	Vergleich des spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe A bei 100 μA bei $B = 1 \text{ T}$ und $B = 0 \text{ T}$	42
6.6	Vergleich des spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe B bei 100 μA bei $B = 1 \text{ T}$ und $B = 0 \text{ T}$	42
6.7	Der Hallwiderstand ρ_{yx} der Probe A bei 100 μA bei $B = 1 \text{ T}$	43
6.8	Der Hallwiderstand ρ_{yx} der Probe B bei 100 μA bei $B = 1 \text{ T}$	43

6.9 Die Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A bei 100 μA bei $B = 1 \text{ T}$	44
6.10 Die Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B bei 100 μA bei $B = 1 \text{ T}$	44
6.11 Vergleich der unkorrigierten spezifischen Widerstände ρ_{xx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.	45
6.12 Vergleich der unkorrigierten spezifischen Widerstände ρ_{xx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.	46
6.13 Vergleich der unkorrigierten spezifischen Hallwiderstände ρ_{yx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.	46
6.14 Vergleich der unkorrigierten spezifischen Hallwiderstände ρ_{yx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.	47
6.15 Vergleich der unkorrigierten Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.	47
6.16 Vergleich der unkorrigierten Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.	48
6.17 Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.	49
6.18 Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.	50
6.19 Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Hallwiderstands ρ_{yx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.	50
6.20 Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Hallwiderstands ρ_{yx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.	51
6.21 Vergleich der temperaturkorrigierten Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.	51
6.22 Vergleich der temperaturkorrigierten Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.	52
6.23 Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten mit korrigiertem Verstärkungsfaktor.	53
6.24 Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten mit korrigiertem Verstärkungsfaktor.	53
6.25 Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Hallwiderstands ρ_{yx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten mit korrigiertem Verstärkungsfaktor.	54
6.26 Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Hallwiderstands ρ_{yx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten mit korrigiertem Verstärkungsfaktor.	54
6.27 Vergleich der temperaturkorrigierten Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten mit korrigierten Verstärkungsfaktoren.	55
6.28 Vergleich der temperaturkorrigierten Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten mit korrigierten Verstärkungsfaktoren.	55
7.1 Differenz zwischen den spezifischen Widerständen bei hohen und niedrigen Stromdichten $\Delta\rho_{xx} = \rho_{xx}(j = 1.90 \text{ MA cm}^{-2}) - \rho_{xx}(j = 4.8 \text{ kA cm}^{-2})$ in der Probe A.	59

7.2	Differenz zwischen den spezifischen Widerständen bei hohen und niedrigen Stromdichten $\Delta\rho_{xx} = \rho_{xx}(j = 2.84 \text{ MA cm}^{-2}) - \rho_{xx}(j = 4.0 \text{ kA cm}^{-2})$ in der Probe B.	59
7.3	Differenz zwischen der Hallleitfähigkeit bei hohen und niedrigen Stromdichten $\Delta\sigma_{xy} = \sigma_{xy}(j = 4.0 \text{ kA cm}^{-2}) - \sigma_{xy}(j = 2.84 \text{ MA cm}^{-2})$ in der Probe B.	60
7.4	Differenz zwischen der Hallleitfähigkeit bei hohen und niedrigen Stromdichten $\Delta\sigma_{xy} = \sigma_{xy}(j = 4.8 \text{ kA cm}^{-2}) - \sigma_{xy}(j = 1.9 \text{ MA cm}^{-2})$ in der Probe A.	60
7.5	Vergleich der Hallleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A mit einem Verlauf $\propto T^{-2.32}$	61
7.6	Vergleich der Hallleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B mit einem Verlauf $\propto T^{-2.64}$	61

Tabellenverzeichnis

4.1	Abmessungen der Proben A und B Länge und Breite entsprechen den Abständen zwischen den Longitudinal- und Transversalspannungsabgriffen.	16
6.1	Sprungtemperaturen ohne Magnetfeld bei niedrigen Stromdichten. .	37
6.2	Korrekturparameter für die Pulsmessungen	49

1 Geschichte der Supraleitung

1.1 Der Hintergrund

Supraleitung ist kein neues Phänomen. Die Geschichte ihrer Erforschung beginnt bereits vor über 100 Jahren im Kältelaboratorium der Universität Leiden in Südholland. Heike Kammerlingh-Onnes, dem Leiter und Gründer des Kältelaboratoriums, gelang es 1908 als erstem Helium zu verflüssigen und damit einen neuen Temperaturbereich für Experimente zu erschließen. Dass bereits 1911 die Entdeckung der Supraleitung gelang, ist im damals aktuellen Forschungsinteresse begründet. Gleich die ersten Experimente bei den Temperaturen um den Siedepunkt von Helium (4.2 K bei Atmosphärendruck) waren Widerstandsmessungen an Metallen. Damals war die lineare Widerstandsabnahme bei sinkender Temperatur im Bereich der Raumtemperatur und abwärts bereits bekannt. Auch die Abflachung dieses Verlaufs bei tieferen Temperaturen wurde schon festgestellt, aber über die weitere Entwicklung bis zum Nullpunkt wurde noch spekuliert. Drei Szenarien standen dabei zur Diskussion: 1) Ein stetiges Sinken des Widerstands mit dem Grenzwert der Widerstandslosigkeit beim absoluten Nullpunkt, 2) die Annäherung an einen endlichen Widerstandswert sowie 3) ein Wiederanstieg gegen unendlichen Widerstand. Die ersten Experimente an Gold- und Platinproben unterstützten den zweiten Fall, die Theorie des endlichen Restwiderstands von Matthiessen, jedoch war der Wert des Restwiderstands von der Reinheit der Proben abhängig.

1.2 Die Entdeckung

Um den Einfluss der Verunreinigungen zu minimieren, ging Kammerlingh-Onnes schließlich dazu über, den Widerstand an Quecksilber statt an festen Metallen zu messen, da er hier durch wiederholtes Destillieren die Reinheit noch verbessern konnte. Er erwartete sich davon, die erste der drei Theorien zu bestätigen und eine kontinuierliche Abnahme des Widerstands gegen Null zu beobachten. Stattdessen zeigten die Experimente um 4.2 K einen plötzlichen Abfall von etwas über $0.1\ \Omega$ unter die Nachweisbarkeitsgrenze von $10\ \mu\Omega$ innerhalb von einigen hundertstel Kelvin. So gelang durch den glücklichen Zufall, dass die Sprungtemperatur des

einzigem flüssigen Metalls knapp bei der niedrigsten Siedetemperatur der Edelgase liegt, so kurz nach der Entwicklung der technischen Möglichkeit dazu, der erste Nachweis von Supraleitung [1]. Kammerlingh-Onnes erkannte, dass es sich dabei um einen neuen Zustand der Materie handeln musste und benannte ihn auch gleich als „superconductive state“. Bereits 1913 erhielt er für seine Entdeckung den Nobelpreis.

1.3 Meißner-Ochsenfeld-Effekt

Abgesehen von der Entdeckung weiterer supraleitender Metalle, war der nächste große Schritt die Entdeckung des idealen Diamagnetismus in Supraleitern im Jahr 1933. Walther Meißner und Robert Ochsenfeld beobachteten damals, dass Supraleiter unter ihrer Sprungtemperatur ein äußeres magnetisches Feld bis auf eine dünne Schicht aus ihrem Inneren verdrängen. Im Gegensatz zum nach dem Induktionsgesetz erwarteten Fall, ist dieser Effekt unabhängig davon, ob das Magnetfeld vor oder nach dem Abkühlen unter die Sprungtemperatur eingeschaltet wird. Dieser nach seinen Entdeckern benannte „Meißner-Ochsenfeld-Effekt“ ist also eine zusätzliche Eigenschaft von supraleitenden Materialien und nicht nur eine Folge der idealen elektrischen Leitfähigkeit. Sein Nachweis ist daher auch notwendig um ein Material als supraleitend zu identifizieren. Durch den Meißner-Ochsenfeld-Effekt ist es möglich Supraleiter über einem Magneten (oder umgekehrt) stabil schweben zu lassen. Dieser Umstand wird sehr häufig zu Demonstrationszwecken benutzt, das Bild eines schwebenden Magneten wurde quasi zum Symbol für Supraleitung schlechthin [2].

1.4 Phänomenologische Theorien

In einem 1935 erschienenen Artikel veröffentlichten die Brüder Fritz und Heinz London mit den „London-Gleichungen“ eine phänomenologische Beschreibung von Meißner-Ochsenfeld-Effekt und Nullwiderstand [3]. 1950 erweiterten Vitaly Lazarevich Ginzburg und Lev Landau die Beschreibung der Phänomene durch die Trennung der Materialien in zwei Typen von Supraleitern, nach der Art ihres Phasenübergangs und führten den Ordnungsparameter $\Psi(\vec{r})$ als eine Art Wellenfunktion ein. Dabei kann man $|\Psi(\vec{r})|^2$ als Dichte der supraleitenden Ladungsträger interpretieren [4]. 2003 erhielt Ginzburg dafür gemeinsam mit Alexei Abrikosov, neben Anthony Leggett, den Nobelpreis. Abrikosovs Beitrag dazu war die Vorhersage der magnetischen Flussschläuche in Typ-II-Supraleitern aus der Ginzburg-Landau-Theorie [5]. Während der Meißner-Ochsenfeld-Effekt in Typ I-Supraleitern wie oben beschrieben auftritt bis ab einer bestimmten „kritischen“

magnetischen Feldstärke die Supraleitung zusammenbricht, ist die Situation in Typ II-Supraleitern komplizierter. Hier gibt es zwei kritische Felder, nämlich B_{c1} und B_{c2} , wobei gilt $B_{c1} < B_{c2}$. In kleineren Feldern als B_{c1} verhält sich so ein Material wie ein Typ-I-Supraleiter und in größeren Feldern als B_{c2} geht es ebenfalls in den normalleitenden Zustand über. Zwischen B_{c1} und B_{c2} befindet sich die sogenannte „Shubnikov-Phase“, in der das Magnetfeld auf ganz besondere Art den Supraleiter durchdringt. Es fließen hier keine Ringströme um die ganze Probe, sondern im Inneren um einzelne Flussschläuche, bzw. „Vortices“, in denen die magnetischen Feldlinien gebündelt werden.

1.5 BCS-Theorie

1957 erschien schließlich ein Artikel in dem die beobachteten Phänomene nicht nur theoretisch beschrieben, sondern ein physikalisches Modell ihrer Entstehung vorgestellt wurde. John Bardeen, Leon Neil Cooper und John Robert Shrieffer erklärten, dass Elektronen in einem Supraleiter über die Schwingungen des Gitters, den Phononen, mit einander wechselwirken [6]. Auf diesem Weg koppeln jeweils zwei Elektronen zu einem sogenannten „Cooper-Paar“ und kondensieren gemeinsam in den Zustand einer kohärenten Materiewelle. Für diese „BCS-Theorie“ erhielten die drei Autoren 1972 den Nobelpreis.

1.6 Hochtemperatursupraleiter

Der nächste große Sprung war die Entdeckung der Supraleitung in Kupraten durch Johannes Georg Bednorz und Karl Alexander Müller im Jahr 1986. Sie orientierten sich an den Aussagen der BCS-Theorie und überprüften systematisch Materialien mit einer starken Elektron-Phonon-Wechselwirkung. An Proben aus dem Ba-La-Cu-O System konnten sie schließlich einen starken Abfall des elektrischen Widerstands über 30 K nachweisen [7]. Nachdem sie auch den Meißner-Ochsenfeld-Effekt messen konnten und andere Gruppen ihre Ergebnisse reproduzierten, waren auch alle Zweifel ausgeräumt ob es sich bei dem Widerstandsabfall wirklich um den Übergang zur Supraleitung handelte. Bednorz und Müller erhielten dafür schon 1987 den Nobelpreis. Daraufhin wurden die Kuprate in vielen Forschungsgruppen weiter untersucht, was sich bald bezahlt machte. In den folgenden Jahren wurden schnell hintereinander weitere supraleitende Materialien mit immer höheren Sprungtemperaturen bis zu 135 K in $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ gefunden. Diese Entdeckungen warfen ein großes Rätsel auf. Die bis dahin so erfolgreiche BCS-Theorie konnte diese Materialien nicht erklären, die Bildung von Cooper-Paaren durch Phononen wäre nur bis etwa 40 K zu erwarten gewesen. Tatsächlich

existiert bis heute kein Modell, das diese hohen Sprungtemperaturen begründen kann.

Die Entdeckung der Supraleitung im Y-Ba-Cu-O System im Jahr 1987 bedeutete dabei einen besonderen Umbruch [8]. Die Sprungtemperatur von 90 K lag zum ersten Mal über der Siedetemperatur von Stickstoff ($T = 77$ K), womit viele technische Anwendungen von Supraleitern erst ermöglicht wurden.

1.7 Anwendungen

Inzwischen werden Supraleiter in vielen verschiedenen Bereichen eingesetzt. Supraleitende Magnetspulen sind vor allem in der Medizintechnik—in der Magnetresonanztomographie weit verbreitet, aber auch in der Forschung wie in Teilchenbeschleunigern, Fusionsreaktoren und überall wo hohe starke Magnetfelder benötigt werden nicht mehr wegzudenken. Supraleitende Mikrowellenfilter werden unter anderem in der Mobilfunktechnik verwendet, Supraleitende Kabel werden für die Stromversorgung getestet. Mit SQUIDs (**s**uperconducting **q**uantum **i**nterference **d**evice) lassen sich Gehirnströme messen und mit SMES (**s**uperconducting **m**agnetic **e**nergy **s**torage) sowie levitierenden Schwungrädern werden Möglichkeiten zur Energiespeicherung erforscht. Es gibt supraleitende Magnetschwebbahnen und Josephsonkontakte dienen als Spannungsnormal [9].

Die Liste von Supraleitungsanwendungen ließe sich noch lange fortsetzen, obwohl dabei immer noch das Problem der Kühlung besteht. Der Traum von Supraleitung bei Raumtemperatur ist bis heute leider nicht erfüllt.

2 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

2.1 Die Kristallstruktur von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ist eines der vielen supraleitenden Materialien aus der Familie der Kuprate. Sie alle haben einen ähnlichen Aufbau, der mit der Perowskitstruktur beschrieben werden kann. Perowskit ist eigentlich ein Mineral (CaTiO_3), dessen Name auch als Bezeichnung für seine Kristallstruktur verwendet wird. Die Struktur von CaTiO_3 ist in der Abbildung 2.1 zu sehen. Man muss hier beachten, dass die Bezeichnung Perowskit-Struktur im Allgemeinen für den kubischen Fall verwendet wird, während CaTiO_3 in eine orthorhombische Symmetrie verzerrt ist. Dabei ist das Titanatom von einem Oktaeder aus sechs Sauerstoffatomen umgeben. Diese Sauerstoffatome sind jeweils Teil von zwei Oktaedern, sodass ein Gitter aus Sauerstoffoktaedern entsteht. In den Lücken zwischen den Oktaedern liegen schließlich die Calciumatome.

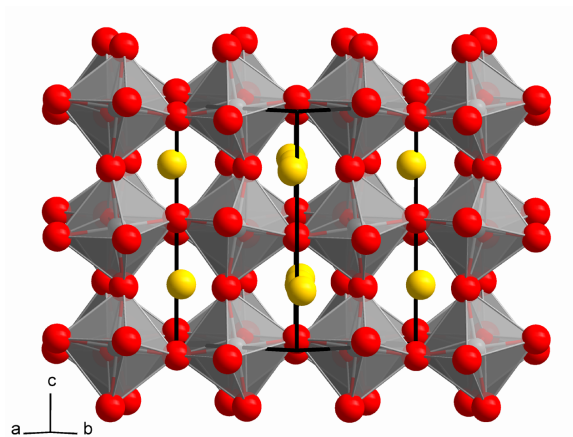


Abbildung 2.1: Die Kristallstruktur von Perowskit (CaTiO_3). (Quelle: [10])

Die Einheitszelle von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ entspricht hier drei Perowskitzellen, die entlang der c -Achse übereinander gestapelt werden. Dabei nimmt das Kupferatom, wie das Titanatom im Perowskit, die Position im Oktaeder aus Sauerstoffatomen ein. In zwei der drei Perowskitzellen liegt nun ein Bariumatom dazwischen, in der dritten übernimmt Yttrium die Position des Calciumatoms.

In dieser Struktur wären allerdings neun Sauerstoffatome pro Einheitszelle vorhanden, während in $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ja höchstens sieben vorkommen. Es „fehlen“

daher zur idealen Perowskitstruktur zwei bis drei Sauerstoffatome. Dadurch befinden sich in $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ die Kupferatome nicht mehr in Sauerstoffoktaedern, sondern in der Grundfläche von quadratischen Pyramiden (über und unter der Ebene aus Yttriumatomen) bzw. in Kupfer-Sauerstoffketten entlang der b -Achse (zwischen den Ebenen aus Bariumatomen und Pyramidenspitzen). Diese Struktur ist in Abbildung 2.2 dargestellt. Im anderen Extremfall von $\delta = 1$ fehlen alle Sauerstoffatome aus den CuO-Ketten.

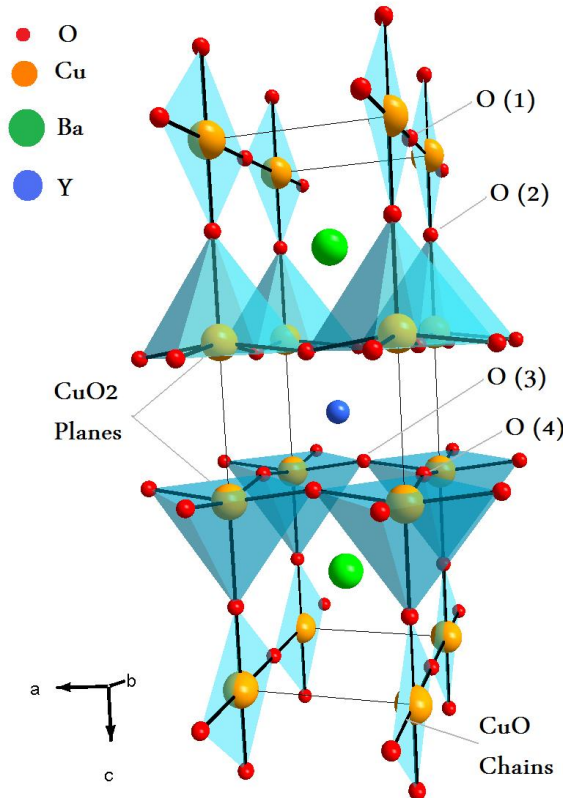


Abbildung 2.2: Die Kristallstruktur von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$. (Quelle: [11])

Die Pyramidengrundflächen bilden damit immer eine Doppelschicht aus CuO_2 -Ebenen mit den Yttriumatomen dazwischen. Diese Kupferoxidschichten sind die wesentliche Gemeinsamkeit aller Kupratsupraleiter. Viele unterscheiden sich von $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ nur darin, dass Yttrium durch ein anderes Element der seltenen Erden ersetzt wird, aber auch ganz andere Schichtungen dieser Ebenen können supraleitend sein. Jedenfalls scheint die Supraleitung in diesen Ebenen zu entstehen, wodurch die Kuprate stark anisotrope Eigenschaften bekommen. So können etwa bei Wismut-Verbindungen die magnetischen Eindringtiefen λ_c bei einem parallel zu den CuO_2 -Ebenen angelegten Magnetfeld den tausendfachen Wert der Eindringtiefen λ_{ab} bei einem Magnetfeld das parallel zur c -Achse liegt erreichen.

Die Kupferoxidschichten können ihre speziellen Eigenschaften aber erst durch

die benachbarten Ebenen entfalten, weil sie von dort mit Ladungsträgern versorgt werden. Im Fall von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ lässt sich das durch den Vergleich von Proben verschiedener Sauerstoffgehalte nachvollziehen.

2.2 Einfluss des Sauerstoffgehalts

Für $\delta = 1$, also $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$, sind in den Ketten gar keine Sauerstoffatome mehr vorhanden. Mit dieser Konfiguration ist YBCO ein Isolator, was zunächst verwunderlich ist. Bei einer Betrachtung der zweifach positiv geladenen CuO_2 -Ebenen würde man auf den ersten Blick ein metallisches Verhalten erwarten. Jedes der Cu^{2+} -Ionen hat ein Elektron an einem der beiden Plätze im $d_{x^2-y^2}$ -Orbital, die sich mit den p_x und p_y Orbitalen der benachbarten Sauerstoffatome überlappen. Es sollte nun jedem der Elektronen möglich sein von einem Kupferatom zum nächsten zu springen, was in der Bilanz von Bindungs- und kinetischer Energie auch günstig wäre. Hinzu kommt allerdings, dass so ein Sprung auch gegen die Coulomb-Abstoßung zwischen den Elektronen erfolgen müsste, was sie offenbar in diesem Fall unmöglich macht. Die lokalisierten Elektronen, können ihren energetischen Zustand damit nur noch durch „virtuelle Sprünge“ zur Ordnung der Spinstellungen optimieren, was zu einem Néelgitter führt. Das bedeutet, dass die Spins der Elektronen benachbarter Kupferionen immer antiparallel stehen und das Material antiferromagnetisch wird. Diese Ordnung wird bis zur Néeltemperatur von ca. 500 K aufrecht erhalten.

Wird der Sauerstoffgehalt etwas erhöht, lagern sich die Sauerstoffatome zunächst wahllos in der Ebene aus Cu-Atomen zwischen den beiden Bariumatomen an. Wenn weiter Sauerstoff eingebracht wird, bilden sich bevorzugt die parallelen CuO-Ketten und damit entsteht in ihrer Richtung die Auszeichnung der b - gegenüber der a -Achse. Die Sauerstoffatome in den Ketten binden dann zwei Elektronen und werden damit zu O^{2-} -Ionen. Diese Elektronen stammen aus den CuO_2 -Ebenen, was dazu führt, dass dort Löcher entstehen, durch die Erhöhung des Sauerstoffgehalts in den Ketten werden also die CuO_2 -Ebenen mit Ladungsträgern dotiert. Jedes zusätzlich dieser Löcher erleichtert den Elektronen an den Kupferatomen sich umzuordnen und damit den Antiferromagnetismus zu schwächen. Mit steigendem Sauerstoffgehalt in den CuO-Ketten nimmt also die Néeltemperatur ab und der Antiferromagnetische Zustand wird zerstört.

Bei weiterer Dotierung entsteht schließlich der supraleitende Zustand in Form einer Kuppel. Die Sprungtemperatur T_c steigt dabei zunächst mit weiterer Dotierung an, erreicht ein Plateau mit relativ geringer Dotierungsabhängigkeit um $T_c = 60 \text{ K}$ und steigt dann erneut bis zum Maximum von $T_c = 90 \text{ K}$ bei optimaler Dotierung an. Wird der Sauerstoffgehalt darüber hinaus weiter erhöht, geht die

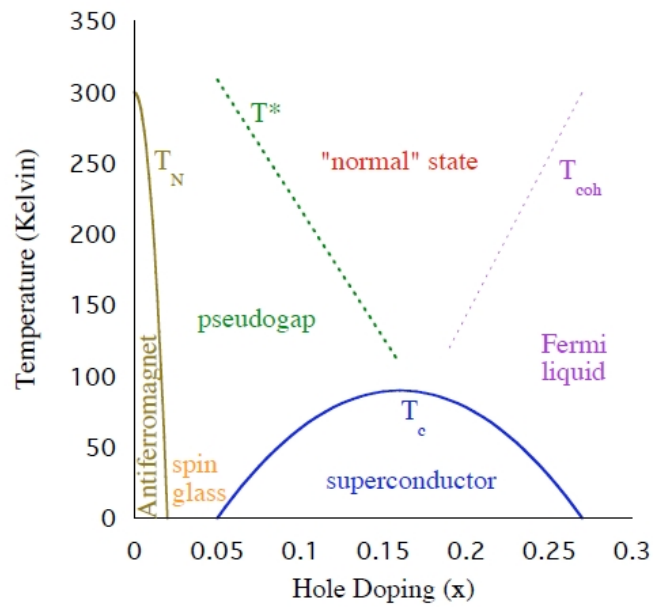


Abbildung 2.3: Phasendiagramm der Kuprate in Abhängigkeit der Löcher pro Kupferion. (Quelle: [12])

Sprungtemperatur wieder auf null zurück und es entsteht ein metallischer Zustand [9, 12]. In der Abbildung 2.3 ist ein schematisches Phasendiagramm der Kuprate dargestellt, das diese Beschreibung illustriert.

3 Das Pseudogap

3.1 Die Entdeckung

Die Geschichte des Pseudogaps beginnt im Jahr 1989 mit der Veröffentlichung einer Reihe von Kernspinresonanzexperimenten. H. Alloul et. al. untersuchten damals unterdotierte YBCO-Proben, dabei wurde deutlich über der Sprungtemperatur ein Abfall der Spin-Suszeptibilität festgestellt [13]. In den Bell-Laboratories wurde, ebenfalls an $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, eine starke Abnahme der Kernspinrelaxation der Kupferatome in den CuO_2 -Ebenen unterhalb von 100 K gemessen [14]. An Proben aus $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_{4-y}$ konnte D. C. Johnston eine ähnliche Unterdrückung erkennen [15].

Dieses Verhalten ähnelt jenem von klassischen Supraleitern bei T_c , wo es auch durch die bei der Paarformation entstehenden Spin-Singulets erklärt werden kann. Das deutet darauf hin, dass der Effekt in den unterdotierten Kupraten ebenfalls auf die Bildung von Cooper-Paaren zurückzuführen ist. Wie passt das aber damit zusammen, dass diese Paarung weit über der Sprungtemperatur stattfindet? Warum führt die Paarung nicht zum Nullwiderstand? Können die Effekte durch einen anderen Mechanismus als die Paarbildung erklärt werden?

Eine mögliche Erklärung könnte ein Übergang in den antiferromagnetischen Zustand sein, wie etwa Johnston und einige Andere meinen, [15]–[17] doch mit weiteren Experimenten kommen auch neue Theorien auf. Im Folgenden werden einige davon aufgeführt.

3.2 Messungen der Wärmekapazität

Obwohl der größte Beitrag zur Wärmekapazität vom Kristallgitter ausgeht, sollte es durch Vergleich mit undotierten Proben möglich sein, eine Energielücke im Beitrag der Ladungsträger zu erkennen. Diese Experimente wurden von J.W. Loram et.al. durchgeführt und zeigen eine lineare Abnahme der Pseudogapenergie mit steigender Dotierung vom antiferromagnetischen Bereich bis leicht über die optimale Dotierung hinaus, wo sie verschwindet. Diese Ergebnisse sprechen dafür, dass das Pseudogap eine Eigenschaft der Zustandsdichte des normalleitenden Zustands ist. In diesem Bild, ist der Pseudogapzustand kein Vorläufer der Supraleitung,

sondern eher ein Konkurrent [18].

3.3 Tunnelspektroskopie

Mittels Tunnelspektroskopie wurden schon bei klassischen Supraleitern die Energielücken vermessen. Dabei wird auf einen Supraleiter eine dünne isolierende Schicht aufgebracht, die wiederum von einer metallischen Schicht bedeckt wird. Legt man nun eine Spannung zwischen dem Supraleiter und dem Metall an, lässt sich der Strom, der von durch die Isolatorschicht tunnelnden Elektronen erzeugt wird, messen. Durch Variation der Spannung erhält man ein Bild der Zustandsdichte der Elektronen bei verschiedenen Energieniveaus. In der Rastertunnelspektroskopie gewinnt man zusätzlich eine räumliche Auflösung, indem anstatt der Metallschicht eine dünne Spitze über die Probe bewegt wird. Ein weiterer Vorteil ist, dass die Oberflächenqualität der Probe nicht beeinträchtigt wird, was bei der kleinen Kohärenzlänge der Hochtemperatursupraleiter sehr bedeutend ist.

Renner et.al. präsentierten 1998 Messungen an $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ (Bi2212) Einkristallen [19]. Dort ist zu sehen, dass die Form der Zustandsdichte der Löcher sich nicht mit der Dotierung ändert, aber die Energielücke mit steigender Dotierung abnimmt. Im Gegensatz dazu bleibt bei gegebener Dotierung die Energielücke für Temperaturen von 4.2 K bis weit über T_c , teilweise bis Raumtemperatur konstant (Siehe Abbildungen 3.1 und 3.2). Mit steigender Temperatur ändert sich die Form der Zustandsdichte und aus dem tiefen Supraleitergap wird das „seichte“ Pseudogap.

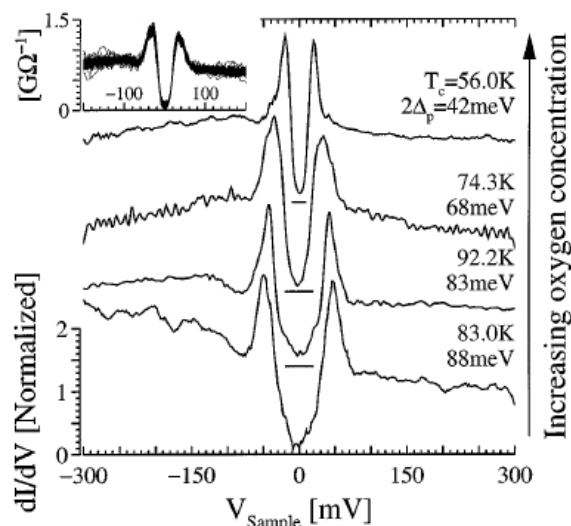


Abbildung 3.1: Tunnelspektrum bei 4.2 K von Bi2212 mit unterschiedlicher Dotierung. (Quelle: [19])

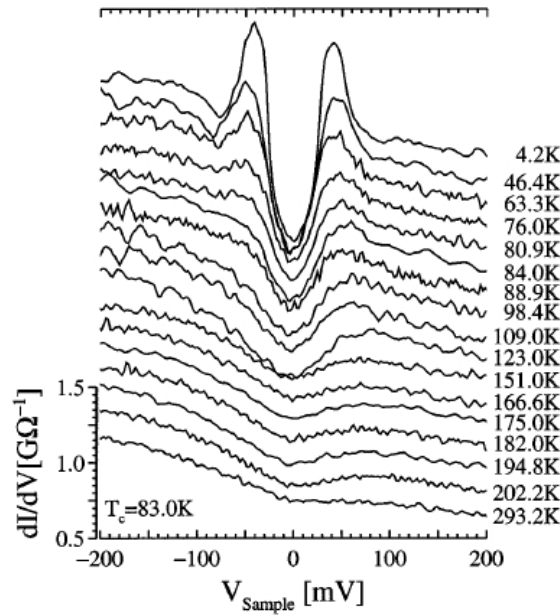


Abbildung 3.2: Tunnelspektrum von unterdotiertem Bi2212 bei verschiedenen Temperaturen. (Quelle: [19])

Diese Messungen sprechen dafür, dass das Pseudogap den selben Ursprung wie das Supraleitergap hat und möglicherweise durch Fluktuationen eine Paarbildung über T_c entsteht.

3.4 ARPES

Angle-resolved photoemission spectroscopy (ARPES) ist eine weitere Methode das Pseudogap zu vermessen. Hierbei bedient man sich des photoelektrischen Effekts, indem man eine Probe mit Photonen definierter Energie beleuchtet und an den austretenden Photoelektronen nicht nur ihre kinetische Energie, sondern auch ihren Austrittswinkel bestimmt.

Die so zu gewinnenden Erkenntnisse ähneln in gewisser Weise jenen der Tunnelspektroskopie. Auch hier lässt sich die Zustandsdichte der Elektronen, wenn auch nicht der Löcher, abhängig von ihrer Energie ermitteln. Bei ARPES-Experimenten erhält man anstatt der räumlichen Auflösung, die Abhängigkeit der Zustandsdichte vom Wellenvektor $\vec{k}$.

So konnte man feststellen, dass Supraleitergap und Pseudogap die selbe $\vec{k}$ -abhängige Symmetrie einer d -Welle aufweisen, was die selben Theorien wie die Tunnelspektroskopie unterstützt [20]. Weitere ARPES-Messungen haben allerdings die Idee aufgebracht, dass die Paarbildung zwar deutlich über T_c , aber unter der Temperatur T^* bei der sich das Pseudogap öffnet, stattfindet. Demnach existiert

neben der Paarbildung ein zusätzlicher Effekt, der zum Pseudogap beiträgt [21].

3.5 Transportmessungen

3.5.1 Nernst-Effekt

Unter dem Nernst-Effekt versteht man ein Phänomen ähnlich dem Hall-Effekt. Wird an eine elektrisch leitende Probe ein Temperaturgradient und normal dazu ein Magnetfeld angelegt, bewegen sich die Ladungsträger entlang des Temperaturgradienten und werden dadurch im Magnetfeld abgelenkt, wodurch wiederum eine Spannung orthogonal zu Temperaturgradient und Magnetfeld entsteht. Im Vergleich zu Metallen ist der Nernst-Effekt in Supraleitern relativ groß, da er hier auf die Flussschläuche wirkt.

Überraschenderweise wurde von der Gruppe um Phuan Ong festgestellt, dass der Nernst-Effekt in unterdotiertem $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ bis zu einer Temperatur T^ν weit über T_c bestehen bleibt [22]. Die zumindest kurzlebige Existenz von Vortices oberhalb der Sprungtemperatur ist ebenfalls ein Hinweis darauf, dass das Pseudogap durch die Paarbildung entsteht. Dieses Bild wurde weiter dadurch gefestigt, dass von der selben Gruppe später auch Diamagnetismus im selben Temperaturbereich nachgewiesen werden konnte [23].

Interessanterweise folgt T^ν aber nicht der selben Abhängigkeit von der Dotierung wie T^* aus den Spektroskopiemessungen. Während T^* mit steigender Dotierung stark abnimmt, ähnelt der Verlauf von T^ν dem der T_c -Kuppel.

3.5.2 Spezifischer Widerstand

Auch bei der Betrachtung des spezifischen Widerstands fallen Effekte auf, die mit dem Pseudogap in Verbindung gebracht werden können. Während die meisten optimal dotierten Kupratsupraleiter einen linearen Widerstandsverlauf von der Sprungtemperatur bis weit über Raumtemperatur haben (siehe z.B. [24]), weichen unterdotierte Materialien vom linearen Verhalten in der Nähe von T^* ab.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ wurde darauf zum Beispiel in [25], [26] und [27] untersucht und eine Erniedrigung des spezifischen Widerstands unter die Fortsetzung des linearen Verlaufs bei höheren Temperaturen festgestellt. Diese Unterdrückung setzt im Temperaturbereich um T^* aus den NMR-Messungen ein und rückt ebenso mit sinkender Dotierung zu höheren Temperaturen. Dieses Verhalten ist auch in Ergebnissen der vorliegenden Arbeit zu erkennen, wobei die Messungen hier nur bis zum Raumtemperaturbereich durchgeführt wurden.

3.5.3 Nichtohmsche Effekte

Abweichungen vom Ohmschen Gesetz sind in Supraleitern nichts außergewöhnliches. Wenn in einer supraleitenden Probe die Stromdichte den kritischen Wert j_c überschreitet, geht die Probe in den normal leitenden Zustand über und die Spannung steigt dabei (ausgeprägt nichtlinear) von null auf einen endlichen Wert mit der Stromdichte. Im Magnetfeld ergeben sich durch den Einfluss der Vortexbewegungen weitere nichtohmsche Effekte. Auch über der Sprungtemperatur lassen sich solche Nichtlinearitäten beobachten, jedoch sind nicht alle davon auf das Pseudogap zurückzuführen.

Durch Amplitudenfluktuationen des Ordnungsparameters entstehen auch noch knapp über T_c kurzlebige supraleitende Bereiche, die positiv zur Leitfähigkeit der Probe beitragen [28]. Mit zunehmender Temperatur nimmt diese Paraleitfähigkeit ab, aber auch durch höhere Stromdichten werden die Fluktuationen unterdrückt. Dadurch ergeben sich auch über der Sprungtemperatur Nichtlinearitäten im Strom-Spannungs-Verhältnis, die nicht mit dem Pseudogap zusammenhängen. Gerade in Kupraten kann die Temperatur bis zu der die Fluktuationen eine Rolle spielen, auch weit über T_c liegen, was die Vermessung des Pseudogaps erschwert [29]. Messungen der Fluktuationen wurden unter anderem in [30] und [31] an optimal dotiertem YBCO durchgeführt.

Darüber hinaus wurde in [32] gezeigt, dass in unterdotiertem $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ nichtohmsche Effekte auftreten, die nicht mit der Unterdrückung der Paraleitfähigkeit erklärt werden können. Diese Effekte sind am deutlichsten an der Hallleitfähigkeit zu sehen und könnten mit dem Pseudogap zusammenhängen.

Diese Arbeit soll an die in [32] vorgestellten Experimente anschließen und Ergebnisse von noch weiter unterdotierten Proben bringen.

4 Proben und Messaufbau

4.1 Die Proben

Die in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden am Institut für Angewandte Physik an der Kepler Universität Linz in der Gruppe um Dr. Pedarnig hergestellt. Bei beiden Proben handelt es sich um dünne Schichten von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ auf einem MgO-Substrat. Die YBCO-Schicht wurde durch Pulsed-Laser-Deposition (PLD) auf dem Substrat abgeschieden. Die kristallographische c -Achse liegt dabei orthogonal zur Probenoberfläche.

4.1.1 Pulsed-Laser-Deposition

PLD ist ein Verfahren, bei dem Laserpulse benützt werden um Material von einem Target als Plasma abzdampfen und an einem Substrat wieder kondensieren zu lassen um einen Film aus diesem Material zu erzeugen. Der Vorteil dabei, gegenüber ähnlichen Verfahren die mit durchgehender Bestrahlung arbeiten, liegt darin, dass mit PLD Filme mit relativ komplizierter stöchiometrischen Zusammensetzung auch mit einem einzelnen Target hergestellt werden können. Wesentlich dafür ist, dass die Ablösung so schnell erfolgt, dass möglichst die gesamte eingebrachte Energie im während des Pulses abgelösten Volumen bleibt und nicht im Target dissipiert wird. So kann sichergestellt werden, dass sich die Komponenten des Targets nicht entmischen und die Zusammensetzung des Plasmas bei jedem Puls gleichbleibend der Zusammensetzung des Targets entspricht. Um eine über die ganze Fläche gleichmäßige Auf- bzw. Abtragung zu gewährleisten, werden sowohl Substrat als auch das Targetmaterial relativ zur Plasmawolke bzw. Laser bewegt.

Die kristallographische Struktur des Films wird durch das Substrat beeinflusst. Wenn, wie in diesem Fall, ein monokristalliner Film mit bestimmter Orientierung gewünscht ist, muss der Gitterabstand des Substratmaterials zu jenem des Films passen. Für c -Achsen orientiertes $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ eignet sich dafür neben dem hier verwendeten (100) MgO zum Beispiel auch (100) SrTiO_3 . Neben der passenden Substratstruktur ist es für den richtigen Filmaufbau auch notwendig, die Diffusion der kondensierenden Atome an die richtigen Gitterplätze zu ermöglichen. Dazu muss das Substrat beheizt werden und das Zusammenspiel

von Oberflächentemperatur, Pulswiederholungsrate und Materialmenge die bei jedem Puls abgelagert wird, optimiert werden [33].

4.1.2 Kontaktpads

Nach der Sauerstoffbehandlung wurden die Kontaktpads vorbereitet. Mittels Plasmaätzen in Sauerstoffumgebung wurden die Kontaktstellen, kreisförmig mit einem Durchmesser von 1 mm maskiert, gesäubert.

Direkt anschließend wurden in der selben Anlage auf den gereinigten Punkten die Kontaktpads aufgedampft. Es handelt sich dabei um eine 100 nm dicke Schicht aus Silber auf die wiederum eine ebenso dicke Goldschicht aufgedampft wird.

4.1.3 Strukturierung

Der Film wird durch ein nasschemisches Ätzverfahren und Fotolithographie mit einer Maske strukturiert. In Abbildung 4.1 ist ein durch das Mikroskop aufgenommenes Foto der Probe A dargestellt, auf dem die Form zu erkennen ist. Die Maske ist so geformt, dass auf dem 10 mm × 10 mm großen Substrat zwei Brücken mit je einer Länge von 0.24 mm und einer Breite von 0.07 mm entstehen. Diese Brücken sind die eigentlich untersuchten Proben, aber nur ein kleiner Teil des Films. Um sie zu vermessen zu können gehen von den Brücken je sechs Verbindungen zu den Kontaktierpunkten aus. Zwei davon schließen in Verlängerung der Brücke mit einer Breite von 1.5 mm für die Stromversorgung an. Die übrigen vier Verbindungen, jeweils zwei an den Längsseiten mit einer Breite von 0.02 mm und einem Abstand von 0.1 mm, führen zu den Abgriffen von Longitudinal- und Transversalspannung. Eigentlich würden dafür drei Kontakte ausreichen, aber so kann die Probe auch verwendet werden, wenn eine der Zuleitungen beschädigt wird. Dies ist beispielsweise bei der Probe A der Fall. Nach außen verbreitern sich diese Kanäle so, dass eine möglichst große Fläche für die Kontaktierungen ermöglicht wird und die Kontakte möglichst weit von der Brücke entfernt sind. Eine Vermessung der Proben unter dem Mikroskop hat von der Maskenform leicht abweichende Abmessungen ergeben. In der Tabelle 4.1 sind die für die Messungen relevanten Dimensionen angegeben. Die Probendicken wurde im Rasterkraftmikroskop ermittelt und betragen bei Probe A 35 nm und 42 nm bei Probe B.

Tabelle 4.1: Abmessungen der Proben A und B

Länge und Breite entsprechen den Abständen zwischen den Longitudinal- und Transversalspannungsabgriffen.

Probe	Länge	Breite	Dicke
Probe A	118 μm	59 μm	42 nm
Probe B	118 μm	59 μm	35 nm

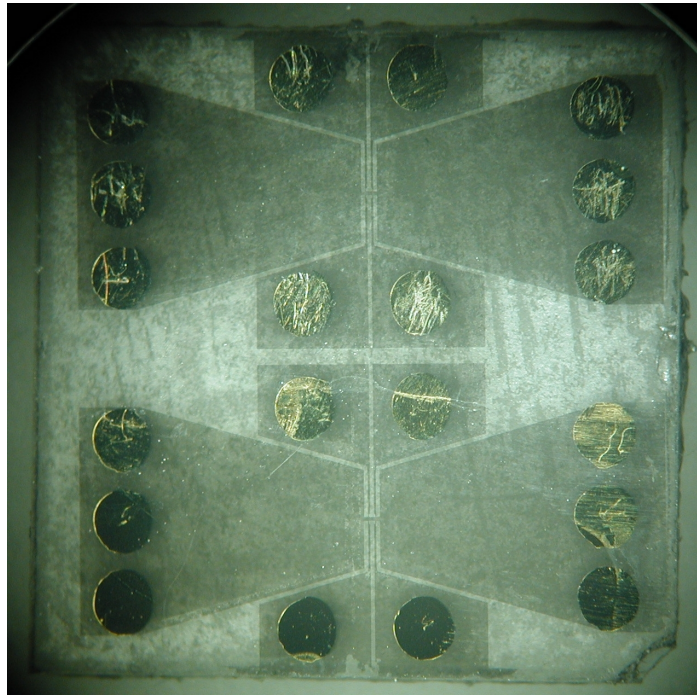


Abbildung 4.1: Mikroskopfoto der Probe A.

4.1.4 Sauerstoffgehalt

Während der Abkühlzeit nach der PLD-Beschichtung wurden die Proben in einer Sauerstoffatmosphäre bei einem geringem Druck aufbewahrt. Dadurch wird der Sauerstoffgehalt der YBCO-Schicht reduziert und die verschiedenen Dotierungen erreicht. Bei der Probe A wurde dabei ein zu niedriger Druck (0.1 mbar) gewählt, worauf hin sie zu schwach dotiert wurde. Aus diesem Grund wurde sie nach der Fertigstellung in einer Sauerstoffumgebung mit 0.55 mbar bei gleichem Temperaturverlauf nachbehandelt.

4.2 Der Kryostat

Die namensgebende Eigenschaft des Kryostaten ist es, die Probe konstant auf bestimmten niedrigen Temperaturen zu halten. Für praktische Messungen muss er aber noch eine ganze Reihe weiterer Aufgaben erfüllen. In den folgenden Abschnitten werden die einzelnen Probleme und ihre Lösungen diskutiert.

4.2.1 Vakuum

Aus mehreren Gründen ist es notwendig im Kryostaten ein Vakuum aufrecht zu erhalten. Einerseits dient es der thermischen Isolation, andererseits verhindert

es, dass Wasser aus der Umgebungsluft am gekühlten Probenspieß und der Probe kondensieren kann. Außerdem schon die Aufbewahrung im Vakuum gerade sauerstoffverarmte Proben besonders. Ein Pumpstand der Firma Pfeiffer Vakuum erzeugt dafür ein Hochvakuum von bis zu 1×10^{-4} mbar bei Raumtemperatur, oder 1×10^{-6} mbar bei laufender Kühlung. Der erreichbare Druck hängt dabei von der Dichtigkeit aller Anschlüsse ab, wobei der Einbau des Messingschilds den größten Einfluss hat. Dieser wird mit Hochvakuumfett der Firma Dow Corning geschmiert und in den oberen Teil des Kryostaten geschoben, wo eine Gummidichtung von außen gegen seine Seitenwand drückt. Der kritische Punkt dabei ist, den Messingschild exakt zu zentrieren. Sechs Madenschrauben, die durch den oberen Kryostatenteil geschraubt werden, drücken in eine Nut im Messingschild und fixieren ihn dadurch in seiner vertikalen Position. Durch Anziehen mit möglichst gleichem Drehmoment der jeweils gegenüberliegenden Schrauben in zwei Stufen, lässt sich meist eine ausreichende Zentrierung erreichen.

4.2.2 Wärmeabschirmung

Da der Großteil der Messungen weit unter der Raumtemperatur durchgeführt wird, ist das möglichst weitgehende Abschirmen der Probe von der Außentemperatur wesentlich.

Der Einfluss der Wärmeleitung wird minimiert, indem die Probe nur über Probenspieß und Kabel mit der Außenwelt verbunden ist. Da die Kühlung ebenfalls über den Probenspieß erfolgt, stellt diese Verbindung kein Problem dar. Die Kabel werden eng am viel massiveren Probenspieß geführt, dadurch haben sie bei der Probe keine wesentlich höhere Temperatur mehr.

Die Wärmeübertragung durch Konvektion wird durch die Evakuierung des Kryostaten vermieden. Siehe dazu auch Abschnitt 4.2.1 auf der vorherigen Seite.

Um die Wärmestrahlung zwischen der Kryostatenaußenwand und der Probe zu unterdrücken werden zwei Schilde dazwischen eingesetzt. Der Aluminiumschild ist am Kaltkopf befestigt und hängt zwischen dem Probenspieß und der äußeren Messingwand. Er ist, bis auf ein kleines Loch mit einem Durchmesser von etwa 5mm, komplett geschlossen und soll die, vom äußeren Messingschild ausgesendete, Wärmestrahlung reflektierten oder zum Kaltkopf ableiten. Das Loch ist notwendig um zu verhindern, dass der Schild das evakuierte Volumen begrenzt, oder ein Druckgefälle entsteht. Direkt am Probenspieß ist um die Probe ein weiterer Schild aus Kupfer angebracht. Dieser verhindert, dass Wärmestrahlung vom Aluminiumschild auf die Probe trifft und sorgt für eine homogene Temperatur um die Probe.

4.2.3 Kühlung und Temperaturregelung

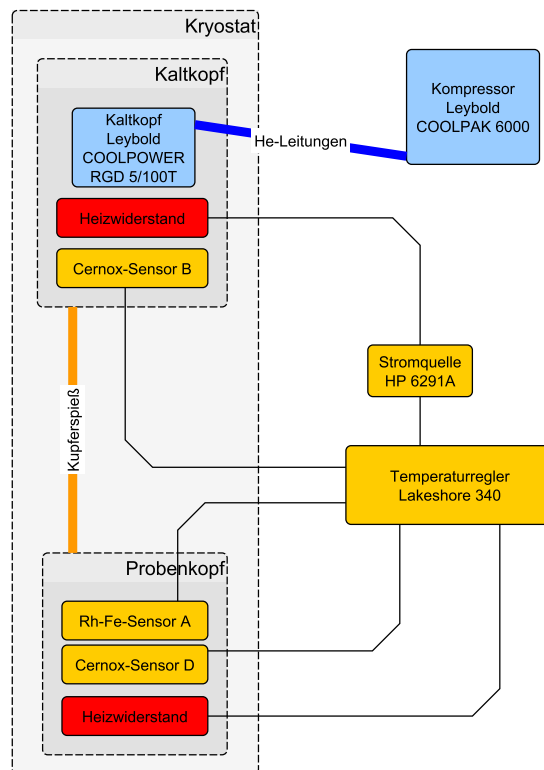


Abbildung 4.2: Schema der Temperaturregelung.

Die Kühlung erfolgt durch ein Refrigeratorsystem, bestehend aus der Kompressoreinheit *Leybold COOLPAK 6000* und dem Kaltkopf *Leybold COOLPOWER RGD 5/100T*. Der Kompressor verdichtet dabei Reinst-Helium, das im Kaltkopf in zwei Stufen wieder expandiert und diesen nach dem Prinzip eines Gifford-McMahon-Verfahrens abkühlt. Der Kompressor selbst muss dabei mit Wasser gekühlt werden [34]. Dies geschieht über einen Sekundärkühlkreis zur Haus-Klimaanlage mit dem auch der Magnet gekühlt wird.

Die Spannungsabfälle an den Proben wurden in einem Temperaturbereich von 8K bis 310K gemessen. Um die Proben dabei auf die gewünschte Temperatur zu bringen und dort zu halten, wurde der Temperaturregler *Lake Shore 340* eingesetzt. Dieser misst die Temperatur an Proben- und Kaltkopf und steuert dort Heizelemente als Gegenspieler zum Kaltkopf des Refrigerators *Leybold COOLPOWER RGD 5/100T*, welcher mit konstanter Leistung kühlt. Die aktuelle Temperatur wird über drei Sensoren ermittelt: Am Kaltkopf ist ein CernoxTM-Temperatursensor angebracht, während am Probenkopf sowohl ein CernoxTM-, als auch ein Rhodium-Eisen-Sensor die aktuelle Temperatur misst. Diese Kombination ist notwendig, weil der Rhodium-Eisen-Sensor zwar auf korrekte Absolutwerte kalibriert ist, al-

lerdings nicht im Magnetfeld verwendet werden kann. Die momentanen Temperaturen der drei Sensoren werden vom Temperaturregler ausgelesen und über eine PID-Regelung die erforderlichen Heizleistungen an Proben- und Kaltkopf ermittelt. Der Temperaturregler steuert mit den errechneten Werten eine Stromquelle (*HP DC Power Supply 6291A*), an die der Heizwiderstand am Kaltkopf angeschlossen ist, während das Heizelement am Probenkopf direkt vom Temperaturregler versorgt wird.

4.2.4 Probeneinbau

Die Proben werden mit *Apiezon-NTM*, einem Hochvakuumfett mit hoher Wärmeleitfähigkeit [35] auch bei tiefen Temperaturen, auf ein Probenplättchen aus Reinstkupfer geklebt. (Siehe Abbildung 4.3) Auf dem Probenplättchen ist eine Steckerleiste mit sechs Stiften angebracht. An die beiden äußeren Stifte wurde jeweils ein 3.3 k Ω Widerstand gelötet, auch diese wurden mit *Apiezon-NTM* thermisch mit dem Probenplättchen verbunden, um zu verhindern, dass die Probe unabhängig von der Temperaturregelung beheizt wird. Die Stifte, bzw. die Widerstände lassen sich dann mit Hilfe von Golddraht und Leitsilber mit den Probenkontakten verbinden. Das so bestückte Probenplättchen wird dann an die Buchsenleiste am Probenkopf gesteckt und mit einer Messingschraube und wiederum einer Fettschicht befestigt.

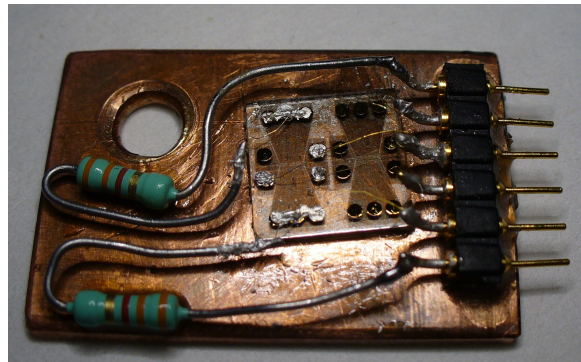


Abbildung 4.3: Das Probenplättchen mit kontaktierter Probe.

4.2.5 Verkabelung

Die in 4.2.4 beschriebene Buchsenleiste ist über Lötkontakte mit den Innenleitern von sechs Koaxialkabeln verbunden. Zwei davon (die beiden äußeren) dienen der Stromversorgung und werden entlang des Probenspießes direkt nach oben geführt. Die inneren vier sind die Verbindung zur Messung von Longitudinal- und Hallspannung. Diese können etwa 5 cm oberhalb des Probenkopfs an einer Steck-

verbindung unterbrochen werden. An dieser Stelle lässt sich bei Bedarf ein Impedanzwandler dazwischen stecken, für seine Versorgung gehen zwei weitere Kabel links an dieser Steckverbindung nach oben. Ein Foto des Probenspießes mit eingebauter Probe ist in Abbildung 4.4 zu sehen.

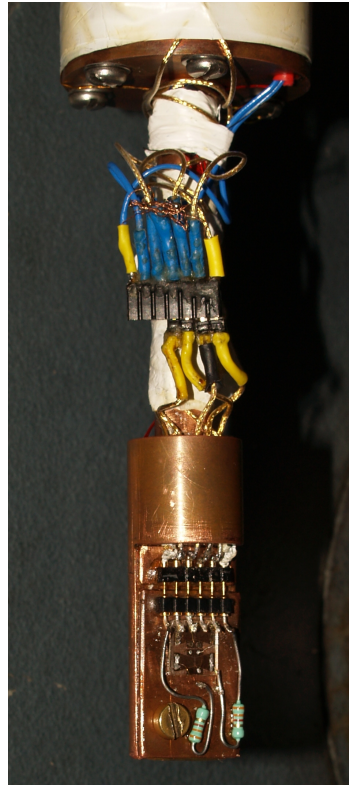


Abbildung 4.4: Der Probenspieß mit eingebauter Probe.

Alle Kabel, sowie gegebenenfalls der Impedanzwandler, werden mit Teflonband an den Probenspieß gebunden. Damit werden ein thermischer oder elektrischer Kurzschluss mit dem Aluminiumschild, sowie Vibrationen vermieden. Etwa auf der Höhe des Kaltkopfs werden die Kabel mit BNC-Buchsen verbunden die Vakuumdicht außen an den Kryostaten geschraubt sind. Hier liegt auch eine der größten Fehlerquellen für die Aufrechterhaltung des Vakuums, da der Anschluss zum „V+“-Kontakt einen Riss hat und nur mit Vakuumfett abgedichtet wird. (Siehe Abbildung 4.5)

4.3 Der Magnet

Der Kryostat ist so befestigt, dass die Probe sich zwischen den Polkernen des Elektromagneten *Bruker B-E 15 S8* befindet. Der Magnet wird vom Netzgerät *FuG NTN-2800-65* versorgt, das händisch oder vom Computer aus bedient werden kann.



Abbildung 4.5: Anschlüsse am Kryostaten:

Außen befinden sich die sechs Verbindungen zu den Probenkontakten, in der Mitte der Anschluss für die Temperatursensoren und Heizwiderstände.

Bei der minimalen praktikablen Spaltbreite erreicht der Magnet seine maximale magnetische Flussdichte von 1 T bei einer Stromstärke von 30 A. Alle Messungen in dieser Arbeit erfolgten entweder bei 30 A, oder bei abgeschaltetem Magneten, eine genaue Messung der Flussdichte war daher nicht erforderlich. Der Magnet wird im selben Kreislauf wie der Heliumkompressor gekühlt.

5 Messungen

Im Zuge dieser Arbeit wurden an zwei Proben Messungen durchgeführt. Bei beiden Proben wurden im Messaufbau ohne Verstärker der Widerstandsverlauf im Temperaturbereich von 310 K bis 8 K ohne Magnetfeld mit einer Stromstärke von $10\text{ }\mu\text{A}$ aufgenommen. Mit $100\text{ }\mu\text{A}$ wurde an ausgewählten Temperaturen der longitudinale sowie der transversale Spannungsabfall in einem Magnetfeld mit einer Flussdichte von 1 T, sowie ohne Magnetfeld gemessen. Im Messaufbau mit Verstärker wurden die Proben schließlich bei verschiedenen Stromstärken bis 70 mA in Pulsen von $3\text{ }\mu\text{s}$ untersucht. Dabei wurden in bestimmten Temperaturschritten ebenfalls mit und ohne Magnetfeld die Spannungsabfälle parallel und orthogonal zur Stromrichtung gemessen.

5.1 DC-Sweep Messungen

5.1.1 Messaufbau

An beiden Proben wurden Messungen bei kontinuierlich sinkender Temperatur durchgeführt. Für diese Messungen wurde der Kryostat nach vorne gezogen, so dass er sich nicht mehr zwischen den Polkernen des Magneten befand. Dadurch lässt sich vermeiden, dass eine eventuell vorhandene Restmagnetisierung, trotz ausgeschaltetem Magneten, die Ergebnisse beeinflusst.

Die Stromversorgung erfolgt über ein *KEITHLEY 2400-LV Source-Meter®*, die an der Probe abfallende Spannung wird von einem *KEITHLEY 2182 Nanovoltmeter* erfasst. Beide Geräte werden über das TestPoint-Programm `DC-Sweep.tst` gesteuert und ausgelesen. In der Abbildung 5.1 ist der Aufbau dieser Messungen dargestellt.

Der Temperaturregler wurde auf eine Abkühlgeschwindigkeit von 0.3 Kmin^{-1} bei einer Starttemperatur von 310 K programmiert. Die aktuelle Temperatur von Proben- und Kaltkopf wird ebenfalls vom Programm ausgelesen.

5.1.2 DC-Sweep.tst

In der Abbildung 5.3 ist das User-Interface von DC-Sweep zu sehen. Im Feld *Current [A]* wird die Stromstärke, die das Source-Meter ausgeben soll, in Ampere eingegeben. Bei beiden Proben wurden $10\text{ }\mu\text{A}$ gewählt. *Delay* ist die Zeit in Se-

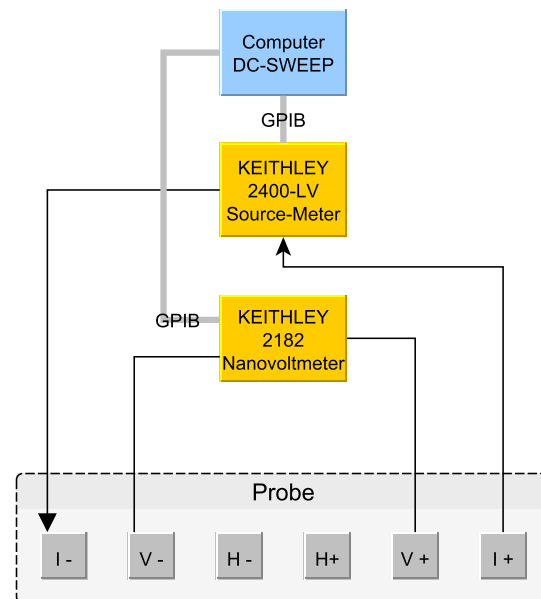


Abbildung 5.1: Schematischer Messaufbau der Gleichstrom-Messungen mit DC-Sweep ohne Temperaturregelung. (Siehe 4.2)

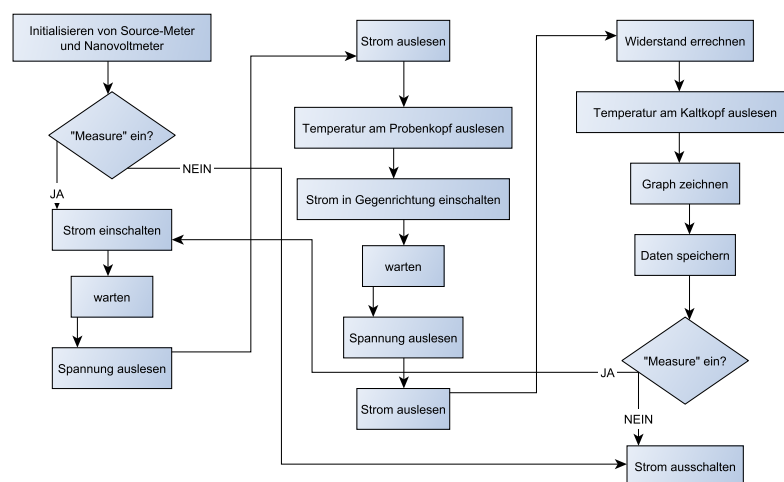


Abbildung 5.2: Schematischer Ablauf von DC-Sweep.

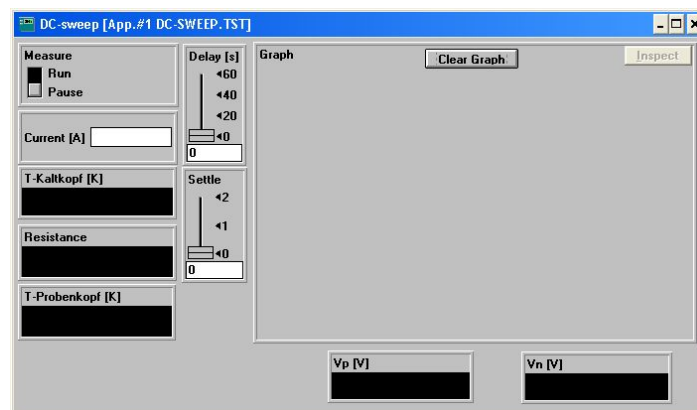


Abbildung 5.3: Userinterface von DC-Sweep.

kunden, die zwischen zwei Messungen abgewartet werden soll, während *Settle*, ebenfalls in Sekunden, den Abstand zwischen dem Einschalten des Stroms und der Spannungsmessung bezeichnet. Für die Messungen an den beiden Proben wurde jeweils eine Sekunde Delay und Settle eingestellt. Mit dem Umlegen des *Measure*-Schiebers von „Pause“ auf „Run“ wird das Programm gestartet und läuft nach dem in Abbildung 5.2 dargestellten Schema ab. Während die Messung läuft, lassen sich auf den Anzeigen die Temperatur an Proben- und Kaltkopf, die Spannungsabfälle für beide Stromrichtungen sowie der daraus errechnete Widerstand ablesen. Außerdem kann auf dem Graph der Widerstandsverlauf mitverfolgt werden.

5.2 DC-Hall Messungen

5.2.1 Messaufbau

Nach den Sweepmessungen wurden die Proben in einem Aufbau untersucht, der es auch ermöglicht den Hall-Effekt zu messen. Dazu wird der Kryostat zwischen die Polschuhe des Elektromagneten geschoben und der Magnet gedreht bis das Feld im rechten Winkel zur Probenoberfläche, also parallel zur *c*-Achse des Kristallgitters, steht. Die genaue Ausrichtung musste dafür geschätzt werden, da sich der richtige Winkel bei jedem Einbau einer Probe in den geschraubten Probenhalter verändert hat.

Im Gegensatz zu den DC-Sweep Messungen muss hier der Temperaturregler vom Computer aus gesteuert werden. Das ist notwendig, weil für jeden Messwert mehrere Messungen mit unterschiedlichen Magnetfeldern durchgeführt werden und währenddessen die Temperatur konstant gehalten werden muss. Dazu wird das TestPoint-Programm `DC-Hall.tst` eingesetzt. Daraus ergibt sich der Vorteil,

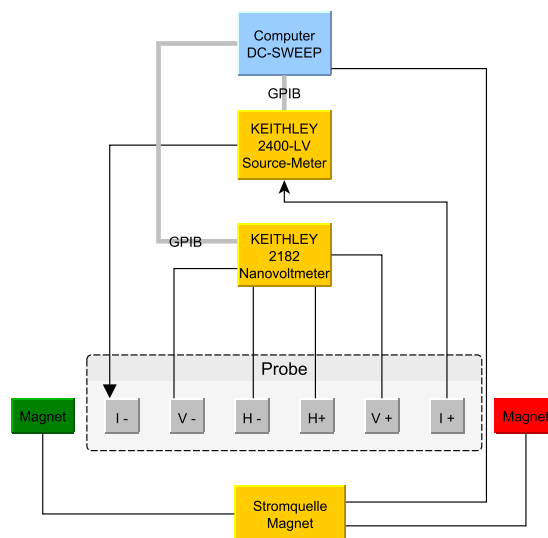


Abbildung 5.4: Schematischer Messaufbau der Messungen mit DC-Hall ohne Temperaturregelung. (Siehe 4.2)

dass auch die Temperaturintervalle zwischen den Messpunkten frei und variabel gewählt werden können. Da der Verlauf des Widerstands im Temperaturbereich 8 K bis 310 K ja aus den Sweepmessungen bekannt ist, lassen sich in den steileren Bereichen kleinere Temperaturintervalle einstellen.

Wie bei den vorhergehenden Messungen wurde die Probe von einem *KEITHLEY 2400-LV Source-Meter*® mit Strom versorgt. Hier wurde allerdings eine Stromstärke von $100\,\mu\text{A}$ gewählt um einerseits den Hall-Effekt deutlich messen zu können, aber andererseits noch als Vergleichsmessung bei niedrigen Stromdichten (im Gegensatz zu den gepulsten Messungen) zu gelten. Die longitudinale und die transversale Spannung werden mit den beiden Kanälen des *KEITHLEY 2182 Nanovoltmeter* erfasst. Der sensiblere Kanal 1 wird dabei für die Transversalspannung verwendet während der Kanal 2 für die um mehrere Größenordnungen höhere Longitudinalspannung eingesetzt wird. Die Stromquelle und das Nanovoltmeter werden ebenfalls mit `DC-Hall.tst` gesteuert.

Um den Hallwiderstand ρ_{yx} und weiter die Hallleitfähigkeit σ_{xy} zu bestimmen, muss die transversal an der Probe abfallende Spannung im Magnetfeld gemessen werden. Um ρ_{yx} errechnen zu können, wird die Transversalspannung in beiden Polungsrichtungen des Magnetfelds ermittelt. Da sich mit dem umgekehrt gepolten Magnetfeld auch das Vorzeichen der Hallspannung ändert, können damit Spannungen aus anderen Effekten zwischen den Kontakten H+ und H- herausgerechnet werden. Darüber hinaus wird über einige Umpolungszyklen gemittelt um exaktere Werte zu erhalten. Auch der Magnet wird über das Messprogramm bedient.

5.2.2 DC-Hall.tst

Das Programm `DC-Hall.tst` dient zur Messung von 4-Punkt-Widerstand und Hall-Effekt bei verschiedenen frei wählbaren Temperaturen. In der Abbildung 5.5 ist die Benutzeroberfläche von `DC-HALL.tst` dargestellt. Die darin enthaltenen Elemente werden im Folgenden erklärt.

- *NPLC-Speed*: Mit diesem Schalter kann die Integrationszeit des A/D-Wandlers im Nanovoltmeter gewählt werden. Damit lässt sich die Messung auf Geschwindigkeit oder Rauscharmut optimieren. NPLC steht für „number of powerline cycles“ und bezieht sich auf die Anzahl von Netzspannungstakten über die integriert wird. Während bei der Einstellung „Medium“ über einen Takt integriert wird, sind es bei „Slow“ fünf. Bei den Messungen für diese Arbeit wurde die Einstellung „Slow“ gewählt, da sie im Vergleich zu anderen Faktoren keinen allzu großen Einfluss auf die gesamte Messzeit hat.
- *TempDiff*:: Hier wird die gewünschte Temperaturdifferenz zwischen Kaltkopf und Probenkopf in Kelvin eingegeben. Das Programm stellt dann die Kaltkopf-Setpoints im Temperaturregler um den hier gewählten Wert niedriger als die jeweiligen Probenkopf-Setpoints ein. Für Messungen über den gesamten Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und dem erreichbaren Minimum von etwa 8 K hat sich eine Differenz von 4 K bewährt.
- *TempStab[s]*: In diesem Feld gibt man die Zeit in Sekunden an, die nach dem Einstellen der Setpoints gewartet werden soll, bis die Messungen beginnen. Wird die Wartezeit zu kurz gewählt, kann sich vor allem bei größeren Temperaturintervallen kein Gleichgewicht einstellen und die Messungen in den verschiedenen Magnetfeldern finden bei unterschiedlichen Temperaturen statt. Bei einigen großen Intervallen nacheinander verstärkt sich dieses Problem weil die tatsächliche Temperatur der gewünschten immer weiter hinterher hinkt. Diese Einstellung muss also vorsichtig gewählt werden, wobei allerdings auch die gesamte Dauer einer Messung stark von ihr abhängt.
- *FieldCurr[A]*: Die Stromstärke in Ampere in den Magnetspulen wird hier eingestellt. Das Programm steuert das Netzgerät des Magneten so, dass in einer Rampe mit kleinen Schritten die Stromstärke für die Messungen gesteigert wird, bis der eingegebene Wert erreicht wird.
- *NpC*: Mit diesem Schieber lässt sich festlegen über wie viele Spannungswerte bei jeder Ablesung gemittelt werden soll. Der hier eingestellte Wert gilt für longitudinale wie transversale Spannung bei jeder Datenübermittlung vom Nanovoltmeter

- *CpM*: Das sind die Messzyklen pro Magnetfeldorientierung. Der Unterschied zur NpC-Einstellung besteht darin, dass auch die Temperaturen mehrfach gemessen werden und alle Messdaten einzeln abgespeichert werden.
- *Current [A]*: In diesem Feld wird die Stromstärke in Ampere, die in der Probe fließen soll festgelegt. Da hier ein Tippfehler zur Zerstörung der Probe führen kann, sollte dieser Wert genau überprüft werden, bevor die Messung gestartet wird. Für diese Arbeit wurden alle Messungen mit DC-Hall bei 100 μ A (also dem Wert „100E-6“ im Feld) durchgeführt.
- *Umpolungen*: Hier wird die Anzahl der kompletten Umpolungszyklen, die bei jeder eingestellten Temperatur durchlaufen werden, eingetragen. Die dabei gemessenen Werte werden vom Programm nicht gemittelt, sondern als eigene Zeile in die Messdatei abgespeichert. Dadurch lässt sich im Nachhinein überprüfen ob die Temperatur während der Umpolungen konstant geblieben ist und wie weit die Messwerte streuen.
- *ScaleCH1, ScaleCH2*: In den Feldern ScaleCH1 und ScaleCH2 stellt man den Messbereich der beiden Kanäle am Nanovoltmeter in Volt ein. Die erlaubten Werte ergeben sich durch das Messgerät und lauten 0.01, 0.1, 1, 10, 100 für Kanal 1 und 0.1, 1, 10 für Kanal 2. Da der kleinste Messbereich von 10 mV nur in Kanal 1 möglich ist, wird dieser für die Transversalspannung und Kanal 2 für die Longitudinalspannung eingesetzt.
- *Initiate*: Mit dem Umlegen des Schalters auf „On“ werden Stromquelle, Nanovoltmeter und Magnet für die Messungen vorbereitet. An das Nanovoltmeter werden die Einstellungen für die Messbereiche und die Integrationszeit des A/D-Wandlers ausgegeben. Die Stromquelle erhält den unter „Current [A]“ gewählten Wert für die Stromstärke. Außerdem werden die beiden Geräte mit ihren Triggereinstellungen so auf einander abgestimmt, dass die Stromquelle beide Stromrichtungen nacheinander ausgibt und das Nanovoltmeter in beiden Fällen die Spannungen aufzeichnet. Um sicherzustellen, dass der Magnet vor den Messungen ausgeschaltet ist, wird die Stromstärke in den Spulen explizit auf 0 A gesetzt.
- *Start*: Wird dieser Schalter auf „On“ gestellt, beginnt der folgendermaßen ablaufende Messprozess:
 1. Aus der Datei `temps.txt` wird die gewünschte Messtemperatur ausgelesen und an den Temperaturregler ausgegeben. Danach wird die in „TempStab[s]“ eingegebene Zeit gewartet.
 2. Die Stromstärke in den Magnetspulen wird auf den in „FieldCurr[A]“ gewählten Wert erhöht.

3. Die Temperaturen von Kalt- und Probenkopf werden vom Temperaturregler abgefragt.
 4. Der in „Initiate“ vorbereitete Ablauf von Stromfluss in beide Richtungen und Spannungsmessungen wird gestartet und je nach „NpC“-Einstellung mehrfach wiederholt.
 5. Die gemessenen Spannungen werden abgefragt.
 6. Die Spannungsmittelwerte und der Probenwiderstand werden errechnet.
 7. Die Graphen werden aktualisiert.
 8. Die Stromstärke in den Magnetspulen wird wieder auf 0 A gedrosselt und die Punkte 3 bis 7 wiederholt.
 9. Mit umgekehrter Magnetpolung, aber wiederum mit der in „FieldCurr[A]“ gewählten Stromstärke, werden die Punkte 3 bis 7 erneut durchlaufen.
 10. Die ermittelten Spannungen, Temperaturen und Widerstände werden in der Datei `data.txt` abgespeichert.
 11. Die Punkte 2 bis 10 werden je nach Einstellung „Umpolungen“ mehrfach wiederholt.
 12. Die nächste Zeile aus der Datei `temps.txt` wird gelesen und der ganze Prozess wiederholt bis die letzte Temperatur erreicht ist.
- *SetTemp[K]*: In dieser Anzeige kann der aktuelle Setpoint am Probenkopf abgelesen werden.
 - *Field[A]*: Hier wird die gewünschte Stromstärke in den Magnetspulen in Ampere angezeigt.
 - *SetField[V]*: An der Anzeige „Setfield[V]“ erkennt man die Spannung in Volt, die gerade an den Magnetspulen anliegt.
 - *Temp.A[K]*, *Temp.B[K]*, *T*: In den Anzeigen „Temp.A[K]“ und „Temp.B[K]“ werden die aktuellen Temperaturen in Kelvin von Proben- und Kaltkopf dargestellt. Die grüne Leiste „T“ ist ein Fortschrittsbalken an dem sich erkennen lässt wie lange noch mit der Messung gewartet wird. (Siehe Punkt 1 im Programmablauf)
 - *Graph.z*, *Graph.p*, *Graph.n*: Hier können die bereits gewonnenen Messergebnisse mitverfolgt werden. In den Graphen werden, getrennt nach den verschiedenen Magnetfeldern, Longitudinal- und Transversalspannung gegen die Probenkopftemperatur aufgetragen. Die Longitudinalspannungen werden mit schwarzen Kreuzen, die Transversalspannungen mit grünen Kreisen markiert. „Graph.z“, zeigt dabei die Spannungen bei ausgeschaltetem

Magnet. In „Graph_p“ und „Graph_n“ werden die Messwerte bei den beiden Polungsrichtungen mit der in „Field[A]“ gezeigten Stromstärke dargestellt. In den drei Graphen sind die Werte auf der Abszisse als Temperaturen in Kelvin zu lesen. Auf den Ordinaten sind Spannungen in Volt aufgetragen, wobei sich die linke auf die Longitudinal- und die rechte auf die Transversalspannung bezieht.

- *Graph_hall*: Hier werden die errechneten Hallspannungen dargestellt. Die dabei verwendete Formel lautet
$$U_{Hall} = \frac{U_{trans,n} - U_{trans,p}}{2}$$
 Wiederum sind auf der Abszisse die Temperaturen des Probenkopfs in Kelvin und auf der Ordinate die Hallspannungen in Volt aufgetragen.

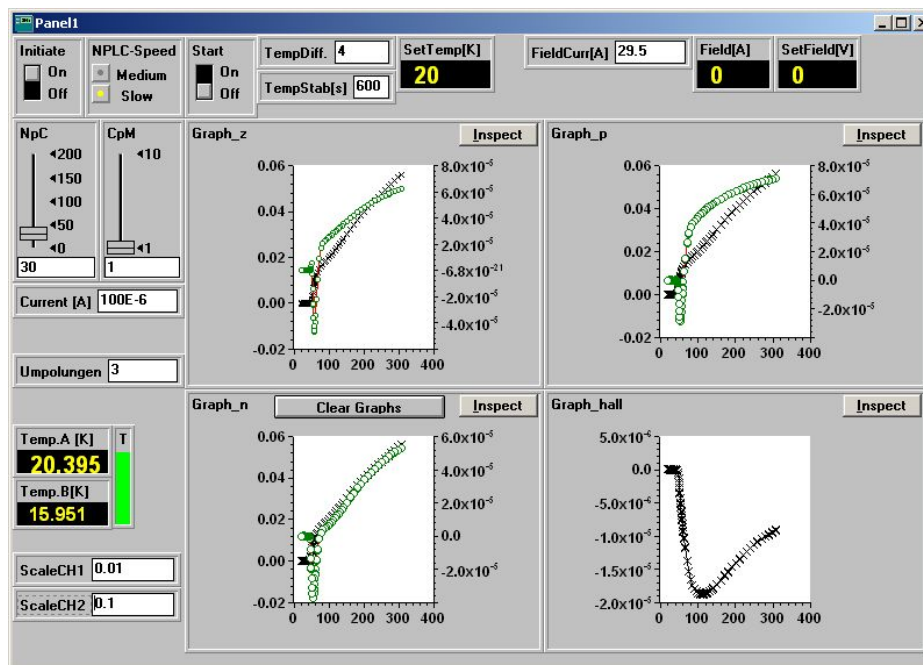


Abbildung 5.5: Benutzeroberfläche von DC-HALL.tst.

5.3 Gepulste Messungen

Die Pulsmessungen dienen dazu, die Proben bei hohen Stromdichten von mehreren MAcm^{-2} zu vermessen. Da die Proben bei Gleichstrommessungen mit so hohen Stromdichten zu stark aufgeheizt würden, werden hier nur kurze Strompulse im μs -Bereich durch die Probe geleitet.

5.3.1 Impedanzwandler

Da die Proben hohe Kontaktwiderstände im Bereich von einigen $k\Omega$ haben, bilden sie gemeinsam mit den Kapazitäten in den Kabeln einen Tiefpass. Dieses Verhalten ist für Messungen mit Strompulsen sehr ungünstig, da so die angelegten Spannungspulse eine zu hohe Mindestdauer benötigen, damit sich ein stabiles Signal einstellen kann. Da die Probe aber bei möglichst hohen Stromdichten möglichst wenig aufgeheizt werden sollen, wären kürzere Pulslängen erstrebenswert. Um dies zu ermöglichen, wird für die Pulsmessungen ein Impedanzwandler im Kryostaten eingebaut, der die Zeitkonstanten verkürzt. Damit auch große an der Probe abfallende Spannungen gemessen werden können, hat dieser den Abschwächungsfaktor 100. Um die Messungen weiter zu beschleunigen, wird außen am Kryostat eine zweite Impedanzwandlerstufe an die BNC-Kontakte gesteckt, in dessen Gehäuse außerdem die Anschlüsse für die Versorgung des Impedanzwandlers und ein zusätzlicher Ausgang für das Signal von einem der Transversalspannungskontakte untergebracht sind. Der Impedanzwandler im Kryostaten und die zweite Impedanzwandlerstufe wurden von Tobias Kitzler konstruiert und sind in seiner Diplomarbeit genau beschrieben [36].

5.3.2 Messaufbau

Der Aufbau der Pulsmessungen ist in der Abbildung 5.6 schematisch dargestellt und lässt sich folgendermaßen beschreiben:

5.3.2.1 Die GaGe-Karte

Die Messung der Spannungen geschieht mit der, im Messcomputer verbauten, Oszilloskopkarte *GaGe Razor CS-1642*. Sie hat vier Kanäle zur Spannungsmessung mit Messbereichen von $\pm 100\text{ mV}$ bis zu $\pm 50\text{ V}$ und digitalisiert die Signale mit einer Abtastrate von 200 MSs^{-1} . Diese Daten können direkt vom Messprogramm ausgelesen werden, alternativ lässt sich die Karte auch über das Programm *GaGeScope* ähnlich wie ein Oszilloskop bedienen.

5.3.2.2 Das Oszilloskop

Das Oszilloskop *Tektronix® Digital Scope TDS 430A* wird über den Anschluss am Gehäuse der zweiten Impedanzwandlerstufe mit einem der Kontakte zur Hallspannungsmessung an der Probe verbunden. Dies ist aus zwei Gründen notwendig: Einerseits lässt sich so die Form des Signalpulses schnell beurteilen. Das ist bei der Wahl der Messfenster für Nullpotential und Pulspotential sehr hilfreich, da

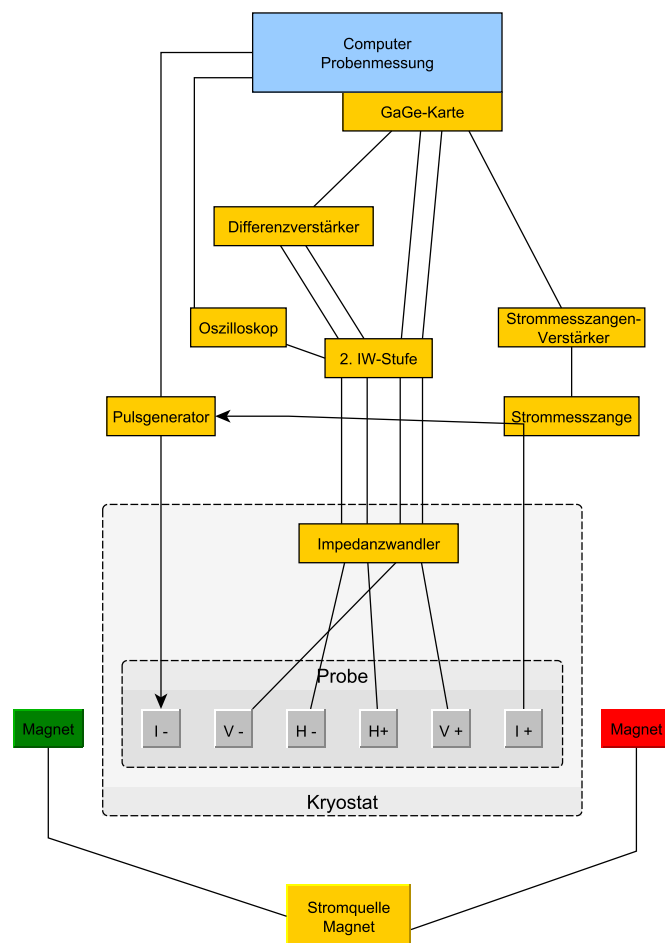


Abbildung 5.6: Schematischer Messaufbau der Pulsmessungen ohne Temperaturregelung. (Siehe dazu Abbildung 4.2)

die Pulsform nicht in GaGeScope betrachtet werden kann während das Messprogramm läuft. Der zweite Grund ist, dass ohne das Oszilloskop die Signale der Transversalspannungskontakte nur nach der Subtraktion im Differenzverstärker ausgelesen würden. Dabei ginge die Information verloren auf welchem Potentialniveau (bezogen auf die Longitudinalspannung) sich diese befinden. Um diesen Wert an das Messprogramm zur Optimierung der Offsetspannung zu übermitteln, wird das Signal eines einzelnen Hallkontakts im Oszilloskop aufgenommen.

5.3.2.3 Stromversorgung und Strommessung

Die Stromversorgung der Probe erfolgt mit dem Zweikanal-Pulsgenerator *Avtech AVR-7B-B-PN-SCHA*. Seine beiden Ausgänge sind über die BNC- Buchsen außen am Kryostaten mit je einem der Stromkontakte an der Probe verbunden. Da sowohl der positive als auch der negative Kanal Spannungspulse von bis zu 700 V gegen Masse ausgeben kann, lassen sich im Prinzip bis zu 1400V an die Probe anlegen [37]. Die durch die Probe fließende Stromstärke wird mit Hilfe der Strommesszange *Tektronix®Current Probe A6302* gemessen [38]. Um das Signalrauschen zu verringern und exaktere Werte zu erhalten, wurden zehn Drahtwindungen durch die Zange geführt. Die Strommesszange ist an den Verstärker *Tektronix®Current Probe Amplifier AM503* angeschlossen, an dem auch der Messbereich der Zange eingestellt werden kann und die Zange entmagnetisiert wird [39]. Der Ausgang des Verstärkers wird mit dem Kanal 4 der Gage-Karte verbunden.

5.3.2.4 Longitudinal- und Transversalspannungsmessung

Die Signale von den Longitudinalspannungskontakten werden durch den Impedanzwandler im Kryostaten mit kapazitiven Spannungsteilern um den Faktor 100 abgeschwächt und an die zweite Impedanzwandlerstufe weitergeleitet. Dort wird die Impedanz an die weitere Verbindung angepasst bevor das Signal schließlich von der GaGe-Karte in den Kanälen 1 und 2 in 8000 Punkten digitalisiert wird. Die Karte mittelt über eine wählbare Anzahl von Pulsen, die daraus entstehenden Daten werden dann vom Programm weiter verarbeitet. (Siehe Abschnitt 5.3.3)

Die an den Transversalspannungskontakten entstehenden Signale werden im Kryostaten-Impedanzwandler möglichst unabgeschwächt angepasst, da sie auch bei den höchsten Stromdichten nur klein sind. In der zweiten Impedanzwandlerstufe wird das Signal eines der Kontakte vor der Umwandlung geteilt und nach der jeweiligen Impedanzanpassung an das Oszilloskop sowie gemeinsam mit dem Signal des zweiten Kontakts an den Differenzverstärker weitergeleitet. (Siehe Abschnitt 5.3.2.2)

Der Differenzverstärker *LeCroy DA1855A Differential Amplifier* bildet die Diffe-

renz zwischen den Signalen der Transversalspannungskontakte und schickt das daraus entstehende Signal an den Kanal 3 der GaGe-Karte. In der Abbildung 5.7 ist eine Schaltskizze des Messaufbaus zu sehen.

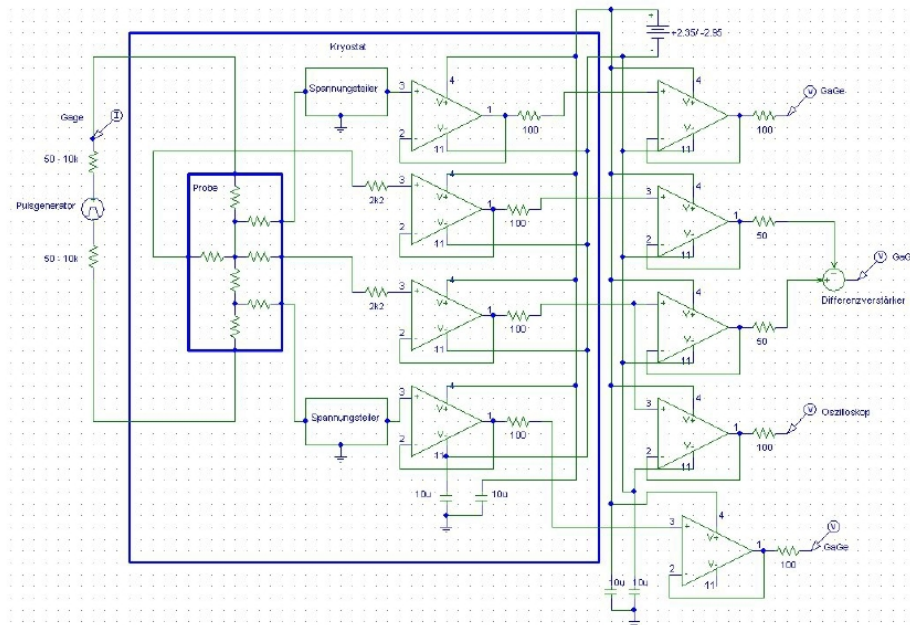


Abbildung 5.7: Schaltskizze des Messaufbaus zur Pulsmessung. (Quelle: [36])

5.3.3 Das Programm „Probenmessung.tst“

Im Vergleich zu den beiden anderen eingesetzten Messprogrammen ist dieses sehr komplex und ermöglicht verschiedene Arten der Probenmessung. Eine so detaillierte Beschreibung wie bei DC-Sweep und DC-Hall ist hier daher nicht möglich. Im Folgenden werden die wesentlichen Elemente erläutert, für eine genauere Betrachtung verweise ich auf die Diplomarbeit von Tobias Kitzler, der das Programm bis auf einige Modifikationen auch erstellt hat [36].

Das Programm ist darauf ausgelegt, hintereinander mehrere Messserien mit verschiedenen Stromstärken und Temperaturen automatisch auszuführen, dabei gibt es grundsätzlich zwei Varianten. Im einen Fall wird bei jeder Temperatur mit wechselnden Stromstärken gemessen, während bei der zweiten Methode bei gleichbleibender Stromstärke ein kompletter Temperaturgang gemessen, und mit der nächsten Stromstärke wiederholt wird.

Da bei zu hohen Stromdichten die Gefahr besteht, die Probe zu zerstören, wurde nur die zweite Variante eingesetzt. Durch die Messung ganzer Temperaturgänge mit jeweils einer Stromstärke, kann wenigstens sichergestellt werden, dass zu den niedrigeren Stromstärken alle Messdaten existieren bevor die Probe zerstört wird.

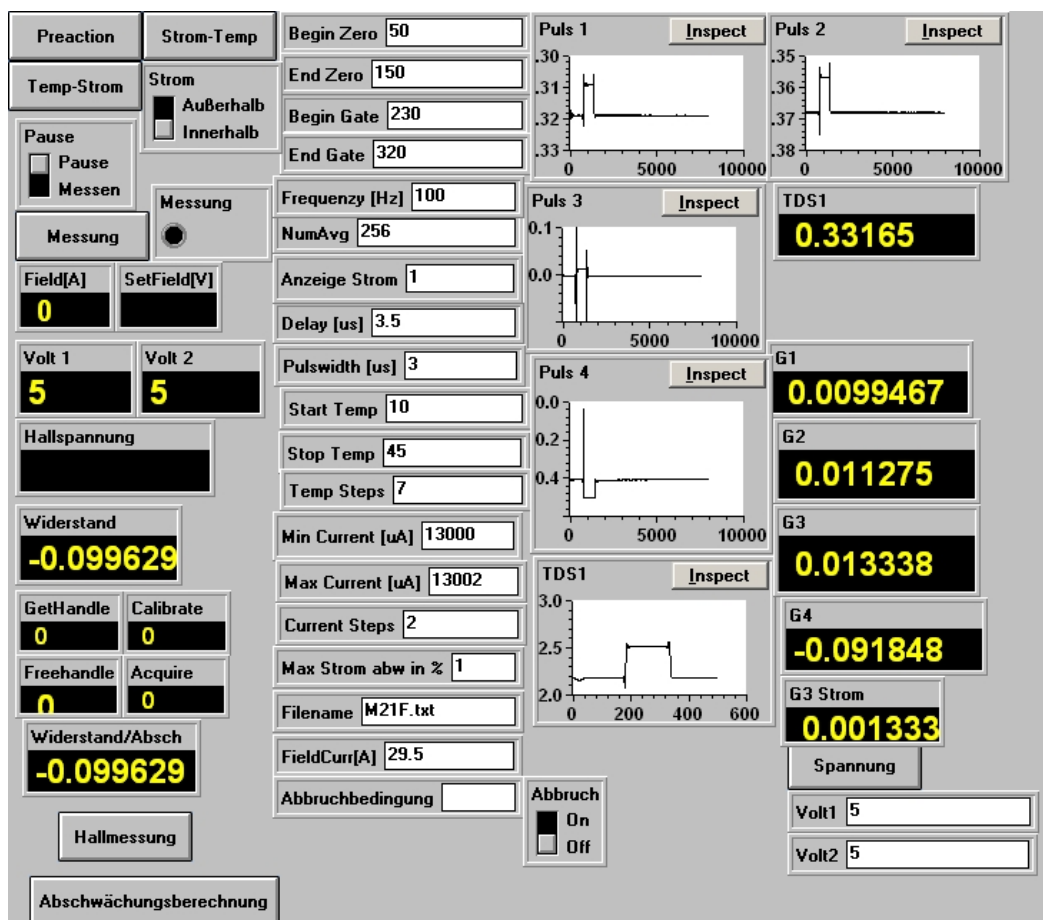


Abbildung 5.8: Benutzeroberfläche von Probenmessung.tst.

In Abbildung 5.8 ist die Benutzeroberfläche von Probenmessung.tst zu sehen, der Programmablauf wird im Folgenden umrissen:

Zunächst müssen die Messfenster für Null- und Pulsniveau, die Pulslänge, die Verzögerung zwischen Triggersignal und Pulsbeginn, die Pulswiederholrate und einige weitere Parameter eingestellt werden. Die gewünschten Stromstärken und Temperaturen werden hier durch Minimal- und Maximalwert, sowie die Anzahl der Schritte dazwischen eingegeben. Nach der Initialisierung der Geräte und dem Start des Messablaufs wird vom Programm zunächst die gewünschte Temperatur an den Temperaturregler ausgegeben. Im Gegensatz zu DC-Hall.tst wird hier nicht nur eine bestimmte Zeit gewartet, sondern regelmäßig die tatsächliche Temperatur überprüft und die Messung erst gestartet, wenn die Temperatur in einem gewissen Toleranzbereich stabil bleibt.

Die vom Pulsgenerator ausgegebenen Spannungen müssen zweifach optimiert werden: Einerseits muss die insgesamt an die Probe angelegte Spannung zur gewünschten Stromstärke führen, andererseits soll das Potential bei den Transversalspannungsabgriffen möglichst nah bei null liegen, weshalb Positiv- und Negativausgang des Pulsgenerators unterschiedliche Spannungen ausgeben müssen. Das Programm variiert daher vor jeder Messung die Einstellungen des Pulsgenerators und führt Probemessungen durch bis Gesamtspannung und Asymmetrie zu den gewünschten Ergebnissen führen.

Sobald Temperatur, Stromstärke und Potential im Toleranzbereich liegen, werden die Longitudinal- und Transversalspannungspulse, sowie die Stromstärkenpulse von der GaGe-Karte aufgezeichnet und die Messungen im Magnetfeld (in beiden Richtungen) wiederholt. Danach wird die nächste Solltemperatur an den Temperaturregler ausgegeben und der beschriebene Ablauf wieder von vorne begonnen.

6 Ergebnisse

6.1 DC-Sweep Messungen

Bei den DC-Sweep Messungen wurde an den beiden Proben der Widerstand bei Temperaturen zwischen 8 K und 310 K aufgenommen. Mit den in Tabelle 4.1 aufgeführten Probenabmessungen lässt sich damit der longitudinale spezifische Widerstand in der a - b -Ebene errechnen. Die damit erhaltenen Werte sind in den Abbildungen 6.2 und 6.1 zu sehen. Aus diesen Kurven wurden in weiterer Folge die Sprungtemperaturen der beiden Proben definiert. Mit Hilfe von *Origin®* 6.1 wurde der Graph im Übergangsbereich differenziert und das Ergebnis geglättet. $T_c(B \approx 0, j \approx 0)$ lässt sich mit einer Genauigkeit von ± 0.1 K als Maximum der so gewonnenen Ableitung ermitteln.

Tabelle 6.1: Sprungtemperaturen ohne Magnetfeld bei niedrigen Stromdichten.

Probe	T_c
Probe B	52.2 ± 0.1 K
Probe A	24.2 ± 0.1 K

6.2 DC-HALL Messungen

Nach den Messungen ohne Magnetfeld wurden beide Proben im in Abschnitt 5.2 beschriebenen Messaufbau untersucht. Mit diesem Aufbau ist es möglich mehr Parameter als bei den DC-Sweep-Messungen zu messen, dafür muss man eine deutlich geringere Anzahl an Messwerten in Kauf nehmen. In den Abbildungen 6.3 und 6.4 ist der Verlauf des spezifischen Widerstands ρ_{xx} ohne Magnetfeld der beiden Proben aus den Messungen mit DC-Sweep und DC-Hall im Vergleich zu sehen.

Die durchgezogene Linie stammt dabei aus der DC-SWEEP-Messung mit $10 \mu\text{A}$, während die Punkte in einer DC-HALL-Messung mit $100 \mu\text{A}$ gewonnen wurden. Die DC-HALL-Werte in dieser Graphik wurden noch nicht über die fünf Umpolungszyklen (siehe) gemittelt, es sind also immer fünf Punkte bei einer Temperatur aufgetragen. Man erkennt daher deutlich, dass die Temperatur während der Magnetumpolungen sehr konstant gehalten werden konnte. Tatsächlich liegen die

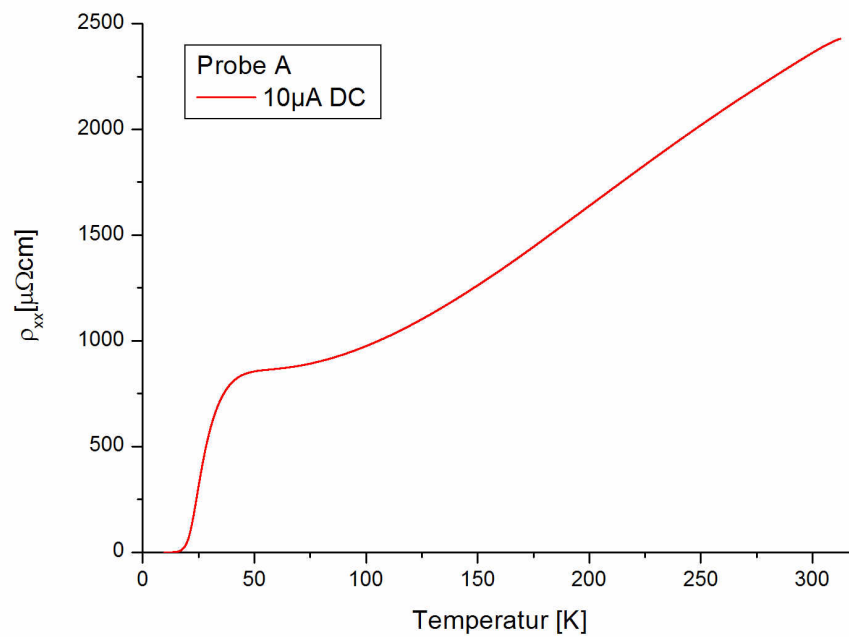


Abbildung 6.1: Spezifischer Widerstand von Probe A bei 10 μA DC.

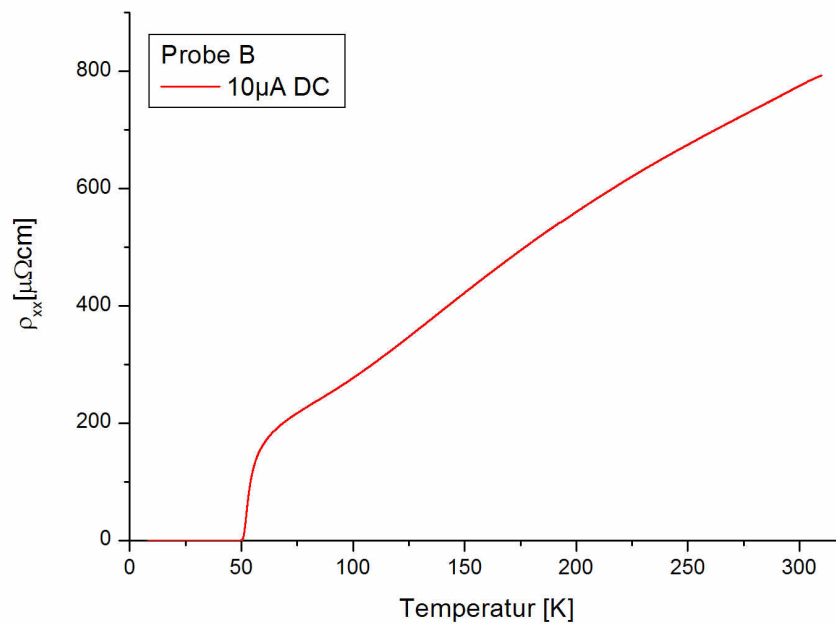


Abbildung 6.2: Spezifischer Widerstand von Probe B bei 10 μA DC.

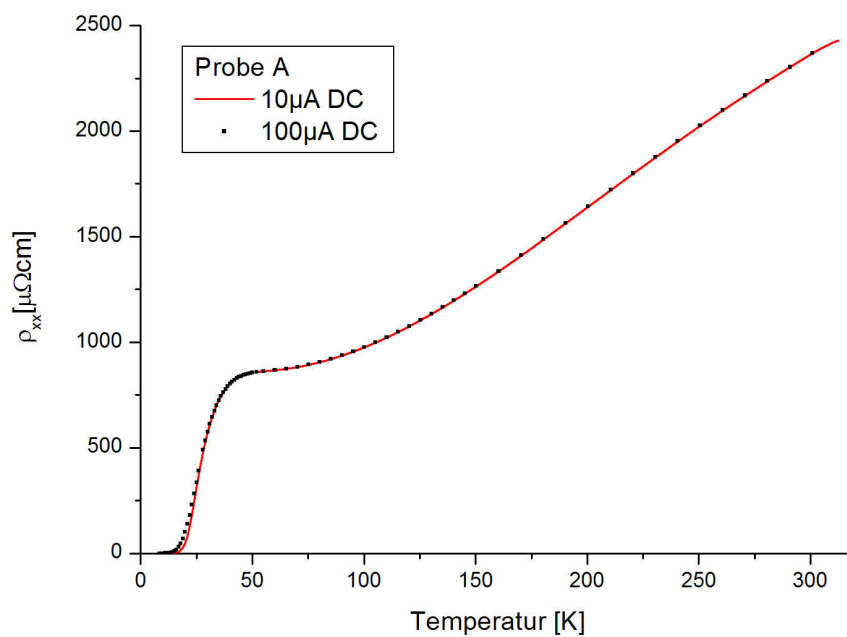


Abbildung 6.3: Vergleich der Messungen des spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe A ohne Magnetfeld mit DC-SWEEP bei 10 μA DC und DC-HALL bei 100 μA .

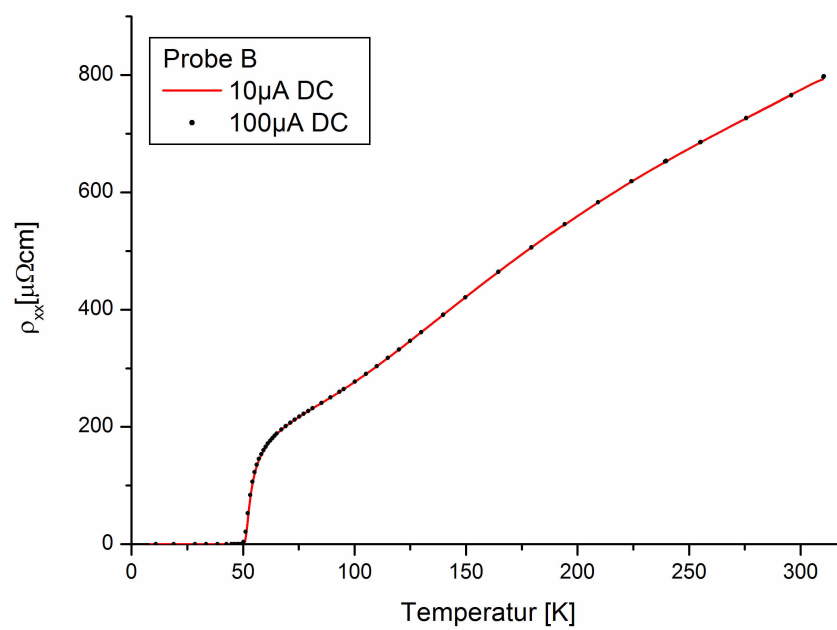


Abbildung 6.4: Vergleich der Messungen des spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe B ohne Magnetfeld mit DC-SWEEP bei 10 μA DC und DC-HALL bei 100 μA .

Temperaturwerte bei 300 K in einem Intervall von 0.03 K und bei 50 K in einem Intervall von 0.001 K. Die Streuung der Widerstandswerte bei 300 K beträgt 0.02 %. Wie in Abschnitt 4.2.3 beschrieben, wird bei den DC-Hall-Messungen der Cernoxsensor zur Regelung eingesetzt, weil dieser nicht vom Magnetfeld beeinflusst wird. Um die absolute Temperatur zu bestimmen, sollte allerdings der kalibrierte RhFe-Sensor verwendet werden, der wiederum nur in Abwesenheit von Magnetfeldern zuverlässige Daten liefert. Solange über den Cernoxsensor die Temperatur konstant gehalten wird, gilt also eine vom RhFe-Sensor ohne Magnetfeld aufgenommene Temperatur für alle Messungen. Die in den Abbildungen aufgetragenen Temperaturen stammen daher vom RhFe-Sensor aus einer Messung ohne Magnetfeld, auch wenn die Spannungen teilweise unter dem Einfluss eines Magnetfelds aufgenommen wurden.

In den Abbildungen 6.3 und 6.4 ist außerdem deutlich zu erkennen, dass sich die gemessenen Widerstandswerte der beiden Messmethoden kaum unterscheiden, obwohl bei den DC-HALL Messungen die Stromstärke zehn mal so hoch gewählt wurde. Dadurch lässt sich ausschließen, dass bereits bei 100 μA (was bei Probe A 4.8 kA cm^{-2} und bei Probe B 4.0 kA cm^{-2} entspricht) durch hohe Stromdichten ausgelöste Effekte zu beobachten sind. Diese Tatsache ist wichtig, weil die DC-HALL-Messungen ja für den Nachweis stromdichteabhängiger Effekte als Referenz verwendet werden. Die DC-Sweep-Messungen sind dafür ja nicht geeignet, weil in diesem Aufbau kein Hall-Effekt aufgenommen werden kann.

Die Abbildungen 6.5 und 6.6 zeigen eine Vergleichsmessung des spezifischen Widerstands bei einem Magnetfeld mit einer Flussdichte von $B = 1 \text{ T}$ und bei abgeschaltetem Magneten. Die gepunktete Kurve entspricht dabei den Werten mit, die durchgezogene Linie den Werten ohne Magnetfeld. Wie zu erwarten, sieht man hier im normalleitenden Bereich bei beiden Proben keinen Unterschied, erst im Übergang in den supraleitenden Zustand spalten sich die Kurven auf und man erkennt einen leicht erhöhten spezifischen Widerstand durch das Magnetfeld.

Die Messergebnisse des Hallwiderstands ρ_{yx} an den beiden Proben sind in den Abbildungen 6.7 und 6.8 zu sehen.

Aus den Werten für ρ_{xx} und ρ_{yx} lässt sich schließlich über $\sigma_{xy} = \frac{\rho_{yx}}{\rho_{yx}^2 + \rho_{xx}^2}$ die Halleitfähigkeit σ_{xy} errechnen. Die so gewonnenen Ergebnisse sind in den Abbildungen 6.9 und 6.10 dargestellt.

6.3 Gepulste Messungen

Die Ergebnisse der in Abschnitt 5.3 beschriebenen Messungen mit kurzen Strompulsen werden im Folgenden behandelt. In den Abbildungen 6.11 und 6.12 werden zunächst die spezifischen Widerstände ohne Magnetfeld der beiden Proben

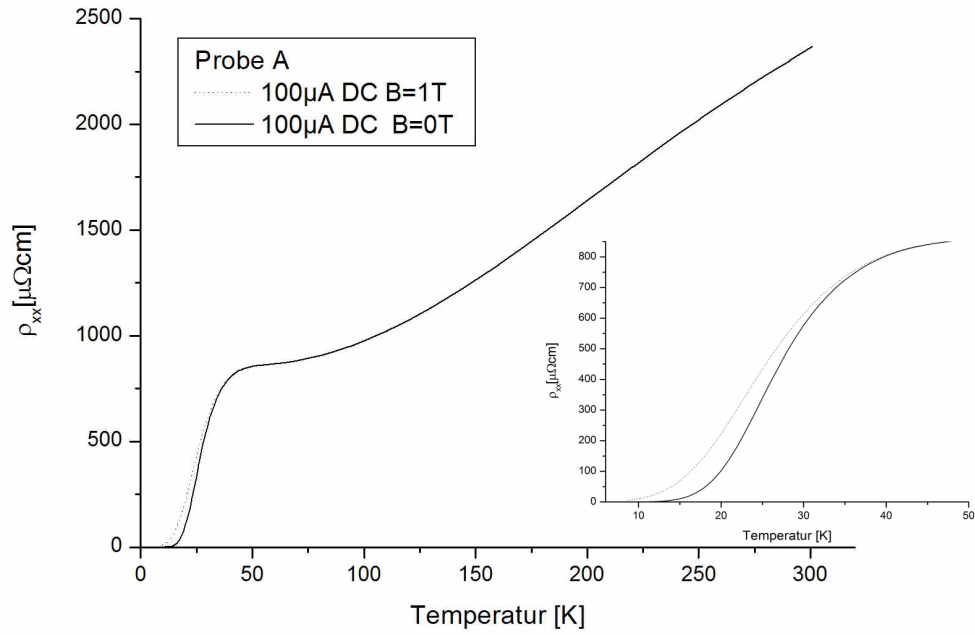


Abbildung 6.5: Vergleich des spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe A bei 100 μA bei $B = 1\text{ T}$ und $B = 0\text{ T}$.

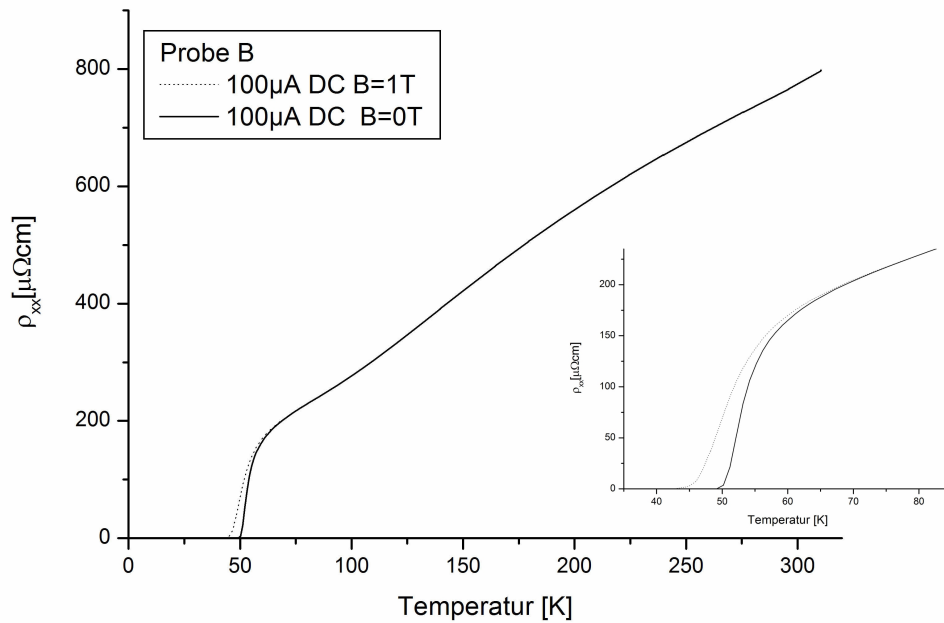


Abbildung 6.6: Vergleich des spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe B bei 100 μA bei $B = 1\text{ T}$ und $B = 0\text{ T}$.

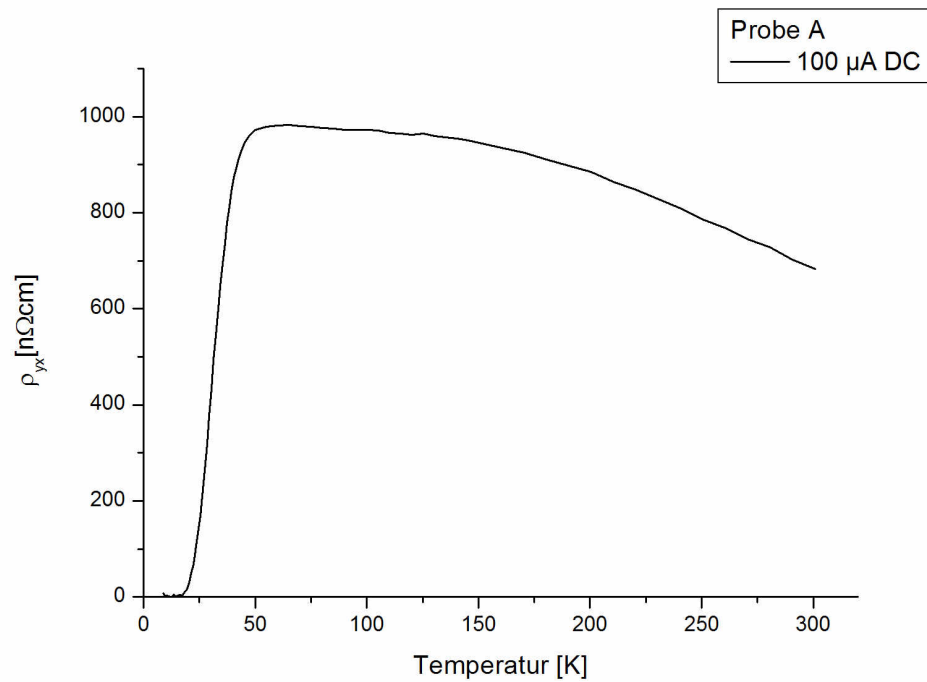


Abbildung 6.7: Der Hallwiderstand ρ_{yx} der Probe A bei 100 μ A bei $B = 1$ T.

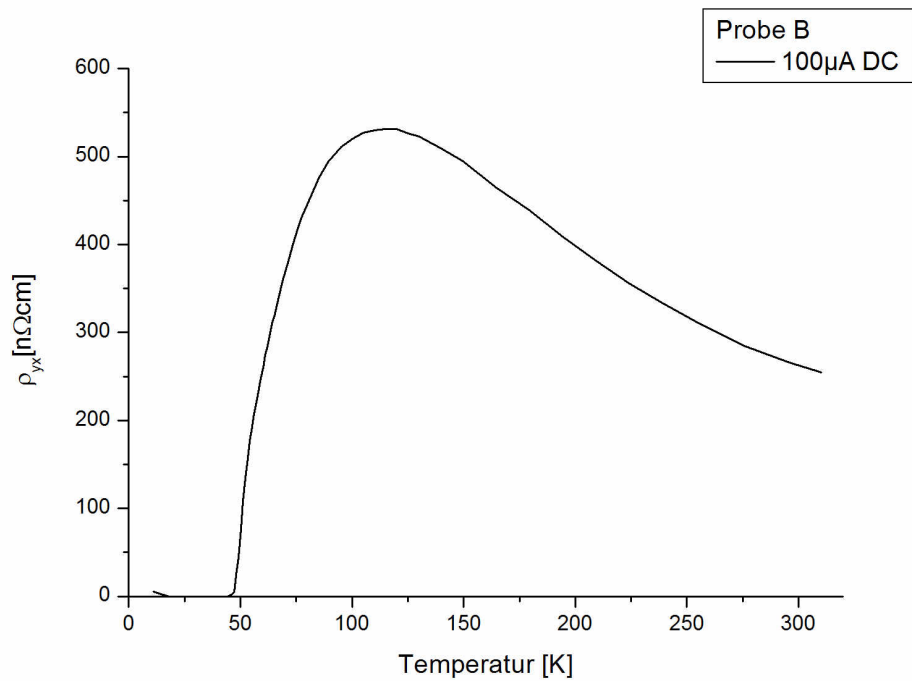


Abbildung 6.8: Der Hallwiderstand ρ_{yx} der Probe B bei 100 μ A bei $B = 1$ T.

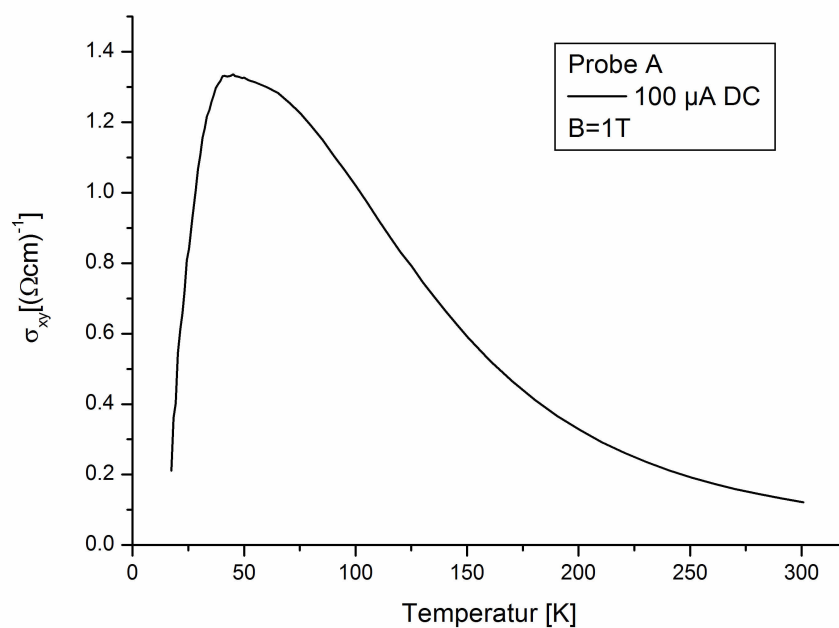


Abbildung 6.9: Die Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A bei 100 μ A bei $B = 1$ T.

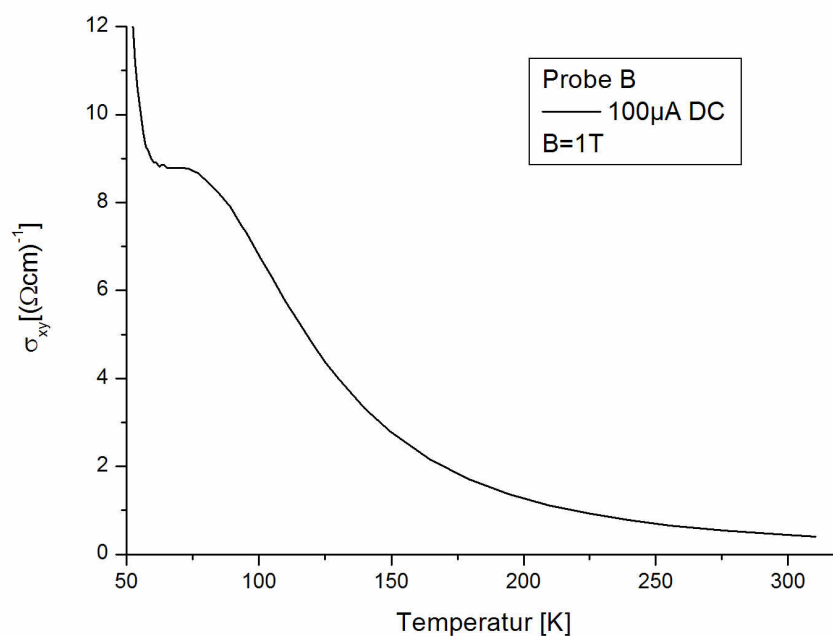


Abbildung 6.10: Die Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B bei 100 μ A bei $B = 1$ T.

dargestellt wie sie aus vom Messprogramm ausgegeben werden. An diesen Daten müssen noch rechnerische Korrekturen durchgeführt werden, um die richtigen Werte zu gewinnen.

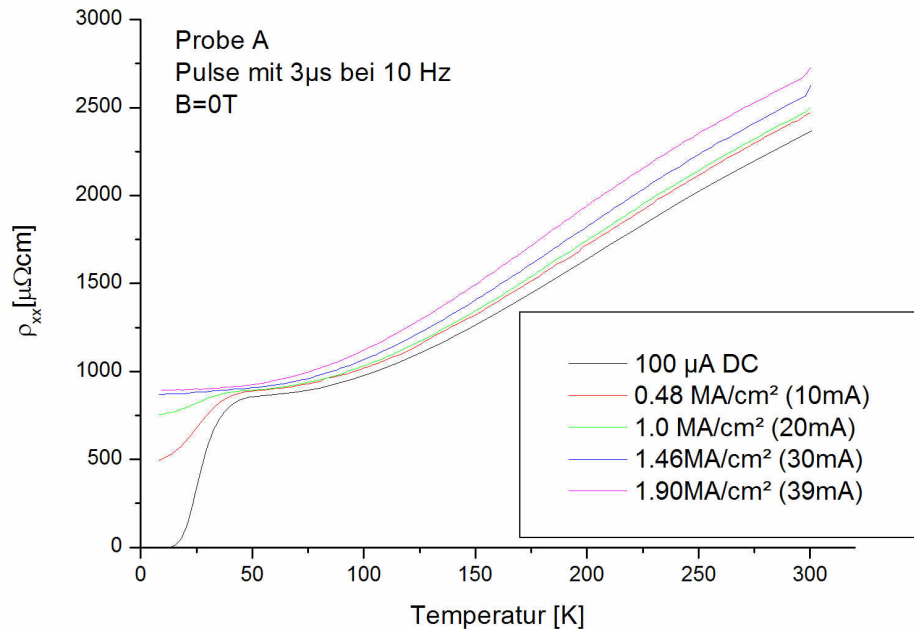


Abbildung 6.11: Vergleich der unkorrigierten spezifischen Widerstände ρ_{xx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.

6.3.1 Temperaturkorrektur

Man erkennt in den Abbildungen 6.11 und 6.12 deutlich, dass die Werte sich bei den verschiedenen Stromdichten im gesamten Temperaturbereich stark unterscheiden. Diese großen Differenzen sind jedoch nicht auf Abweichungen vom Ohmschen Gesetz zurückzuführen, sondern in erster Linie auf eine Erwärmung der Proben während der Messung. In den Abbildungen 6.13 und 6.8 sind die, während den selben Messungen aufgenommenen, Werte für ρ_{yx} aufgetragen.

Durch die Form der Kurven, vor allem bei Probe B, ist hier klarer als bei ρ_{xx} ersichtlich, dass die Werte bei höheren Stromdichten nicht in Richtung höherer Widerstände, sondern in Richtung niedrigerer Temperaturen verschoben sind. Auch in den Abbildungen mit den Halleitfähigkeiten 6.15 sowie 6.16 ist das gut zu erkennen.

Es ist also offensichtlich, dass die Probe bei den Messungen wärmer war als die Temperatursensoren und dass diese Differenz bei höheren Stromdichten größer

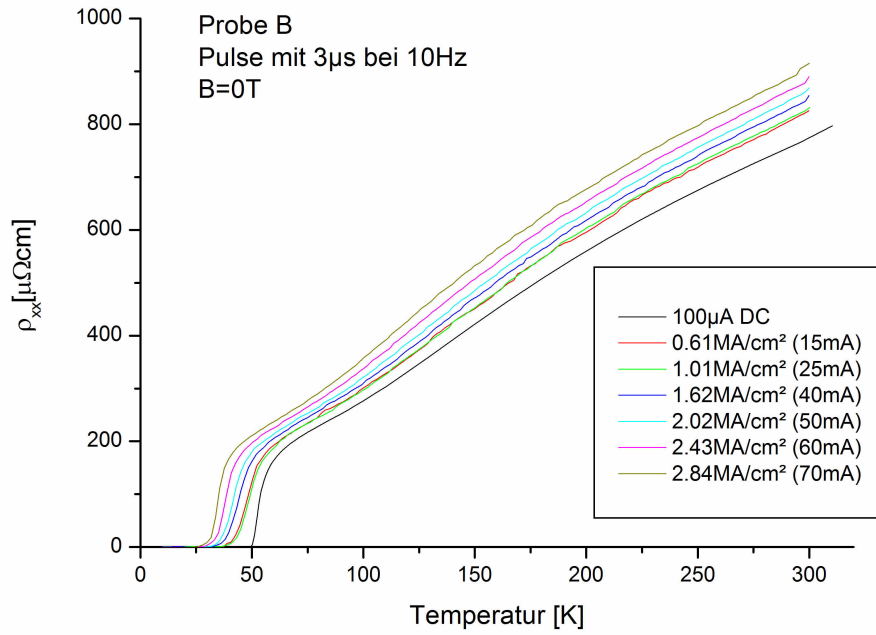


Abbildung 6.12: Vergleich der unkorrigierten spezifischen Widerstände ρ_{xx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.

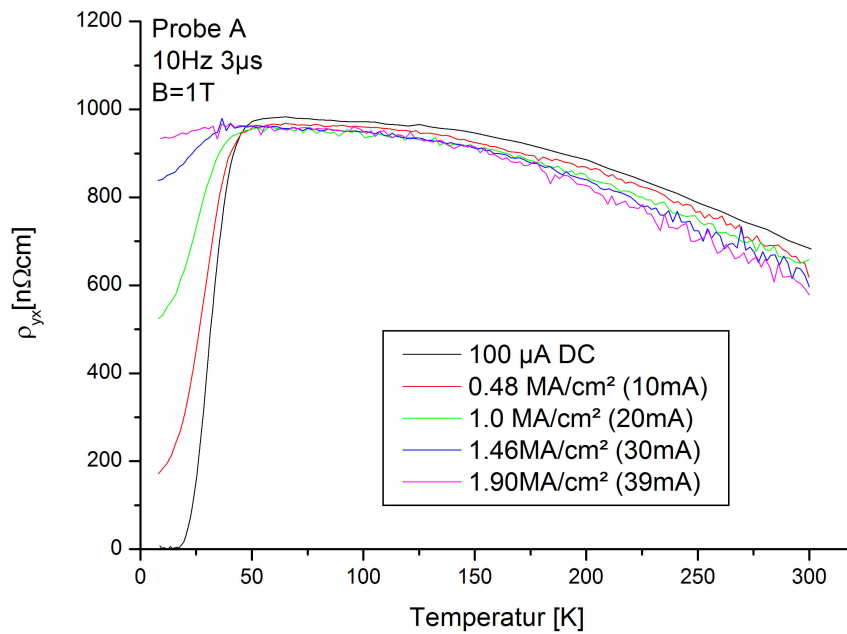


Abbildung 6.13: Vergleich der unkorrigierten spezifischen Hallwiderstände ρ_{yx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.

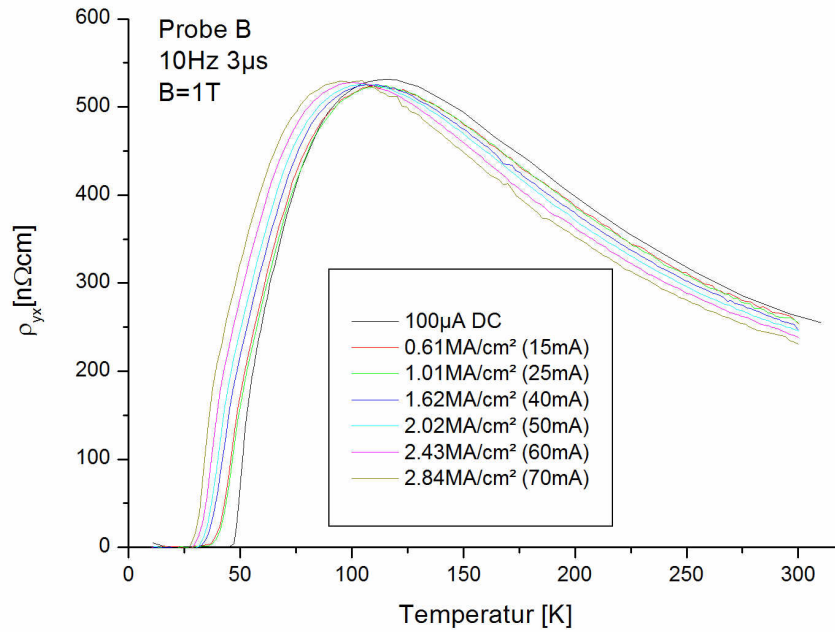


Abbildung 6.14: Vergleich der unkorrigierten spezifischen Hallwiderstände ρ_{yx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.

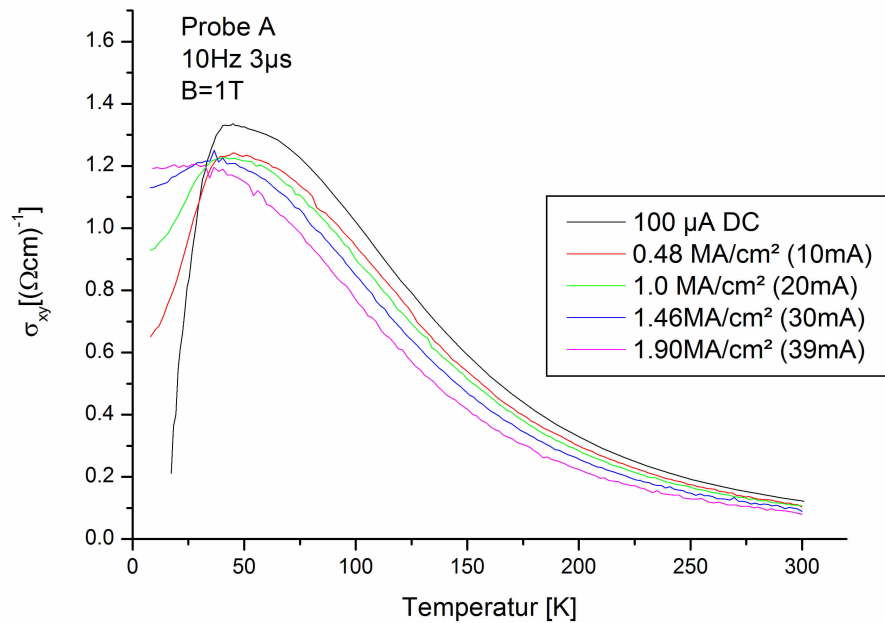


Abbildung 6.15: Vergleich der unkorrigierten Hallleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.

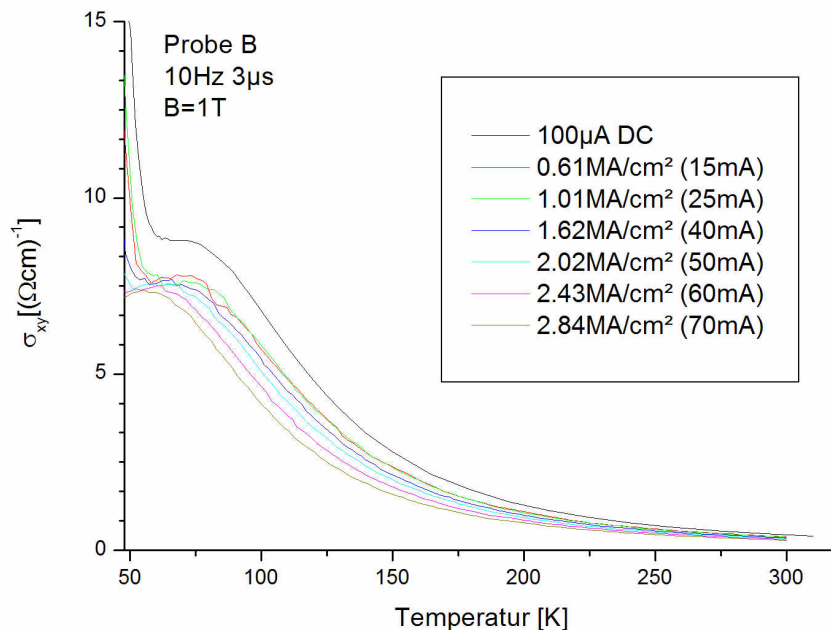


Abbildung 6.16: Vergleich der unkorrigierten Hallleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.

wird. Die in der Probe dissipierte Energie wird also offenbar nicht schnell genug ins Substrat abgeleitet. Dabei entsteht die Wärme im Film innerhalb von Nanosekunden, während der Übergang ins Substrat auf einer Zeitskala von Mikrosekunden stattfindet [40]. Um dieses Problem vollständig zu vermeiden, müssten also die Messungen bei Pulslängen von unter einer Nanosekunde durchgeführt werden, was in diesem Aufbau unerreichbar ist.

In [41] haben sich M.N.Kunchur, D.K. Christen und C.E.Klabunde bereits mit diesem Problem auseinandergesetzt und eine Methode beschrieben, die korrekte Probentemperatur zu ermitteln. Die Temperaturdifferenz zwischen Probe und Substrat hängt von der Filmdicke d , der dissipierten Leistungsdichte p sowie vom thermischen Grenzflächenwiderstand R_b ab. Diese Temperaturdifferenz lässt sich mit der Formel $T - T_a \approx p \cdot d \cdot R_b$ beschreiben. Dabei ist T die Filmtemperatur und T_a die Substrattemperatur. Da die Filmdicke bekannt ist und die dissipierte Leistungsdichte $p = \rho_{xx} \cdot j^2$ mit der Stromdichte j für jeden Messwert errechnet werden kann, muss nur noch R_b bestimmt werden. Da der Grenzflächenwiderstand R_b nur eine vernachlässigbare Temperaturabhängigkeit besitzt, kann man ihn als freien Parameter einer Korrektur mit der Formel $T_{kor} = T + \rho_{xx} \cdot j^2 \cdot d \cdot R_b$ variieren. Unter der Annahme, dass die Proben über einer Temperatur von 250 K kein nichtohmsches Verhalten zeigen, erkennt man den richtigen R_b -Wert daran, dass damit die

Kurven aller Stromdichten über 250 K zusammenfallen.

In den Abbildungen 6.17 bis 6.22 ist das Ergebnis dieser Korrektur zu sehen.

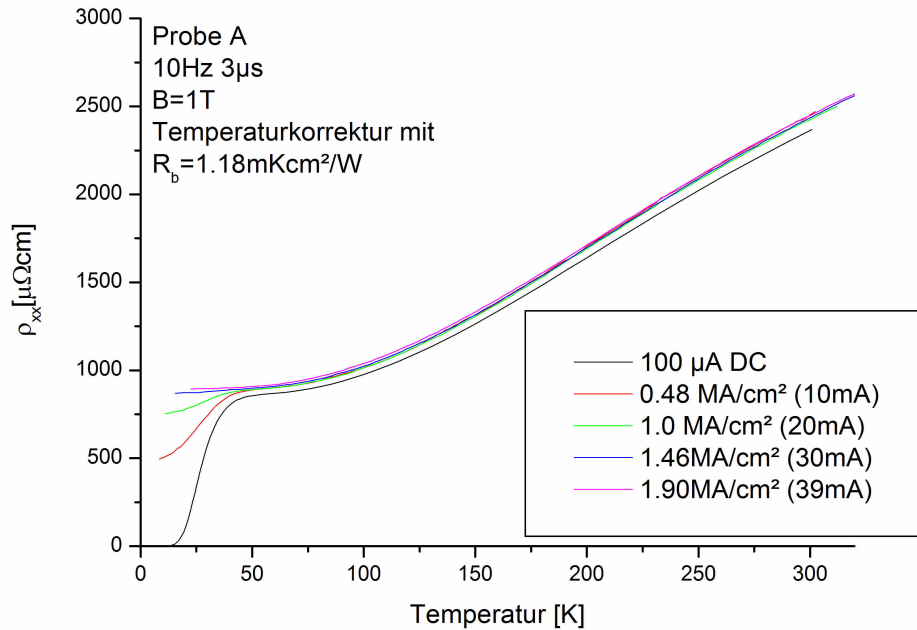


Abbildung 6.17: Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.

Der Wert für R_b wurde bei Probe A so gewählt, dass im Bereich von 225 K bis 275 K weder in ρ_{xx} noch in ρ_{yx} höhere Stromdichten zu niedrigeren Widerstandswerten führen. Bei der Probe B gab es dafür einen relativ breiten Bereich. R_b wurde daher so gewählt, dass für einen bestimmten ρ_{xx} - sowie ρ_{yx} -Wert die Temperaturdifferenz zwischen höchster und niedrigster Stromdichte minimiert wird. Die Werte für σ_{xy} werden dann aus den korrigierten Werten von ρ_{xx} und ρ_{yx} neu berechnet. Die so gewonnenen Werte für R_b sind in der Tabelle 6.2 zu sehen.

Tabelle 6.2: Korrekturparameter für die Pulsmessungen: R_b wird in $T_{\text{kor}} = T + \rho_{xx} \cdot j^2 \cdot d \cdot R_b$ zur Temperaturkorrektur eingesetzt, S_{xx} und S_{yx} sind Skalierungsfaktoren für die tatsächlichen Abschwächungsfaktoren des Verstärkers für Longitudinal- bzw. Transversalspannung

Probe	R_b	S_{xx}	S_{yx}
Probe A	$1.18 \text{ mK cm}^2 \text{ W}^{-1}$	0.975	1.02
Probe B	$1.2 \text{ mK cm}^2 \text{ W}^{-1}$	0.945	1.02

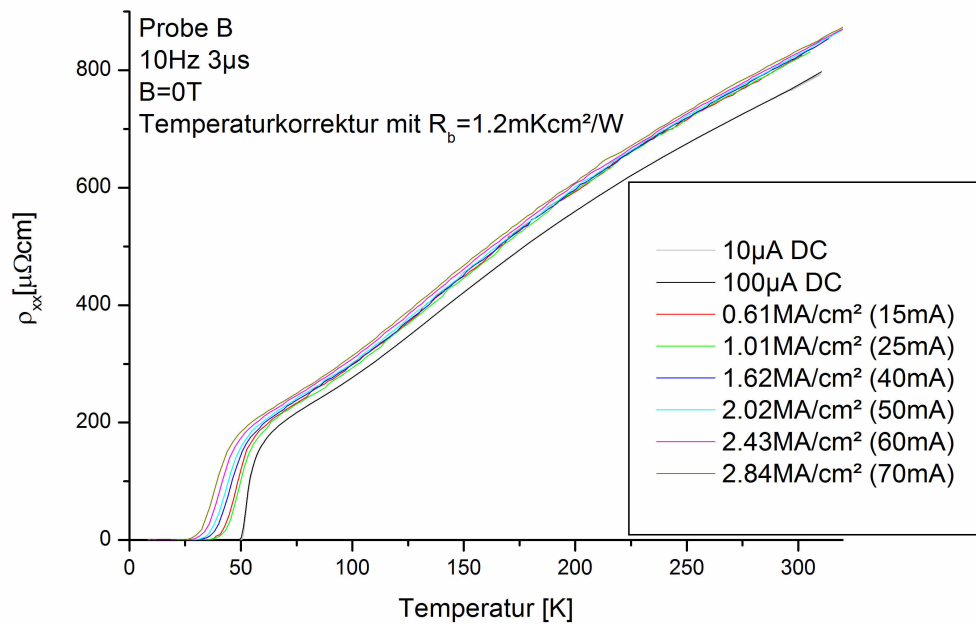


Abbildung 6.18: Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.

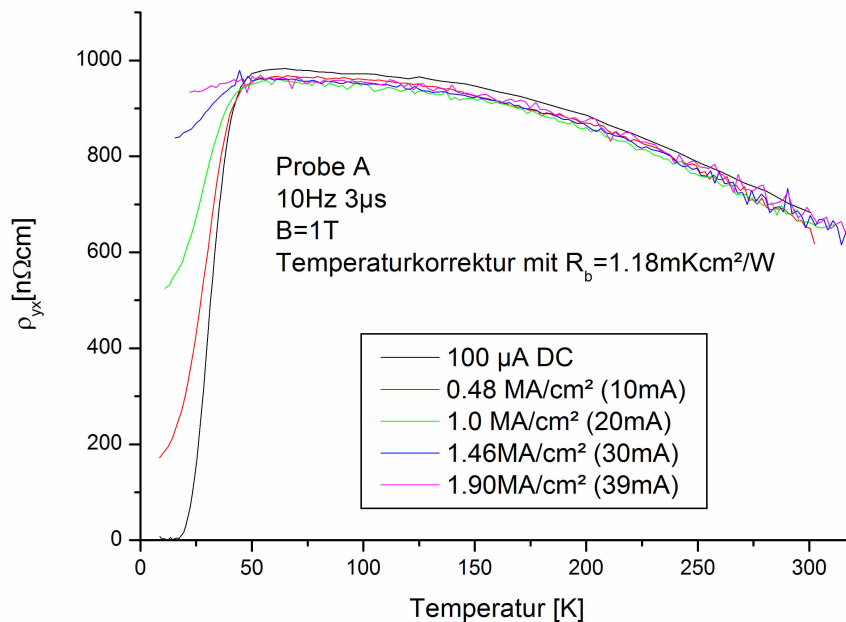


Abbildung 6.19: Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Hallwiderstands ρ_{yx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.

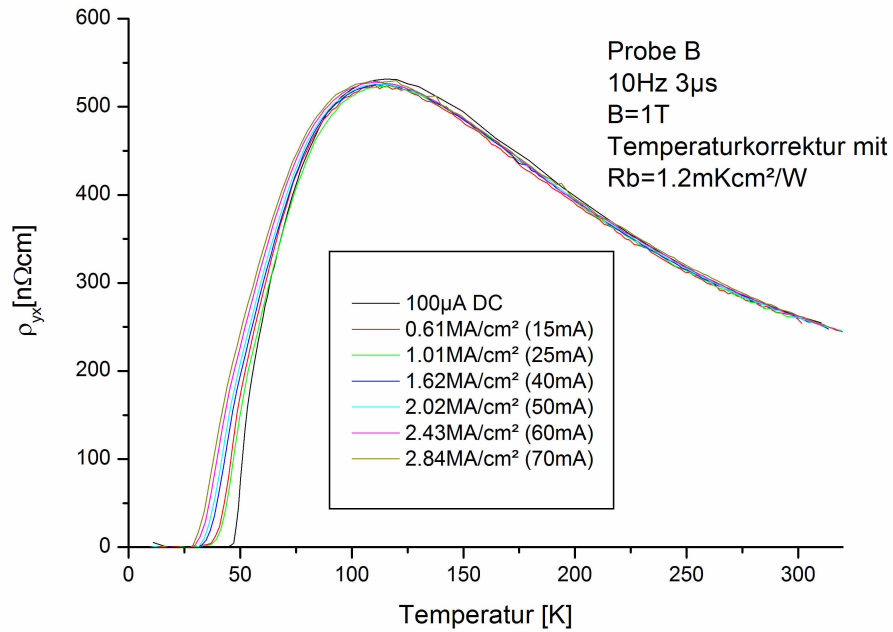


Abbildung 6.20: Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Hallwiderstands ρ_{yx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.

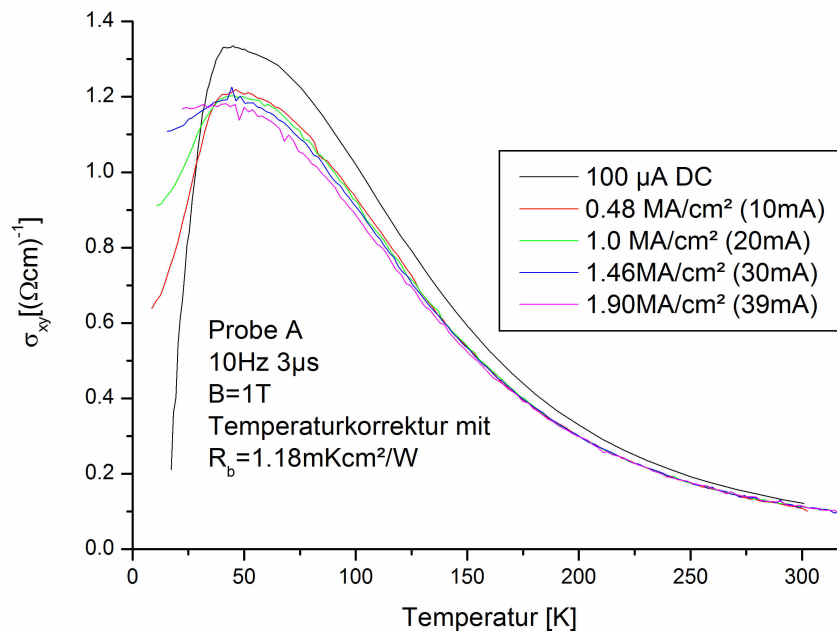


Abbildung 6.21: Vergleich der temperturkorrigierten Hallleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten.

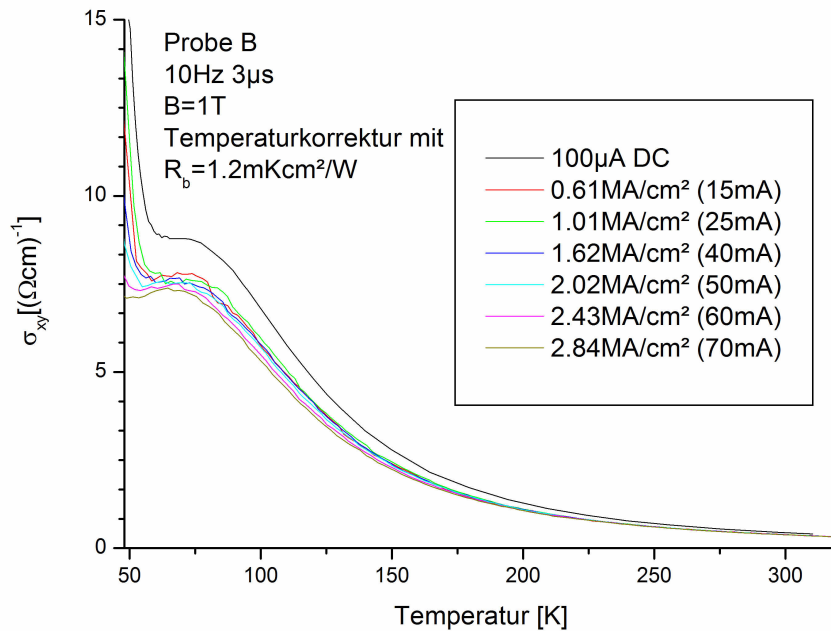


Abbildung 6.22: Vergleich der temperaturkorrigierten Hallleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten.

6.3.2 Skalierung

Wie man deutlich erkennt, ist es mit der Korrektur der Proben­temperatur noch nicht getan. Durch die Temperaturkorrektur sind zwar die Ergebnisse der Puls­messungen miteinander vergleichbar, sie unterscheiden sich aber etwas von den Ergebnissen der Gleichstrommessungen. Die Ursache dafür ist, dass die tatsächliche Verstärkung im Impedanzwandler nicht exakt der Nennverstärkung entspricht. Um auch diesen Effekt auszugleichen werden in einem weiteren Korrekturschritt alle Ergebnisse der Puls­messungen so so skaliert, dass die Kurve der jeweils niedrigsten Stromdichte mit jener der Gleichstrommessung zusammenfällt. Dabei ist je ein Skalierungsfaktor für den Longitudinal- und den Transversalkanal notwendig.

In den Abbildungen 6.23 bis 6.28 sind nun die Ergebnisse mit allen Korrekturen dargestellt.

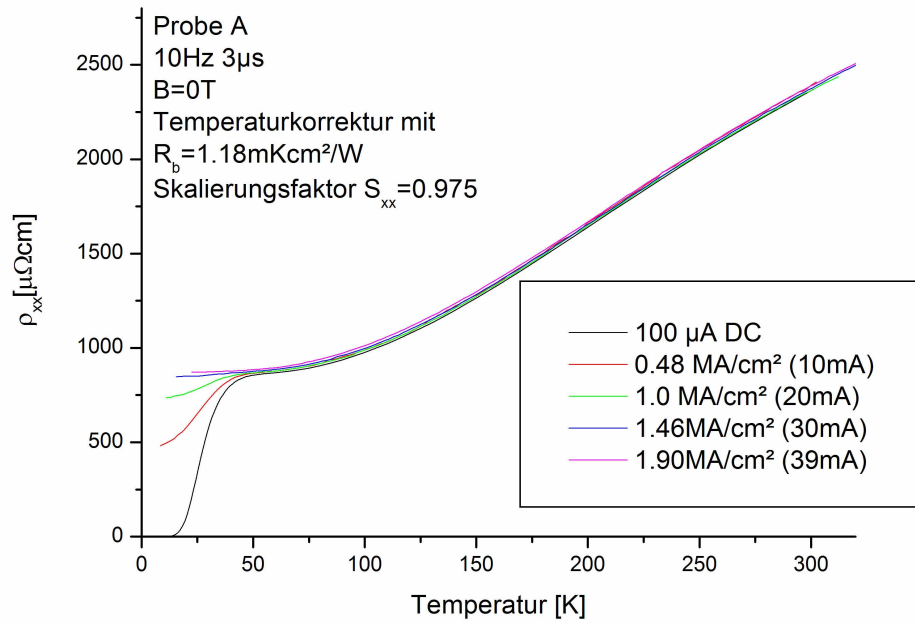


Abbildung 6.23: Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten mit korrigiertem Verstärkungsfaktor.

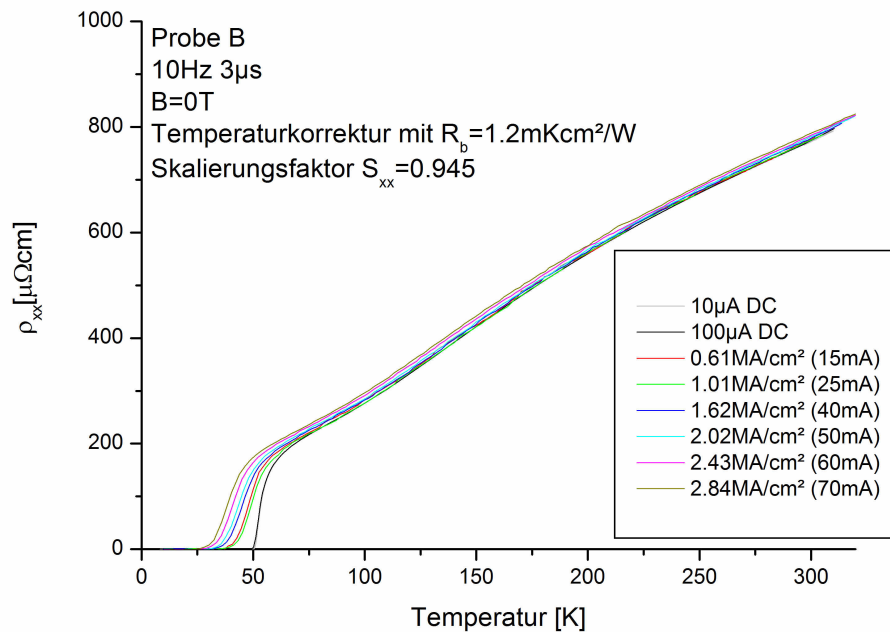


Abbildung 6.24: Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Widerstands ρ_{xx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten mit korrigiertem Verstärkungsfaktor.

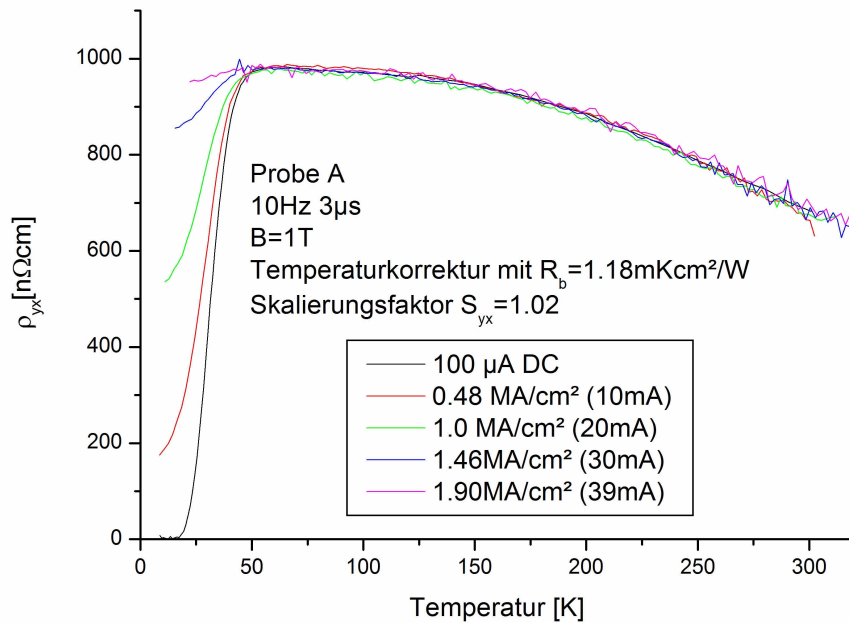


Abbildung 6.25: Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Hallwiderstands ρ_{yx} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten mit korrigiertem Verstärkungsfaktor.

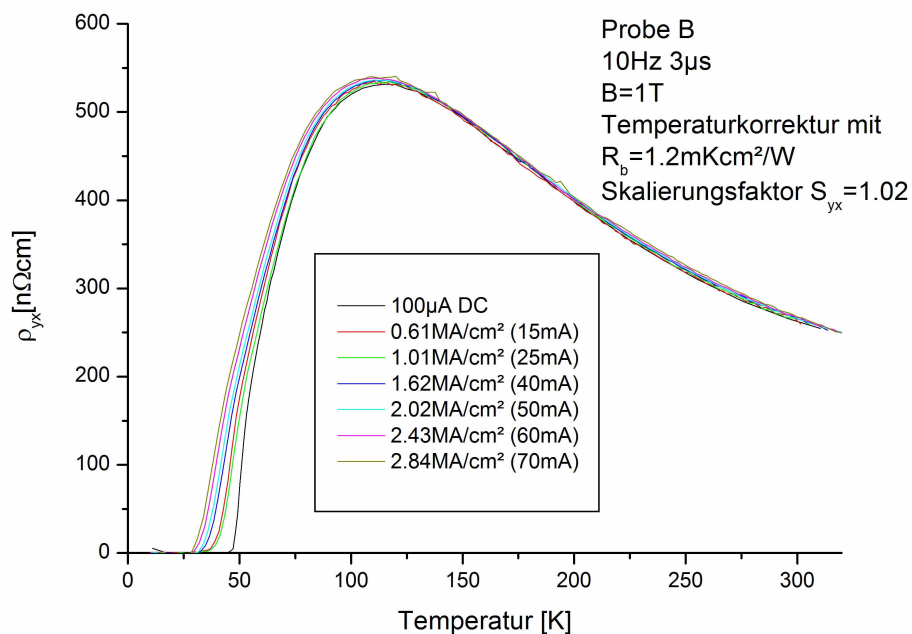


Abbildung 6.26: Vergleich des temperaturkorrigierten spezifischen Hallwiderstands ρ_{yx} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten mit korrigiertem Verstärkungsfaktor.

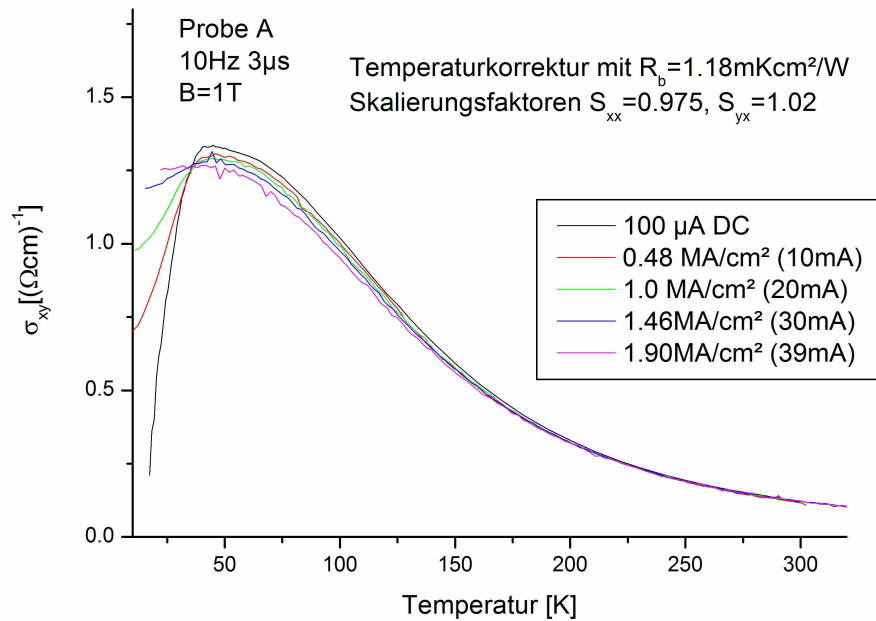


Abbildung 6.27: Vergleich der temperaturkorrigierten Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A bei verschiedenen Stromdichten mit korrigierten Verstärkungsfaktoren.

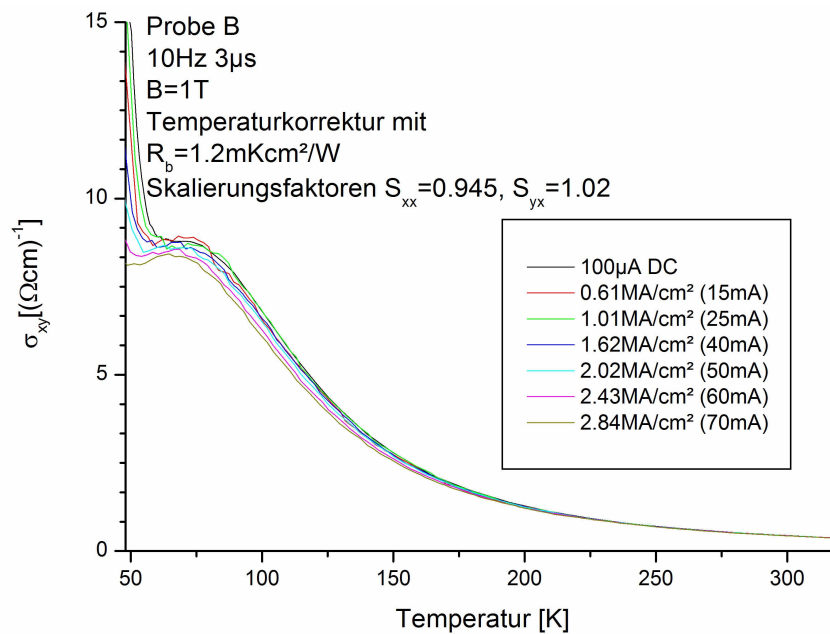


Abbildung 6.28: Vergleich der temperaturkorrigierten Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B bei verschiedenen Stromdichten mit korrigierten Verstärkungsfaktoren.

7 Diskussion

In der Übersicht der spezifischen Widerstände in den Abbildungen 6.23 und 6.24 sind nur im Bereich von T_c Nichtlinearitäten zu erkennen. In der stark unterdotierten Probe A wird bei den höchsten Stromdichten sogar der Ansatz eines Übergangs in den supraleitenden Zustand unterdrückt. In der Probe B wird dieser Punkt bei weitem nicht erreicht, aber die Verschiebung zu niedrigerem T_c (bzw. die Erhöhung des Widerstands bei gleicher Temperatur) mit höheren Stromdichten, ist eindeutig. Bei genauerer Betrachtung von $\Delta\rho_{xx} = \rho_{xx}(j = 2.84 \text{ MA cm}^{-2}) - \rho_{xx}(j = 4.8 \text{ kA cm}^{-2})$ in der Probe A sieht man auch deutlich den Beginn nichtlinearer Effekte unterhalb einer Temperatur von $T_{NL} = 180 \text{ K}$. (Siehe Abbildung 7.1) Eine entsprechende Betrachtung der Probe B zeigt zwar ebenfalls, dass Abweichungen vom Ohmschen Gesetz bis weit über T_c bestehen, jedoch lässt sich keine so deutliche Ansatztemperatur T_{NL} feststellen. (Siehe Abbildung 7.2)

In den Abbildungen des Hallwiderstands 6.25 und 6.26 erkennt man deutlich die Auffächerung der Kurven. Die Temperatur bei der diese Auffächerung einsetzt, ist allerdings bei der (stärker dotierten) Probe B höher als bei der Probe A. Am besten lassen sich die Effekte jedoch bei Betrachtung der Halleitfähigkeit σ_{xy} analysieren.

Die Abbildungen 6.27 und 6.28 zeigen den sehr unterschiedlichen Verlauf von σ_{xy} in den beiden Proben bei niedrigen Temperaturen. Auf den ersten Blick ist auffällig, dass in Probe A die Halleitfähigkeit für niedrige Temperaturen stark abnimmt, während σ_{xy} in Probe B divergiert. Bei näherer Betrachtung ist außerdem eindeutig zu sehen, dass in Probe B bei jeder Temperatur σ_{xy} mit steigender Stromdichte abnimmt. In Probe A ist diese Relation nur für $T < 35 \text{ K}$ zu beobachten, darunter gilt genau das Gegenteil. Diese Diskrepanz ist darauf zurückzuführen, dass hier mehrere Mechanismen in unterschiedliche Richtungen wirken. Die verschiedenen Beiträge zur Halleitfähigkeit wurden zum Beispiel in [42] an optimal dotiertem YBCO untersucht. Allerdings hängt das Vorzeichen etwa des Beitrags der Fluktuations-Halleitfähigkeit von Details der Fermifläche ab, die sich aber mit der Dotierung ändert [43]. Für die Umkehrung der „Reihenfolge“ der Kurven in der Probe A könnte auch ein anderer Effekt des normalleitenden Zustands verantwortlich sein, sogenannte „electron pockets“ in der Fermifläche, der einen negativen Beitrag zur Halleitfähigkeit liefert und bei tiefen Temperaturen immer stärker wird [44]. Offenbar hat dieser Beitrag bei den höheren Temperaturen am

Übergang in Probe B noch keinen starken Einfluss, während er in Probe A so dominiert, dass die Halleitfähigkeit bei tiefen Temperaturen reduziert wird. Bei beiden diskutierten Effekten ist zu erwarten, dass sie bei hohen Stromdichten unterdrückt werden, was zu dem beobachteten Verhalten führen würde.

Die Amplitudenfluktuationen des Ordnungsparameters über T_c haben in unterdotiertem $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ einen positiven Einfluss auf die Halleitfähigkeit. Im unteren Temperaturbereich sieht man bei Probe B deutlich wie ihre Unterdrückung in hohen Stromdichten dazu führt, dass die Halleitfähigkeit stark absinkt. Bei den höchsten Stromdichten ist der steile Anstieg um 50 K nicht mehr vorhanden, was dafür spricht, dass hier die Fluktuationen keine Rolle mehr spielen. In dieser Annahme kann der Beitrag der Amplitudenfluktuationen durch die Differenz der Halleitfähigkeit zwischen niedrigen und hohen Stromdichten betrachtet werden. Der Theorie nach, nehmen die Fluktuationen mit einem kritischen Exponenten der Temperatur ab, daher wird ihr Beitrag üblicherweise doppelt logarithmisch gegen eine "reduzierte Temperatur" $\epsilon = \ln(T/T_c)$ aufgetragen. In Abbildung 7.3 ist dieses Verhältnis für die Probe B zu sehen. Ein linearer Abfall (in dieser Ansicht), wie er für die Amplitudenfluktuationen zu erwarten wäre, ist hier bei tieferen Temperaturen annähernd zu beobachten. Über 62 K lassen sich die Nichtlinearitäten mit dieser Theorie nicht erklären, hier muss ein anderer Prozess dominieren.

In der Probe A lässt sich diese Analyse nicht durchführen, da ja durch den oben erwähnten Effekt, die Halleitfähigkeit bei niedrigen Stromdichten schwächer ist und $\Delta\sigma_{xy}$ daher negativ wird. Eine doppelt logarithmische Auftragung von $\Delta\sigma_{xy}$ ist daher nicht möglich. In der Abbildung 7.4 ist eine ähnliche, jedoch halblogarithmische Grafik für Probe A dargestellt. Man erkennt hier bei höheren Temperaturen einen ähnlichen „Buckel“ wie bei Probe B, sein Ansatz lässt sich jedoch nicht genau bestimmen.

Die Werte der Halleitfähigkeit folgen bei den höchsten hier gemessenen Temperaturen einem Potenzgesetz. (Siehe Abbildungen 7.5 und 7.6) Interessant ist hierbei, dass die Temperatur bei der sie davon abweichen in den Bereich fällt in dem auch die nichtlinearen Effekte aufzutreten beginnen. Bei der Probe A ist dieses Verhalten besonders deutlich.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse dafür sprechen, dass es einen noch nicht näher bekannten Mechanismus in unterdotiertem $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ gibt, der zu nicht-ohmschen Verhalten der Halleitfähigkeit führt. Die Temperaturen, bei denen dieser Effekt einsetzt, liegen weit über T_c und sinken mit steigender Dotierung, was eine Verbindung mit dem Pseudogap nahelegt.

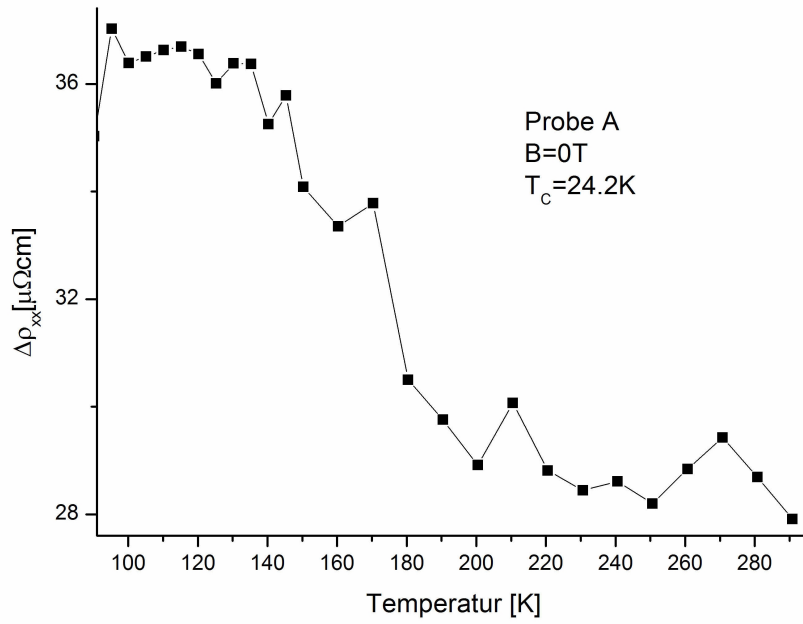


Abbildung 7.1: Differenz zwischen den spezifischen Widerständen bei hohen und niedrigen Stromdichten $\Delta\rho_{xx} = \rho_{xx}(j = 1.90 \text{ MA cm}^{-2}) - \rho_{xx}(j = 4.8 \text{ kA cm}^{-2})$ in der Probe A.

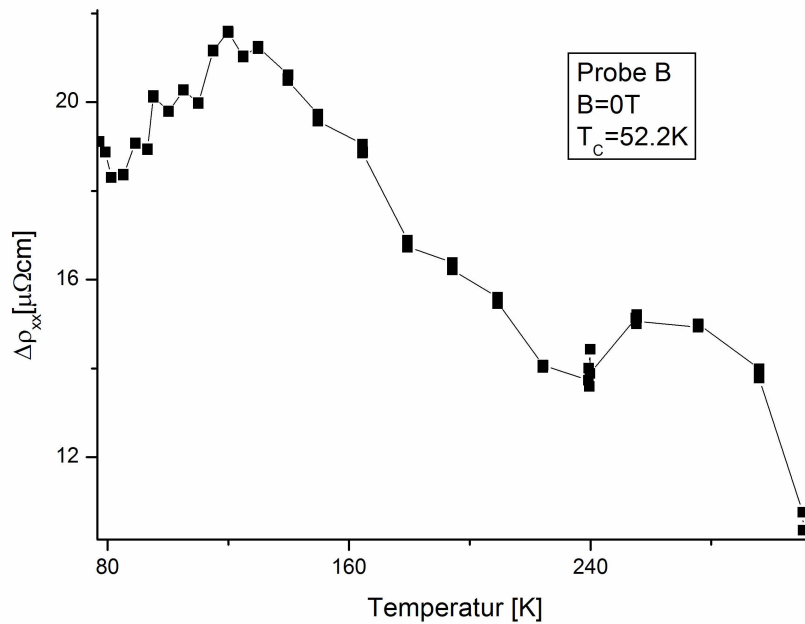


Abbildung 7.2: Differenz zwischen den spezifischen Widerständen bei hohen und niedrigen Stromdichten $\Delta\rho_{xx} = \rho_{xx}(j = 2.84 \text{ MA cm}^{-2}) - \rho_{xx}(j = 4.0 \text{ kA cm}^{-2})$ in der Probe B.

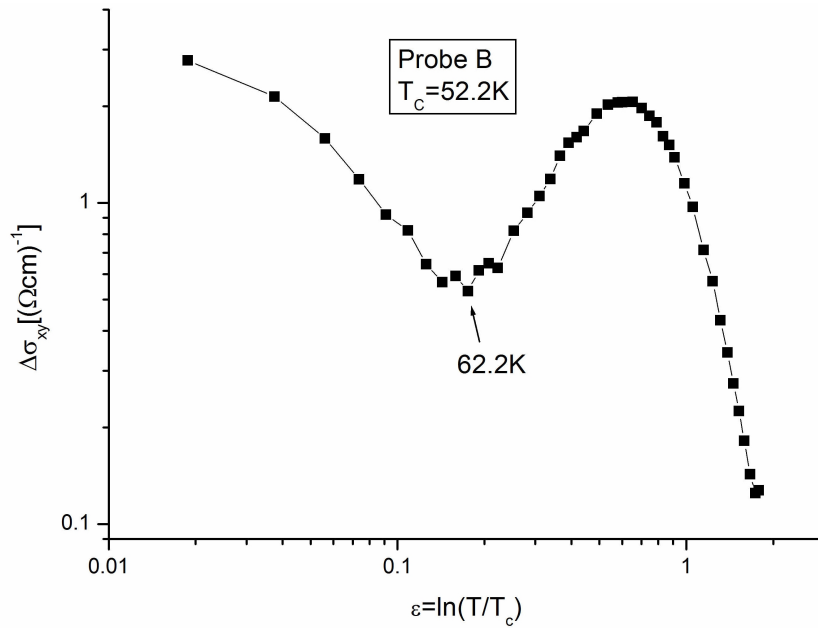


Abbildung 7.3: Differenz zwischen der Halleitfähigkeit bei hohen und niedrigen Stromdichten $\Delta\sigma_{xy} = \sigma_{xy}(j = 4.0 \text{ kA cm}^{-2}) - \sigma_{xy}(j = 2.84 \text{ MA cm}^{-2})$ in der Probe B.

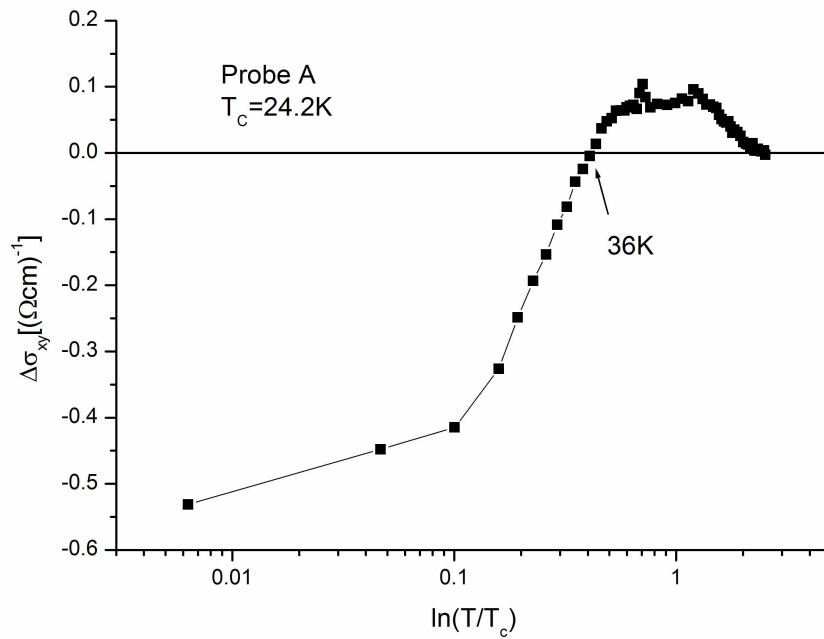


Abbildung 7.4: Differenz zwischen der Halleitfähigkeit bei hohen und niedrigen Stromdichten $\Delta\sigma_{xy} = \sigma_{xy}(j = 4.8 \text{ kA cm}^{-2}) - \sigma_{xy}(j = 1.9 \text{ MA cm}^{-2})$ in der Probe A.

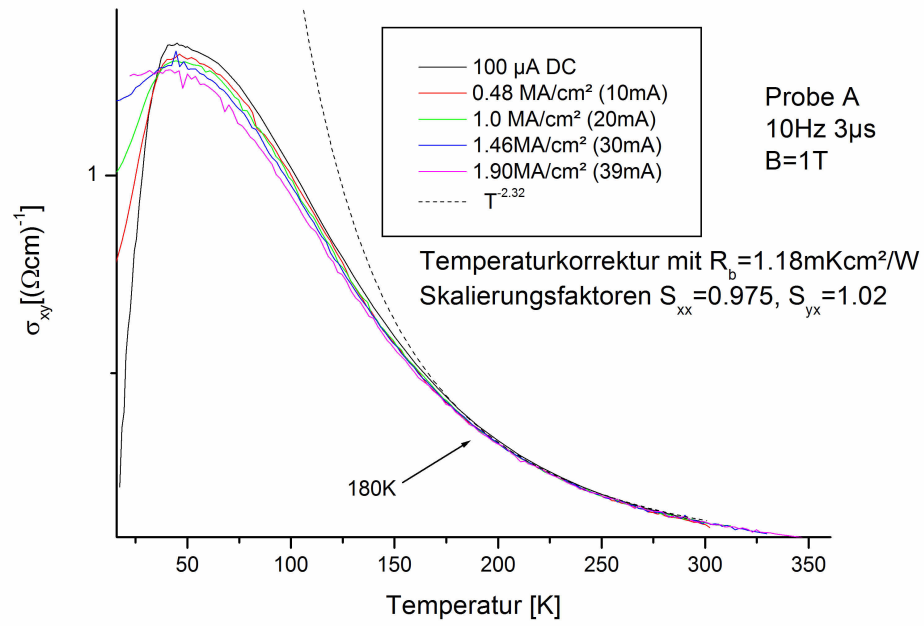


Abbildung 7.5: Vergleich der Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe A mit einem Verlauf $\propto T^{-2.32}$.

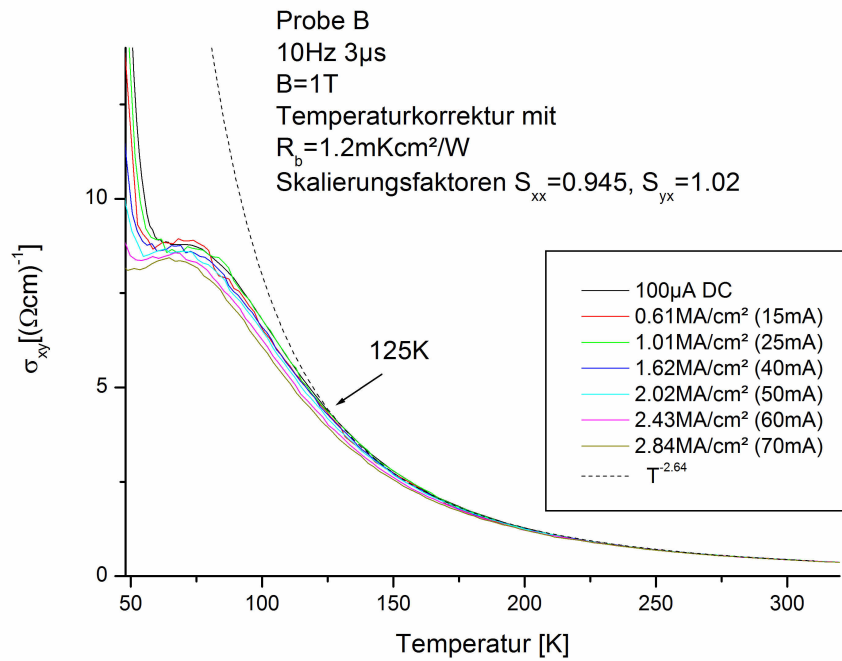


Abbildung 7.6: Vergleich der Halleitfähigkeit σ_{xy} der Probe B mit einem Verlauf $\propto T^{-2.64}$.

Literaturverzeichnis

- [1] H. Kamerlingh-Onnes *Comm. Leiden*, vol. 120b, 1911.
- [2] W. Meissner, R. Ochsenfeld, "Besprechungen" *Naturwissenschaften*, vol. 21, pp. 787–788, 1933.
- [3] F. London, H. London, "Electromagnetic Equations of the Supraconductor" *Proc. R. Soc. Lond. A*, vol. 149, pp. 0071–0088, 1935.
- [4] V. L. Ginzburg, L. D. Landau *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, vol. 20, p. 1064, 1950.
- [5] A. Abrikosov, "On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group" *Sov. Phys. JETP*, vol. 5, no. 6, pp. 1174–1183, 1957.
- [6] J. Bardeen, L. N. Cooper, J. R. Schrieffer, "Theory of Superconductivity" *Phys. Rev.*, vol. 108, pp. 1175–1204, 1957.
- [7] J. G. Bednorz, K. A. Müller, "Possible high T_c superconductivity in the Ba-La-Cu-O system" *Z. Phys. B*, vol. 64, pp. 189–193, 1986.
- [8] M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang, C. W. Chu, "Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Y-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure" *Phys. Rev. Lett.*, vol. 58, pp. 908–910, 1987.
- [9] W. Buckel, R. Kleiner, *Supraleitung Grundlagen und Anwendung*. WILEY-VCH Verlag GmbH&Co.KGaA, 6. Aufl., 2004.
- [10] "http://commons.wikimedia.org/wiki/File:CaTiO3_perovskite_structure.png." (Abgerufen am 26.2.2013).
- [11] "<http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Ybco.jpg>." (Abgerufen am 26.2.2013).
- [12] M. R. Norman, D. Pines, C. Kallin, "The pseudogap: friend or foe of high T_c ?" *Adv. Phys.*, vol. 54, no. 8, pp. 715–733, 2005.
- [13] H. Alloul, T. Ohno, P. Mendels, " ^{89}Y NMR evidence for a fermi-liquid behavior in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ " *Phys. Rev. Lett.*, vol. 63, pp. 1700–1703, 1989.

- [14] W. W. Warren, R. E. Walstedt, G. F. Brennert, R. J. Cava, R. Tycko, R. F. Bell, G. Dabbagh, “Cu spin dynamics and superconducting precursor effects in planes above T_c in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.7}$ ” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 62, pp. 1193–1196, 1989.
- [15] D. C. Johnston, “Magnetic Susceptibility Scaling in $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_{4-y}$ ” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 62, pp. 957–960, 1989.
- [16] T. Nakano, M. Oda, C. Manabe, N. Momono, Y. Miura, M. Ido, “Magnetic properties and electronic conduction of superconducting $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ” *Phys. Rev. B*, vol. 49, pp. 16000–16008, 1994.
- [17] N. Curro, Z. Fisk, D. Pines, “Scaling and the magnetic origin of emergent behavior in correlated electron superconductors” *MRS Bull.*, vol. 30, no.5, pp. 442–446, 2005.
- [18] J. Loram, J. Luo, J. Cooper, W. Liang, J. Tallon, “Evidence on the pseudogap and condensate from the electronic specific heat” *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 62, pp. 59–64, 2001.
- [19] C. Renner, B. Revaz, J.-Y. Genoud, K. Kadowaki, O. Fischer, “Pseudogap Precursor of the Superconducting Gap in Under- and Overdoped $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ ” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 80, pp. 149–152, 1998.
- [20] T. Timusk, B. Statt, “The pseudogap in high-temperature superconductors: an experimental survey” *Rep. Prog. Phys.*, vol. 62, no. 1, p. 61, 1999.
- [21] T. Kondo, Y. Hamaya, A. D. Palczewski, T. Takeuchi, J. S. Wen, Z. J. Xu, G. Gu, J. Schmalian, A. Kaminski, “Disentangling cooper-pair formation above the transition temperature from the pseudogap state in the cuprates” *Nature Physics*, vol. 7, pp. 21–25, 2011.
- [22] Z. Xu, N. Ong, Y. Wang, T. Kakeshita, S. Uchida, “Vortex-like excitations and the onset of superconducting phase fluctuation in underdoped $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$ ” *Nature*, vol. 406, pp. 486–488, 2000.
- [23] Y. Wang, L. Li, M. Naughton, G. Gu, S. Uchida, N. Ong, “Field-enhanced diamagnetism in the pseudogap state of the cuprate $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ superconductor in an intense magnetic field” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 95, 2005.
- [24] M. Gurvitch, A. T. Fiory, “Resistivity of $\text{La}_{1.825}\text{Sr}_{0.175}\text{CuO}_4$ and $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ to 1100 K: Absence of saturation and its implications” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 59, pp. 1337–1340, 1987.

-
- [25] T. Ito, K. Takenaka, S. Uchida, "Systematic deviation from T -linear behavior in the in-plane resistivity of $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$: Evidence for dominant spin scattering" *Phys. Rev. Lett.*, vol. 70, pp. 3995–3998, 1993.
- [26] A. Carrington, D. J. C. Walker, A. P. Mackenzie, J. R. Cooper, "Hall effect and resistivity of oxygen-deficient $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ thin films" *Phys. Rev. B*, vol. 48, pp. 13051–13059, 1993.
- [27] K. Takenaka, K. Mizuhashi, H. Takagi, S. Uchida, "Interplane charge transport in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$: Spin-gap effect on in-plane and out-of-plane resistivity" *Phys. Rev. B*, vol. 50, pp. 6534–6537, 1994.
- [28] A. Larkin, A. Varlamov, *Theory of Fluctuations in Superconductors*. Oxford University Press, 2005.
- [29] W. Lang, W. Göb, W. Kula, R. Sobolewski, "Anisotropic magnetoresistance in the normal state of oxygen-deficient $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ thin films induced by superconducting fluctuations" *Z. Phys. B*, vol. 98, pp. 453–456, 1995.
- [30] W. Lang, I. Puica, M. Peruzzi, K. Lemmermann, J. Pedarnig, D. Bauerle, "Depairing current and superconducting transition of YBCO at intense pulsed currents" *Phys. Status Solidi C*, vol. 2, no 5., pp. 1615–1624, 2005.
- [31] I. Puica, W. Lang, K. Siraj, J. D. Pedarnig, D. Baeuerle, "Non-Ohmic Hall resistivity observed above the critical temperature in the high-temperature superconductor $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ " *Phys. Rev. B.*, vol. 79, 2009.
- [32] W. Lang, I. Puica, G. Zechner, T. Kitzler, M. A. Bodea, K. Siraj, J. D. Pedarnig, "Non-ohmic Electrical Transport Properties Above the Critical Temperature in Optimally and Underdoped Superconducting $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ " *J. Supercond. Nov. Magn.*, vol. 25, pp. 1361–1364, 2012.
- [33] D. Bäuerle, *Laser Processing and Chemistry*. Springer, 3. Aufl., 2000.
- [34] Leybold. AG, *Gebrauchsanweisung Kryo-Refrigeratoren GA.100*.
- [35] L. Salerno, P. Kittel, A. Spivak, "Thermal conductance of pressed metallic contacts augmented with indium foil or apiezon grease at liquid helium temperatures" *Cryogenics*, vol. 34, no. 8, pp. 649 – 654, 1994.
- [36] T. Kitzler, "Impedanzwandler für elektrische Transportmessungen mit kurzen Strompulsen bei tiefen Temperaturen" Diplomarbeit, Universität Wien, 2011.
- [37] Avtech, *Instructions Model AVR-7B-B-PN-SCHA*.
- [38] Tektronix®, *Instructions A6302&A6302XL 20 Ampere AC/DC Current Probes*.

- [39] Tektronix®, *AM 503 Current Probe Amplifier Instruction Manual*.
- [40] M. Nahum, S. Verghese, P. Richards, K. Char, “Thermal boundary resistance for $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ films” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 59, pp. 2034–2036, 1991.
- [41] M. N. Kunchur, D. K. Christen, C. E. Klabunde, J. M. Phillips, “Pair-breaking effect of high current densities on the superconducting transition in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ ” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 72, pp. 752–755, 1994.
- [42] I. Puica, W. Lang, W. Göb, R. Sobolewski, “Hall-effect anomaly near T_c and renormalized superconducting fluctuations in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ ” *Phys. Rev. B*, vol. 69, 2004.
- [43] H. Fukuyama, H. Ebisawa, T. Tszuki, “Fluctuation of the Order Parameter and Hall Effect” *Prog. Theor. Phys.*, vol. 46, no. 4, pp. 1028–1041, 1971.
- [44] D. LeBoeuf, N. Doiron-Leyraud, J. Levallois, R. Daou, J.-B. Bonnemaïson, N. E. Hussey, L. Balicas, B. J. Ramshaw, R. Liang, D. A. Bonn, W. N. Hardy, S. Adachi, C. Proust, L. Taillefer, “Electron pockets in the Fermi surface of hole-doped high- T_c superconductors” *Nature*, vol. 450, pp. 533–536, 2007.

Danksagungen

Ich möchte mich an dieser Stelle bei all jenen bedanken, die an der Entstehung dieser Diplomarbeit beteiligt waren.

Zuerst gilt mein Dank selbstverständlich **Prof. Wolfgang Lang** für die Übernahme und Betreuung der Diplomarbeit.

Für die Herstellung der Proben möchte ich mich bei **Prof. Johannes Pedarnig** und seiner Gruppe an der Johannes Kepler Universität Linz bedanken.

Meinen Vorgängern **Ionut Puica** und **Tobias Kitzler**, die die Messanlage konstruiert haben und mich in die Bedienung eingeführt haben schulde ich ganz besonderen Dank.

Weiters bedanke ich mich bei allen meinen LaborkollegInnen, insbesondere aber bei **Lukas Prochaska** und **Markus Sauer**, sowie **Philip Rohringer** für die kontinuierliche Hilfe bei kleinen Problemen und die gute Zeit.

Ganz besonders möchte ich mich schließlich bei meiner Familie und meiner Freundin bedanken, ohne deren Unterstützung diese Arbeit niemals möglich gewesen wäre.

Vielen Dank!

Lebenslauf

Name: Georg Zechner
Geburtsort: Wien
Staatsbürgerschaft: Österreich

September 1990– Juli 1994: *Volksschule* Wien XVI Grubergasse
September 1994–Juni 2002: *Gymnasium* BRG XVI Maroltingergasse
Oktober 2001–Juni 2004: Studium *Horn* an der Universität für Musik
und darstellende Kunst Graz
Oktober 2003–September 2004: *Zivildienst* bei der Plattform Sicherer Schulweg
Oktober 2004 bis jetzt: Studium *Physik* an der Universität Wien