

Unterschrift des Betreuers



## DIPLOMARBEIT

### Stromperkolation in MgB<sub>2</sub> Supraleitern

Ausgeführt am

Atominstitut

der Technischen Universität Wien

unter der Anleitung von

Privatdoz. Dipl.-Ing. Dr. techn. Michael Eisterer

durch

Alexander Hinterberger

Brunellengasse 17 1220 Wien Österreich

---

Datum

---

Unterschrift (Student)

Thema der Diplomarbeit: **Stromperkolation in  $\text{MgB}_2$  Supraleitern**

Verfasser: A Hinterberger

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit den supraleitenden Eigenschaften von  $\text{MgB}_2$  Proben. Es wird der Frage nachgegangen welchen Einfluss die Faktoren Herstellungstemperatur, Herstellungsdruck, Dotierung mit Titan und Dotierung mit Siliziumcarbid haben.

Ein Ziel dieser Arbeit ist es zu ermitteln, ob die Ergebnisse der Arbeit

“Nanostructural inhomogeneities acting as pinning centers in bulk  $\text{MgB}_2$  with low and enhanced grain connectivity” von T A Prikhna et al. bestätigt werden können.

Die Fragestellung wurde anhand von Tieftemperaturexperimenten geklärt, mit denen die kritische Temperatur, die kritische Stromdichte, der Verankerungsmechanismus, das normierte Irreversibilitätsfeld, die spezifische Dichte und die Konnektivität ermittelt wurden. Im Ergebnis zeichnet sich ab, dass die Proben, die mit Titan dotiert waren bei allen Temperaturbereichen die für eine technische Anforderung optimalsten Werte hatten. Dahinter folgten die mit Siliziumcarbid dotierten Proben und zum Schluss die undotierten Proben. Der Herstellungsdruck hat keine signifikanten Auswirkungen. Die besten Ergebnisse für technische Anforderungen wurden bei den niedrigsten Herstellungstemperaturen gefunden. Damit stimmen die Ergebnisse nicht mit der oben genannten Arbeit überein, weswegen weitere Überprüfungen nötig sind.

---

Thesis: **Current Percolation in High Pressure Synthesized  $\text{MgB}_2$**

Author: A Hinterberger

The present work deals with the superconducting properties of magnesium-diboride samples.

The main question is what influence the production temperature, the production pressure and the titanium- and siliconcarbide-doping has.

One aim of this study is to determine whether the results of the work “Nanostructural inhomogeneities acting as pinning centers in bulk  $\text{MgB}_2$  with low and enhanced grain connectivity” from T A Prikhna et al. can be confirmed.

The issue was resolved based on low temperature experiments, with which the critical temperature, the critical current density, the pinning mechanism, the shielding fraction, the normalized irreversibility, the specific density and the connectivity was determined.

The results show that the titanium doped samples have the best results for technical purposes, followed by the siliconcarbide-doped samples and at least the undoped samples.

The production pressure has no significant effect. A lower production temperature has better results for technical purposes than a higher production temperature. These results do not coincide with the results from the aforementioned work. So further research has to be done.

---

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Vorwort</b>	<b>6</b>
1.1	Danksagung . . . . .	6
1.2	Das Ziel dieser Arbeit . . . . .	6
1.3	Die Eigenschaften von MgB <sub>2</sub> Supraleitern . . . . .	7
1.4	Vorgehensweise . . . . .	8
<b>2</b>	<b>Proben und Messmethoden</b>	<b>9</b>
2.1	Präparation und Erklärung aller 9 Proben . . . . .	9
2.1.1	716.3 . . . . .	9
2.1.2	728 . . . . .	9
2.1.3	721.1 . . . . .	10
2.1.4	721.2 . . . . .	10
2.1.5	717.1 . . . . .	10
2.1.6	724.1 . . . . .	10
2.1.7	724.4 . . . . .	10
2.1.8	724.2 . . . . .	10
2.1.9	724.3 . . . . .	10
2.1.10	Probendaten . . . . .	11
2.2	17-Tesla-Messsystem . . . . .	12
2.2.1	Beispiel 717.1 . . . . .	13
2.3	Vibrationsmagnetometer (VSM) . . . . .	14
2.3.1	Beispiel 717.1 . . . . .	15
2.4	SQUID . . . . .	16
2.4.1	Beispiel 717.1 . . . . .	16
2.5	4-Punkt-Messungen . . . . .	17
2.5.1	Beispiel 717.1 . . . . .	17
2.6	Waage und Schiebelehre . . . . .	18
2.6.1	Beispiel 717.1 . . . . .	18
<b>3</b>	<b>Mathematische Formulierungen und Dateninterpretation</b>	<b>19</b>
3.1	Kritische Temperatur . . . . .	19
3.1.1	Fehlerrechnung . . . . .	20
3.2	Kritische Stromdichte . . . . .	21
3.2.1	Fehlerrechnung . . . . .	21
3.3	Flussverankerung (Pinning) . . . . .	22
3.3.1	Fehlerrechnung . . . . .	22
3.4	Verankerungsmechanismus . . . . .	23
3.4.1	Fehlerrechnung . . . . .	24
3.5	Shielding Fraction . . . . .	24

3.5.1	Fehlerrechnung . . . . .	25
3.6	Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$ . . . . .	26
3.6.1	Fehlerrechnung . . . . .	27
3.7	Spezifische Dichte . . . . .	28
3.7.1	Beispielrechnung . . . . .	29
3.7.2	Fehlerrechnung . . . . .	29
3.8	Konnektivität . . . . .	30
3.8.1	Fehlerrechnung . . . . .	31
<b>4</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>32</b>
4.1	Vergleich der undotierten Proben: Einfluss der Herstellungstemperaturen . . . . .	33
4.1.1	Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld . . . . .	33
4.1.2	Kritische Stromdichten . . . . .	34
4.1.3	Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$ . . . . .	35
4.1.4	Verankerungsmechanismus . . . . .	36
4.1.5	Konnektivität . . . . .	37
4.1.6	Dichtevergleich . . . . .	38
4.1.7	Shielding Fraction . . . . .	39
4.2	Vergleich der mit 800°C hergestellten Proben: Einfluss der Dotierungen . . . . .	40
4.2.1	Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld . . . . .	40
4.2.2	Kritische Stromdichte . . . . .	41
4.2.3	Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$ . . . . .	42
4.2.4	Verankerungsmechanismus . . . . .	42
4.2.5	Konnektivität . . . . .	42
4.2.6	Shielding Fraction . . . . .	42
4.2.7	Dichte . . . . .	42
4.3	Vergleich der bei 1050°C hergestellten Proben: Einfluss der Dotierungen . . . . .	43
4.3.1	Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld . . . . .	43
4.3.2	Kritische Stromdichte . . . . .	44
4.3.3	Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$ . . . . .	45
4.3.4	Verankerungsmechanismus . . . . .	45
4.3.5	Konnektivität . . . . .	45
4.3.6	Shielding Fraction . . . . .	45
4.3.7	Dichte . . . . .	45
4.4	Vergleich der undotierten Proben: Einfluss des Herstellungsdrucks . . . . .	46
4.4.1	Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld . . . . .	46
4.4.2	Kritische Stromdichte . . . . .	47
4.4.3	Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$ . . . . .	48
4.4.4	Verankerungsmechanismus . . . . .	48
4.4.5	Konnektivität . . . . .	48
4.4.6	Shielding Fraction . . . . .	48
4.4.7	Dichte . . . . .	48
4.5	Vergleich der Titan-dotierten Proben: unterschiedliche Herstellungstemperaturen . . . . .	49
4.5.1	Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld . . . . .	49
4.5.2	Kritische Stromdichte . . . . .	50
4.5.3	Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$ . . . . .	51
4.5.4	Verankerungsmechanismus . . . . .	51
4.5.5	Konnektivität . . . . .	51
4.5.6	Shielding Fraction . . . . .	51

4.5.7	Dichte . . . . .	51
4.6	Vergleich der Siliziumcarbid-dotierten Proben: Unterschiedliche Herstellungstemperaturen . . . . .	52
4.6.1	Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld . . . . .	52
4.6.2	Kritische Stromdichte . . . . .	53
4.6.3	Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$ . . . . .	54
4.6.4	Verankerungsmechanismus . . . . .	54
4.6.5	Konnektivität . . . . .	54
4.6.6	Shielding Fraction . . . . .	54
4.6.7	Dichte . . . . .	54
<b>5</b>	<b>Conclusio</b> . . . . .	<b>55</b>
5.0.8	Literaturverzeichnis . . . . .	56
<b>6</b>	<b>Datenanhang (Grafiken)</b> . . . . .	<b>57</b>
6.1	716.3 . . . . .	57
6.1.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	57
6.1.2	VSM . . . . .	58
6.2	721.1 . . . . .	59
6.2.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	59
6.2.2	VSM . . . . .	60
6.3	728 . . . . .	61
6.3.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	61
6.3.2	VSM . . . . .	62
6.4	721.2 . . . . .	63
6.4.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	63
6.4.2	VSM . . . . .	64
6.5	717.1 . . . . .	65
6.5.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	65
6.5.2	VSM . . . . .	66
6.6	724.1 . . . . .	67
6.6.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	67
6.6.2	VSM . . . . .	68
6.7	724.2 . . . . .	69
6.7.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	69
6.7.2	VSM . . . . .	70
6.8	724.3 . . . . .	71
6.8.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	71
6.8.2	VSM . . . . .	72
6.9	724.4 . . . . .	73
6.9.1	17-Tesla-Messsystem . . . . .	73
6.9.2	VSM . . . . .	74

# Kapitel 1

## Vorwort

### 1.1 Danksagung

Zunächst möchte ich mich an dieser Stelle bei all denjenigen bedanken, die mich während der Anfertigung dieser Bachelor-Arbeit unterstützt und motiviert haben.

Ganz besonders gilt dieser Dank Herrn Privatdoz. Dipl.-Ing. Dr.techn. Michael Eisterer, der meine Arbeit und somit auch mich betreut hat. Nicht nur, dass er immer wieder durch kritisches Hinterfragen wertvolle Hinweise gab, auch seine moralische Unterstützung und Motivation waren unschlagbar. Vielen Dank für die Geduld und Mühen.

Daneben gilt mein Dank meiner Mutter, die in zahlreichen Stunden Korrektur gelesen hat. Sie wies auf Schwächen hin und konnte als Fachfremde immer wieder zeigen, wo noch Erklärungsbedarf bestand. Weiters danke ich meinem Vater für die großzügige finanzielle Unterstützung während des gesamten Studiums.

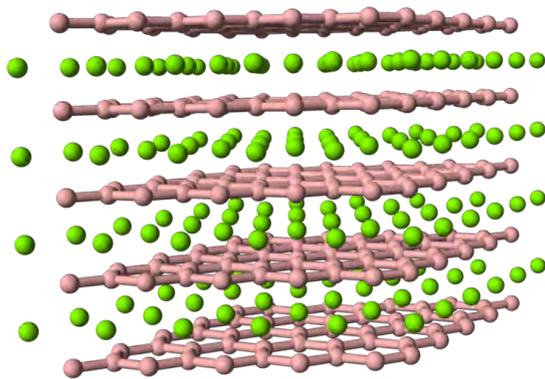
Auch meine Vorgesetzten und Kollegen am Institut für Tieftemperaturphysik und Supraleitung haben maßgeblich dazu beigetragen, dass diese Diplomarbeit nun so vorliegt. Vielen Dank, dass Sie mir die Möglichkeit gegeben haben, an diesem Institut zu forschen und zu arbeiten.

### 1.2 Das Ziel dieser Arbeit

Seit der Entdeckung von  $\text{MgB}_2$  als Supraleiter wird nach Möglichkeiten gesucht, die Eigenschaften dieses Materials zu verbessern um seinen Einsatz in technischen Anwendung zu begünstigen. Das Ziel dieser Arbeit ist es, eine Korrelation zwischen den Messergebnissen und den unterschiedlichen Herstellungsparametern von 9 Magnesiumdiborid Proben zu bestimmen. Diese Proben unterscheiden sich sowohl in ihrer Materialzusammensetzung als auch in der Herstellungstemperatur und dem Herstellungsdruck. Es gibt 3 verschiedene Probenzusammensetzungen nämlich reine, undotierte Proben, Proben die mit 10 % Titan dotiert wurden und Proben die mit 10 % Siliziumcarbid dotiert wurden. Weiters wurden die Proben bei 3 verschiedenen Temperaturen hergestellt. Diese Temperaturen waren  $600^\circ\text{C}$ ,  $800^\circ\text{C}$  und  $1050^\circ\text{C}$ . Zuletzt wurde eine Probe bei  $800^\circ\text{C}$  und 1GPa Druck hergestellt, während alle anderen Proben mit 2GPa hergestellt wurden.

### 1.3 Die Eigenschaften von $\text{MgB}_2$ Supraleitern

Obwohl  $\text{MgB}_2$  bereits 1956 hergestellt wurde, wurden seine supraleitenden Eigenschaften erst im Jahr 2001 entdeckt. Der Herstellungsprozess, um aus Magnesium und Bor  $\text{MgB}_2$  herzustellen, ist auf Grund der unterschiedlichen Schmelztemperaturen aufwendig. Magnesium schmilzt bereits bei  $650^\circ\text{C}$  Bor jedoch erst bei über  $2000^\circ\text{C}$ . Bei dieser Temperatur ist Magnesium jedoch bereits gasförmig. Um dieses Problem zu lösen werden die Stoffe bei etwa  $900^\circ\text{C}$  zusammengebracht und Magnesium diffundiert in das Bor und bildet dort  $\text{MgB}_2$ . Sowohl Magnesium als auch Bor sind relativ kostengünstig, weswegen  $\text{MgB}_2$  Supraleiter für zukünftige industrielle Anwendungen interessant sind. Magnesiumdiborid hat eine vergleichsweise hohe Sprungtemperatur von 39 K.  $\text{MgB}_2$  ist ein körniges Material das in seiner undotierten Form eine theoretische Dichte von etwa  $2629 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$  besitzt. In dieser Arbeit wurde auch mit dotierten Proben gearbeitet, welche im Fall der Titan-Dotierung eine theoretische Dichte von  $2816 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$  und im Falle der Siliziumcarbid-Dotierung eine theoretische Dichte von  $2687 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$  besitzen. Des Weiteren gehört  $\text{MgB}_2$  zur Gruppe der metallischen Materialien, welche in der Supraleitung bereits ziemlich gut erforscht sind. Um über  $\text{MgB}_2$  Supraleiter gute Vorhersagen zu treffen muss die BCS-Theorie, die 1957 von John Bardeen, Leon Neil Cooper und John Robert Shrieffer entwickelt wurde, um die 2-Band Erweiterung ergänzt werden.



(a) Struktur von  $\text{MgB}_2$ . Quelle: Wikipedia

(b) Typische  $\text{MgB}_2$  Probe, die hier verwendet wurde

Abbildung 1.1: Das ist ein Bild einer typischen verwendeten  $\text{MgB}_2$  Probe

## 1.4 Vorgehensweise

An fünf verschiedenen Messgeräten und dem Programm Origin 9 wurden insgesamt sieben Parameter bestimmt, um die Proben zu charakterisieren. Mit Hilfe einer Temperaturabhängigen-Widerstandsmessung wurde die kritische Temperatur, die normierte Widerstandsbreite und die Konnektivität, die mit Hilfe einer Widerstandsmessung bei Raumtemperatur überprüft wurde, gemessen. Mit Hilfe eines VMS, eines Vibrating Sample Magnetometers, wurde die kritische Stromdichte und auch das Pinningverhalten gemessen und daraus folgend die Arten der Verankerungsmechanismen bestimmt. Weiters wurde mit Hilfe eines SQUID, eines Superconducting QUantum Interference Device, die Shielding-Fraction gemessen. Es wurde darüber hinaus auf Grund des Verdachts einer hohen Messungenauigkeit, die aus der Art der Montage der Probe am Messstab herrührt, eine weitere Raumtemperatur-Widerstandsmessung auf einem anderen Messgerät durchgeführt (Siehe Kapitel 2.5). Außerdem wurden alle Proben mit einer Schiebelehre vermessen und mit einer Präzisionswaage gewogen, um ihre spezifische Dichte zu bestimmen. Danach wurden die Proben in sechs Kategorien unterteilt um material- und herstellungsbedingte Vergleiche anzustellen. Es wurden die undotierten Proben anhand ihrer verschiedenen Herstellungstemperaturen miteinander verglichen. Genauso wurde mit den Titan-dotierten und den Siliziumcarbid-dotierten Proben verfahren. Eine undotierte Probe, die mit einem anderen Druck hergestellt wurde, wurde ebenfalls einem Vergleich unterzogen. Außerdem wurden die Proben mit unterschiedlichen Dotierungen und gleichen Temperaturen jeweils bei  $800^{\circ}$  und  $1050^{\circ}$  Herstellungstemperatur miteinander verglichen.

# Kapitel 2

## Proben und Messmethoden

### 2.1 Präparation und Erklärung aller 9 Proben

Alle Proben wurden in der National Academy of Sciences of Ukraine über ein in-situ Verfahren hergestellt [1]. Das bedeutet, dass die Mg und B Pulver gemischt werden, und sich die Phase ( $\text{MgB}_2$ ) während der Wärmebehandlung bei bestimmten Temperaturen, nämlich wie bei den Proben angegeben  $600^\circ\text{C}$ ,  $800^\circ\text{C}$  und  $1050^\circ\text{C}$ , bildet. Einige der Proben wurden mit Titan oder Siliziumcarbid dotiert um bestimmte Effekte zu erzielen. Bei der Titan-dotierung wurde die Tatsache genutzt, dass Titan Sauerstoff bindet und aus diesem Grund die Oxidation in der Probe senkt. Die Siliziumcarbid-dotierung diente als Kohlenstoffquelle. Mit dem durch das Sintern freigesetzten Kohlenstoff soll das Bor substituiert werden, wodurch mehr Störstellen geschaffen werden, was im Endeffekt, durch eine größere Störstellenstreuung, zu einem höheren Oberen kritischen Feld führt (Siehe Kapitel 3.6). Die Proben wurden anschließend mit einer Diamantsäge zu Quadern mit im Schnitt 6 mm Länge und im Schnitt  $1.5\text{mm}^2$  Frontfläche geschnitten. Die Proben wurden soweit nötig glatt geschliffen und anschließend im 17-Tesla-Messsystem gemessen. Danach wurden aus den Proben sehr kleine etwa 0.7 mm breite Stücke geschnitten, die im Anschluss im VSM und im SQUID gemessen und gewogen wurden. Zum Schluss wurden noch Messungen mit einem eigens entwickelten 4-Punkt-Messsystem durchgeführt um Messergebnisse mit einem niedrigeren Fehlerquotienten als bei der 4-Punkt-Messung im 17-Tesla-Messsystem zu bekommen.

#### 2.1.1 716.3

Nr. 716.3 wurde bei  $600^\circ\text{C}$ , 2 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.575 * 1.35 * 0.725 = 1.54\text{mm}^3$ , eine Masse von 0.00401 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.627\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Die theoretische Dichte von undotiertem  $\text{MgB}_2$  beträgt  $2.629\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ .

#### 2.1.2 728

Nr. 728 wurde bei  $800^\circ\text{C}$ , 1 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.74 * 1.61 * 0.72 = 2.01\text{mm}^3$ , eine Masse von 0.00493 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.444\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Die theoretische Dichte von undotiertem  $\text{MgB}_2$  beträgt  $2.629\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ .

### 2.1.3 721.1

Nr. 721.1 wurde bei 800°C, 2 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.5 * 1.2 * 0.74 = 1.33 \text{ mm}^3$ , eine Masse von 0.00321 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.409 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Die theoretische Dichte von undotiertem  $\text{MgB}_2$  beträgt  $2.629 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ .

### 2.1.4 721.2

Nr. 721.2 wurde bei 1050°C, 2 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.5 * 1.4 * 0.76 = 1.51 \text{ mm}^3$ , eine Masse von 0.004 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.586 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Die theoretische Dichte von undotiertem  $\text{MgB}_2$  beträgt  $2.629 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ .

### 2.1.5 717.1

Nr. 717.1 wurde bei 800°C, 2 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Weiters wurde die Probe mit Titan dotiert, was zu einem Titananteil von 10 Gewichtsprozent führt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.87 * 1.56 * 0.72 = 2.1 \text{ mm}^3$ , eine Masse von 0.00553 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.633 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Die theoretische Dichte von Titan-dotiertem  $\text{MgB}_2$  beträgt  $2.816 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ .

### 2.1.6 724.1

Nr. 724.1 wurde bei 1050°C, 2 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Weiters wurde die Probe mit Titan dotiert, was zu einem Titananteil von 10 Gewichtsprozent führt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.6 * 1.6 * 0.77 = 2 \text{ mm}^3$ , eine Masse von 0.00532 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.666 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Die theoretische Dichte von Titan-dotiertem  $\text{MgB}_2$  beträgt  $2.816 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ .

### 2.1.7 724.4

Nr. 724.4 wurde bei 800°C, 2 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Weiters wurde die Probe mit Titan dotiert, was zu einem Titananteil von 10 Gewichtsprozent führt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.82 * 1.17 * 0.72 = 1.57 \text{ mm}^3$ , eine Masse von 0.00408 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.721 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Die theoretische Dichte von Titan-dotiertem  $\text{MgB}_2$  beträgt  $2.816 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ .

### 2.1.8 724.2

Nr. 724.2 wurde bei 1050°C, 2 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Weiters wurde die Probe mit Siliziumcarbid dotiert, was zu einem Siliziumcarbidanteil von 10 Gewichtsprozent führt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.63 * 1.5 * 0.76 = 1.86 \text{ mm}^3$ , eine Masse von 0.0045 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.421 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ . Die theoretische Dichte von Siliziumcarbid-dotiertem  $\text{MgB}_2$  beträgt  $2.687 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ .

### 2.1.9 724.3

Nr. 724.3 wurde bei 800°C, 2 GPa und 1 Stunde Presszeit hergestellt. Weiters wurde die Probe mit Siliziumcarbid dotiert was zu einem Siliziumcarbidanteil von 10 Gewichtsprozent führt. Die Probe hat ein Volumen von  $1.34 * 0.61 * 0.76 = 0.621 \text{ mm}^3$ , eine Masse von

0.00145 g und damit eine spezifische Dichte von  $2.334 \frac{g}{cm^3}$ . Die theoretische Dichte von Siliziumcarbid-dotiertem  $MgB_2$  beträgt  $2.687 \frac{g}{cm^3}$ .

### 2.1.10 Probendaten

Probenname	716.3	721.1	728	721.2	717.1	724.4	724.1	724.3	724.2
Temperatur $^{\circ}C$	600	800	800	1050	800	800	1050	800	1050
Dotierung 10%					Ti	Ti	Ti	SiC	SiC
Druck GPa	2	2	1	2	2	2	2	2	2
Pressdauer h	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Länge (mm)	1.575	1.5	1.74	1.45	1.87	1.78	1.62	1.34	1.63
Breite (mm)	1.35	1.2	1.61	1.4	1.56	1.17	1.6	0.76	1.5
Höhe (mm)	0.725	0.74	0.72	0.76	0.72	0.72	0.77	0.67	0.72
Volumen (mm $^3$ )	1.542	1.33	2.01	1.54	2.1	1.5	2	0.7	1.85
Theoretische Dichte $\frac{g}{cm^3}$	2.629	2.629	2.629	2.629	2.743	2.743	2.743	2.677	2.677
Gemessene Dichte $\frac{g}{cm^3}$	2.627	2.444	2.409	2.586	2.633	2.721	2.666	2.334	2.421
$\frac{\rho}{\rho_{theo}}$	0.999	0.929	0.916	0.983	0.959	0.991	0.971	0.871	0.904

## 2.2 17-Tesla-Messsystem

Das 17-Tesla-Messsystem wurde verwendet, um einerseits die kritische Temperatur in Abhängigkeit von einem Magnetfeld zu bestimmen und andererseits die Konnektivität anhand einer 4-Punkt-Messung zu eruieren. Aus der kritischen Temperatur wurde im weiteren Verlauf die Transitionsbreite und die normierte Transitionsbreite  $B_{\rho=0}/B_{c2}$  bestimmt. Das 17-Tesla-Messsystem besteht aus einem heliumgekühlten Kryostaten in den die Probe an einem für eine 4-Punktmessung ausgelegten Probenhalter (Siehe Abb 2.6.c) eingeführt wird. In dem Kryostat befinden sich supraleitende Spulen aus einer NbTi-Legierung und aus einer Nb<sub>3</sub>Sn Legierung, die ein bis zu 17 Tesla starkes Magnetfeld erzeugen kann. Die Spule wird durch flüssiges Helium gekühlt, welches permanent langsam verdampft. Der Heliumdampf wird zum Teil durch die Probenkammer gepumpt, wo er die Probe abkühlt und relativ gleichmäßig Wärme abführt. In der Probenkammer befindet sich außerdem noch eine Heizeinheit, die die Temperatur der Probe sehr genau regulieren kann. So ist eine Steuerung der Temperatur im 10 mK Bereich möglich.

Die eigentliche Messung besteht nun aus einer Stromquelle, die einen konstanten Strom durch die Probe schickt und einem Voltmeter, das die Spannung misst. Wenn die Spannung auf 0 V fällt, dann ist die Probe supraleitend.



Abbildung 2.1: 17-Tesla-Messsystem

### 2.2.1 Beispiel 717.1

Dies ist ein typisches Messergebnis einer Messung der kritischen Temperatur. Es wurden die Übergänge bei 10 verschiedenen Magnetfeldstärken gemessen. 0 T, 0.5 T, 1 T, 2 T, 4 T, 6 T, 8 T, 10 T, 12 T, und 15 T. Die roten Linien sind Hilfslinien für Ergebnisse, die aus dieser Grafik abgeleitet wurden.

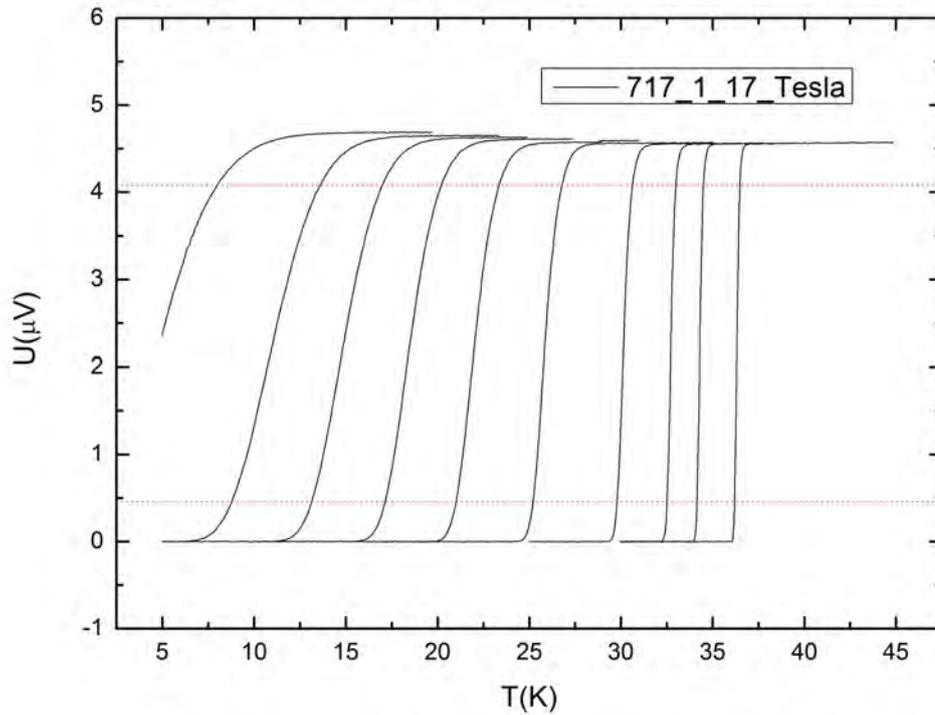


Abbildung 2.2: Messung der kritischen Temperatur der Probe 717.1  $U(\mu V)/T(K)$ . (10% Titan dotiert. 800°C. 2 GPa )

## 2.3 Vibrationsmagnetometer (VSM)

Das Vibrating Sample Magnetometer wurde verwendet, um die kritische Stromdichte  $J_c$  und daraus weiterführend das Pinningverhalten zu bestimmen. Das VSM besteht aus einem Kryostaten, in dem sich supraleitende Spulen befinden, die ein bekanntes Magnetfeld induzieren. In den Kryostat wird ein Probenhalter aus Kunststoff eingeführt, auf dem die Probe mithilfe eines Teflonbandes befestigt wird. Nach dem Abkühlen wird der Probenhalter in Vibration versetzt und die Probe bewegt sich mit hoher Geschwindigkeit im Magnetfeld hin und her. Das wird bei Magnetfeldern von 0 T bis 5 T gemacht. Das Magnetfeld magnetisiert die in Bewegung befindliche Probe. Die Bewegung der magnetisierten Probe durch die Spule induziert Spannungen in der Spule, wodurch die bereits in der Spule vorhandenen Spannungen verändert werden. Diese Veränderung wird gemessen. Aus den so induzierten Spannungen kann nun herausgelesen werden, wie groß die Magnetisierung bei welchem Feld ist. Dann wird die Magnetisierung durch die Reduzierung des Feldes in die entgegengesetzte Richtung umgekehrt. Aus der daraus entstehenden Hystereseschleife wurde mithilfe eines Computerprogrammes von Projektassistent (FWF) Dipl.-Ing. Dr.techn. Martin Zehetmayer, Abteilung für Tieftemperatur und Supraleitung am Atominstytut der TU Wien, die kritische Stromdichte  $J_c$  bestimmt.



Abbildung 2.3: Vibrating Sample Magnetometer

### 2.3.1 Beispiel 717.1

In der Grafik sind die 6 Grafen, die bei den Temperaturen 10 K (die äußerste Linie rechts), 20 K, 25 K, 30 K, 33 K und 35 K (die innerste Linie links) zu sehen.

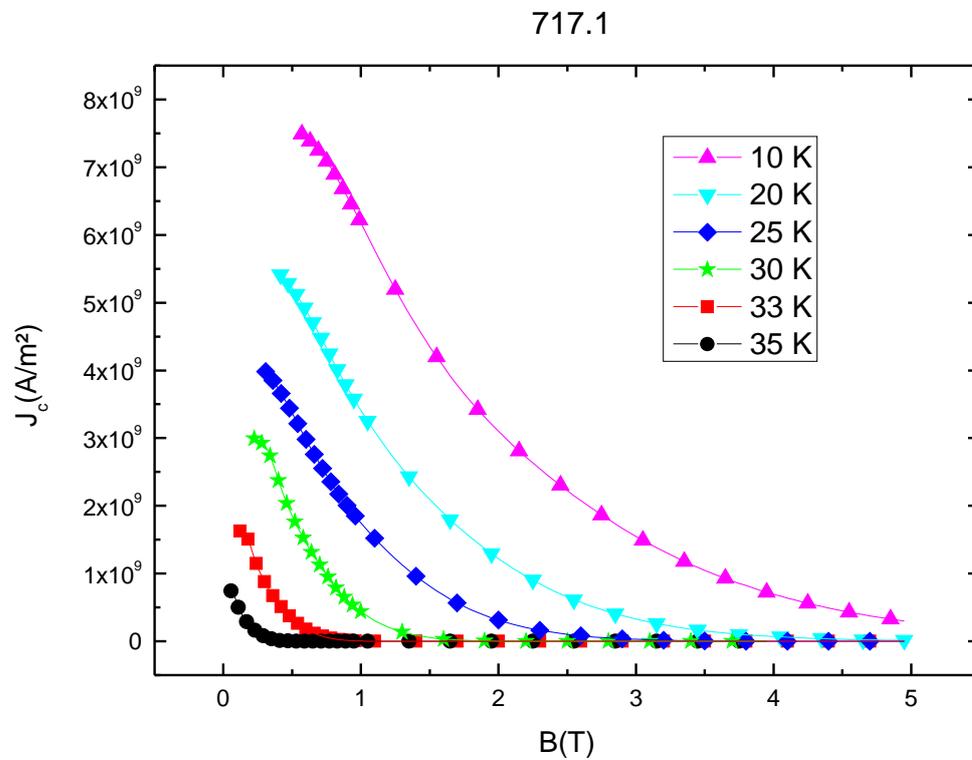


Abbildung 2.4: Kritische Stromdichte der Probe 717.1  $J_c(A/m^2)/B(T)$ . (10% Titan dotiert. 800°C. 2GPa )

## 2.4 SQUID

Das Superconducting QUantum Interference Device wurde verwendet um die Shielding-fraction der Proben zu bestimmen. Das SQUID besteht aus einem supraleitenden Ring, der an einer Stelle durch einen sehr dünnen Nichtleiter unterbrochen ist. Im Ring fließt ein konstanter Strom, der die nicht leitende Stelle mithilfe des Tunneleffekts überwindet. Dies wird auch Josephson-Effekt genannt. Nach dem Prinzip der Flussquantisierung in supraleitenden Ringen ändert sich der magnetische Fluss in so einem Ring, wenn sich ein äußeres Magnetfeld um ein ganzzahliges Vielfaches des elementaren Flussquantums nach oben oder nach unten ändert. In einem AC-SQUID wird der Magnetische Fluss konstant gehalten und der Strom, der hierfür notwendig ist, wird gemessen. Um den Einfluss unerwünschter Magnetfelder auszuschließen werden insgesamt 3 Spulen eingesetzt. Eine um den Fluss zu messen und zwei entgegengesetzt gewickelte mit jeweils halber Windungszahl die darüber und darunter angebracht sind.

### 2.4.1 Beispiel 717.1

Die Magnetisierung  $m$  die vom SQUID gemessen wurde, wurde mit dem form-abhängigen Parameter  $D$ , der Permeabilitätskonstante  $\mu$ , und der magnetischen Feldstärke  $H_0$  über die Formel

$$Sh = \frac{\mu_0 * m * (1 - D)}{\mu_0 * H_0 * V} = 96.8\%$$

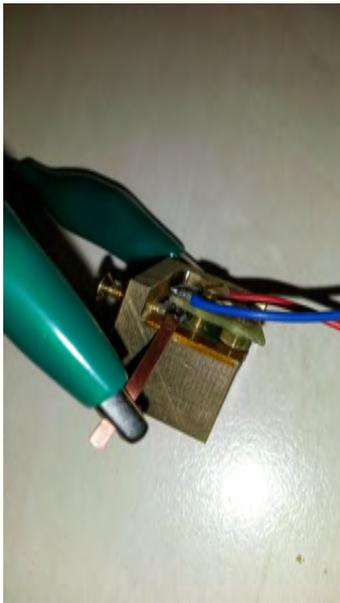
zur Shielding-fraction  $Sh$  geführt. (Eine Erklärung der Formel folgt in Kapitel 3.5)



Abbildung 2.5: Superconducting Quantum Interference Device

## 2.5 4-Punkt-Messungen

Die 4 Punkt Messung dient dazu, den spezifischen Widerstand der Proben genauer zu bestimmen. Da die 4-Punktmessung des 17-Tesla-Messsystems zu ungenau schien, da, wie in Abb 2.6.c zu sehen, der Abstand zwischen den inneren Kontakten aufgrund der Ausdehnung des Silberleitklebers nicht genau bestimmbar ist, wurde ein anderes 4-Punkt-Messsystem entwickelt, dessen Kontaktabgriff durch 2 Titanspitzen ermöglicht wird, die einen exakten Abstand von 1.4 mm haben. In diesem selbstgebautes Messsystem wird die Probe mit 2 Metallschrauben in Position gehalten. Eine der Metallschrauben und ein Kupferband dienen der Stromführung. 2 Titanspitzen, die von oben mit einer weiteren Metallschraube in Position gehalten werden, dienen dem Spannungsabgriff.



(a) 4-Punkt-Messsystem



(b) Vergrößerte Ansicht des 4-Punkt Messers. Die Titanspitze ist rot markiert.



(c) 17-Tesla-Messsystem-  
Probenhalter

Abbildung 2.6: Vergleich zwischen dem Selbstgebautes 4-Punkt-Messsystems und dem 4-Punkt-Messsystem im 17-Tesla-Messsystem

### 2.5.1 Beispiel 717.1

Der spezifische Widerstand  $\rho$  wurde mithilfe eines konstanten Stromes  $I$ , der Spannung  $U$ , der Querschnittsfläche  $A$  sowie der Länge des Spannungsabgriffs  $l$  errechnet.

$$\rho = \frac{U \cdot A}{I \cdot l} = 11.36 \mu\Omega cm$$

## 2.6 Waage und Schiebelehre

Zur Bestimmung der spezifischen Dichte der Proben wurde eine Präzisionswaage und eine Schiebelehre verwendet



(a) Präzisionswaage

(b) Elektronische Schiebelehre

Abbildung 2.7: Messinstrumente zur Gewichts- und Größenbestimmung

### 2.6.1 Beispiel 717.1

Geschnittene Probe (für VSM- und SQUID- Messung)

$$m = 5.53 \frac{mg}{mg} = 0.72 \text{ mm} * 1.56 \text{ mm} * 1.87 \text{ mm} = 2.1 \text{ mm}^3$$

$$\rho = \frac{m}{V} = \frac{5.53g}{2.1cm^3} = 2.63 \frac{g}{cm^3}$$

## Kapitel 3

# Mathematische Formulierungen und Dateninterpretation

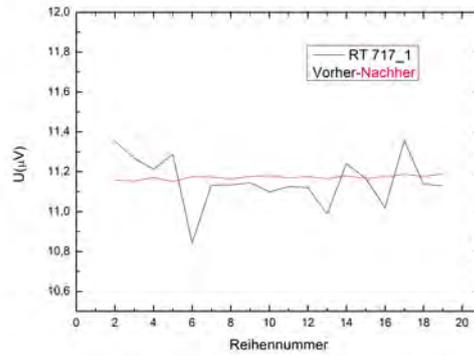
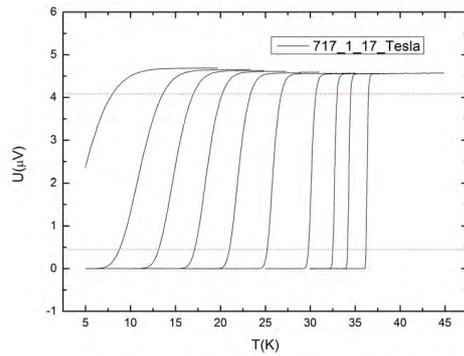
### 3.1 Kritische Temperatur

Die kritische Temperatur ist die Temperatur, unterhalb welcher ein Material beginnt supraleitend zu werden. Ohne angelegtes Magnetfeld liegt diese Temperatur bei  $\text{MgB}_2$  bei etwa 39 K. Wird ein Magnetfeld angelegt, so werden die magnetischen Flusslinien aus dem Supraleiter, der ein idealer Diamagnet ist, hinaus gedrängt. Der Supraleiter bleibt im Inneren feldfrei weil ein Teil der Elektronen, die sich jetzt widerstandsfrei bewegen, einen Ringstrom erzeugen, der ein dem äußeren entgegengesetzt gerichtetes Magnetfeld induziert. Der Supraleiter kann nur bis zu einer bestimmten äußeren Feldstärke feldfrei bleiben. Dieser so genannte "Meissner-Ochsenfeld-Effekt", der das Magnetfeld hinausdrängt, kann so stark sein, dass er den supraleitenden Körper sogar zum Schweben bringen kann.

In Supraleitern 1. Art dringt das Magnetfeld mit zunehmender Stärke in den Supraleiter ein, während das Zentrum der noch supraleitenden und feldfreien Zone nach und nach zur Mitte hin schrumpft.

Bei Supraleitern 2. Art, wie den hier Untersuchten aus  $\text{MgB}_2$ , dringt das Magnetfeld nicht langsam zur Mitte hin vor, sondern es bilden sich sogenannte Flussschläuche, die im Inneren normalleitend sind, sich gegenseitig abstoßen und sich daher über den ganzen Supraleiter gleichmäßig verteilen. Bei zunehmendem Magnetfeld steigt die Zahl der Flussschläuche so lange an, bis es keine supraleitenden Bereiche mehr gibt.

Die Übergangstemperaturen bei verschiedenen, angelegten Magnetfeldern wurden mithilfe des 17-Tesla-Messsystems bestimmt (siehe Kapitel 2.2). Um die Übergangsbreite (siehe Kapitel 3.3) zu bestimmen wurden 2 waagrechte (rote gestrichelte) Linien eingezeichnet. Jeweils bei 90 % und bei 10 % des Übergangs von normalleitend zu supraleitend. Außerdem wurde die Spannung bei Raumtemperatur einmal vor und einmal nach der Messung gemessen und miteinander verglichen um eventuelle Kontaktbrüche, die durch die starken Temperaturunterschiede entstehen, auszuschließen (siehe Abb 3.1.b).



(a) Kritische Temperaturen bei verschiedenen Magnetfeldstärken) 717.1 (b) Messung vor und nach der Tieftemperaturmessung um eventuelle Kontaktbrüche zu finden

Abbildung 3.1: Die Kritischen Temperaturen wurden bei verschiedenen Magnetfeldstärken bestimmt. Diese sind von links nach rechts: 15 T, 12 T, 10 T, 8 T, 6 T, 4 T, 2 T, 1 T, 0.5 T, 0 T

### 3.1.1 Fehlerrechnung

Eine genaue Fehlerrechnung ist hier nicht sinnvoll, da die einzigen Fehler aus den Ungenauigkeiten der verwendeten Stromquelle, dem Voltmeter, und vor allem dem thermoelektrischen Temperaturfühler herrühren. Diese werden jedoch in regelmäßigen Abständen kalibriert. Die größten Ungenauigkeiten rühren jedoch vom Temperaturgradienten zwischen Temperaturfühler und Probe und dem Magnetwiderstand des Sensors her.

Um weitere Fehler gering zu halten wurde die Spannung bei Raumtemperatur vor und nach der Messung verglichen. Ein starker Unterschied der Ergebnisse würde auf einen möglichen Bruch der Kontakte zwischen Probe und Messapparatur hindeuten. Abb 3.1.b zeigt, dass es keinen nennenswerten Unterschied zwischen den Messungen von Probe 717.1 gibt.

## 3.2 Kritische Stromdichte

Die kritische Stromdichte ist die maximale Stromdichte, die durch einen Supraleiter fließen kann, bevor er nicht mehr verlustfrei Strom leitet. Der Grund hierfür ist das durch den Strom erzeugte Magnetfeld des Leiters, das in einem Typ 2 Supraleiter Flussschläuche entstehen lässt (siehe Kapitel 3.1) Der Strom bewirkt, dass eine Kraft auf die Flussschläuche in Typ 2 Supraleitern, nämlich die Lorentzkraft

$$F = q(E + v \times B)$$

mit der Kraft  $F$ , der Ladung  $q$ , dem elektrischen Feld  $E$ , der Ladungsgeschwindigkeit  $v$  und dem Magnetischen Fluss  $B$  wirkt.

Die kritische Stromdichte ist nun die maximale Stromdichte die durch den Supraleiter fließen kann, bevor die Flussschläuche aus ihren Flussverankerungen (siehe Kapitel 3.3) gerissen werden und sich zu bewegen beginnen. Aus diesem Grund kann ein Typ 2 Supraleiter nicht als komplett verlustfreier Leiter angesehen werden. Die Bewegung der Flussschläuche führt in jedem Fall zu einem Energieverlust. Man versucht diesen zu reduzieren, indem man für den Supraleiter eine kristalline Struktur oder Einschlüsse von Fremdatomen und Molekülen wählt, die die Flussschläuche verankern und bis zu einem gewissen Grad, nämlich der kritischen Stromdichte, festzuhalten vermögen.

Die kritischen Stromdichten  $J_c$  wurden im VSM gemessen (Siehe Kapitel 2.3 Messungen/VSM). Die Rohdaten wurden mit einem Programm von Projektassistent(FWF) Dipl.-Ing. Dr.techn. Martin Zehetmayer, Abteilung für Tieftemperatur und Supraleitung am Atominstitut der TU Wien ausgewertet. Dieses Programm errechnet aus den vorliegenden Rohdaten und einem Koeffizienten, der aus der Länge, Breite und Höhe der Proben besteht, das Diagramm. Da die genauen Parameter des Programms aber nicht bekannt waren und nicht Teil dieser Diplomarbeit sind wird hier auf eine mathematische Formulierung und eine Fehlerrechnung verzichtet. Wie in der Grafik zu sehen ist, wird die kritische Stromdichte  $J_c$  über der magnetischen Flussdichte  $B$  von 0 bis 5 T abgebildet.

### 3.2.1 Fehlerrechnung

Es ist keine genaue Fehlerrechnung möglich, da hier sehr viele Parameter und deren Zusammenhang nicht genau bekannt sind. Fehlerquellen sind hier vor allem Ungenauigkeiten bei den Dimensionen der Probe und der Probenausrichtung in der Messapparatur, die nur näherungsweise Gültigkeit des Berechnungsmodells und, mit weit geringerem Anteil am Gesamtfehler, die Ungenauigkeiten der Messapparaturen.

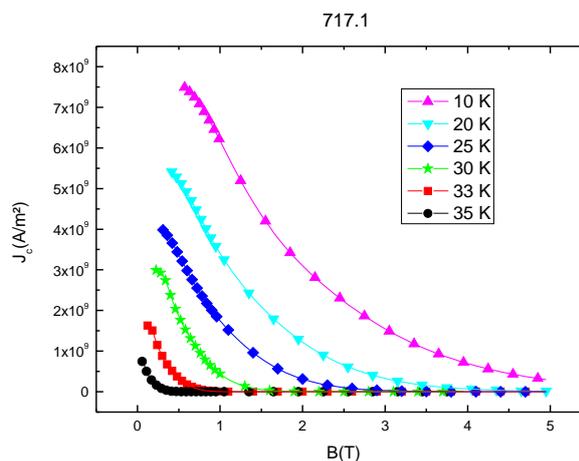


Abbildung 3.2: Kritische Stromdichte

### 3.3 Flussverankerung (Pinning)

Wenn sich in einem Typ 2 Supraleiter Flussschläuche bilden und diese durch die Lorentzkraft bewegt werden, besteht die Möglichkeit, dass diese an materialbedingten Strukturen hängenbleiben. Die Flussschläuche bleiben an diesen Stellen haften solange die Lorentzkraft nicht die Schwelle dieser Pinningkraft überschreitet und sie wieder losreißt. Die Pinningkraft wurde nach folgender Formel errechnet:  $F(\frac{N}{m^3}) = J_c(\frac{A}{m^2}) * B(T)$  Die Form

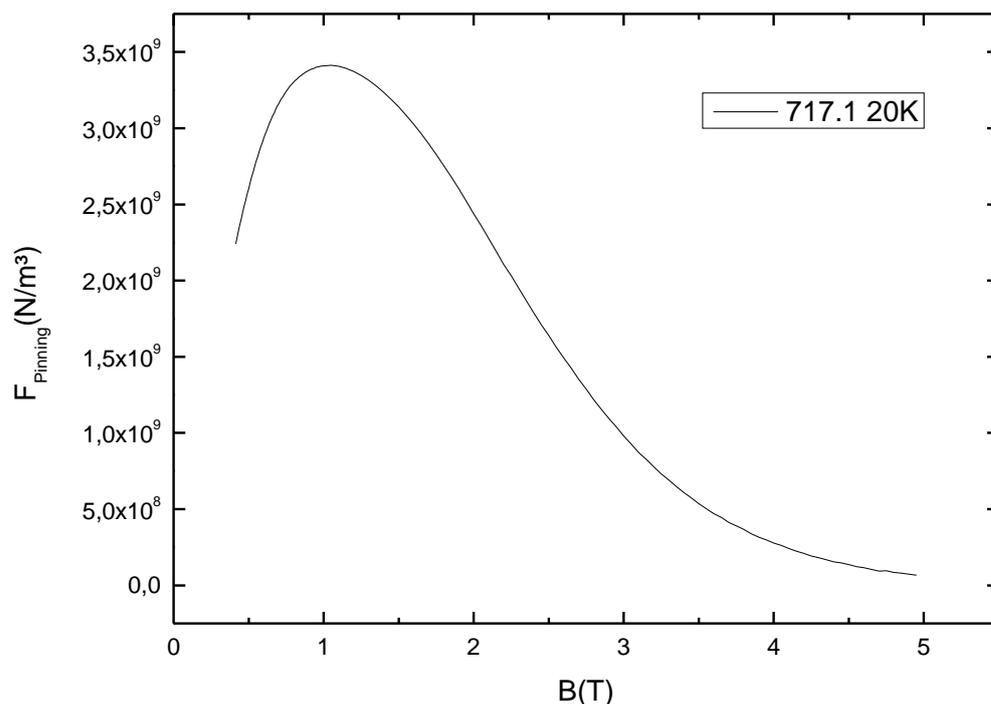


Abbildung 3.3: Feldabhängigkeit der Volumspinningkraft  $F(\frac{N}{m^3})$  der Probe 717.1 (10% Titan dotiert, 800°C, 2GPa )

der Flussverankerungskurve ergibt sich aus mehreren Faktoren. Mit ansteigendem Feld entstehen zuerst immer mehr Flussschläuche die sich an eventuellen Pinningzentren verankern können. Aus diesem Grund steigt die Pinningkraft zuerst an. Danach sinkt sie ab, weil die Flussschläuche mit zunehmendem Feld starrer werden und sich nicht mehr von Pinningzentrum zu Pinningzentrum bewegen. Dadurch werden die Flusslinien von weniger Pinningzentren gehalten und können sich leichter losreißen. Wenn die kritische Stromdichte erreicht ist, reißen sich alle Flusslinien per definitionem los.

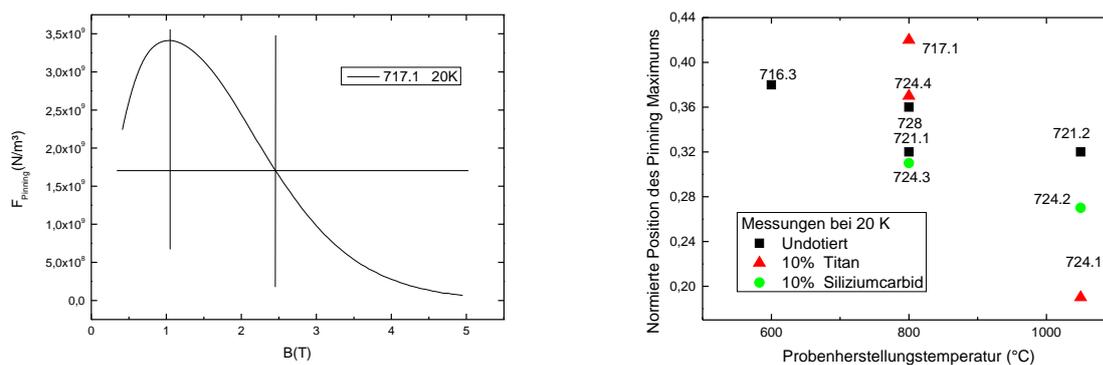
#### 3.3.1 Fehlerrechnung

Eine Fehlerrechnung ist hier nicht sinnvoll, da nur die Werte der kritischen Stromdichte verwendet wurden und daher die selben Fehlerquellen, nämlich das nur näherungsweise gültige Modell, fehlerhaft kalibrierte Geräte und Ungenauigkeiten bei den Abmessungen der Proben, erwartet werden.

### 3.4 Verankerungsmechanismus

Aus der Flussverankerung kann bestimmt werden, ob in einer Probe im Vergleich zu einer anderen Probe eher mehr Grain Boundary Pinning vorhanden ist oder ob Point Pinning auch eine größere Rolle spielt. Bei Point Pinning bleiben die Flussschläuche an Fremdkörpereinschlüssen hängen. Bei Grain Boundary Pinning bleiben die Flussschläuche an den Korngrenzen des  $MgB_2$  hängen. Ein weiter nach oben verschobener Wert der normierten Position des Pinning Maximums lässt im Vergleich mit einer anderen Probe in Abbildung 3.4.b auf einen höheren Anteil an Point Pinning schließen während ein niedrigerer Wert auf einen geringeren Anteil an Point Pinning schließen lässt. Das folgt daher, dass bei der Flussverankerung zwei konkurrierende Effekte auftreten. Zum einen steigt mit ansteigendem Feld die Zahl der Flusslinien und damit die Zahl der Flusslinien die an Punktdefekten (Point Pinning) hängen bleiben. Wenn es also viele Punktdefekte gibt verschiebt sich der Peak in Abb 3.4.a eher nach rechts. Der konkurrierende Effekt ist die Abnahme des effektiven Verankerungspotential eines Defekts. Dieses verschwindet beim Irreversibilitätsfeld, wenn die kritische Stromdichte null wird. Das Grain Boundary Pinning hingegen wird durch die Korngrenzen bewirkt. Wenn die normierte Position des Pinningmaximums in Grafik 3.4.b einen mit den anderen Proben verglichenen höheren Wert aufweist, so ist also insgesamt auch mehr Point Pinning vorhanden. Die beiden Pinningmechanismen können jedoch nicht getrennt von einander betrachtet werden weil immer beide Effekte auftreten.

Aus der Grafik Abb 3.4.a wurde in einem Grafik-Programm die Hälfte des höchsten Wertes eruiert. Dann wurde die rechte vertikale Linie durch den Kreuzungspunkt zwischen Graph und horizontaler Linie gezeichnet. Weiters wurde eine weitere vertikale Linie am Punkt des größten Maximums gezogen. Zum Schluss die magnetische Flussdichte beim Verankerungsmaximum durch die magnetische Flussdichte bei der Hälfte des Verankerungsmaximums dividiert, um eine normierte Position für das Verankerungsmaximum zu erhalten um so Vergleiche anstellen zu können.



(a) Grafik um Position des Pinningmaximums zu bestimmen (b) Normierte Positionen der Pinningmaxima im Vergleich

Abbildung 3.4: Methode um Pinningmaxima zu bestimmen

### 3.4.1 Fehlerrechnung

Ein Fehler kann hier nur abgeschätzt werden, da die einzelnen Punkte und Linien grafisch eruiert wurden. Der Fehler liegt also abgesehen von den Eichungenauigkeiten und der Probendimension beziehungsweise Ausrichtung zusätzlich noch von der Genauigkeit des Statistik-Programms Origin 9 und der Fähigkeit des Autors möglichst genau die Punkte mit dem Cursor auszuwählen.

## 3.5 Shielding Fraction

Wenn ein Supraleiter den supraleitenden Zustand erreicht, verhält er sich wie ein Diamagnet. Als solcher drängt er Magnetfelder gemäß dem Meissner-Ochsenfeld-Effekt heraus und aus diesem Grund wird das Innere des Supraleiters feldfrei gehalten. Die Magnetfelder werden bis zu einem gewissen Grad herausgedrängt, der sowohl vom Material des Supraleiters, seiner Form, als auch von der Stärke der Magnetfelder abhängt. Dieser Anteil des Supraleiters, der feldfrei bleibt, wird mithilfe der Shielding Fraction berechnet.

Die Shielding-Fraction wird nach folgender Formel errechnet.

$$Sh = \frac{\mu_0 * m * (1 - D)}{\mu_0 * H_0 * V}$$

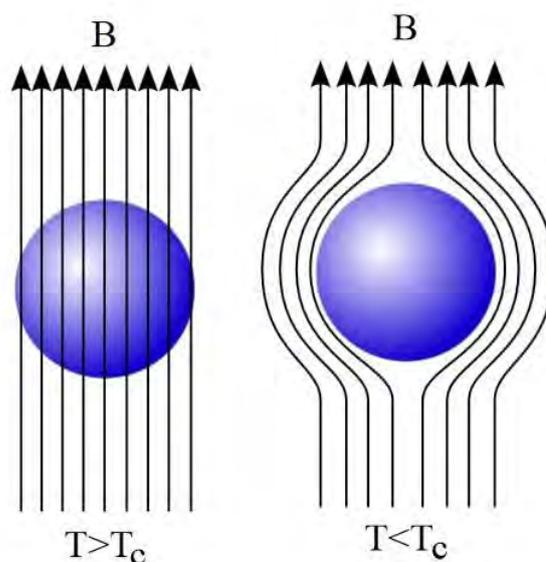


Abbildung 3.5: Meissner-Ochsenfeld-Effekt

$\mu_0 = 4 * \pi * 10^{-7} \frac{N}{A^2}$  ist die magnetische Feldkonstante.

$m$  ist die gemessene Magnetisierung (material- UND geometrieabhängiger Anteil).

$D$  ist die Entmagnetisierungskorrektur. Dieser Parameter, der von der Länge, Breite und Höhe der Probe abhängt, ist eingeführt worden, da die Magnetfeldlinien stetig sind aber an einem Körper mit Kanten entlanglaufen. Die Felderhöhungen an den Rändern der Probe sind durch die Körperform jedoch unregelmäßig, weswegen dieser Korrekturfaktor benötigt wird.  $D$  wurde mit Hilfe eines Computerprogramms ebenfalls von Projektassistent.(FWF) Dipl.-Ing. Dr.techn. Martin Zehetmayer errechnet.

$\mu_0 * H_0$  ist die Treiberamplitude, mit der die Magnetisierung erreicht wurde. In allen Messungen wurde eine Treiberamplitude von  $0.30e = 30\mu T$  verwendet.  $V$  ist schlussendlich das Volumen der Probe und wird in  $m^3$  angegeben.

Wenn der Meissner Zustand erreicht ist, also die Probe supraleitend ist, dann ist die Magnetisierung  $M = -H_{eff}$  d.h. das äußere Magnetfeld wird komplett herausgedrängt. In der Praxis ist hier jedoch der Korrekturfaktor  $D$  notwendig. Hier gilt nun  $M = -H_{eff} = \frac{H_0}{1-D}$ . Dieser Korrekturfaktor wird eingebaut um den geometrieabhängigen Teil der Magnetisierung zu kennen. Wenn dieser Teil nun bekannt ist kann er vom gesuchten materialabhängigen Teil unterschieden und herausgerechnet werden.

Probenname	716.3	721.1	728	721.2	717.1	724.4	724.1	724.3	724.2
Herstellungstemperatur°C	600	800	800	1050	800	800	1050	800	1050
Dotierung 10%					Ti	Ti	Ti	SiC	SiC
Druck GPa	2	2	1	2	2	2	2	2	2
Pressdauer h	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Volumen $mm^3$	1.52	1.33	2.01	1.54	2.1	1.5	2	0.7	1.85
Shielding-Fraction%	104.7	91.7	96.9	96.5	96.8	99.2	99.8	95.1	89.7

### 3.5.1 Fehlerrechnung

Bei der Fehlerrechnung wird hier aufgrund der Formel nur ein Mindestfehler angegeben, der aus dem Fehler der Volumenabmessungen entsteht. Die anderen Fehlerquellen liegen um mindestens 4 Größenordnungen darunter und sind deshalb für die Rechnung nicht relevant.

### 3.6 Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$

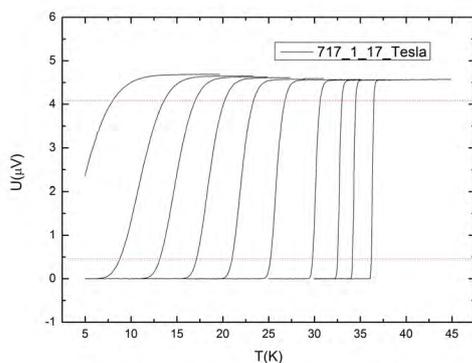
Um das normierte Irreversibilitätsfeld zu erhalten wird das Irreversibilitätsfeld durch das obere kritische Feld dividiert. Nach der Formel  $B_{\rho=0}(T) = \frac{B_{c2}(T)}{\sqrt{(\gamma^2-1)p_c^2+1}}$  [2] kann nun ein

Wert für  $\frac{1}{\sqrt{(\gamma^2-1)p_c^2+1}}$  angegeben werden (Siehe Abb:3.7).

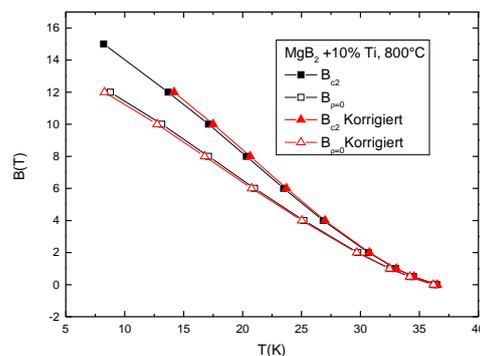
$\gamma$  ist die Anisotropie des oberen kritischen Magnetfelds. Sie ist definiert als der Quotient des oberen kritischen Feldes parallel bzw. orthogonal zu den Borebenen. Für reines  $\text{MgB}_2$  gilt  $\gamma \sim 6$ .

$p_c$  ist die Perkolationsschwelle. Sie gibt den minimalen Anteil an Knoten an, der besetzt sein muss um einen allumspannenden Cluster zu haben. In der Kontinuumsperkolationstheorie kann sich die Perkolationsschwelle auch auf ein relatives Volumen oder ein relatives Gewicht beziehen. Für reines, dicht gepacktes  $\text{MgB}_2$  gilt  $p_c \sim 0,2$ .

Die roten Linien mit den Dreiecken in Abb 3.6.b sind das korrigierte obere kritische Magnetfeld bzw. das korrigierte Irreversibilitätsfeld. Sie wurden aus einer verfeinerten Methode aus der selben Grafik errechnet. Dabei wurden die Kreuzungspunkte zwischen den Linien bei 90% und bei 10% der gemessenen Spannung bei jeder Magnetfeldstärke in Abb 3.6.a mit einer Linie verbunden und diese Linie bis zum oberen und unteren Ende fortgesetzt, sodass die neuen Kreuzungspunkte bei 100% der Spannung und bei 0% der Spannung liegen. Es ist hier wichtig, dass nicht vergessen wird, dass ein Wert von eins eine Übergangsbreite von 0 bedeutet, also je höher der Wert des normierten Irreversibilitätsfeldes ist, desto schmaler ist die Übergangsbreite. Die Anisotropie nimmt mit zunehmender Temperatur ab, wodurch der Nenner in der obengenannten Formel kleiner wird, und folglich nähert sich das Verhältnis  $B_{\rho=0}/B_{c2}$  dem Wert 1 an, die Übergangsbreite nimmt also ab. Die Übergangsbreite müsste also bei der oberen kritischen Temperatur 0 sein. Wegen thermischen Fluktuationen und Materialinhomogenitäten verschwindet die Übergangsbreite aber nicht ganz.



(a) Kritische Temperatur



(b) Übergang bei 90% und 10%

Abbildung 3.6: Errechnung der Übergangsbreiten. Volle Symbole: Oberes kritisches Magnetfeld. Leere Symbole: Irreversibilitätsfeld

### 3.6.1 Fehlerrechnung

Ein Fehler kann hier nur abgeschätzt werden, da die einzelnen Punkte grafisch eruiert wurden. Der Fehler hängt also abgesehen von den selben Eichungenauigkeiten, den Ungenauigkeiten von Magnetwiderstand des Sensors und Temperaturgradient zwischen Probe und Temperaturfühler, noch von der Genauigkeit des Statistik-Programms Origin 9 und der Fähigkeit, möglichst genau die Punkte mit dem Cursor auszuwählen, ab.

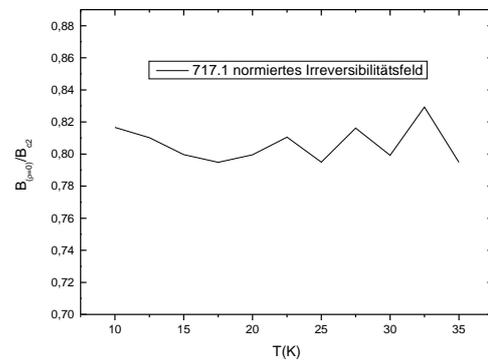


Abbildung 3.7: Normiertes Irreversibilitätsfeld

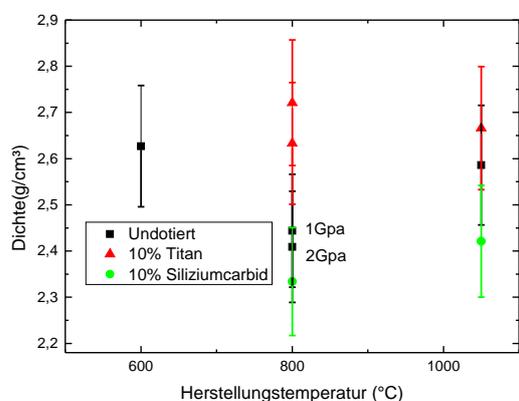
### 3.7 Spezifische Dichte

Die spezifische Dichte der Proben wurde erhoben um die Auswirkungen der Herstellungsparameter auf die Probendichte zu eruieren. Die theoretische Dichte wurde aus der theoretischen Dichte die der Literatur [1] entnommen wurde und im Falle der dotierten Proben aus der Titan- und der Siliziumcarbiddichte errechnet. Dafür wurde folgende Formel verwendet:

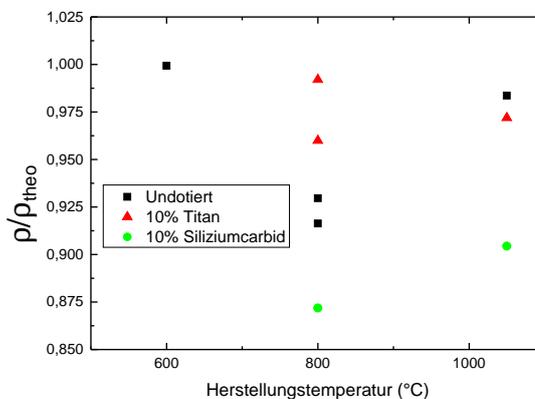
$$\rho_{gesamt} = \frac{M}{\frac{M*0.1}{\rho_{Ti}} + \frac{M*0.9}{\rho_{MgB_2}}} \text{ bzw.}$$

$$\rho_{gesamt} = \frac{M}{\frac{M*0.1}{\rho_{SiC}} + \frac{M*0.9}{\rho_{MgB_2}}}$$

Probenname	716.3	721.1	728	721.2	717.1	724.4	724.1	724.3	724.2
Temperatur °C	600	800	800	1050	800	800	1050	800	1050
Dotierung 10%					Ti	Ti	Ti	SiC	SiC
Druck GPa	2	2	1	2	2	2	2	2	2
Pressdauer h	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Theoretische Dichte $\frac{g}{cm^3}$	2.629	2.629	2.629	2.629	2.743	2.743	2.743	2.677	2.677
Gemessene Dichte $\frac{g}{cm^3}$	2.627	2.444	2.409	2.586	2.633	2.721	2.666	2.334	2.421
$\frac{\rho}{\rho_{theo}}$	0.999	0.929	0.916	0.983	0.959	0.991	0.971	0.871	0.904



(a) Dichtevergleich mit einer Fehlerrate von 5%



(b) Dichte zur theoretischen Dichte normiert

Abbildung 3.8: Dichtevergleich zwischen den Proben

Aus den Dichten konnte im Rahmen der Messungenauigkeit kein eindeutiger Zusammenhang mit den Herstellungsparametern festgestellt werden.

### 3.7.1 Beispielrechnung

durchgeführt an 717.1

$$m = 5.53 * 10^{-6} kg$$

$$l = 0.72 * 10^{-3} m$$

$$b = 1.56 * 10^{-3} m$$

$$h = 1.87 * 10^{-3} m$$

$$\rho = \frac{m}{lbh}$$

$$\rho = 2633 \frac{kg}{m^3}$$

### 3.7.2 Fehlerrechnung

Beispielfehlerrechnung durchgeführt an Probe 717.1. Die

$$\Delta m = 1 * 10^{-7} kg$$

$$\Delta l = 5 * 10^{-5} m$$

$$\Delta b = 5 * 10^{-5} m$$

$$\Delta h = 5 * 10^{-5} m$$

$$\rho = \frac{d\rho}{dm} \Delta m + \frac{d\rho}{dl} \Delta l + \frac{d\rho}{db} \Delta b + \frac{d\rho}{dh} \Delta h$$

$$\rho = \frac{1}{lbh} \Delta m + \frac{m}{l^2bh} \Delta l + \frac{m}{lb^2h} \Delta b + \frac{m}{lbh^2} \Delta h$$

$$\rho = \left( \frac{1}{2 * 10^{-9}} * 10^{-7} + \frac{5.53 * 10^{-6}}{1.44 * 10^{-12}} * 5 * 10^{-5} + \frac{5.53 * 10^{-6}}{3.27 * 10^{-12}} * 5 * 10^{-5} + \frac{5.53 * 10^{-6}}{3.93 * 10^{-12}} * 5 * 10^{-5} \right) \frac{kg}{m^3}$$

$$\Delta \rho = 396.9 \frac{kg}{m^3} = 15.07\%$$

### 3.8 Konnektivität

Die Konnektivität ist ein quantitatives Maß für das Verhältnis des effektiven supraleitenden Querschnitts zum geometrischen Querschnitt der Probe. Um die Konnektivität zu berechnen nimmt man den Quotienten des spezifischen Widerstands der Körner und den spezifischen Widerstand der Probe. Da der Widerstand der Körner nicht genau bekannt ist wird hier der Phononenanteil, der der Differenz des spezifischen Widerstands bei hohen und tiefen Temperaturen entspricht verwendet.

Der Wert für die Konnektivität wurde erhoben, indem die Differenz zwischen dem spezifischen Widerstand bei Raumtemperatur und dem spezifischen Widerstand bei 40 K, also knapp über der kritischen Temperatur, mit dem theoretischen Wert von  $9 \mu\Omega cm$  verglichen wurden. Wegen der Ungenauigkeit der Widerstandsmessung im 17-Tesla-Messsystem wurde der Quotient zwischen den Widerständen im gleichen Maße modifiziert wie der Quotient zwischen dem Ergebnis der Messung bei Raumtemperatur und dem Ergebnis der Messung bei Raumtemperatur mit dem 4-Punkt-Messsystem. Bei der Probe 724.3 war eine Korrekturmessung mit dem 4-Punkt-Messsystem nicht möglich, da nach der Zerschneidung der Proben keines der Probenstücke die minimale Länge von 1.4 mm aufwies (siehe grüne Spalte der Tabelle). Das rote Feld wurde markiert, da es einen Wert zeigt, der größer ist als der theoretische Maximalwert von reinem  $MgB_2$ . Diese Besonderheit ist jedoch dadurch zu erklären, dass diese Probe eine Titandotierung enthält und Titan bei Zimmertemperatur eine gute Leitfähigkeit aufweist. Dass die zweite mit den selben Parametern hergestellte Probe einen so viel niedrigeren Wert hat, liegt an einem Riss, der sich möglicherweise durch die gesamte Probe zieht.

Probename	716.3	721.1	728	721.2	717.1	724.4	724.1	724.3	724.2
Temperatur $^{\circ}C$	600	800	800	1050	800	800	1050	800	1050
Dotierung 10%					Ti	Ti	Ti	SiC	SiC
Druck GPa	2	2	1	2	2	2	2	2	2
U( $10^{-6}$ )V	12.5	16	22	19	5.5	11	10	11	28
I(A)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.01	0.1
L( $10^{-3}m$ )	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.76	1.4
A( $10^{-6}m^2$ )	2.39	1.86	2.9	2	2.9	3.9	2.6	0.9	2.35
$\rho_{295 K}(\mu\Omega cm)$	21.4	21	45	27	11.36	30.8	18.7	56.3	47
$\rho_{40 K}(\mu\Omega cm)$	11.5	9	21.9	13	4.5	8	9.5	29.3	27
Konnektivität	0.91	0.75	0.37	0.67	1.34	0.39	0.9	0.34	0.45

Beispielrechnung durchgeführt an Probe 717.1

$$U=5.5 * 10^{-6}V$$

$$I=10^{-1}A$$

$$A=2.9 * 10^{-6} m^2$$

$$L=1.4 * 10^{-3}$$

$$\rho = \frac{UA}{IL}$$

$$\rho=11.36 \mu\Omega cm$$

$$\text{Konnektivität} = \frac{9}{\rho_{295 K} - \rho_{40 K}}$$

### 3.8.1 Fehlerrechnung

Beispielfehlerrechnung durchgeführt an Probe 717.1

$$\Delta U = 2.25 * 10^{-7} V$$

$\Delta I = 0$  A (Der Fehler der Stromquelle wird als vernachlässigbar klein angenommen)

$$\Delta A = 0.25 * 10^{-6}$$

$$\Delta L = 0.05 * 10^{-3} \text{ m}$$

$$\Delta \rho = \frac{d\rho}{dA} \Delta A + \frac{d\rho}{dU} \Delta U + \frac{d\rho}{dL} \Delta L + \frac{d\rho}{dI} \Delta I$$

$$\Delta \rho = \frac{U}{IL} \Delta A + \frac{A}{IL} \Delta U + \frac{UA}{IL^2} \Delta L + \frac{UA}{I^2 L} \Delta I$$

$$\Delta \rho = \left( \frac{5.5 * 10^{-6}}{10^{-1} * 1.4 * 10^{-3}} * 2.5^{-6} + \frac{2.9 * 10^{-6}}{10^{-1} * 1.4 * 10^{-3}} * 2.25 * 10^{-7} \right. \\ \left. + \frac{5.5 * 10^{-6} * 2.9 * 10^{-6}}{10^{-1} * 1.4 * 10^{-6}} * 5^{-4} + \frac{5.5 * 10^{-6} * 2.9 * 10^{-6}}{10^{-1} * 1.4 * 10^{-3}} * 0 \right) \mu\Omega cm$$

$$\Delta \rho = 0.6 \mu\Omega cm = 15.3\% \text{ Fehler}$$

## Kapitel 4

# Ergebnisse

## 4.1 Vergleich der undotierten Proben: Einfluss der Herstellungstemperaturen

### 4.1.1 Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld

Die Proben, die mit niedrigeren Herstellungstemperaturen (Probe 716.3-600°C und Probe 721.1-800°C) hergestellt wurden, werden bei höheren Temperaturen und höheren magnetischen Feldern bereits supraleitend als die mit 1050°C hergestellte Probe (721.2). Die mit 800°C hergestellte Probe wird bei fast den selben Temperaturen und den selben Magnetfeldstärken supraleitend wie die mit 600°C hergestellte Probe. Jedoch ist ihre Übergangsbreite deutlich größer. Bei 1050°C Herstellungstemperatur hat die Probe einen auffällig niedrigen supraleitenden Bereich und wäre damit besonders hervorzuheben. Weiters hat sie eine etwas größere Übergangsbreite, als die bei 600°C hergestellte Probe. Nach den hier vorliegenden Daten wäre also die Probe mit der niedrigsten Herstellungstemperatur am ehesten für eine technische Anwendung geeignet. Aus vorhergehenden Experimenten ist allerdings bekannt, dass die besten Ergebnisse für technische Anwendungen bei 2 GPa eher bei hohen Herstellungstemperaturen zu finden sind, was den Ergebnissen dieser Messungen diametral entgegen steht. Vom Hersteller wurde jedoch angekündigt, dass beim Herstellungsprozess dieser Probenreihe Fehler passiert sein könnten.

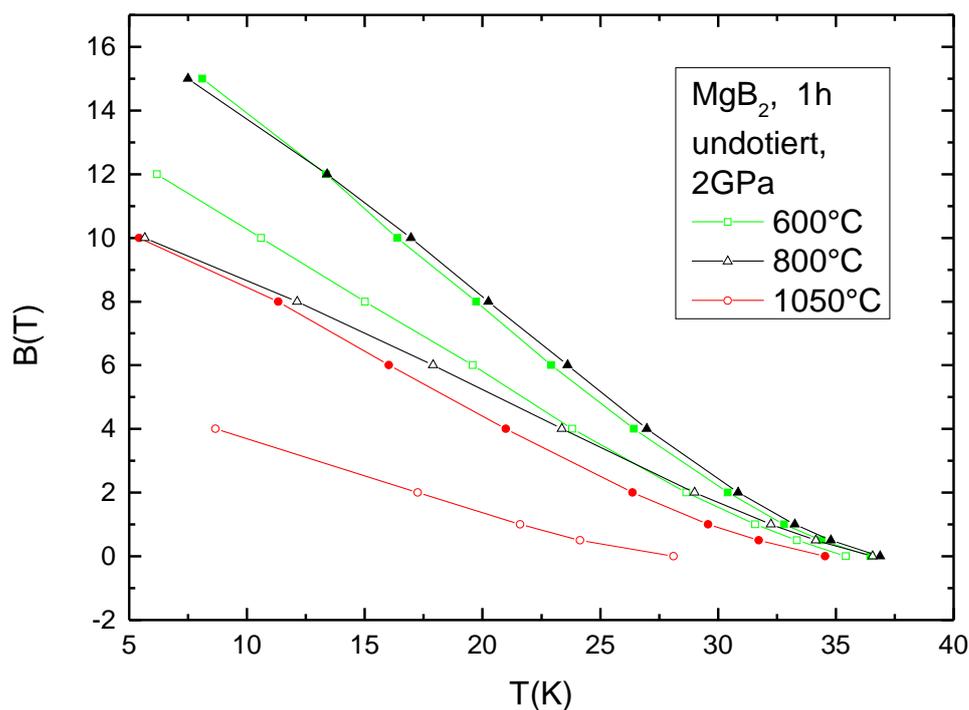
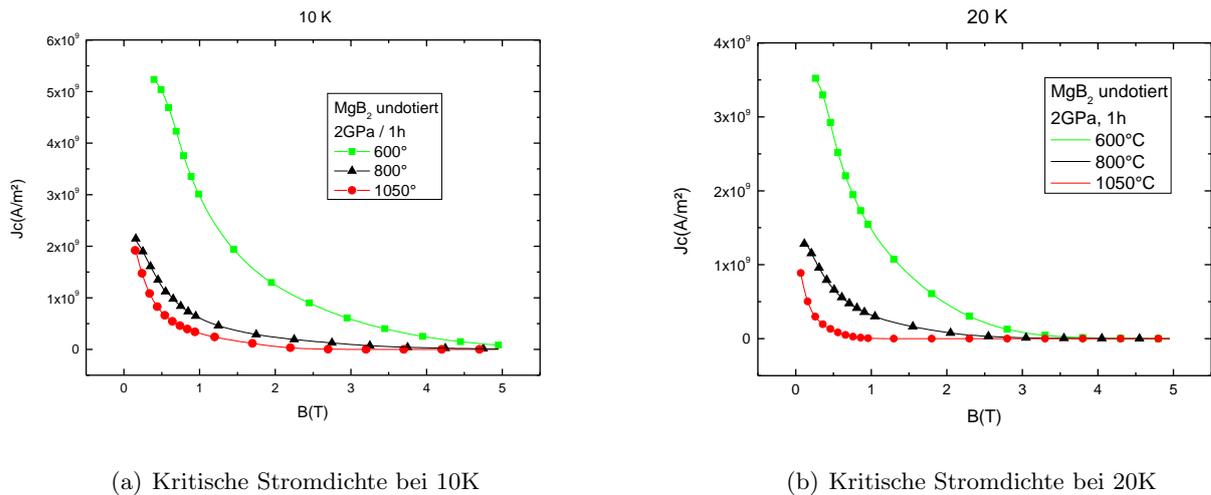


Abbildung 4.1: Supraleitende Bereiche von undotierten Proben bei den Herstellungstemperaturen 600°C, 800°C und 1050°C. Die vollen Symbole markieren das obere kritische Magnetfeld, die leeren Symbole das Irreversibilitätsfeld

## 4.1.2 Kritische Stromdichten

An diesen Ergebnissen kann man erkennen, dass bei der niedrigsten Herstellungstemperatur (Probe 716.3- 600°C) die höchste kritische Stromdichte möglich ist. Sowohl bei 10 K als auch bei 20 K (Abb 4.2.a, Abb 4.2.b) hat die Probe mit 600°C Herstellungstemperatur eine deutlich höhere kritische Stromdichte als die bei 800°C und 1050°C. Bei 10 K ist zudem der Unterschied zwischen 800°C und 1050°C Herstellungstemperatur deutlich kleiner als der Unterschied bei 20 K. Hier widersprechen die Messdaten wieder den aus früheren Messungen bekannten Werten, dass höhere Temperaturen bei der Herstellung bessere Ergebnisse für eine eventuelle technische Anwendung liefern sollten. Diese Ergeb-



(a) Kritische Stromdichte bei 10K

(b) Kritische Stromdichte bei 20K

Abbildung 4.2: Vergleich der kritischen Stromdichten bei undotierten Proben.

nisse lassen sich ebenfalls durch die Konnektivität (siehe Kapitel 4.1.6) in der die Ergebnisse ein ähnliches Verhalten aufweisen (Proben 716.3, 721.1, 721.2), nachvollziehen. Es ist intuitiv klar, dass es bei einer höheren Konnektivität, also bei mehr Verbindungen durch das körnige MgB<sub>2</sub>, mehr Möglichkeiten des Stromflusses und dadurch folglich eine höhere Stromdichte gibt. Weiters ist aus den kritischen Stromdichten auch direkt auf das Pinningverhalten zu schließen (Siehe Kapitel 3.3). Das MgB<sub>2</sub> wurde weiters nicht streng stöchiometrisch hergestellt. Es wurde vom Hersteller angegeben, dass das verwendete Magnesium möglicherweise schon vor der Verwendung teilweise oxidiert sei. Dasselbe gilt auch für das verwendete Bor. Da die Proben also vermutlich nicht nur MgB<sub>2</sub> sondern auch MgB<sub>*x*</sub>, mit  $x \geq 4$ , und Magnesiumoxide enthalten, ist dies eine Erklärung für die Abweichungen von den erwarteten Werten.

### 4.1.3 Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$

$B_{\rho=0}/B_{c2}=1$  steht für einen perfekten also unendlich schmalen Übergang. In Abb:4.3 ist zu sehen, dass die Probe, die bei 600°C hergestellt wurde, das höchste Irreversibilitätsfeld hat, dieses jedoch bei einer Messtemperatur nahe der kritischen Temperatur abnimmt. Die Probe, die bei 800°C hergestellt wurde, hat ein etwas niedrigeres Irreversibilitätsfeld, dieses nimmt jedoch bei höherer Messtemperatur zu. Die Probe, die bei 1050°C hergestellt wurde, hat ein deutlich niedrigeres Irreversibilitätsfeld als die anderen Proben, das bei zunehmender Messtemperatur sogar noch kleiner wird.

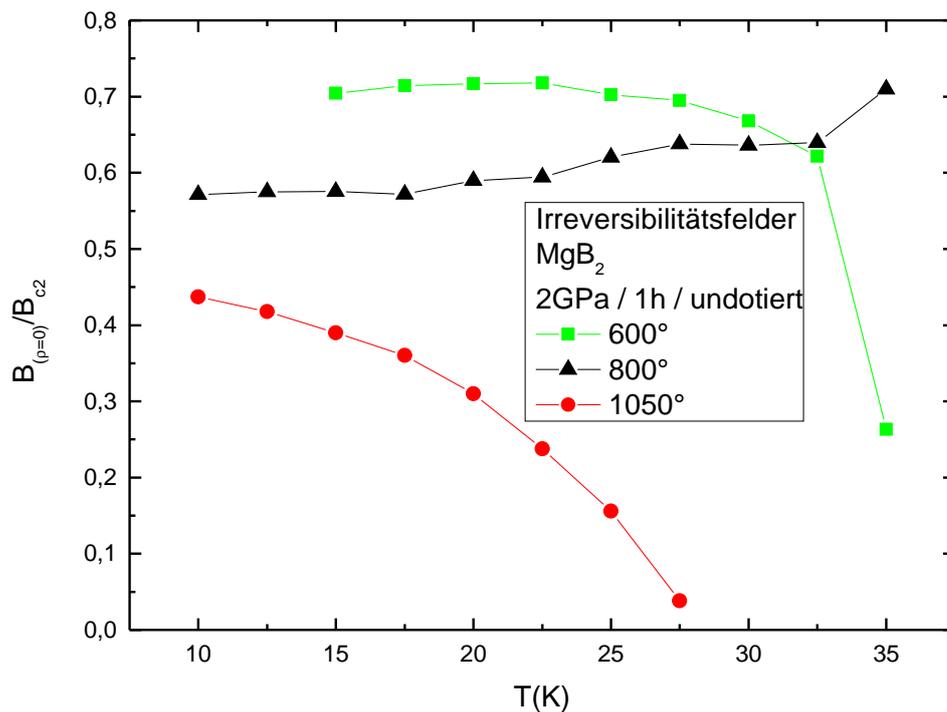


Abbildung 4.3: Vergleich der normierten Irreversibilitätsfelder bei den Herstellungstemperaturen 600°C, 800°C und 1050°C

#### 4.1.4 Verankerungsmechanismus

Die Positionen der maximalen Verankerungskraft wurden normiert um einen Vergleich anstellen zu können, obwohl der Grad der Anisotropie unbekannt ist. Die Daten lassen hier jedoch keine eindeutigen Schlüsse zu. Bei den undotierten Proben besitzt die mit 600°C offenbar den größten Anteil am Point Pinning in Relation zum Grain Boundary Pinning. Bei den mit 800°C hergestellten Proben hat die mit 1GPa Herstellungsdruck einen etwas höheren Anteil Point Pinning als die mit 2GPa hergestellte Probe. Interessant ist auch, dass das Verhältnis von Point- und Grain Boundary Pinning, der bei 1050°C hergestellten Probe, dasselbe ist wie das Verhältnis der bei 800°C hergestellten Probe. Bei einem Fehler von mindestens 5% kann das aber auch ein Zufall sein.

Bei den Titan-dotierten Proben verhält es sich anders. Hier weisen die mit identischen Herstellungsparametern hergestellten Proben 717.1 und 724.4 deutliche Unterschiede auf während, anders als bei den undotierten Proben, hier die Probe mit 1050°C einen deutlich geringeren Anteil an Point Pinning aufweist. Die Verhältnisse der Verankerungsmechanismen der mit Siliziumcarbid-dotierten Proben liegen näher beieinander als bei den mit Titan dotierten. Jedoch weisen beide einen geringeren Anteil an Point Pinning auf als bei den undotierten Proben.

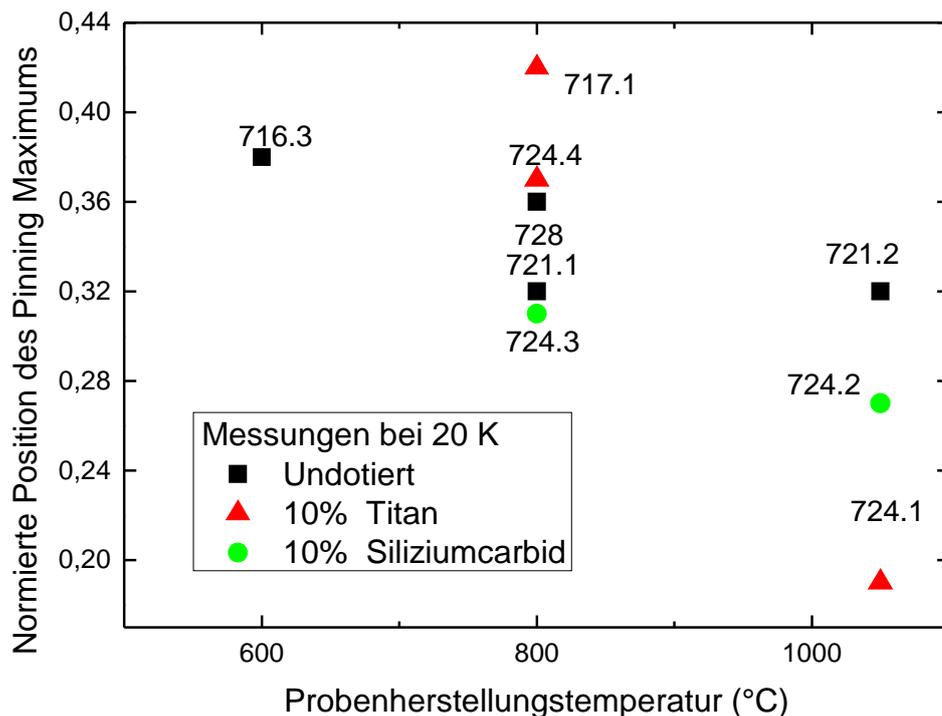


Abbildung 4.4: Vergleich der höchsten Verankerungskräfte bei den Herstellungstemperaturen 600°C, 800°C und 1050°C bei undotierten, titandotierten und siliziumcarbiddotierten Proben

#### 4.1.5 Konnektivität

Die Konnektivität der undotierten Proben 716.3, 721.1 und 721.2 nimmt mit steigender Herstellungstemperatur ab. Bei den Titan-dotierten Proben ist dieses Muster nicht mehr so gut zu erkennen. Die mit identischen Herstellungsparametern hergestellten Proben 717.1 und 724.4 weisen stark unterschiedliche Konnektivitäten auf. Probe 717.1 überschreitet sogar die theoretische Höchstgrenze von reinem  $\text{MgB}_2$  (siehe rotes Feld in der Tabelle). Das liegt jedoch mit großer Wahrscheinlichkeit daran, dass Titan und damit auch die Titandotierung bei Zimmertemperatur einen niedrigeren elektrischen Widerstand als  $\text{MgB}_2$  aufweist. Bei tiefen Temperaturen ist das nicht mehr der Fall. Ein Grund für die sehr niedrige Konnektivität der Probe 724.4 ist möglicherweise ein mikroskopischer Bruch im Inneren der Probe, der nicht gefunden wurde. Dafür spricht auch, dass die Probe 724.1 die bei  $1050^\circ\text{C}$  hergestellt wurde immer noch eine relativ hohe Konnektivität aufweist. Die Proben die mit Siliziumcarbid dotiert wurden können nicht gut miteinander verglichen werden, da die Probe 724.3 nicht mit der einzelnen 4-Punktmessung gemessen werden konnte (siehe Kapitel 2.5 und 3.8 und grüne Spalte in der Tabelle). Ein ungefährender Vergleich ist möglich mit der 4-Punkt Messung aus dem 17-Tesla Messsystem. Hier war der Wert der Konnektivität von Probe 724.2, also der Probe mit einer Herstellungstemperatur von  $1050^\circ\text{C}$  0.13 anstatt der neuen Messung die den Wert 0.45 ergab. Nimmt man die alten Werte, dann sieht man auch hier ein Absinken der Konnektivität mit zunehmender Herstellungstemperatur.

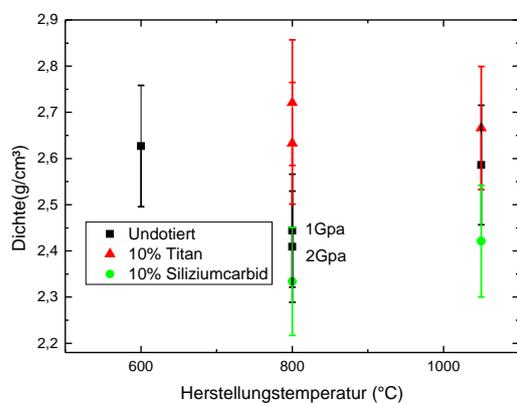
Abschließend lässt sich sagen, dass sowohl bei den dotierten als auch bei den undotierten Proben eine höhere Herstellungstemperatur zu niedrigerer Konnektivität führt. Diese Ergebnisse stehen wieder im Widerspruch zu den Literaturwerten [1], die eigentlich bei höheren Herstellungstemperaturen höhere Konnektivitäten erwarten ließen.

Probenname	716.3	721.1	728	721.2	717.1	724.4	724.1	724.3	724.2
Temperatur $^\circ\text{C}$	600	800	800	1050	800	800	1050	800	1050
Dotierung 10%					Ti	Ti	Ti	SiC	SiC
Druck GPa	2	2	1	2	2	2	2	2	2
$U(10^{-6})\text{V}$	12.5	16	22	19	5.5	11	10	11	28
$I(\text{A})$	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.01	0.1
$L(10^{-3}m)$	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.4	1.76	1.4
$A(10^{-6}m^2)$	2.39	1.86	2.9	2	2.9	3.9	2.6	0.9	2.35
$\rho_{295\text{K}}(\mu\Omega\text{cm})$	21.4	21	45	27	11.36	30.8	18.7	56.3	47
$\rho_{40\text{K}}(\mu\Omega\text{cm})$	11.5	9	21.9	13	4.5	8	9.5	29.3	27
Konnektivität	0.91	0.75	0.37	0.67	1.34	0.39	0.9	0.34	0.45

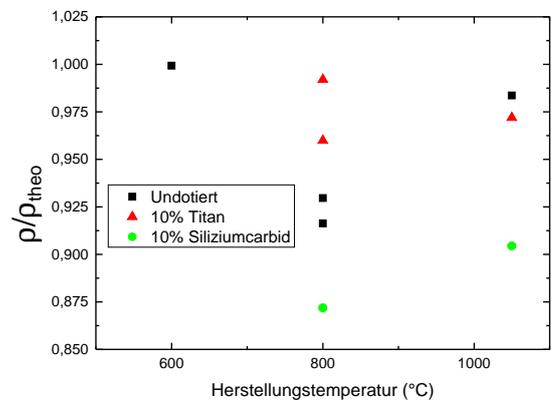
#### 4.1.6 Dichtevergleich

Die Dichte verhält sich für alle Proben ziemlich ähnlich, wenn man den Fehler von 5% berücksichtigt. Trotzdem scheinen die undotierten Proben bei einer Herstellungstemperatur von 800°C die geringste Dichte zu haben.

Die Proben bieten auch einen guten Vergleich mit der Konnektivität. Die Titandotierten Proben, die höchste Dichte haben, besitzen, abgesehen von Probe 724.4, auch die höchsten Werte für die Konnektivität. Die undotierten Proben, besitzen eine etwas niedrigere Konnektivität und auch eine etwas niedrigere Dichte, während die mit Siliziumcarbid dotierten Proben die niedrigste Konnektivität und die niedrigste Dichte aller drei Probentypen hat. Diese Übereinstimmung ist gut erklärbar, da eine höhere Dichte zu mehr Körnern pro Volumen führt und mehr Körner auch mehr Berührungspunkte aufweisen. Auf diese Weise gibt es einen größeren Stromquerschnitt, also auch eine größere Konnektivität.



(a) Dichtevergleich mit einer Fehlerrate von 5%



(b) Dichte zur theoretischen Dichte normiert

Abbildung 4.5: Dichtevergleich zwischen den Proben

#### 4.1.7 Shielding Fraction

Aus der Shielding Fraction kann man sehen, dass die Proben bei einem Fehler von ungefähr 5% alle ähnliche Werte aufweisen. Bei den meisten Proben ist die Shielding Fraction bei über 95%. Lediglich bei Probe 721.1 und 724.4 ist eine niedrigere Shielding Fraction zu erkennen. Es sind hier, außer etwas höheren Werten der Titan-dotierten Proben, keine Zusammenhänge zwischen den Herstellungsparametern und den Ergebnissen zu erkennen. Es ist auch kein Zusammenhang mit den anderen gemessenen Parametern zu erkennen.

Probenname	716.3	721.1	728	721.2	717.1	724.4	724.1	724.3	724.2
Temperatur°C	600	800	800	1050	800	800	1050	800	1050
Dotierung 10%					Ti	Ti	Ti	SiC	SiC
Druck GPa	2	2	1	2	2	2	2	2	2
Herstellungsdauer h	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Volumen $mm^3$	1.52	1.33	2.01	1.54	2.1	1.5	2	0.7	1.85
Shielding Fraction %	104.7	91.7	96.9	96.5	96.8	99.2	99.8	95.1	89.7

## 4.2 Vergleich der mit 800°C hergestellten Proben: Einfluss der Dotierungen

### 4.2.1 Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld

Das obere kritische Feld und das Irreversibilitätsfeld sind bei den dotierten Proben höher als bei den undotierten Proben. Die Werte der Titan- und der Siliziumcarbid-dotierten Proben sind hier ziemlich ähnlich. Die Übergangsbreite ist bei der Titan-dotierten Probe etwas kleiner als bei der Siliziumcarbid-dotierten Probe. Die undotierte Probe hat etwa die selbe Übergangsbreite wie die Siliziumcarbid-dotierte Probe.

Bei 800°C Herstellungstemperatur besitzen die Proben mit einer Titan- oder Siliziumcarbid-dotierung die geeigneteren Werte für eine technische Anwendung als die undotierte Probe. Diese Ergebnisse stimmen mit der Literatur [1] überein, da das Titan bei der Dotierung die Oxidation des  $\text{MgB}_2$  verringert. Siliziumcarbid hingegen setzt beim Sintern Kohlenstoff frei, der im  $\text{MgB}_2$  das Bor substituiert und dadurch mehr Störstellen schafft, was das obere kritische Magnetfeld erhöht.

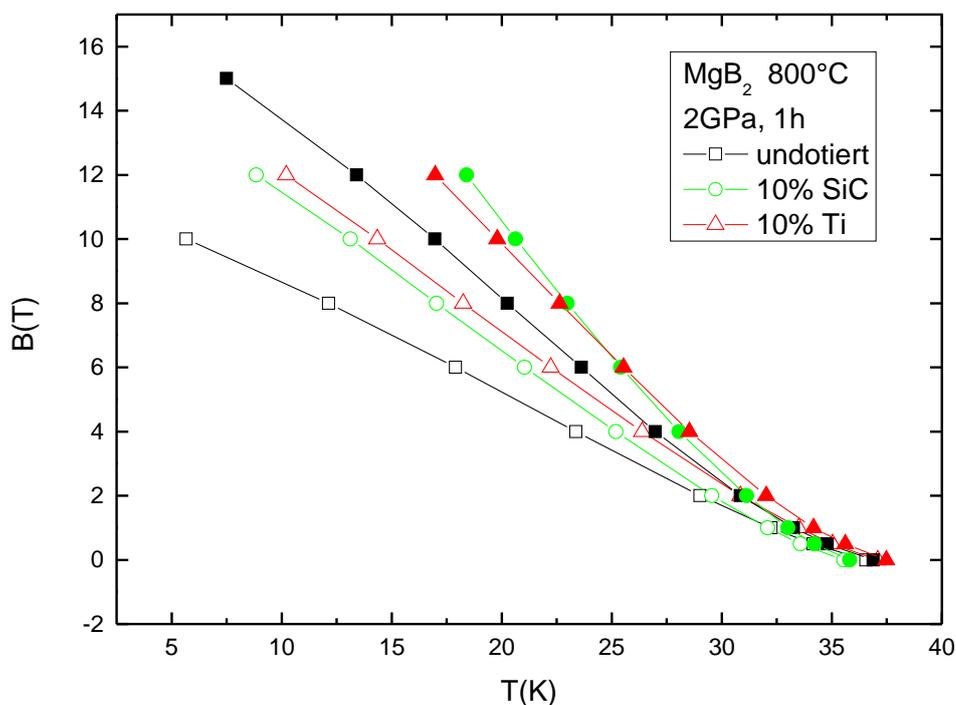


Abbildung 4.6: Supraleitende Bereiche von verschiedenen dotierten Proben bei einer Herstellungstemperatur von 800°C. Die vollen Symbole kennzeichnen das obere kritische Feld, die leeren Symbole das Irreversibilitätsfeld.

## 4.2.2 Kritische Stromdichte

Die Titan-dotierte Probe weist eine deutlich höhere kritische Stromdichte auf, als die Siliziumcarbid-dotierte oder die undotierte Probe. Weiters ist das Verhältnis der drei Linien zueinander ein ziemlich ähnliches sowohl bei 10 K als auch bei 20 K Messtemperatur, wenn auch die Gesamtgröße der kritischen Stromdichte bei 10K Messtemperatur größer ist. Die Tatsache, dass bei der Titandotierung die höchste kritische Stromdichte erreicht wird, steht in Übereinstimmung mit den Literaturwerten [1]. Durch die Messungen der Konnektivität lassen sich die Ergebnisse ebenfalls verifizieren da Titan die höchste Konnektivität aufweist (siehe Kapitel 4.1.5). Da die bei 800°C hergestellte Siliziumcarbid-dotierte Probe nicht mit der einzelnen 4-Punkt-Messung gemessen werden konnte, ist ein direkter Vergleich zwischen der undotierten und der Siliziumcarbid-dotierten Probe nicht möglich. Die undotierten Proben weisen bei 800°C Herstellungstemperatur einen höheren

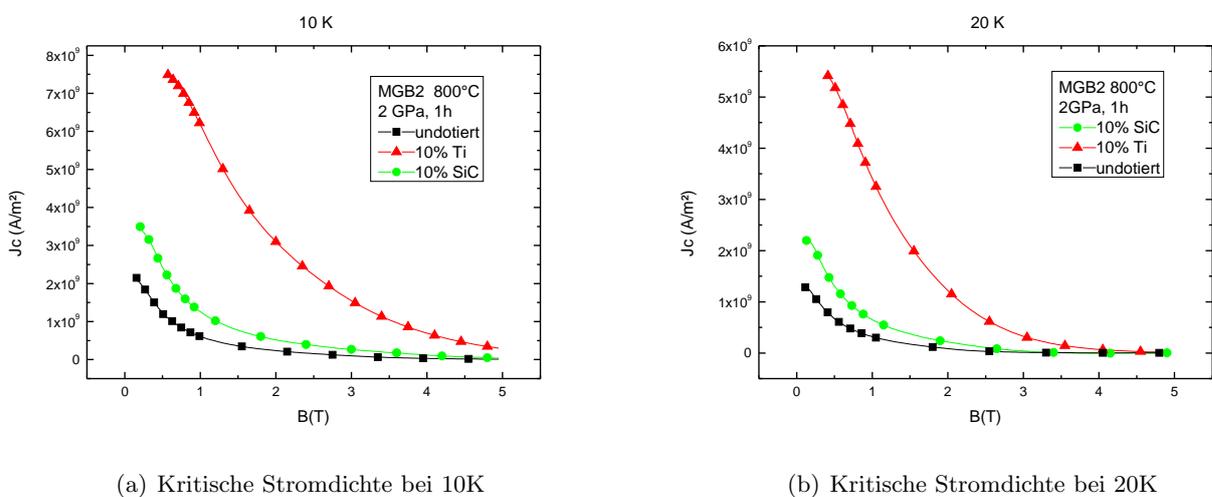


Abbildung 4.7: Vergleich der kritischen Stromdichten bei 800°C und unterschiedlichen Dotierungen

Anteil an Point Pinning auf (Siehe Kaptel 4.1.4) als die mit Siliziumcarbid-dotierten Proben, was auf mehr Störstellen hindeutet, obwohl die Siliziumcarbid-dotierten Proben extra mit Siliziumcarbid dotiert wurden um künstlich mehr Störstellen zu schaffen. Die Ergebnisse liegen jedoch noch immer innerhalb der Fehlertoleranz von 5%. Eigentlich müssten mehr Störstellen auch eine höhere Pinningkraft begünstigen. Die Pinningkraft wurde aus  $J_c * B$  über  $B$  aufgetragen. Hier in Abb.4.7 ist jedoch  $J_c$  und damit natürlich die Pinningkraft bei den Siliziumcarbid-dotierten Proben, wie man erwartet, größer als bei den undotierten Proben.

### 4.2.3 Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$

Die Titan-dotierte Probe weist das höchste normierte Irreversibilitätsfeld auf. Danach folgt die mit Siliziumcarbid dotierte Probe und zum Schluss die undotierte Probe. Hier ist auch zu sehen, dass alle drei Proben ein mit zunehmender Messtemperatur größer werdendes normiertes Irreversibilitätsfeld aufweisen. Die Punkte der dotierten Proben bei 35 K sind auf eine Messungenauigkeit zurückzuführen (siehe Kapitel 3.6). Es ist hier gut zu erkennen, dass die Titan-dotierte Probe den schmalsten Übergang von normalleitend auf supraleitend hat.

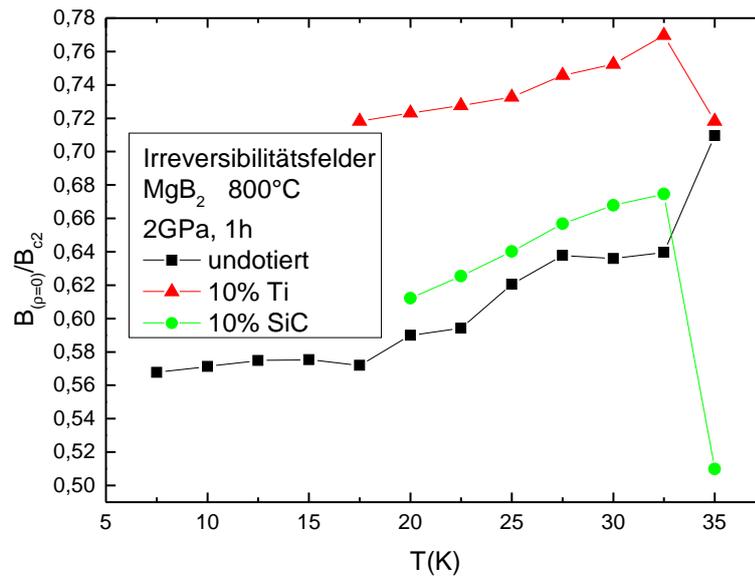


Abbildung 4.8: Vergleich der normierten Übergangsbreiten bei verschiedenen Dotierungen und einer Herstellungstemperatur von 800°C

### 4.2.4 Verankerungsmechanismus

Siehe Kapitel 4.1.4

### 4.2.5 Konnektivität

Siehe Kapitel 4.1.5

### 4.2.6 Shielding Fraction

Siehe Kapitel 4.1.6

### 4.2.7 Dichte

Siehe Kapitel 4.1.7

## 4.3 Vergleich der bei 1050°C hergestellten Proben: Einfluss der Dotierungen

### 4.3.1 Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld

Die Titan-dotierte und die Siliziumcarbid-dotierte Probe weisen bei unter 20 K Messtemperatur ziemlich ähnliche Kurven auf. Bei höheren Messtemperaturen hat die Titan-dotierte Kurve einen etwas größeren supraleitenden Bereich. Die Übergangsbreite von der Siliziumcarbid-dotierten Probe weist ausserdem bei etwa 30K eine größere Übergangsbreite auf. Der supraleitende Bereich der undotierten Probe ist deutlich kleiner als der, der dotierten Proben. Zudem ist die Übergangsbreite hier sogar noch etwas größer, als die der Siliziumcarbid-dotierten Probe.

Deutlich zu sehen ist hier der Krümmungsunterschied zwischen der Titan-dotierten Kurve und der Siliziumcarbid-dotierten Kurve, wodurch die Titan-dotierung bei höheren Temperaturen, nahe der kritischen Temperatur  $T_c$  besser ist und die Siliziumcarbid-dotierung bei tiefen Temperaturen nahe dem absoluten 0 Punkt besser für technische Anwendungen ist. Diese Ergebnisse stimmen ebenso wie im vorherigen Kapitel 4.2.1 mit den Literaturwerten [1] überein.

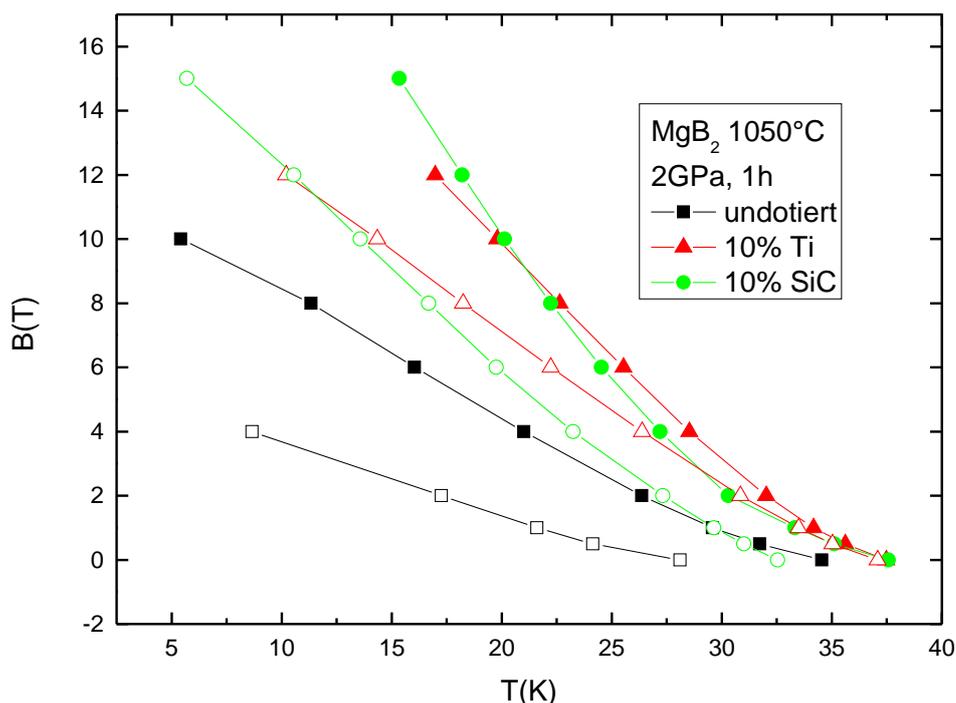
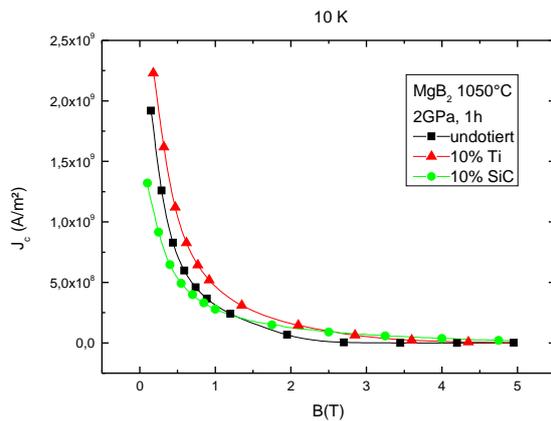


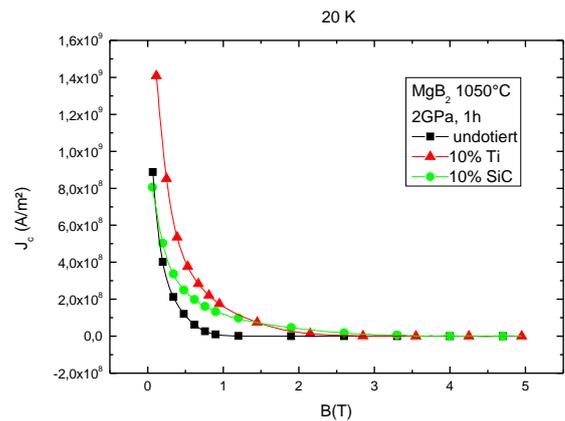
Abbildung 4.9: Supraleitende Bereiche von unterschiedlich dotierten Proben bei einer Herstellungstemperatur von 1050°C. Die vollen Symbole markieren das obere kritische Magnetfeld, die leeren Symbole das Irreversibilitätsfeld

### 4.3.2 Kritische Stromdichte

Im Gegensatz zu den Proben, die mit 800°C hergestellt wurden, hat bei 1050°C Herstellungstemperatur keine der Proben mehr eine deutlich höhere oder geringere kritische Stromdichte als die anderen Proben. Interessant ist hier auch, dass, im Gegensatz zu den mit 800°C hergestellten Proben, die undotierte nicht mehr die niedrigste kritische Stromdichte hat. Bei der 10K-Messung liegt die Siliziumcarbid-dotierte Probe etwas niedriger. Verglichen mit den mit 800°C hergestellten Proben sollten die mit 1050°C keine so deutlich niedrigere kritische Stromdichte aufweisen als in den Messungen zu sehen ist. Aus



(a) Kritische Stromdichte bei 10K



(b) Kritische Stromdichte bei 20K

Abbildung 4.10: Vergleich der kritischen Stromdichten bei 1050°C und unterschiedlichen Dotierungen.

der Konnektivität ist ebenfalls herauszulesen, dass die Titan-dotierte Probe die höchste kritische Stromdichte aufweisen sollte. Die Konnektivität der undotierten Probe liegt hier etwas höher als die der Siliziumcarbid-dotierten Probe. In den Abbildungen 4.10.a und 4.10.b liegen die kritischen Stromdichten der undotierten und der Siliziumcarbid-dotierten Probe sehr nahe beisammen und bei 10K Messtemperatur ist die kritische Stromdichte der undotierten Probe sogar höher. Daraus lässt sich schließen, dass bei einer Herstellungstemperatur von 1050°C die Struktur dieser Magnesiumdiborid Proben für Anwendungen ungeeignet ist.

### 4.3.3 Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$

Die Titan-dotierte Probe weist das höchste normierte Irreversibilitätsfeld auf. Die Siliziumcarbid-dotierte Probe hat ein nur wenig niedrigeres und die undotierte Probe hat bei 1050°C Herstellungstemperatur das niedrigste normierte Irreversibilitätsfeld. Anders als bei den mit 800°C hergestellten Proben nimmt das normierte Irreversibilitätsfeld bei allen drei mit 1050°C hergestellten Proben mit zunehmender Messtemperatur ab.

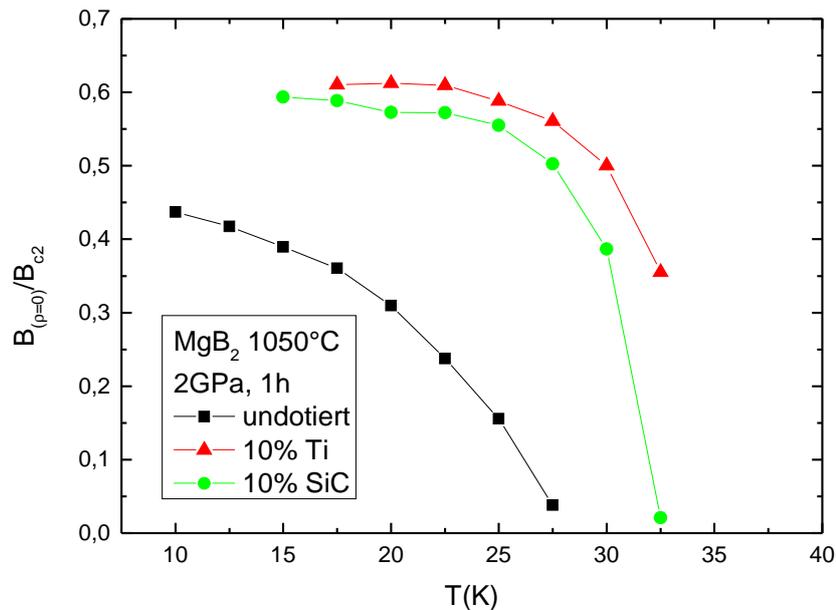


Abbildung 4.11: Vergleich der normierten Übergangsbreiten bei verschiedenen Dotierungen und einer Herstellungstemperatur von 1050°C

### 4.3.4 Verankerungsmechanismus

Siehe Kapitel 4.1.4

### 4.3.5 Konnektivität

Siehe Kapitel 4.1.5

### 4.3.6 Shielding Fraction

Siehe Kapitel 4.1.6

### 4.3.7 Dichte

Siehe Kapitel 4.1.7

## 4.4 Vergleich der undotierten Proben: Einfluss des Herstellungsdrucks

### 4.4.1 Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld

Das obere kritische Magnetfeld der Probe die mit 1 GPa Pressdruck hergestellt wurde und das der Probe die mit 2 GPa hergestellt wurde unterscheidet sich kaum. Das Irreversibilitätsfeld liegt bei der Probe mit dem höheren Herstellungsdruck etwas tiefer. Die Übergangsbreite der bei höherem Herstellungsdruck hergestellten Probe ist also etwas größer als bei der mit 1 GPa hergestellten Probe. Laut diesen Daten wäre also die Probe die bei 2 GPa hergestellt wurde, etwas weniger geeignet, als die Probe die bei 1 GPa hergestellt wurde. Laut den Literaturwerten [1] hat sich jedoch ein Herstellungsdruck von 2 GPa als besser erwiesen, was wieder auf einen Fehler im Herstellungsprozess schließen lässt. Merkwürdig ist auch die Tatsache das die mit 2 GPa gesinterte Probe eine etwas geringere Dichte aufweist als die mit 1 GPa hergestellte Probe. Beide sind jedoch weit innerhalb der Fehlertoleranz von 15%

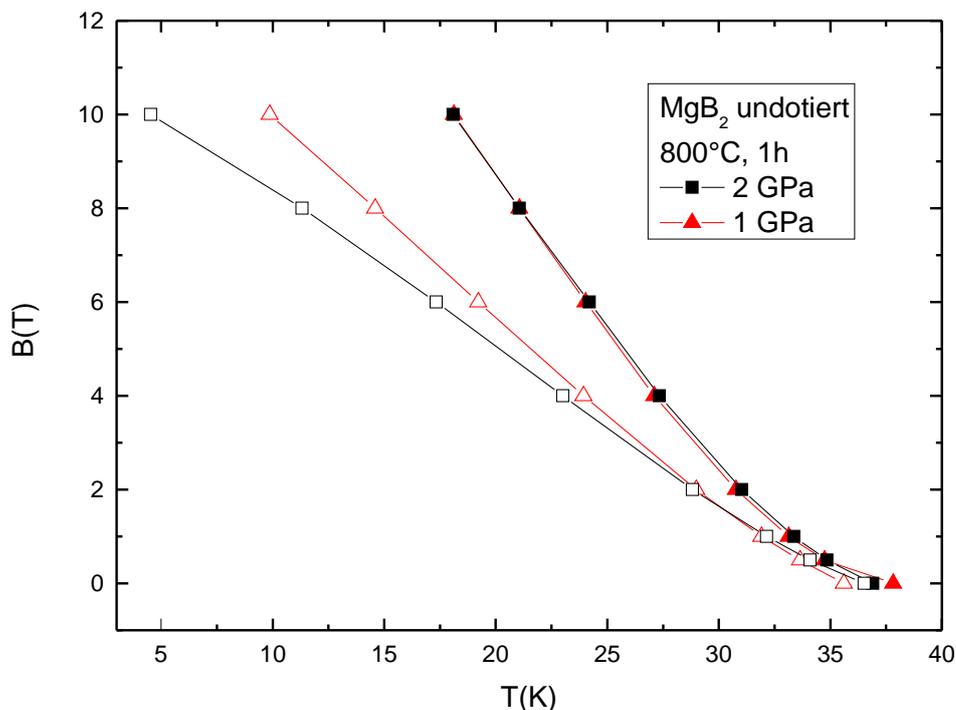
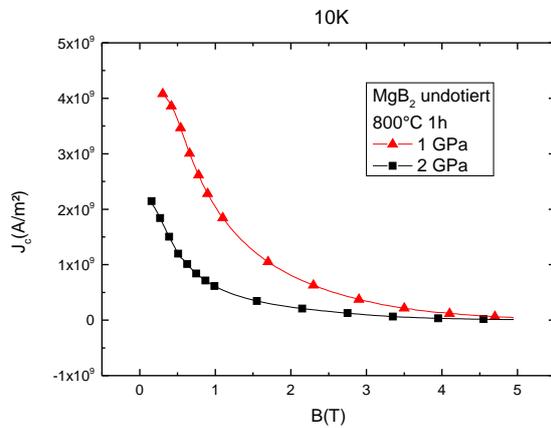


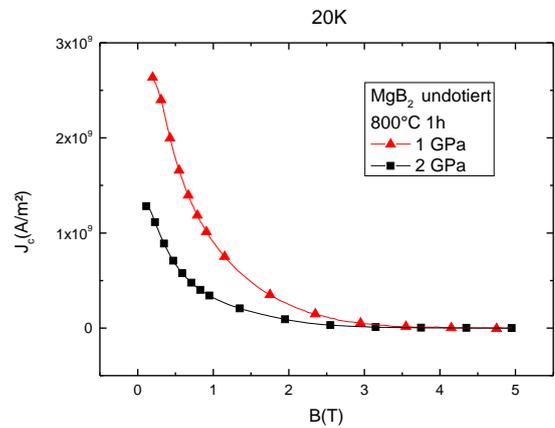
Abbildung 4.12: Vergleich der kritischen Temperatur zwischen der mit 1 GPa gepressten Probe 728 und der mit 2 GPa gepressten Probe 721.1. Beide Proben wurden bei 800°C 1 Stunde lang gesintert. Die vollen Symbole stehen für das obere kritische Feld, die leeren Symbole für das Irreversibilitätsfeld.

#### 4.4.2 Kritische Stromdichte

Die kritische Stromdichte der Probe die mit 1 GPa hergestellt wurde ist fast doppelt so groß wie die kritische Stromdichte der mit 2 GPa hergestellten Probe, während alle anderen Herstellungsparameter gleich sind. Das Verhältnis der kritischen Stromdichten ist bei den Messtemperaturen 10 K und 20 K sehr ähnlich. Aus der Konnektivität (Kapitel



(a) Kritische Stromdichte bei 10K



(b) Kritische Stromdichte bei 20K

Abbildung 4.13: Vergleich der kritischen Stromdichten bei 800°C und unterschiedlichen Drücken.

4.1.5) kann man jedoch sehen, dass die Konnektivität der mit 1 GPa hergestellte Probe mit einem Wert von 0.37 deutlich geringer ist als die der mit 2 GPa hergestellte Probe mit einem Wert von 0.75. Jedoch wird bei der Probe 728, die mit 1 GPa hergestellt wurde, ein Riss vermutet der die Probe der Länge nach durchläuft. In Bezug auf das Pinningverhalten hat die mit niedrigerem Druck hergestellte Probe einen höheren Anteil Point-Pinning als die mit 2 GPa hergestellte Probe.

#### 4.4.3 Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$

Das normierte Irreversibilitätsfeld nimmt hier bei beiden Herstellungsdrücken bei zunehmender Temperatur zu und nähert sich dem Wert von 1 an. Wobei hier der niedrigere Druck von 1 GPa etwas näher am perfekten Übergang liegt, dafür jedoch bei dem äußeren Rand der Messtemperatur stark abfällt. Jedoch sind die Werte, die ganz am oberen Ende der Temperaturskala liegen, mit Vorsicht zu genießen, da sie einen aus Gründen der schwierigeren grafischen Daten-Sammlung einen etwas größeren Fehler aufweisen als die Werte bei niedrigeren Messtemperaturen.

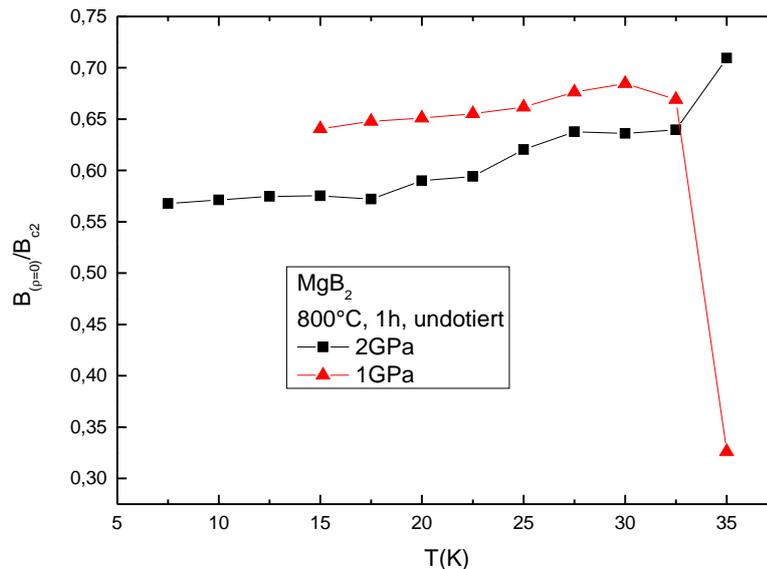


Abbildung 4.14: Normiertes Irreversibilitätsfeld bei einer Herstellungstemperatur von 800°C und den Drücken 1 GPa und 2 GPa

#### 4.4.4 Verankerungsmechanismus

Siehe Kapitel 4.1.4

#### 4.4.5 Konnektivität

Siehe Kapitel 4.1.5

#### 4.4.6 Shielding Fraction

Siehe Kapitel 4.1.6

#### 4.4.7 Dichte

Siehe Kapitel 4.1.7

## 4.5 Vergleich der Titan-dotierten Proben: unterschiedliche Herstellungstemperaturen

Bei den Titan-dotierten Proben befinden sich 2 Proben mit identischen Herstellungsparametern: Probe 717.1 und Probe 724.4. Diese Proben wurden bei 800°C eine Stunde lang bei 2 GPa gepresst. Beide Proben stammen jedoch aus unterschiedlichen Herstellungsreihen. Die Probe 717.1 wird in den Graphen im folgenden Kapitel 4.3 Grün mit dem Kreissymbol dargestellt. Probe 724.4, die wie fast alle Proben aus der neueren Charge ist, wird rot mit einem Dreieckssymbol dargestellt. Probe 724.1 wurde im Gegensatz zu den anderen beiden Proben mit 1050°C hergestellt.

### 4.5.1 Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld

Die Titan-dotierten Proben, die bei 800°C hergestellt wurden, weisen ein höheres oberes kritisches Magnetfeld und ein höheres Irreversibilitätsfeld auf als die mit 1050°C hergestellte Probe. Diese Eigenschaft steht in Übereinstimmung mit den Messungen der anderen Proben, die ebenfalls zeigen, dass eine höhere Herstellungstemperatur zu einem niedrigeren oberen kritischen Magnetfeld und einem niedrigeren Irreversibilitätsfeld führen. Zwischen Probe 717.1 und 724.4 ist der Unterschied geringer, wobei trotzdem zu sehen ist, dass Probe 717.1 ein etwas niedrigeres oberes kritisches Feld und ein etwas niedrigeres Irreversibilitätsfeld aufweist. Das entspricht den erwarteten Werten, da die neue Probenreihe angefertigt wurde um die ältere Probenreihe, die einige Fehler in der Herstellung aufweist, zu ersetzen.

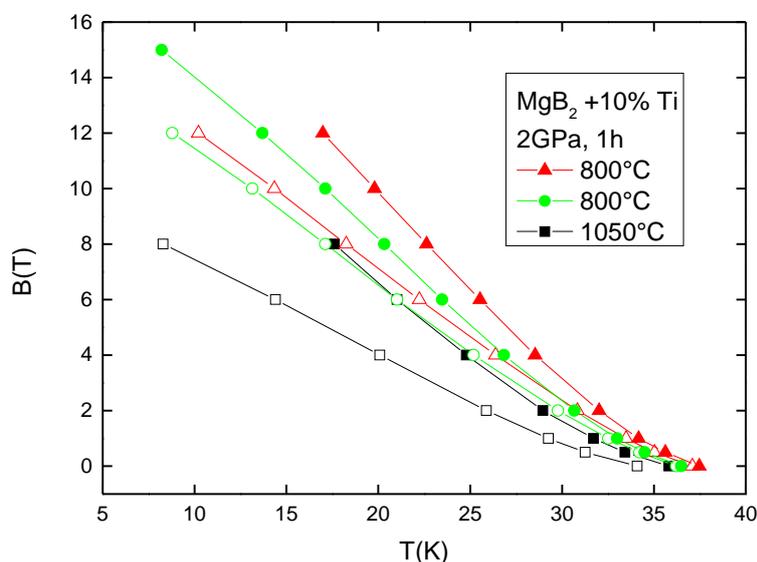


Abbildung 4.15: Vergleich der kritischen Temperatur zwischen der mit 800°C gepressten Probe 724.4 (rotes Dreieck), der mit 800°C gepressten Probe der alten Probenreihe (grüner Kreis) und der mit 1050°C gepressten Probe 724.1 (schwarzes Quadrat). Die vollen Symbole stehen für das obere kritische Feld, die leeren Symbole für das Irreversibilitätsfeld. Alle drei Proben wurden bei 2GPa 1 Stunde lang gepresst.

## 4.5.2 Kritische Stromdichte

Die beiden Proben die mit 800°C hergestellt wurden weisen eine ziemlich ähnliche kritische Stromdichte auf, während die kritische Stromdichte der mit 1050°C hergestellten Probe deutlich geringer ist. Im direkten Vergleich der beiden mit 800°C hergestellten Proben hat die Probe, die in der ersten Probenreihe hergestellt wurde, eine etwas höhere kritische Stromdichte. Aus der Konnektivität (Siehe Kapitel 4.1.5) ist zu sehen, dass die

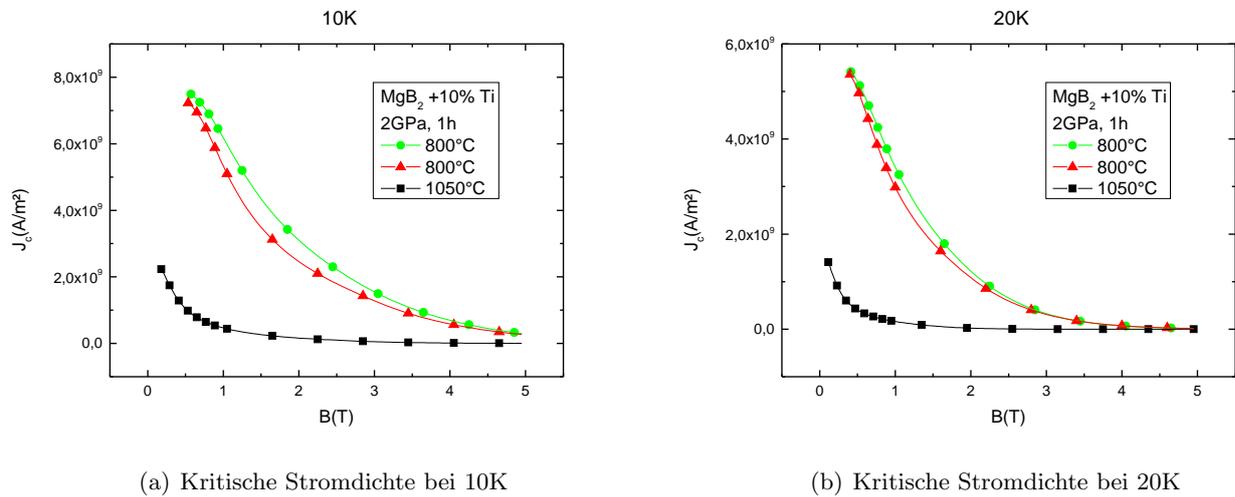


Abbildung 4.16: Vergleich der kritischen Stromdichten der Titan-dotierten Proben bei 800°C und 1050°C Herstellungstemperatur

Probe 717.1 (hier grün mit Kreis) die höchste Konnektivität der Titan-dotierten Proben besitzt (siehe Kapitel 3.8). Im Gegensatz dazu hat die Probe 724.4 (hier rot mit Dreieck) eine sehr niedrige Konnektivität von 0.39 (siehe Kapitel 3.8). Die Konnektivität der Titan-dotierten Probe, die bei 1050°C hergestellt wurde, beträgt hingegen 0.9 was ungefähr zwischen den beiden mit 800°C hergestellten Proben liegt. Das Point Pinning hat hier, bei der Probe 717.1, den größeren Anteil am Verankerungsmechanismus, während er bei Probe 724.4 etwas geringer ist. Bei der mit 1050°C hergestellten Probe scheint es sich jedoch fast nur mehr um Grain Boundary Pinning zu handeln. In Bezug auf die Dichte lässt sich kein Unterschied feststellen, der die Ungenauigkeit überschreiten würde.

### 4.5.3 Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$

Die normierten Irreversibilitätsfelder der bei 800°C hergestellten Proben verhalten sich ziemlich ähnlich, wobei die Probe der neueren Probenserie einen etwas höheres normiertes Irreversibilitätsfeld hat. Zudem bleiben die normierten Irreversibilitätsfelder dieser beiden Proben, berücksichtigt man den statistischen Fehler, über die verschiedenen Messtemperaturen näherungsweise konstant. Die bei 1050°C hergestellte Probe hat ein deutlich niedrigeres irreversibilitätsfeld, das bei zunehmender Messtemperatur sogar noch abnimmt. Hieraus ist zu schließen, dass eine höhere Herstellungstemperatur es für die Proben ungünstiger macht den supraleitenden Zustand zu erreichen.

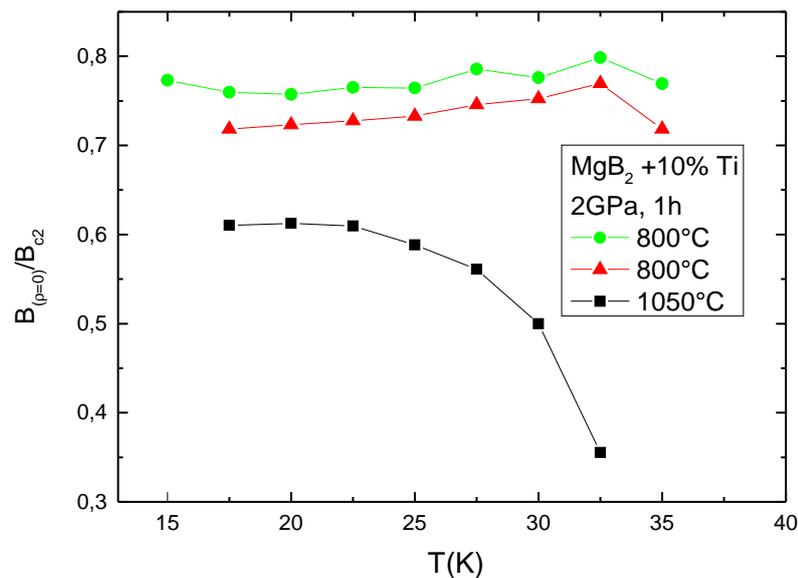


Abbildung 4.17: Vergleich der normierten Irreversibilitätsfelder von Titandotierten Proben bei den Herstellungstemperaturen 800°C und 1050°C bei 2GPa

### 4.5.4 Verankerungsmechanismus

Siehe Kapitel 4.1.4

### 4.5.5 Konnektivität

Siehe Kapitel 4.1.5

### 4.5.6 Shielding Fraction

Siehe Kapitel 4.1.6

### 4.5.7 Dichte

Siehe Kapitel 4.1.7

## 4.6 Vergleich der Siliziumcarbid-dotierten Proben: Unterschiedliche Herstellungstemperaturen

### 4.6.1 Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld

Sowohl das obere kritische Magnetfeld als auch das Irreversibilitätsfeld bei der mit 800°C und der mit 1050°C hergestellten Probe liegen nahe beisammen. Damit unterscheiden sich die Siliziumcarbid-dotierten Proben von den anderen Proben, bei denen die mit 1050°C hergestellten Proben immer deutlich niedrigere Werte sowohl für das obere kritische Feld als auch das Irreversibilitätsfeld aufwiesen. Vor allem das obere kritische Feld ist bei beiden Proben ziemlich ähnlich, während das Irreversibilitätsfeld der mit 1050°C hergestellten Probe sich bei höher werdenden Messtemperaturen langsam von dem der mit 800°C hergestellten Probe entfernt. Interessant ist hier, dass die Steigung der mit 1050°C hergestellten Probe bei dem tieferen Temperaturbereich stärker ist, beim hohen Temperaturbereich jedoch die Steigung der mit 800°C hergestellten Probe.

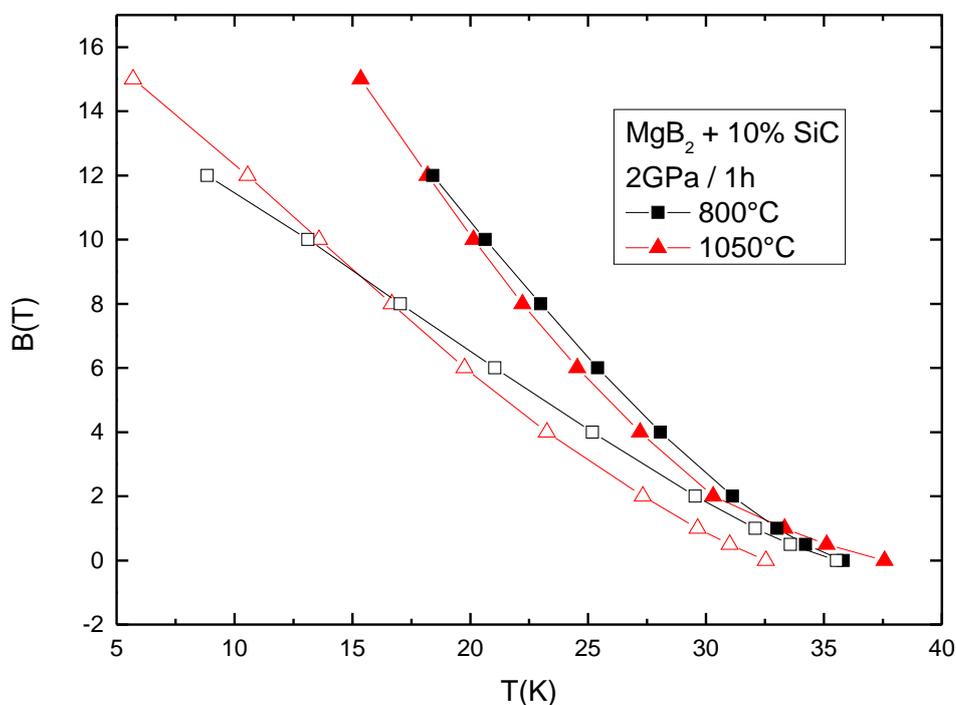


Abbildung 4.18: Vergleich der kritischen Temperatur der Siliziumcarbid-dotierten Proben. Die vollen Symbole stehen für das obere kritische Feld die leeren für das Irreversibilitätsfeld. Beide Proben wurden bei 2GPa 1 Stunde lang gepresst.

## 4.6.2 Kritische Stromdichte

Die kritische Stromdichte der bei 800°C hergestellten Probe ist sowohl bei 10K Messtemperatur als auch bei 20K Messtemperatur deutlich größer, als die der mit 1050°C hergestellten Probe. Damit unterscheidet sich die Probe in diesem Punkt nicht sehr von den anderen Proben, bei denen ebenfalls die mit 1050°C hergestellten deutlich niedrigere kritische Stromdichten aufwiesen. Ein Vergleich mit der Konnektivität ist hier nur

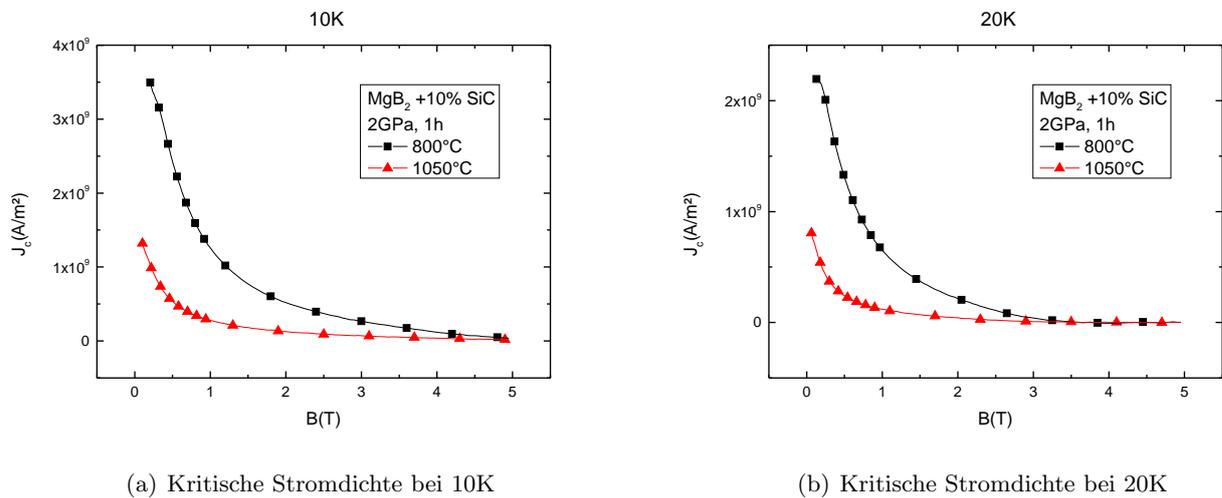


Abbildung 4.19: Vergleich der kritischen Stromdichten von Siliziumcarbid-dotierten Proben: bei 800°C und 1050°C und einem Herstellungsdruck von 2GPa

eingeschränkt möglich, da die Konnektivität der Probe 724.3 nur unzureichend ermittelt werden konnte (Siehe Kapitel 3.8). Ausgehend von den Korrekturen der anderen Ergebnisse ist die Konnektivität vermutlich etwas höher als die der Probe 724.2. Das stimmt ebenfalls mit dem Verhältnis der Verankerungsmechanismen überein, bei denen der Point Pinning Anteil der Probe, die bei 1050°C hergestellt wurde, niedriger ist als bei der Probe, die bei 800°C hergestellt wurde.

### 4.6.3 Normiertes Irreversibilitätsfeld $B_{\rho=0}/B_{c2}$

Die Probe, die bei 800°C hergestellt wurde, weist ein größeres normiertes Irreversibilitätsfeld auf als die mit 1050°C hergestellte. Zudem wird das normierte Irreversibilitätsfeld der mit 800°C hergestellten Probe mit zunehmender Messtemperatur sogar noch etwas größer bis es beim letzten Messpunkt wieder leicht abnimmt. Die mit 1050°C hergestellte Probe hat ein kleineres normiertes Irreversibilitätsfeld, das bei zunehmender Messtemperatur immer stärker abnimmt. Damit ist die Probe, die bei 800°C hergestellt wurde, für technische Anwendungen interessanter, da sie bei höheren Temperaturen bereits vollständig supraleitend ist.

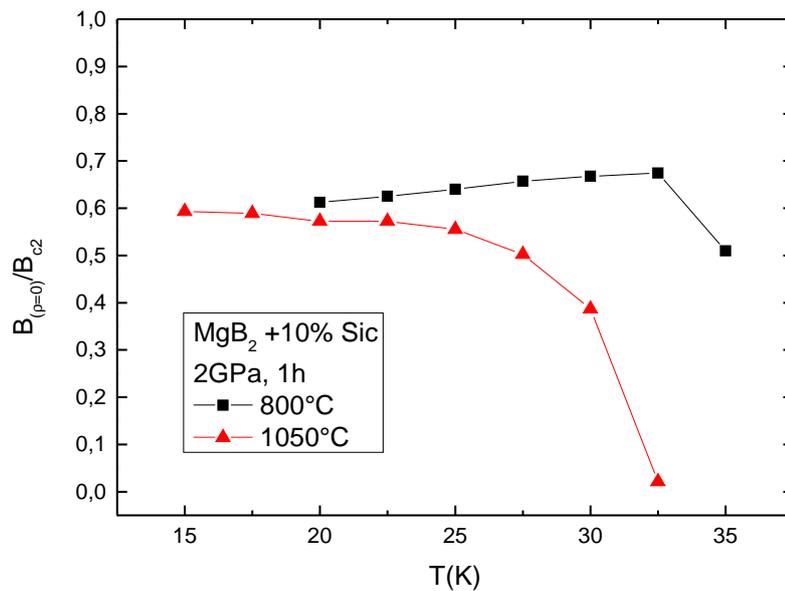


Abbildung 4.20: Vergleich von Siliziumcarbidge-dotierten Proben: Normiertes Irreversibilitätsfeld

### 4.6.4 Verankerungsmechanismus

Siehe Kapitel 4.1.4

### 4.6.5 Konnektivität

Siehe Kapitel 4.1.5

### 4.6.6 Shielding Fraction

Siehe Kapitel 4.1.6

### 4.6.7 Dichte

Siehe Kapitel 4.1.7

## Kapitel 5

### Conclusio

Aus den Messergebnissen lässt sich schließen, dass die Proben, die bei höheren Temperaturen hergestellt wurden, insgesamt für die industrielle Anwendung weniger geeignet sind als die Proben, die mit niedrigeren Temperaturen hergestellt wurden. Von den undotierten Proben hat die, die mit 600°C hergestellt wurde, die geeignetsten Werte. Leider wurden keine Titan- oder Siliziumcarbid-dotierten Proben, die bei 600°C hergestellt wurden, zur Verfügung gestellt, sonst könnte hier ein besserer Vergleich getroffen werden. Von den unterschiedlichen Dotierungen sind die Titan-dotierten Proben diejenigen, die für technische Anwendungen am interessantesten sind. Danach folgen die Siliziumcarbid-dotierten. Die undotierten Proben sind am ungeeignetsten für eine technische Anwendung. Diese Daten stimmen jedoch nicht mit den Werten aus der Literatur [1] überein, wonach die Proben, die bei höheren Temperaturen hergestellt wurden, die geeignetsten Werte haben sollten. Darum lässt sich aus den Ergebnissen kein klares verwertbares Muster erkennen.

### 5.0.8 Literaturverzeichnis

[1] T A Prikhna, M Eisterer, H W Weber, u.a. Nanostructural inhomogeneities acting as pinning centers in bulk MgB<sub>2</sub> with low and enhanced grain connectivity. Supercond. Sci. Technol. 27 (2014) 044013 (9pp)

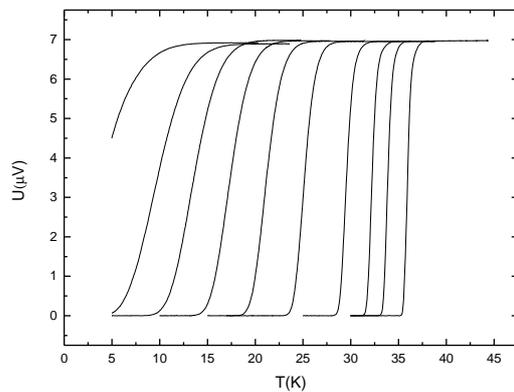
[2] M Eisterer Magnetic properties and critical currents of MgB<sub>2</sub>. Supercond. Sci. Technol. 20 (2007) R47–R73

# Kapitel 6

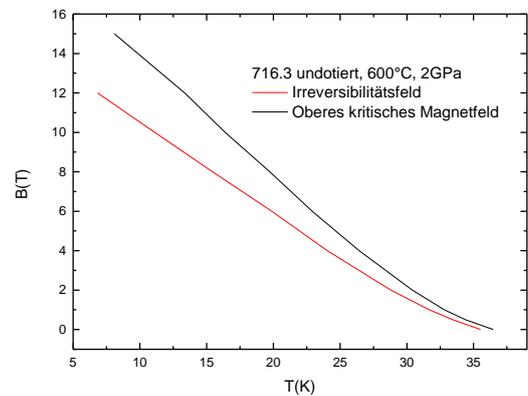
## Datenanhang (Grafiken)

### 6.1 716.3

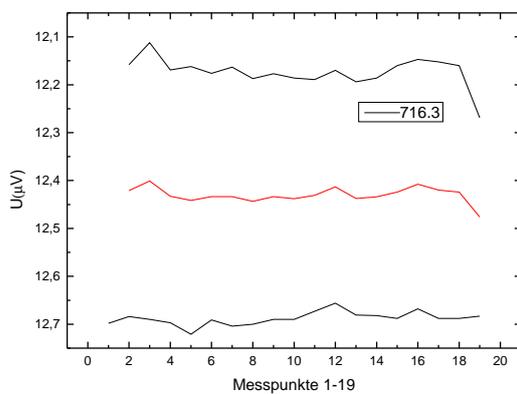
#### 6.1.1 17-Tesla-Messsystem



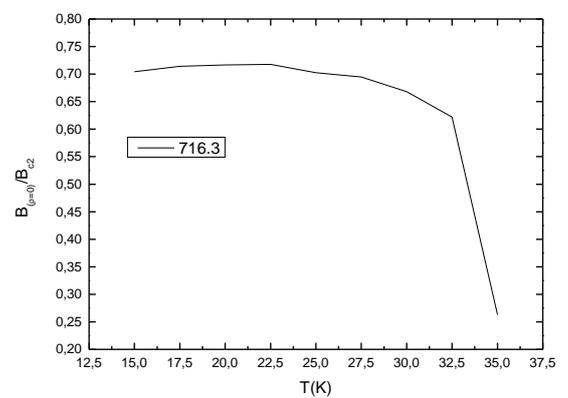
(a) Kritische Temperatur



(b) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(c) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(d) Normiertes Irreversibilitätsfeld

### 6.1.2 VSM

Für 17-Tesla präparierte Probe

Länge: 1,6 mm (Länge zwischen Kontaktpunkten)

Breite: 1,65 mm

Höhe: 1,45 mm

Für VSM präparierte Probe

Länge: 1,57 mm

Breite: 1,35 mm

Höhe: 0,72 mm

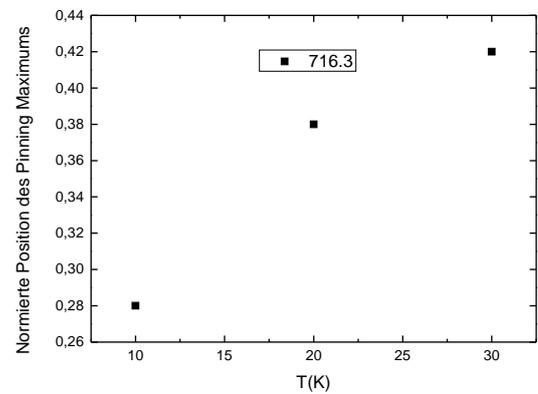
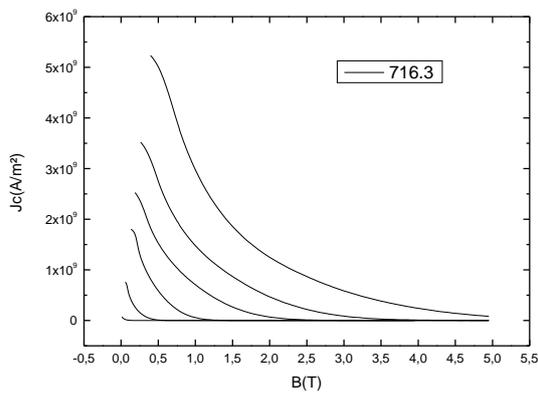
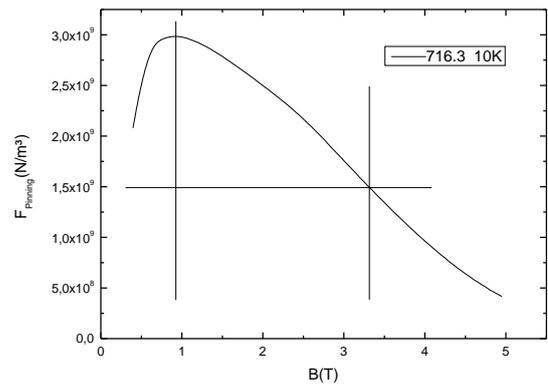


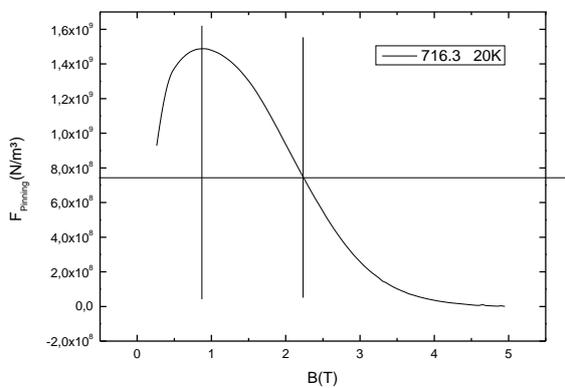
Abbildung 6.1: Normierte Position des Pinning Maximums



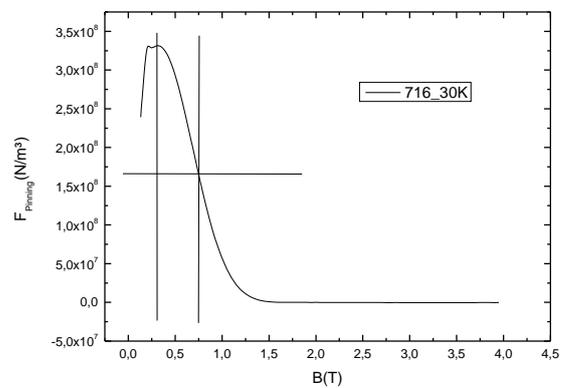
(a) Kritische Stromdichte



(b) Pinning Kraft 10K



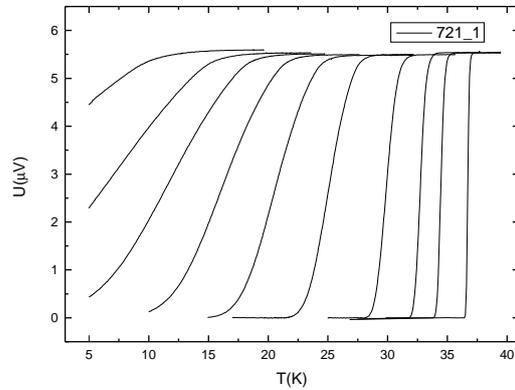
(c) Pinning Kraft 20K



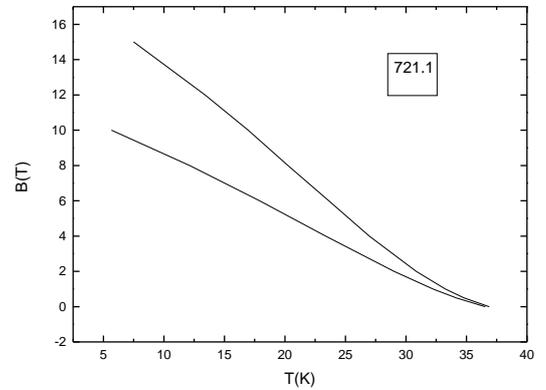
(d) Pinning Kraft 30K

## 6.2 721.1

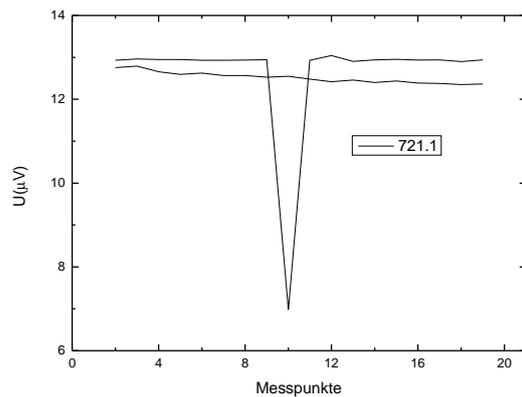
### 6.2.1 17-Tesla-Messsystem



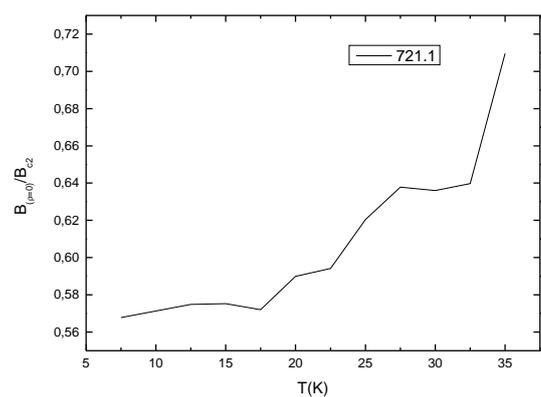
(e) Kritische Temperatur



(f) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(g) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(h) Normiertes Irreversibilitätsfeld

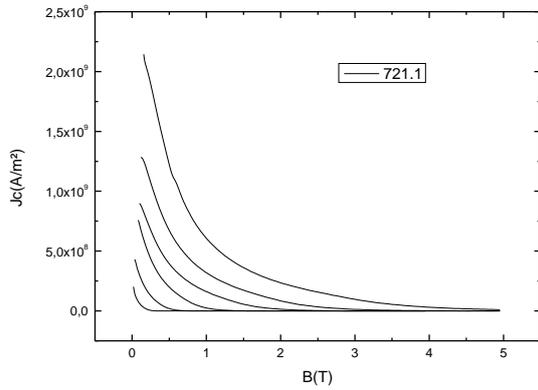
Für 17-Tesla-Messsystem präparierte Probe

Länge: 1,35 mm (Länge zwischen den Kontaktpunkten)

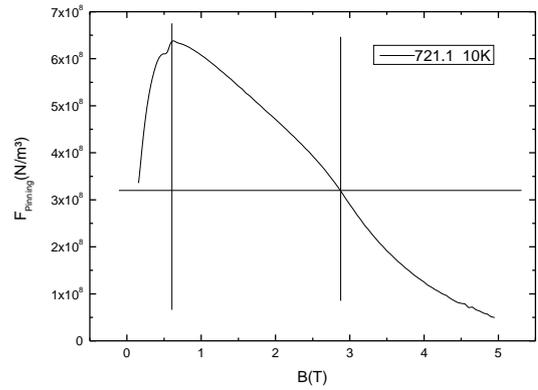
Breite: 1,54 mm

Höhe: 1,21 mm

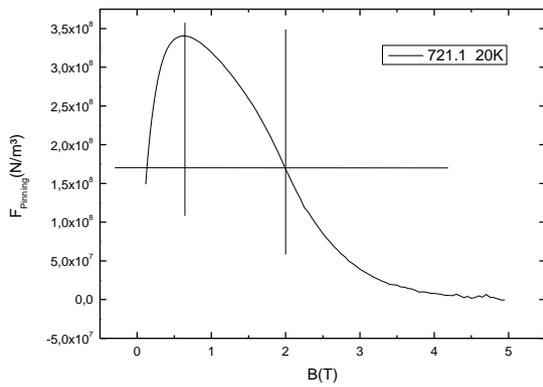
## 6.2.2 VSM



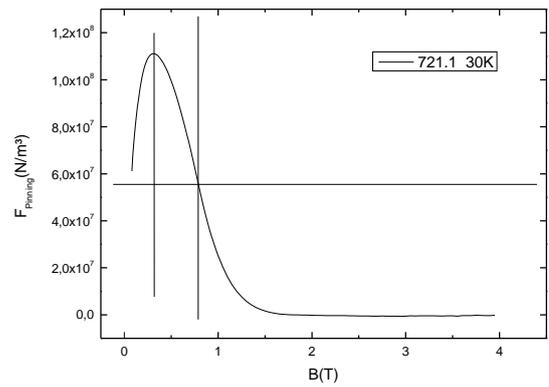
(i) Kritische Stromdichte



(j) Pinning Kraft 10K

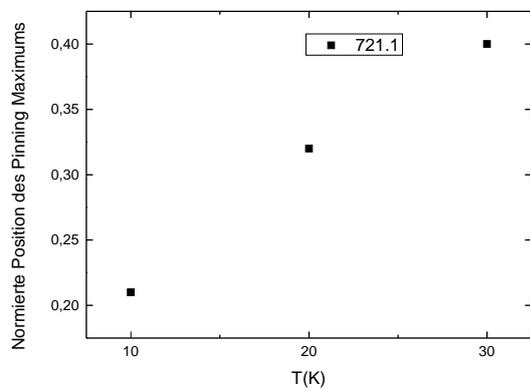


(k) Pinning Kraft 20K



(l) Pinning Kraft 30K

Für VSM präparierte Probe



Länge: 1,5 mm

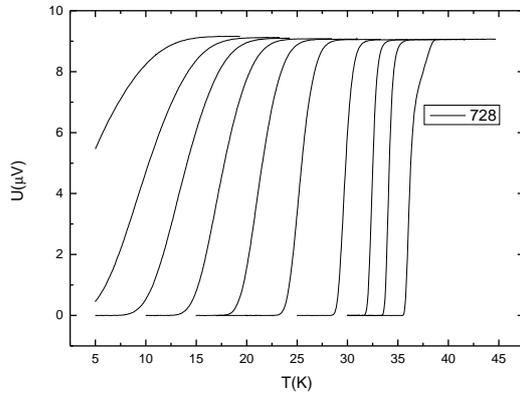
Breite: 1,2 mm

Höhe: 0,74 mm

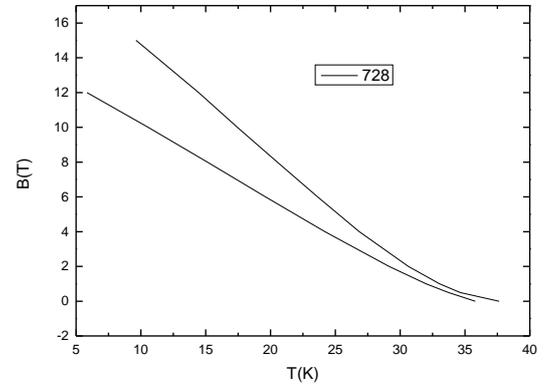
Abbildung 6.2: Normierte Position des Pinning Maximums

## 6.3 728

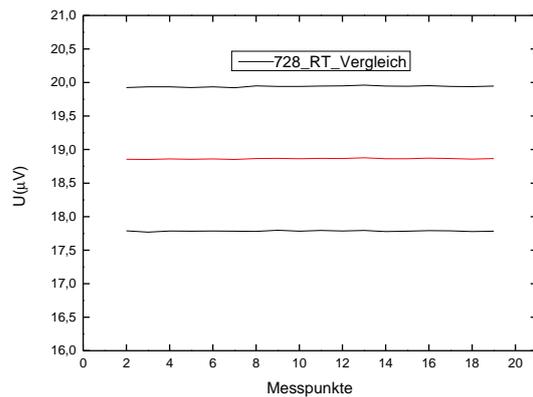
### 6.3.1 17-Tesla-Messsystem



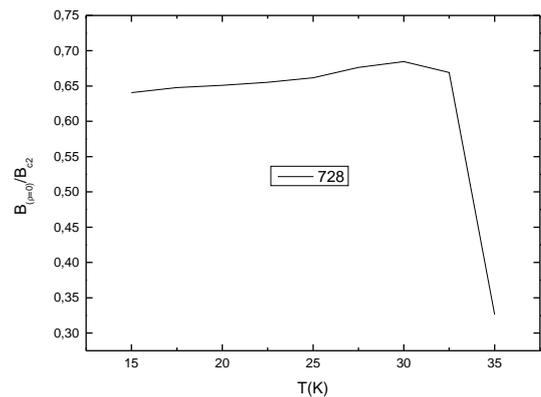
(a) Kritische Temperatur



(b) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(c) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(d) Normiertes Irreversibilitätsfeld

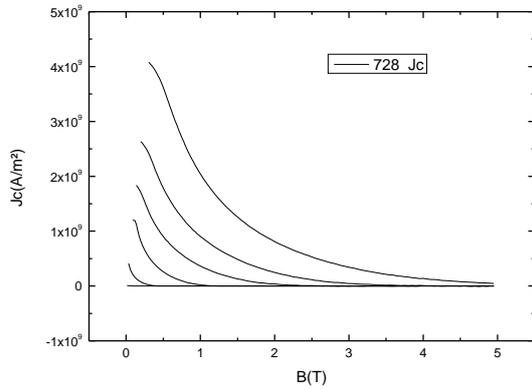
Für 17-Tesla-Messsystem präparierte Probe

Länge: 2,16 mm (Länge zwischen den Kontaktpunkten)

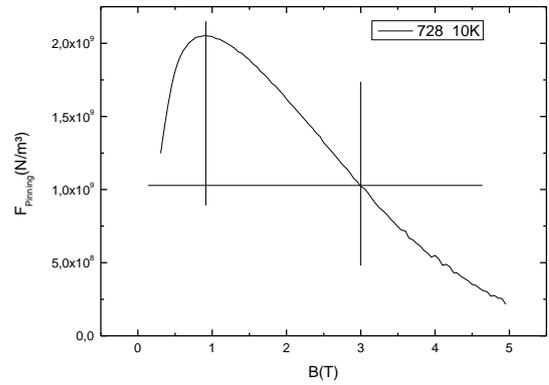
Breite: 1,79 mm

Höhe: 1,61 mm

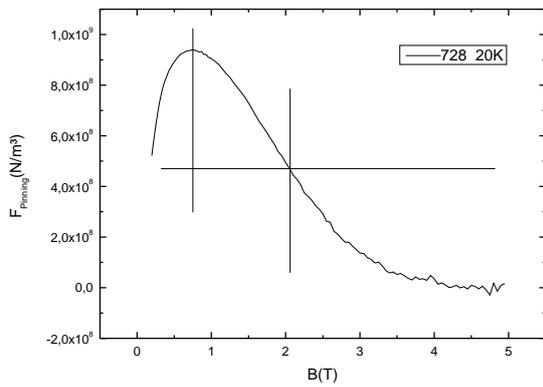
### 6.3.2 VSM



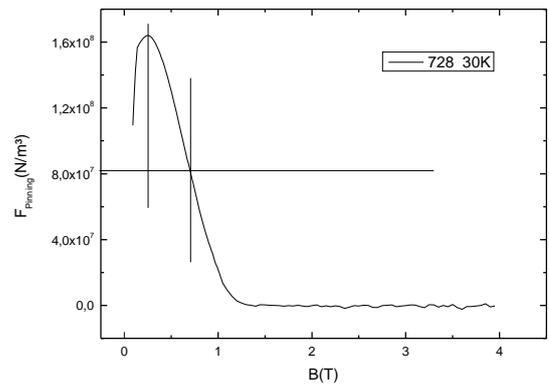
(e) Kritische Stromdichte



(f) Pinning Kraft 10K

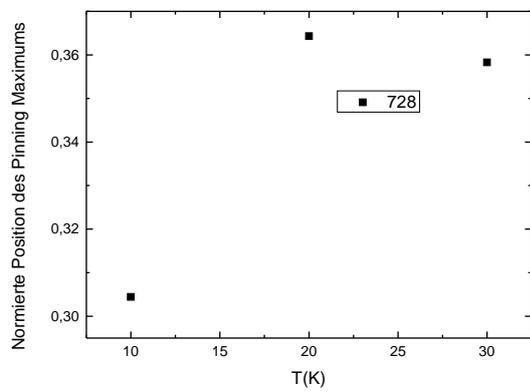


(g) Pinning Kraft 20K



(h) Pinning Kraft 30K

Für VSM präparierte Probe



Länge: 1,74 mm

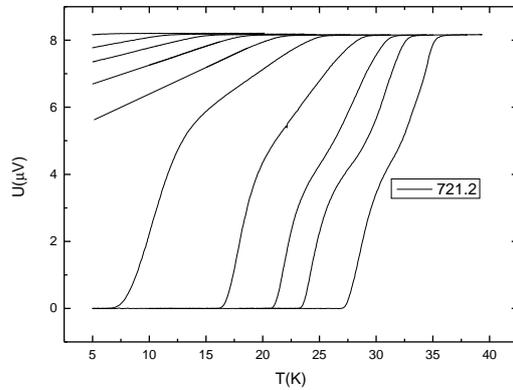
Breite: 1,61 mm

Höhe: 0,72 mm

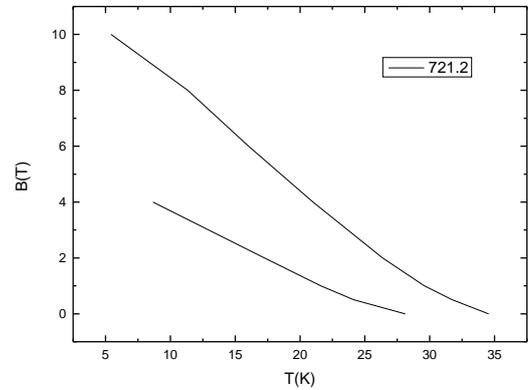
Abbildung 6.3: Normierte Position des Pinning Maximums

## 6.4 721.2

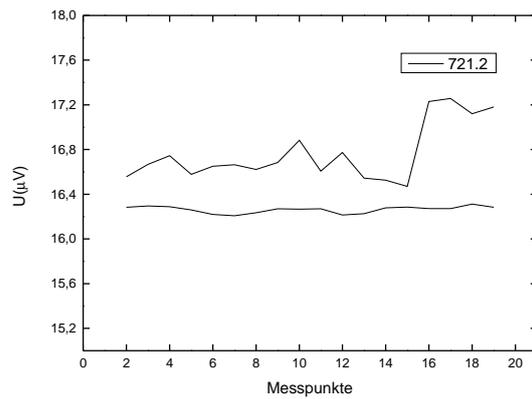
### 6.4.1 17-Tesla-Messsystem



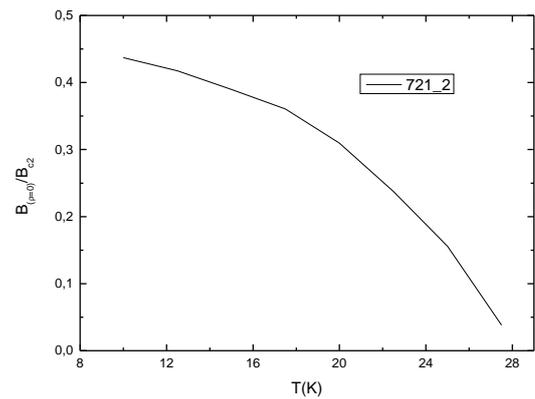
(a) Kritische Temperatur



(b) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(c) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(d) Normiertes Irreversibilitätsfeld

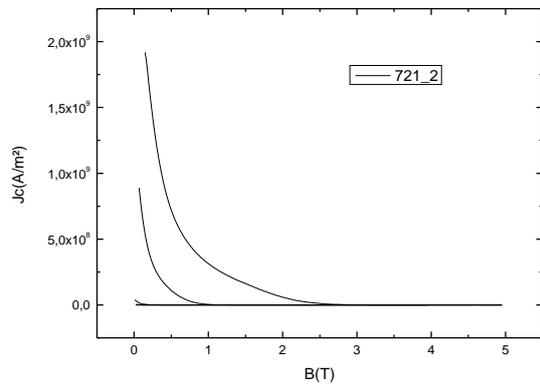
Für 17-Tesla-Messsystem präparierte Probe

Länge: 2,08 mm (Länge zwischen den Kontaktpunkten)

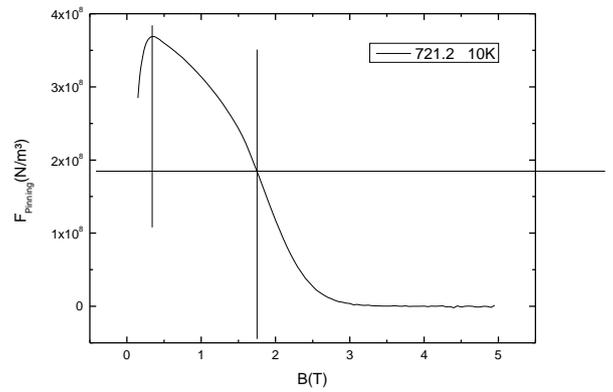
Breite: 1,46 mm

Höhe: 1,37 mm

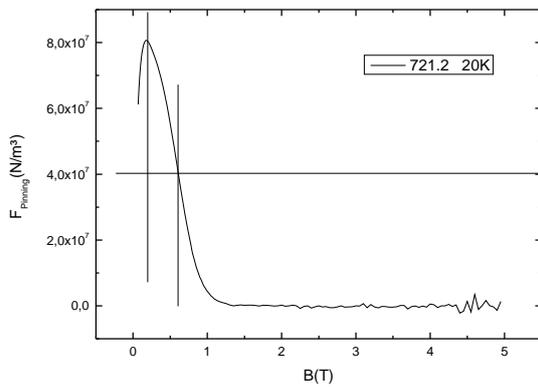
## 6.4.2 VSM



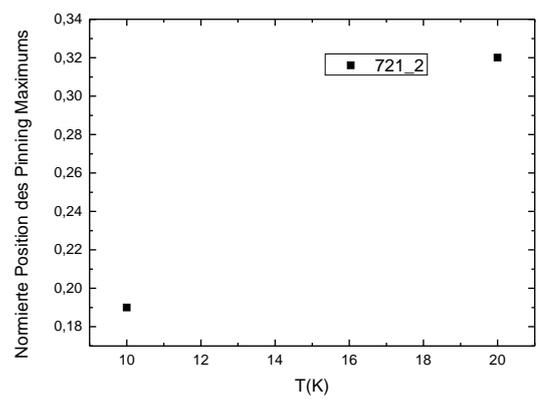
(e) Kritische Stromdichte



(f) Pinning Kraft 10K



(g) Pinning Kraft 20K



(h) Normierte Position des Pinning Maximums

Für VSM präparierte Probe

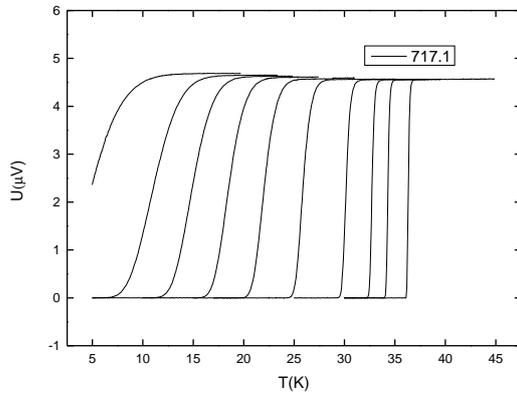
Länge: 1,45 mm

Breite: 1,4 mm

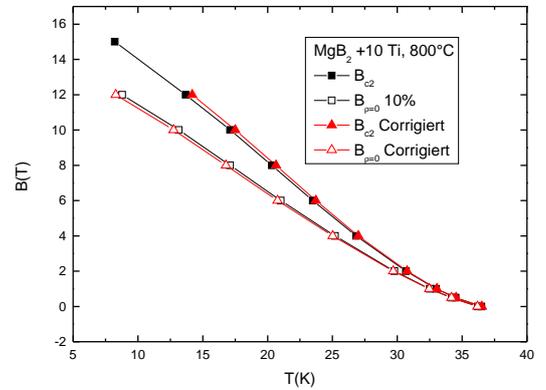
Höhe: 0,76 mm

## 6.5 717.1

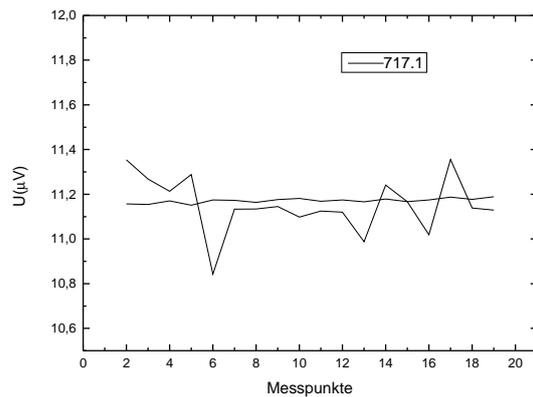
### 6.5.1 17-Tesla-Messsystem



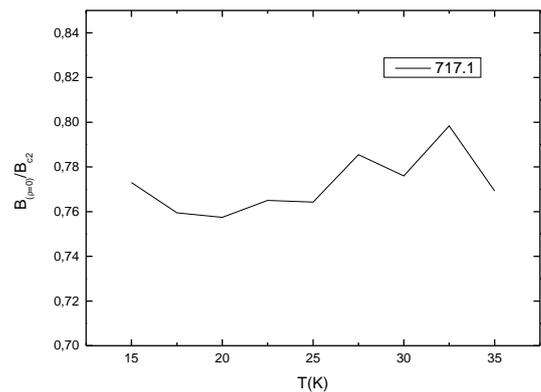
(i) Kritische Temperatur



(j) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(k) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(l) Normiertes Irreversibilitätsfeld

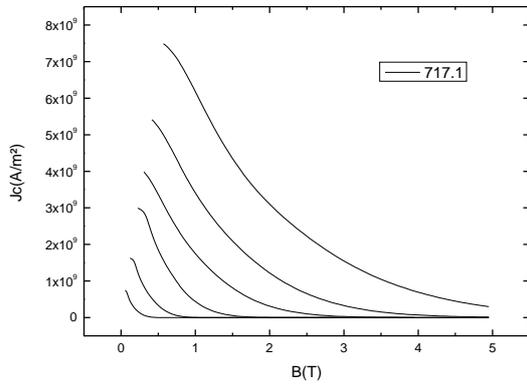
Für 17-Tesla-Messsystem präparierte Probe

Länge: 1,46 mm (Länge zwischen den Kontaktpunkten)

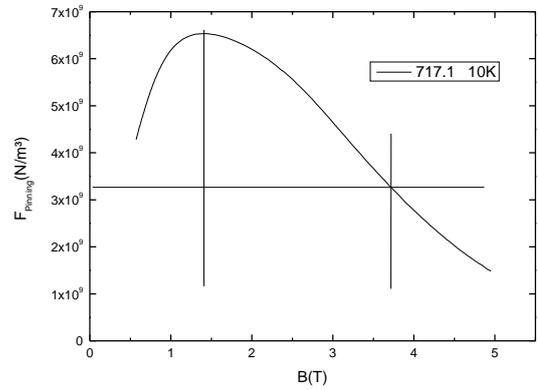
Breite: 1,53 mm

Höhe: 1,89 mm

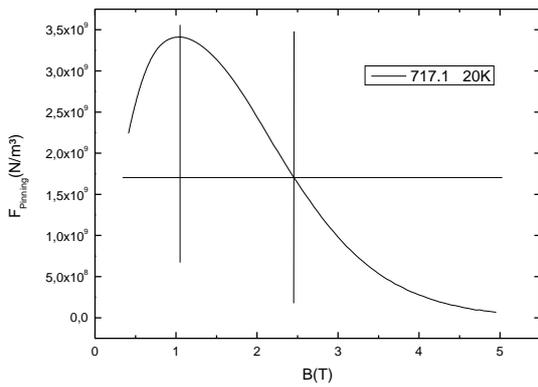
## 6.5.2 VSM



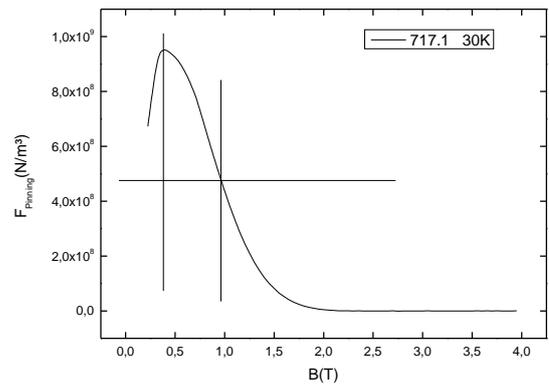
(m) Kritische Stromdichte



(n) Pinning Kraft 10K

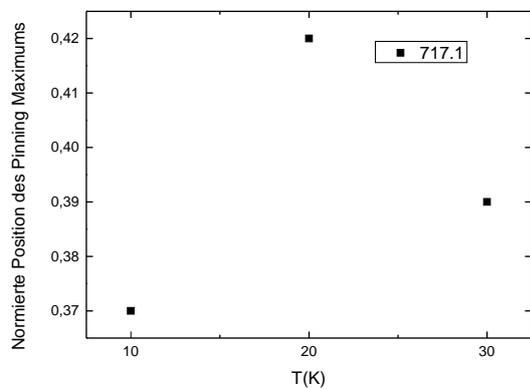


(o) Pinning Kraft 20K



(p) Pinning Kraft 30K

Für VSM präparierte Probe



Länge: 1,87 mm

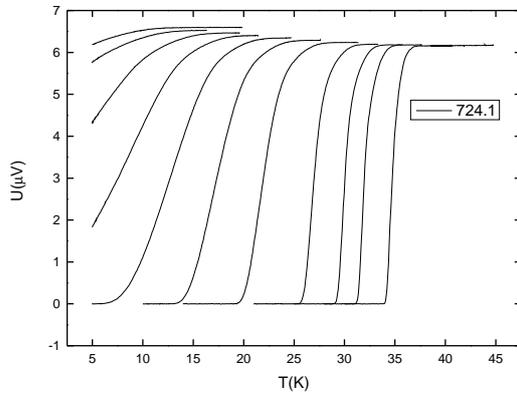
Breite: 1,56 mm

Höhe: 0,72 mm

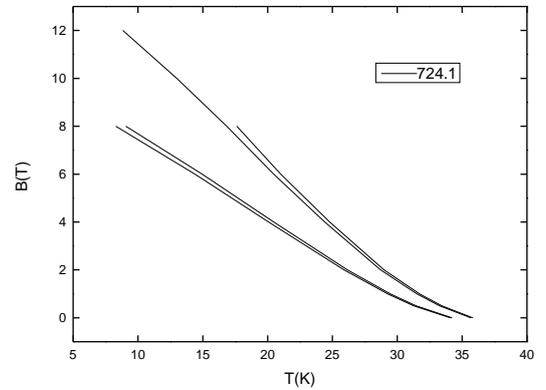
Abbildung 6.4: Normierte Position des Pinning Maximums

## 6.6 724.1

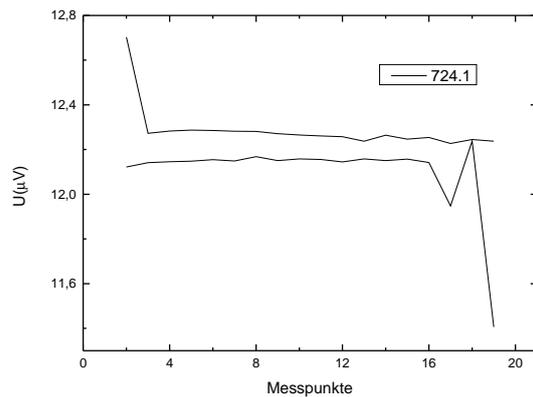
### 6.6.1 17-Tesla-Messsystem



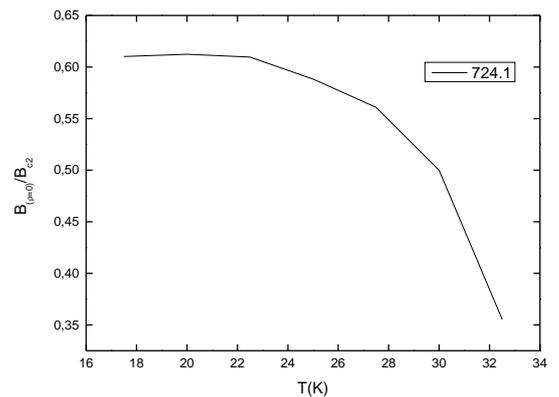
(a) Kritische Temperatur



(b) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(c) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(d) Normiertes Irreversibilitätsfeld

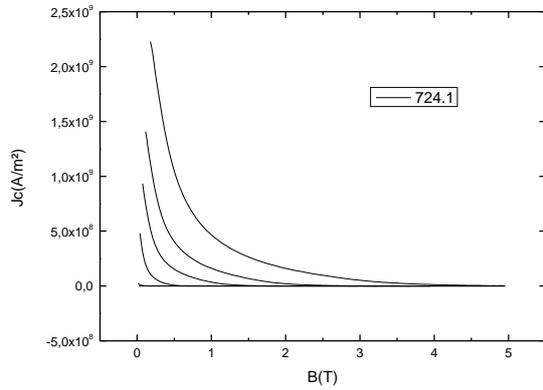
Für 17-Tesla-Messsystem präparierte Probe

Länge: 2,1 mm (Länge zwischen den Kontaktpunkten)

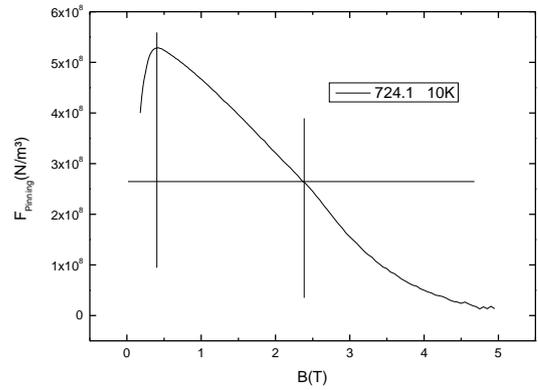
Breite: 1,62 mm

Höhe: 1,62 mm

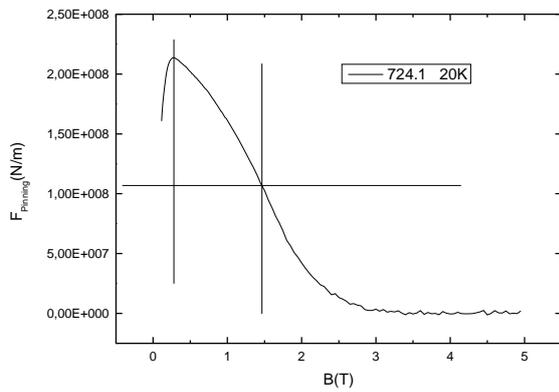
### 6.6.2 VSM



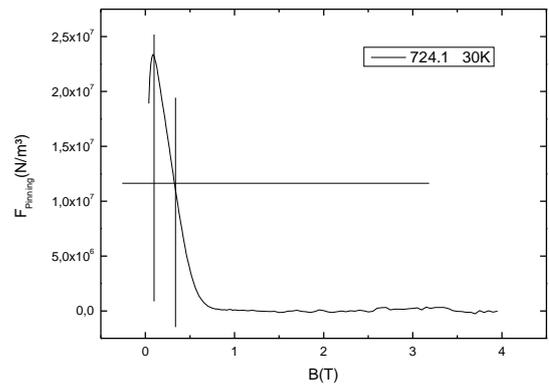
(e) Kritische Stromdichte



(f) Pinning Kraft 10K

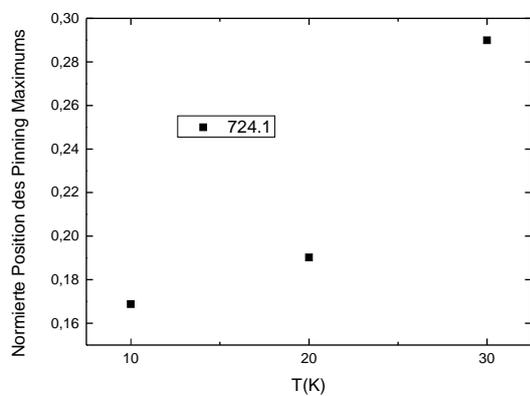


(g) Pinning Kraft 20K



(h) Pinning Kraft 30K

Für VSM präparierte Probe



Länge: 1,62 mm

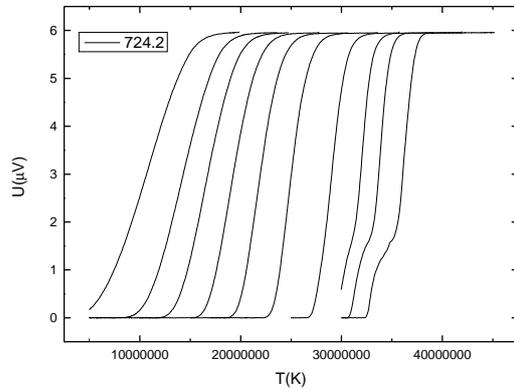
Breite: 1,6 mm

Höhe: 0,77 mm

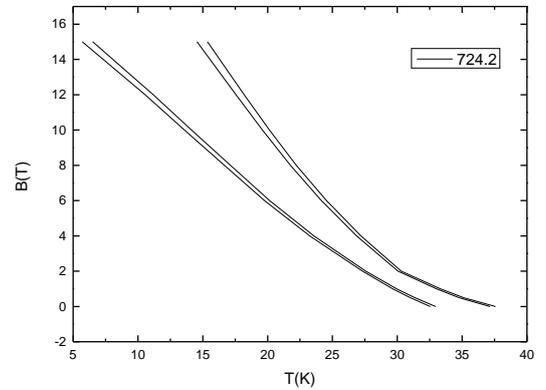
Abbildung 6.5: Normierte Position des Pinning Maximums

## 6.7 724.2

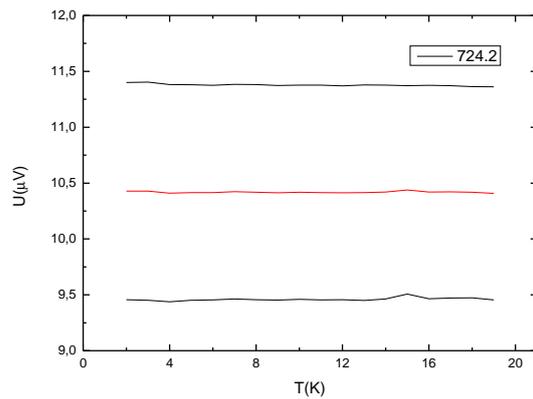
### 6.7.1 17-Tesla-Messsystem



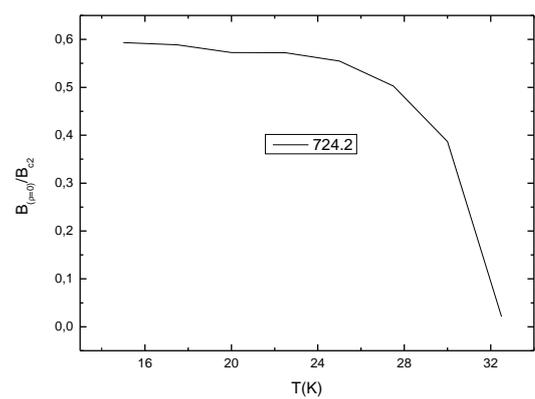
(a) Kritische Temperatur



(b) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(c) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(d) Normiertes Irreversibilitätsfeld

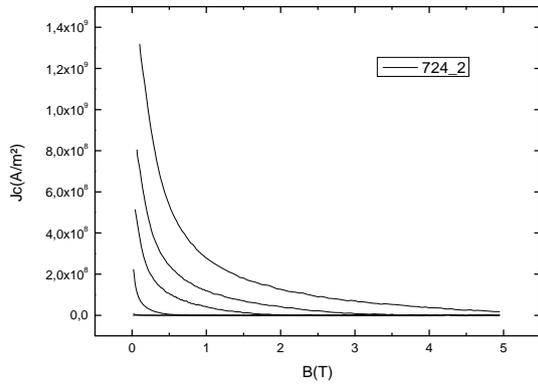
Für 17-Tesla-Messsystem präparierte Probe

Länge: 0,72 mm (Länge zwischen den Kontaktpunkten)

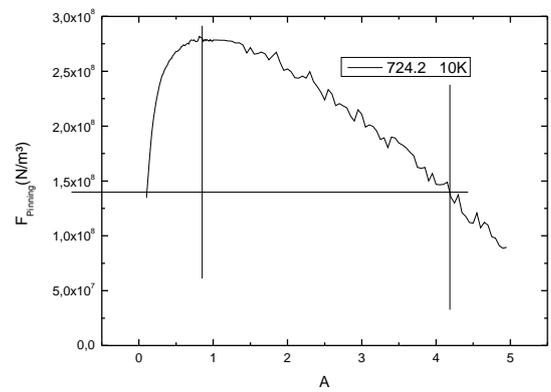
Breite: 1,6 mm

Höhe: 1,47 mm

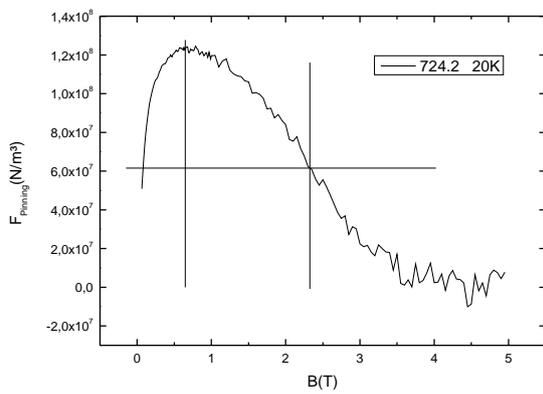
## 6.7.2 VSM



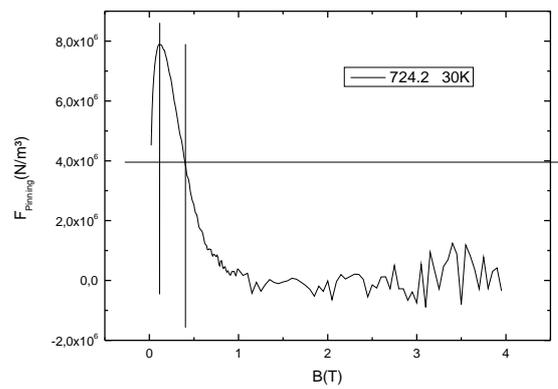
(e) Kritische Stromdichte



(f) Pinning Kraft 10K

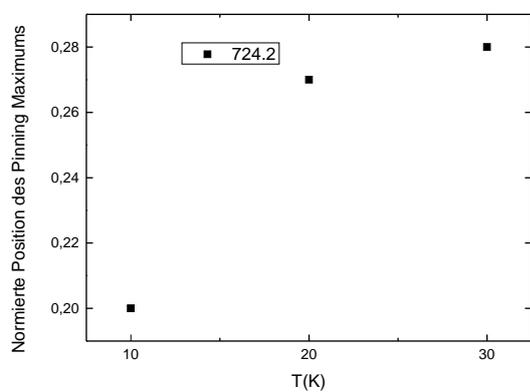


(g) Pinning Kraft 20K



(h) Pinning Kraft 30K

Für VSM präparierte Probe



Länge: 1,63 mm

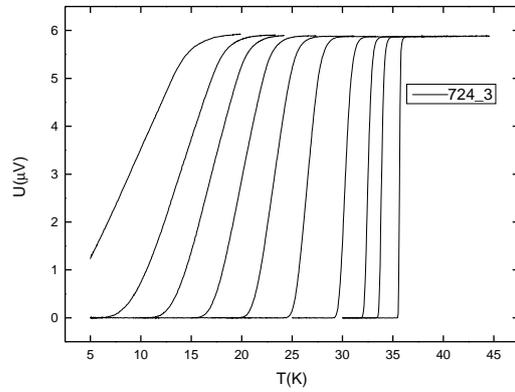
Breite: 1,5 mm

Höhe: 0,76 mm

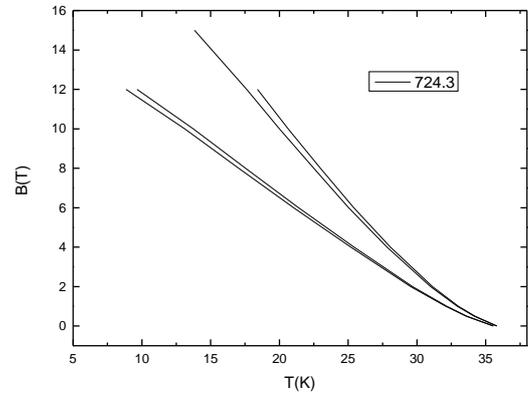
Abbildung 6.6: Normierte Position des Pinning Maximums

## 6.8 724.3

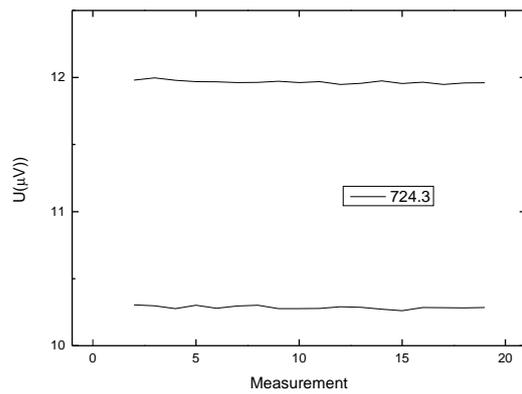
### 6.8.1 17-Tesla-Messsystem



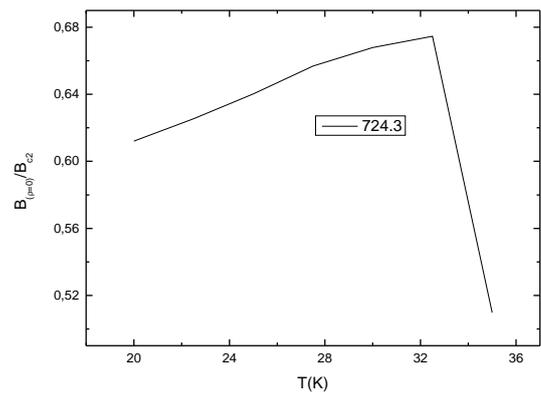
(a) Kritische Temperatur



(b) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(c) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(d) Normiertes Irreversibilitätsfeld

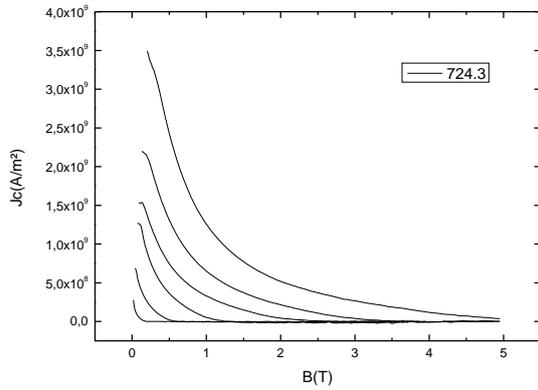
Für 17-Tesla-Messsystem präparierte Probe

Länge: 1,76 mm (Länge zwischen den Kontaktpunkten)

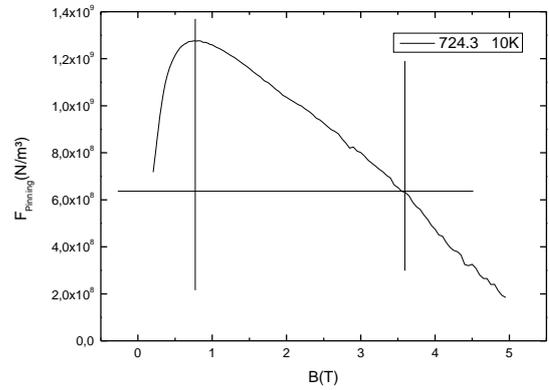
Breite: 1,35 mm

Höhe: 0,66 mm

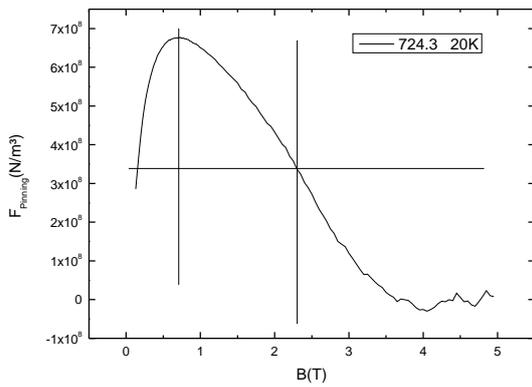
## 6.8.2 VSM



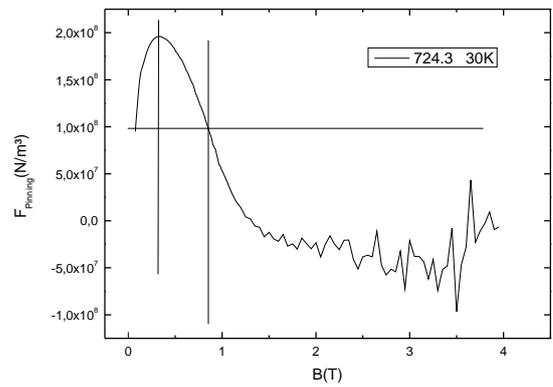
(e) Kritische Stromdichte



(f) Pinning Kraft 10K

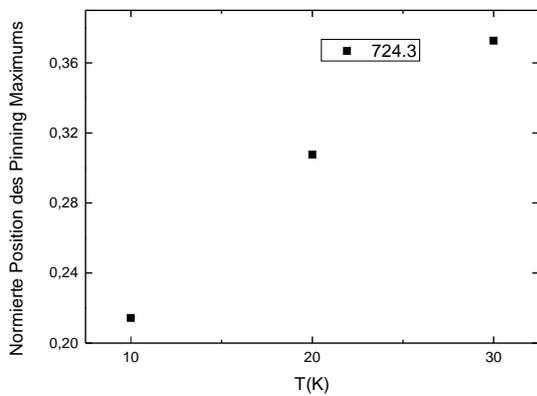


(g) Pinning Kraft 20K



(h) Pinning Kraft 30K

Für VSM präparierte Probe



Länge: 1,34 mm

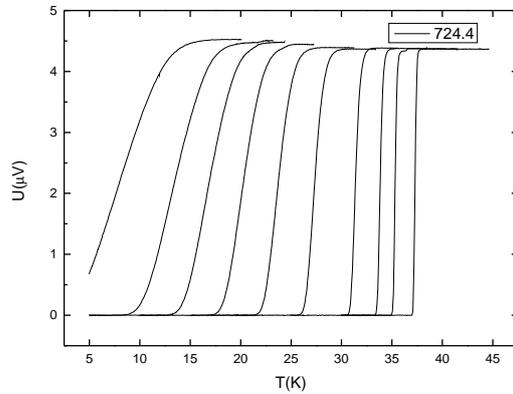
Breite: 0,76 mm

Höhe: 0,61 mm

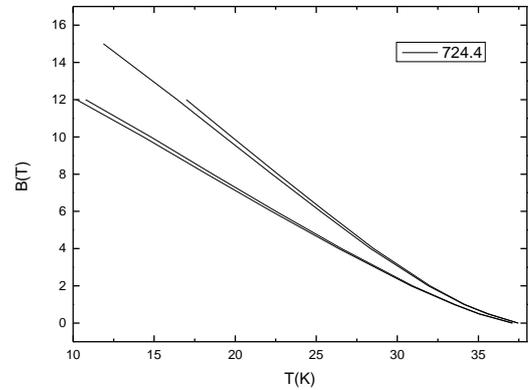
Abbildung 6.7: Normierte Position des Pinning Maximums

## 6.9 724.4

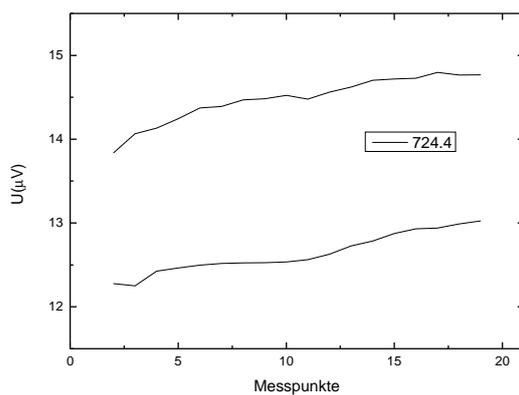
### 6.9.1 17-Tesla-Messsystem



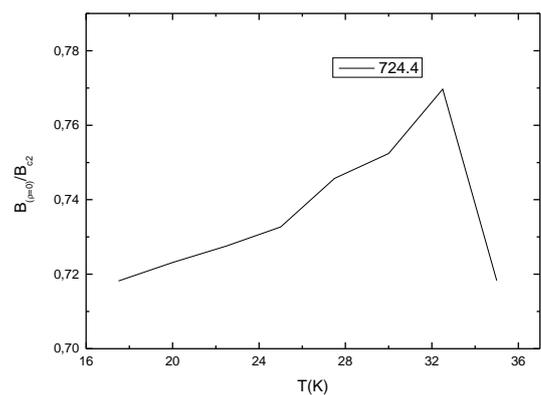
(a) Kritische Temperatur



(b) Oberes kritisches Magnetfeld, Irreversibilitätsfeld



(c) Vergleich der Spannungen vor und nach der Messung



(d) Normiertes Irreversibilitätsfeld

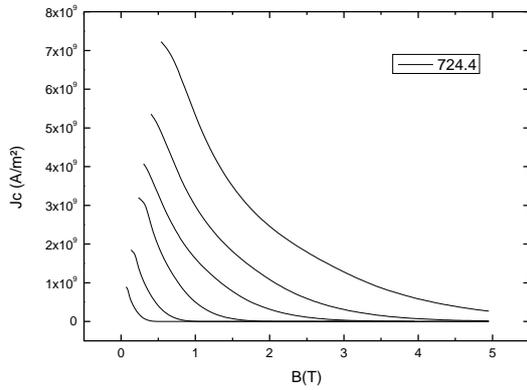
Für 17-Tesla-Messsystem präparierte Probe

Länge: 1,82 mm (Länge zwischen den Kontaktpunkten)

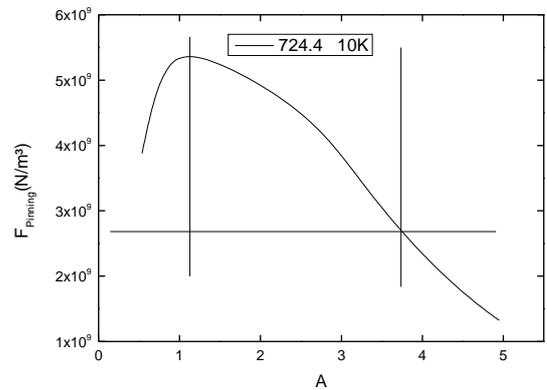
Breite: 2,2 mm

Höhe: 1,79 mm

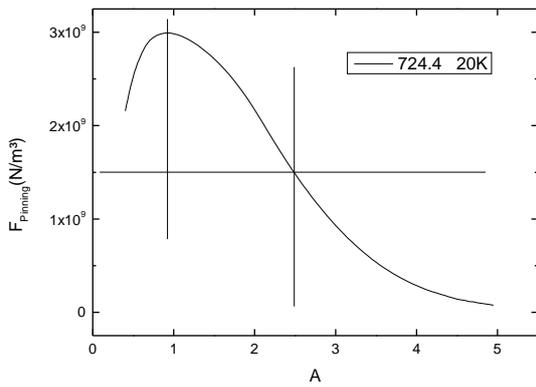
## 6.9.2 VSM



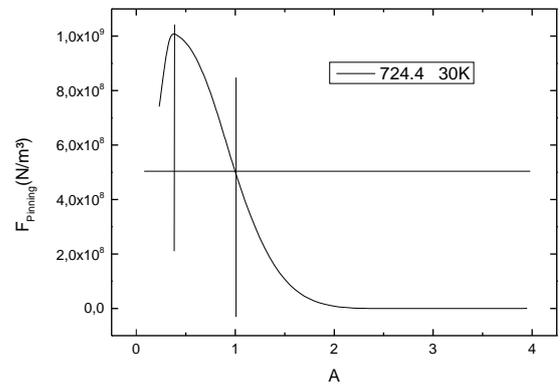
(e) Kritische Stromdichte



(f) Pinning Kraft 10K

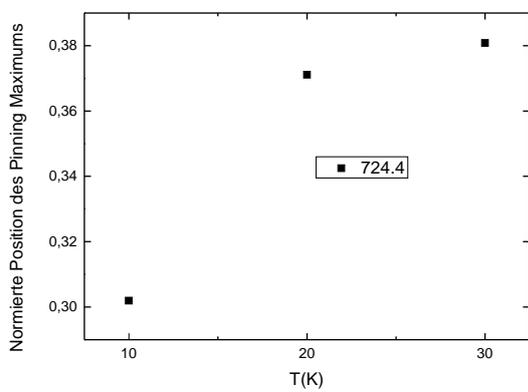


(g) Pinning Kraft 20K



(h) Pinning Kraft 30K

Für VSM präparierte Probe



Länge: 1,78 mm

Breite: 1,17 mm

Höhe: 0,72 mm

Abbildung 6.8: Normierte Position des Pinning Maximums