

Unterschrift des Betreuers



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN
Vienna University of Technology

DIPLOMARBEIT – DIPLOMA THESIS

Einfluss strahleninduzierter Defekte auf das Flussliniengitter konventioneller supraleitender Einkristalle

Ausgeführt am

Atominstitut der Technischen Universität Wien

unter Anleitung von

Ao. Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Franz Sauerzopf und
Dipl.-Ing. Dr. techn. Martin Zehetmayer

durch

Mario Adam

e0425103

Johannesweg 5/2/9

2432 Schwadorf

September 2011

Unterschrift (Student)

Fakultät für Physik
Technische Universität Wien

Diplomarbeit

Mario Adam

Wien, 2011

Einfluss strahleninduzierter Defekte auf das Flussliniengitter konventioneller supraleitender Einkristalle

Diese Diplomarbeit wurde am
Atominstitut der Technischen Universität Wien,
unter der Betreuung von
Dr. Martin Zehetmayer und Ao.Univ.Prof. Dr. Franz Sauerzopf
durchgeführt.

Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde der Einfluss von durch Neutronenbestrahlung erzeugten Defekten auf die magnetischen Eigenschaften konventioneller supraleitender Einkristalle mit Hilfe eines SQUID-Magnetometers und eines Vibrationsmagnetometers untersucht. Durch die Bestrahlung mit Neutronen kommt es zu Veränderungen der irreversiblen magnetischen Eigenschaften. Die zu untersuchenden Supraleiter NbSe₂ und Nb wurden über mehrere Bestrahlungen einer Gesamtfluenz von $3 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ bzw. $5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ ausgesetzt. Durch mehrere Bestrahlungsschritte von NbSe₂ wurde das Entstehen eines zweiten Maximums in der Hysterese, der sogenannte Fishtail, beobachtet. Bei Nb konnte ein solches Verhalten nicht festgestellt werden. Aus den gemessenen Magnetisierungskurven wurden wichtige charakteristische Größen gewonnen und diverse Theorien überprüft.

Abstract

As part of this thesis, the influence of artificial defects on conventional superconducting single crystals, using a SQUID-magnetometer and a vibrating magnetometer, was investigated. The irradiation with neutrons leads to changes in the irreversible magnetic properties. Superconducting NbSe₂ and Nb were exposed to several radiation treatments with a cumulative fluence up to $3 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ and $5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$, respectively. The emergence of the second maximum in the hysteresis, the so-called Fishtail, could be observed through several irradiation steps of NbSe₂. Such a behavior was not seen for Nb. From the measured magnetization curves, important characteristic parameters were calculated and various theories tested.

Danksagung

Danke Mama, danke Papa!

Inhaltsverzeichnis

1 Grundlagen der Supraleitung	1
1.1 Ginzburg-Landau-Theorie	2
1.1.1 Phasengrenze und charakteristische Längen ξ_{GL} und λ	3
1.1.2 Ginzburg-Landau Parameter κ	4
1.2 BCS-Theorie	5
1.3 Typ-II Supraleiter	8
Typ-I Supraleiter	8
Typ-II Supraleiter	9
Phänomenologische Beziehungen	10
1.3.1 Hysterese in Typ-II Supraleitern	10
1.4 Kritischer Zustand und Bean-Modell	12
Bean-Modell	13
1.5 Zweiter Anstieg in der Hysterese, der Fishtail	14
2 Messaufbau	17
2.1 SQUID Magnetometer	17
2.2 Vibrationsmagnetometer	21
2.3 Probenstab und Messvorbereitung	22
2.4 Messdurchführung und Auswertung	23
3 Probenbeschreibung und Neutronenbestrahlung	25
3.1 NbSe ₂	25
3.2 Niob	25
3.3 Induzierte Defekte durch Neutronenbestrahlung	27
3.4 Abschätzung der zu erwartenden Aktivität nach einer Neutronenbestrahlung	28

4	Messungen	30
4.1	Sprungtemperatur	30
4.1.1	Änderung der Sprungtemperatur durch Neutronenbestrahlung . .	33
4.2	Oberes kritisches Feld B_{c2}	34
4.2.1	Probenvolumen	37
4.3	Hysterese	39
4.3.1	Makroskopische Stromdichte J_c	39
	Makroskopische Stromdichte bei einem äußeren Feld parallel zur	
	kristallographischen c-Richtung	41
	Makroskopische Stromdichte bei einem äußeren Feld parallel zur	
	kristallographischen ab-Richtung	42
	Änderung der makroskopischen Stromdichte nach Neutronenbe-	
	strahlung	43
4.3.2	Gemessene Fishtails	46
	Fishtails in Abhängigkeit der Fluenz	46
4.3.3	ac-Messungen	50
4.3.4	Historieeffekte	51
4.4	Messungen am VSM	57
4.4.1	Bestimmen der c- und ab-Richtung und Zentrieren der Probe . . .	57
4.4.2	Fishtails im VSM	60
4.4.3	Messungen der Relaxation	63
4.5	Niob	67
4.5.1	Sprungtemperatur	67
4.5.2	Probenvolumen	68
4.5.3	Magnetisierung	68
4.5.4	Reversibler Bereich der Magnetisierung	71
4.5.5	Charakteristische Größen aus der Ginzburg-Landau-Theorie . . .	74
	Parameter κ	74
	Kritische Felder $B_{c1,c2,c}$	75
	Kohärenzlänge ξ_{GL}	77
	Eindringtiefe λ	77
4.5.6	Makroskopische Stromdichte J_c	78

4.6	Nb-110	79
4.6.1	Probenvolumen	81
4.6.2	Makroskopische Stromdichte J_c	82
5	Zusammenfassung	84
	NbSe ₂	85
	Niob	86

1 Grundlagen der Supraleitung

Heike Kamerlingh Onnes entdeckte 1911 den Effekt, dass bei Unterschreiten einer bestimmten, sehr tiefen Temperatur der elektrische Widerstand von Quecksilber verschwindet. Dies stellte den Grundstein für ein neues Forschungsgebiet in der Physik dar, die Supraleitung [1].

Die weiteren theoretischen Betrachtungen in diesem Kapitel sind jedem weiterführenden Standardbuch der Festkörper- bzw. Tieftemperaturphysik zu entnehmen, wie z. B. [2, 3, 4, 5].

Onnes stellte bei seinen Untersuchungen weiters fest, dass Supraleitung nur bis zu einer gewissen Stromstärke und einer gewissen äußeren Feldstärke bestehen bleibt. Meißner und Ochsenfeld entdeckten 22 Jahre später, dass aus dem Inneren eines Supraleiters die magnetische Flussdichte $\vec{B}$ verdrängt wird und der Supraleiter einen idealen Diamagneten darstellt. Erst durch diese Erkenntnis konnte der supraleitende Zustand als ein thermodynamischer Zustand angesehen werden.

Die Londongleichungen (1935) ermöglichten eine erste makroskopische Beschreibung des Phänomens durch Ergänzen der Maxwellgleichungen um zwei weitere Gleichungen. Die erste Londongleichung beschreibt die ideale Leitfähigkeit des supraleitenden Zustands und lautet:

$$\dot{\vec{j}}_s = \frac{n_s e^2}{m} \vec{E}. \quad (1.1)$$

Die zeitliche Änderung der Stromdichte $\vec{j}_s$ ist somit direkt proportional der elektrischen Feldstärke $\vec{E}$ und der supraleitenden Elektronendichte n_s ¹.

Die zweite Londongleichung für die Feldverdrängung im Inneren ist durch

$$\vec{\nabla} \times \vec{j}_s = -\frac{n_s e^2}{m} \vec{B} \quad (1.2)$$

¹identisch der später eingeführten halben Cooper-Paardichte; $n_{cp} = \frac{n_s}{2}$

gegeben und beschreibt das ideale Verhalten eines Diamagneten mit der positiven Elementarladung e , der Elektronenmasse m und dem magnetischen Feld $\vec{B}$.

Würde das Magnetfeld im Supraleiter vollständig abgeschirmt werden, so müsste an der Oberfläche eine unendlich hohe Abschirmstromdichte vorhanden sein. Aus diesem Grund kommt es zu einer endlichen Eindringtiefe des äußeren Magnetfeldes in den Supraleiter. Einsetzen der 2. Londongleichung (1.2) in die Maxwellgleichung $\text{rot}\vec{B} = \mu_0\vec{j}$ ergibt eine Differentialgleichung für das magnetische Feld im Supraleiter, die mit einem exponentiellen Ansatz unmittelbar gelöst werden kann. Die Eindringtiefe wird durch die Londonsche Eindringtiefe λ_L charakterisiert:

$$B(x) = B_a e^{-\frac{x}{\lambda_L}} \quad \text{mit} \quad \lambda_L = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 n_s e^2}}. \quad (1.3)$$

In Abb. 1.1 ist der Verlauf des Magnetfeldes zu sehen, wobei B_a das äußere Magnetfeld ist.

1.1 Ginzburg-Landau-Theorie

Die Ginzburg-Landau (GL) Theorie ermöglicht die phänomenologische Beschreibung von Supraleitern (SL) des Typs I und II in der Nähe der Sprungtemperatur T_c . Im Gegensatz zur Londontheorie, in der die Dichte der supraleitenden Teilchen als konstant über den gesamten Supraleiter vorausgesetzt wurde, wird in der GL-Theorie eine räumliche Änderung der Teilchendichte zugelassen.

Ausgangspunkt der GL Theorie ist die Landau-Theorie für Phasenübergänge 2. Ordnung in der die freie Energie nach Potenzen eines Ordnungsparameters (OP) um T_c entwickelt wird. Die makroskopische Wellenfunktion $\Psi(\vec{r}) = \Psi_0(\vec{r})e^{-i\varphi(\vec{r})}$, die den supraleitenden Zustand beschreibt, wird als komplexer Ordnungsparameter benutzt. Die Dichte der supraleitenden Teilchen, später in der BCS-Theorie die Cooper-Paardichte, wird aufgefasst als $|\Psi_0|^2 = n_s$. Für den Phasenübergang Supraleiter-Normalleiter (SL-NL), der dem Ansatz nach einen Phasenübergang 2. Ordnung¹ darstellt, wird die freie

¹Es tritt keine latente Wärme auf.

Energiedichte f_s des supraleitenden Zustands nach geraden Potenzen des OP entwickelt:

$$f_s(\vec{r}) = f_n(\vec{r}) + \alpha |\Psi(\vec{r})|^2 + \frac{\beta}{2} |\Psi(\vec{r})|^4 + \frac{1}{2m} \left| \left(-i\hbar \vec{\nabla} - q\vec{A}(\vec{r}) \right) \Psi(\vec{r}) \right|^2 + \frac{B^2(\vec{r})}{2\mu_0}. \quad (1.4)$$

Der letzte Term in Gl. 1.4 ist die erforderliche Energie welche benötigt wird, um das Innere des Supraleiters feldfrei zu bekommen, wobei $B = B_a - B_i(\vec{r})$ und $q = -2e$ ist. e bezeichnet die positive Elementarladung (~ 1.602 As). Der vorletzte Teil beschreibt die kinetische Energie der supraleitenden Ladungsträger.

Durch Betrachten eines homogenen Supraleiters ohne äußeres Magnetfeld und Energieminimierung im thermodynamischen Gleichgewicht folgt, nach einiger Rechnung, dass folgendes Verhältnis für die beiden Koeffizienten gilt:

$$-\frac{\alpha}{\beta} = |\Psi|^2 = n_s. \quad (1.5)$$

Aus Gl. 1.4 folgen die zwei Ginzburg-Landau Gleichungen

$$\frac{1}{2m_s} (-i\hbar \vec{\nabla} - q\vec{A})^2 \Psi + \alpha \Psi + \beta |\Psi|^2 \Psi = 0 \quad (1.6)$$

$$\frac{ie_s \hbar}{2m_s} (\Psi^* \vec{\nabla} \Psi - \Psi \vec{\nabla} \Psi^*) - \frac{e_s^2}{m_s} |\Psi|^2 \vec{A} = \vec{j}_s \quad (1.7)$$

mit der Cooper-Paarmasse $m_s = 2m$.

1.1.1 Phasengrenze und charakteristische Längen ξ_{GL} und λ

Mit Hilfe der GL-Theorie lässt sich die Änderung der Cooper-Paardichte an der Grenzfläche NL-SL beschreiben. Die 1. Ginzburg-Landau Gleichung (1.6), eindimensional betrachtet, vereinfacht sich ohne äußeres Magnetfeld zu

$$-\frac{\hbar^2}{2m_s} \frac{d^2 \Psi}{dx^2} + \alpha \Psi + \beta \Psi^3 = 0. \quad (1.8)$$

Das Einführen einer normierten Wellenfunktion $f(x)$ unter Verwendung von Gl. 1.5 liefert:

$$\xi_{GL}^2 \frac{d^2 f(x)}{dx^2} + f(x) - f^3(x) = 0 \quad \text{mit} \quad \xi_{GL} = \frac{\hbar}{\sqrt{2m_s |\alpha|}}. \quad (1.9)$$

Durch Verwenden der Randbedingungen

$$\lim_{x \rightarrow \infty} f(x) = 1, \quad \lim_{x \rightarrow \infty} \frac{df(x)}{dx} = 0 \quad \text{und} \quad f(0) = 0 \quad (1.10)$$

1.1.2 Ginzburg-Landau Parameter κ

erhält man die Lösung:

$$f(x) = \tanh \frac{x}{\sqrt{2}\xi_{\text{GL}}} \quad \text{bzw.} \quad \Psi(x) = \sqrt{\frac{|\alpha|}{\beta}} \tanh \frac{x}{\sqrt{2}\xi_{\text{GL}}}. \quad (1.11)$$

Die Kohärenzlänge ξ_{GL} charakterisiert die stetige Änderung der Cooper-Paardichte n_s an der Phasengrenze Normalleiter-Supraleiter, wie in Abb. 1.1 gezeigt. Die Eindringtiefe

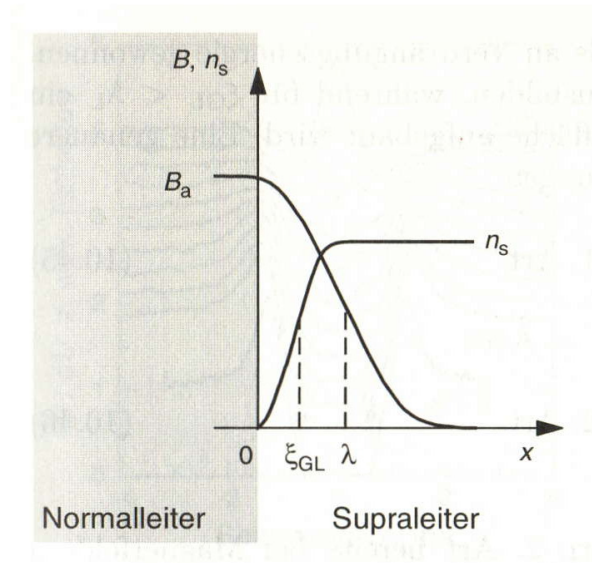


Abbildung 1.1: Stetiger Verlauf des Magnetfeldes und der Cooper-Paardichte an der Grenze zwischen Supraleitung und Normalleitung [2].

λ bestimmt den Verlauf des Magnetfeldes im Supraleiter und wurde bereits zu Beginn motiviert.

1.1.2 Ginzburg-Landau Parameter κ

Mit Hilfe der beiden charakteristischen Längen ξ_{GL} und λ , lässt sich der Ginzburg-Landau Parameter κ einführen:

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi_{\text{GL}}} = \frac{m}{e\hbar} \sqrt{\frac{\beta}{2\mu_0}}. \quad (1.12)$$

Es zeigt sich, dass für $\kappa = \frac{1}{\sqrt{2}}$ das Vorzeichen der Grenzflächenenergie wechselt:

- $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$: Typ-I Supraleiter
- $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$: Typ-II Supraleiter.

Das bedeutet, dass für $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$ die Grenzflächenenergie negativ wird und es zum Eindringen von Flussschläuchen in den Supraleiter kommt, vgl. Kap. 1.3.

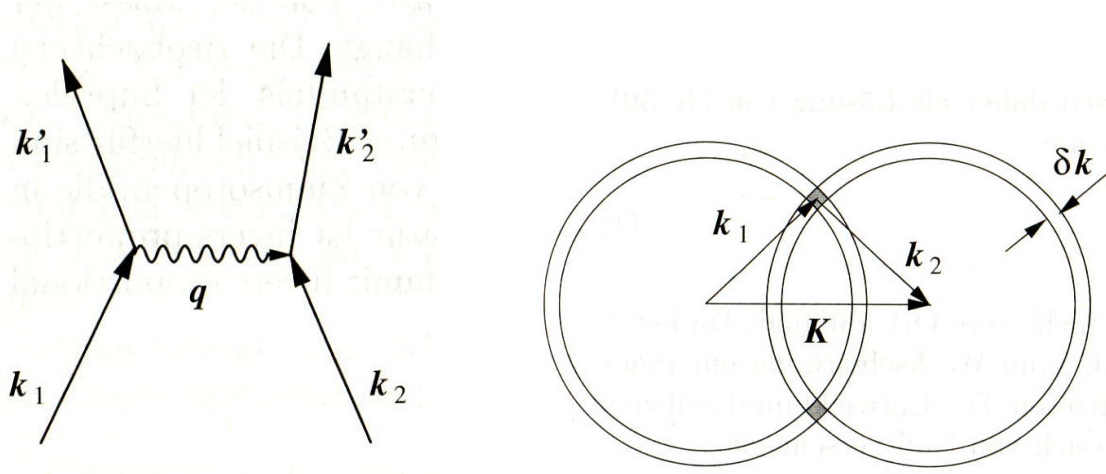
Die Ginzburg-Landau Theorie stellt eine gute phänomenologische Theorie zur makroskopischen Beschreibung von Supraleitern dar.

1.2 BCS-Theorie

Die erste mikroskopische Beschreibung der Supraleitung in Metallen gelang erst 1957, also 46 Jahre nach Entdeckung des Phänomens durch Bardeen, Cooper und Schrieffer (BCS). Maßgeblich bei dieser Theorie ist, dass zwei Elektronen ein Paar bilden, das Cooper-Paar, und es zu einer attraktiven Wechselwirkung zwischen diesen beiden Elektronen kommt. Diese Wechselwirkung wird für konventionelle Supraleiter durch die Phononen im Metall vermittelt.

Die auf den ersten Blick verwunderliche Anziehung zweier Elektronen, beruht auf Gitterschwingungen im Metall. Veranschaulicht bewegt sich ein freies Elektron im Metall und bewirkt an den positiven Ionenrümpfen eine positive Kraft bzw. eine Auslenkung der Atome aus der Ruheposition. Ein Elektron bewegt sich typischerweise mit einer Geschwindigkeit von $\sim 10^6 \text{ ms}^{-1}$, die Atomrümpfe schwingen hingegen mit $\sim 10^3 \text{ ms}^{-1}$. Gewissermaßen zieht das Elektron bei seiner Bewegung durch das Metall eine „Spur“ durch die Ionenrümpfe. Ein zweites Elektron, welches sich in die entgegengesetzte Richtung des Ersten bewegt, kann eine Anziehungskraft durch die zurückschwingenden Ionenrümpfe erfahren. Dies ist ein äußerst vereinfachtes Bild der Elektron-Phonon Kopplung.

Abb. 1.2(a) zeigt die Elektron-Phonon-Wechselwirkung schematisch als Feynman-Diagramm. Ein Elektron mit einem Impuls $\hbar\vec{k}_1$ streut unter Aussendung eines virtuellen Phonons (Quasiteilchen) an einem Ionenrumpf. Das Quasiteilchen wird von einem zweiten Elektron mit dem Impuls $\hbar\vec{k}_2$ absorbiert.



(a) Feynman-Diagramm zur Elektron-Phonon Wechselwirkung.

(b) Veranschaulichung möglicher Impulsvektoren im Phasenraum.

Abbildung 1.2: Elektron-Phonon Wechselwirkung: Zwei Elektronen eines Metalls stehen unter Vermittlung eines virtuellen Phonons miteinander in Wechselwirkung [2].

Bis auf zwei Elektronen $(\vec{k}_{1,2}, \epsilon_{1,2}(\vec{k}_{1,2}))$, dem Cooper-Paar, befinden sich alle anderen nicht wechselwirkenden im niedrigsten energetischen Zustand, also bis zur Fermigrenze mit einer Energie $\epsilon_F = \hbar^2 k_F^2 / 2m$. Die beiden Elektronen außerhalb der Fermigrenze besetzen Zustände bis knapp oberhalb in einem Bereich $\epsilon_F + \hbar\omega_D$ und unterliegen der Impulserhaltung $\vec{k}_1 + \vec{k}_2 = \vec{k}_1' + \vec{k}_2' = \vec{K}$. Aus Abb. 1.2(b) ist ersichtlich, dass die Zahl der möglichen Zustände für $\vec{K} = 0$ maximal wird. Aus dieser Konsequenz folgt: $\vec{k}_1 = -\vec{k}_2 = \vec{k}$. Elektronen mit antiparallelem Impuls und Spin paaren sich zu einem (bosonenähnlichem) Quasiteilchen und es kommt zu einer Energieabsenkung.

Das bedeutet, dass die Cooper-Paare, die in der Schale $\pm\hbar\omega_D$ erzeugt werden, in einen energetisch tieferen Zustand kondensieren. Dadurch kommt es zu einer Entleerung der Zustände in der Energieschale und es bildet sich eine Energielücke um ϵ_F in der Größe

$$|\Delta| \simeq \hbar\omega_D e^{-\frac{1+\lambda_{ep}}{\lambda_{ep}-\mu^*}}. \quad (1.13)$$

Der Elektron-Phonon Kopplungsparameter $\lambda_{ep} = V \cdot D(\epsilon_F)$ ist eine Funktion der Zustandsdichte an der Fermikante und dem Wechselwirkungspotential V . μ^* ist das Coulombpseudopotential und vermittelt die Elektron-Elektron Abstoßung. Der Gap Δ , der

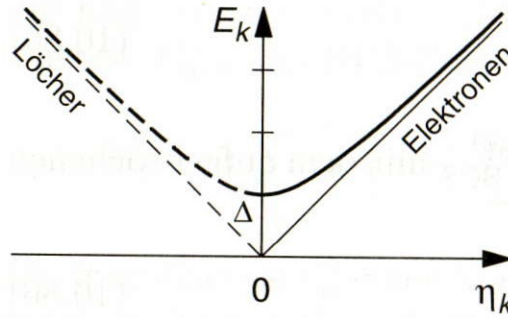


Abbildung 1.3: Anregungsbild freier Elektronen im Grenzfall $\Delta \rightarrow 0$. Links sind lochartige, rechts elektronenartige Zustände zu sehen, wobei η_k sich auf die Fermi-Energie bezieht [2].

in Abb. 1.3 zu sehen ist, entspricht der halben Bindungsenergie eines Cooper-Paars. Erst diese Energie begründet die Stabilität der Supraleitung und bedeutet, dass die Streuenergie größer sein muss als $2 \cdot |\Delta|$ um die CP aufzubrechen. Eine andere anschauliche Betrachtungsweise ist die, dass mit $\vec{K} = 0$ die Materiewelle¹ unendlich wird und die Cooper-Paare keine Streupartner sehen.

Mit der Bedingung, dass die Supraleitung bei T_c zusammenbricht, ergibt sich ein Zusammenhang zwischen Sprungtemperatur und Debye-Frequenz² ω_D

$$k_B T_c \sim 1.13 \hbar \omega_D e^{-\frac{1}{\lambda_{ep}}}. \quad (1.14)$$

Die BCS-Theorie ermöglicht eine mikroskopische Beschreibung makroskopischer Beobachtungen, wobei die Lösung für eine gegebene Fragestellung trotz moderner Rechnerysteme keinesfalls trivial ist. Die Gültigkeit dieser Theorie ist auf Systeme schwacher Elektronen-Phononen Kopplung beschränkt, also für $\lambda_{ep} \ll 1$.

Zusammenfassend: Es kondensieren alle Cooper-Paare und es besteht eine Phasenkohärenz. Dies stellt einen makroskopischen Quantenzustand mit einer makroskopischen Wellenfunktion Ψ dar, und es tritt das Phänomen Supraleitung auf.

¹De-Broglie: $\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{\hbar k}$

²Die Debye-Frequenz ist die maximale Schwingungsfrequenz der Phononen im Debye-Modell.

1.3 Typ-II Supraleiter

Wie bereits in Kap. 1.1 erwähnt, erlaubt der Parameter κ die Unterscheidung zwischen Typ-I und Typ-II Supraleitern. Die unterschiedlichen Charakteristika in der Magnetisierungskurve $M(H)$ und in der magnetischen Flussdichte $B(H)$ sind in Abb. 1.4 zu sehen. Die magnetische Flussdichte $\vec{B}$ ist über die Materialgleichung $\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M})$ gegeben

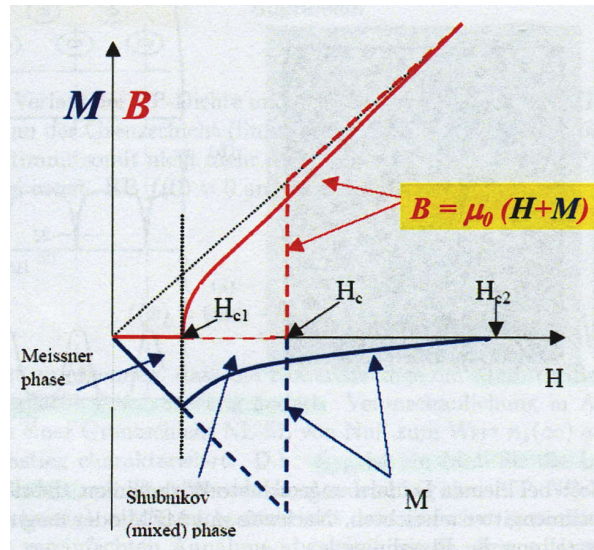


Abbildung 1.4: Magnetische Flussdichte $B(H)$ (rot) im Inneren bzw. die Magnetisierung $M(H)$ (blau) in Abhängigkeit der äußeren Feldstärke H eines Typ-I (gestrichelte Linie) und eines Typ-II (durchgezogene Linie) Supraleiters [3].

und für den Typ-I Supraleiter gestrichelt dargestellt. Die durchgezogene Linie beschreibt den Typ-II Supraleiter.

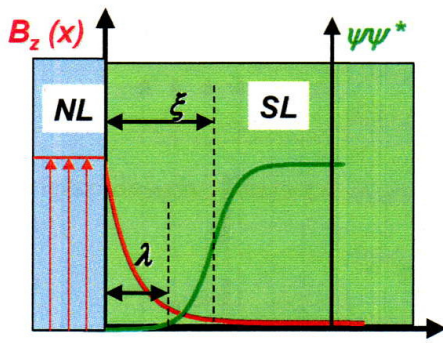
Typ-I Supraleiter

Bis zu einer äußeren Feldstärke H_c ist $B = 0$ im Inneren des Supraleiters, um beim Phasenübergang zum Normalleiter völlig einzudringen. Die Magnetisierung $M(H) = \chi H$ weist das Verhalten eines idealen Diamagneten ($\chi = -1$) bis H_c auf. Wie in Kap. 1.1.1 beschrieben, ist der Aufbau einer Grenzfläche NL-SL mit Energieverlust verbunden ($\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$) und es ist für den Supraleiter günstiger, sofort in die normalleitende Phase

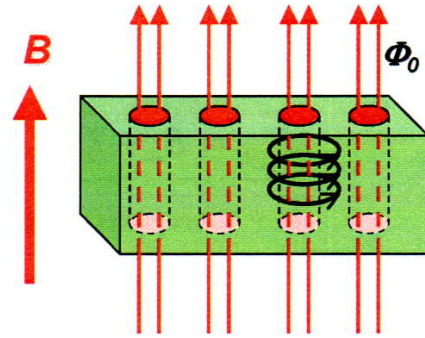
überzugehen. In Abb. 1.5(a) ist die Phasengrenze und das Verhalten der charakteristischen Größen zu sehen.

Typ-II Supraleiter

Hier zeigt sich Anfangs dasselbe Verhalten wie beim Typ-I, jedoch nur bis zur Feldstärke H_{c1} , die üblicherweise deutlich unter H_c von Typ-I Supraleitern liegt. Bei Erreichen von H_{c1} treten im Typ-II Supraleiter normalleitende Gebiete in Form von quantisierten Flussschläuchen auf. Der supraleitende Strom dient, wie in Abb. 1.5(b) zu sehen, zur Feldverdrängung um supraleitende (grün) von nichtsupraleitenden (rot) Bereichen zu trennen. Der Fluss in einem solchen Flussschlauch ist mit $\Phi_0 = \frac{h}{2e}$ quantisiert. Der



(a) Phasengrenze eines Typ-I Supraleiters mit der Kohärenzlänge ξ_{GL} und der Eindringtiefe λ der äußeren magnetischen Flussdichte B_a .



(b) Der magnetische Fluss tritt beim Typ-II in Form von Flussschläuchen ein und teilt den Supraleiter in normalleitende Gebiete.

Abbildung 1.5: Phasengrenze eines Typ-I Supraleiters und Flussschläuche in einem Typ-II Supraleiter [3].

Bereich $H_{c1} < H < H_{c2}$ wird als Misch- bzw. Shubnikovphase bezeichnet und ist in Abb. 1.4 als durchgezogene Linie zu sehen. Die mikroskopische Ursache für dieses vollkommen unterschiedliche Verhalten liegt daran, dass der Aufbau der Grenzfläche NL-SL mit Energiegewinn verbunden ist, und es günstiger ist, Flusslinien zu bilden ($\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$). Die Magnetisierung folgt bis H_{c1} der eines idealen Diamagneten, um für $H > H_{c1}$ stetig auf null zustreben, siehe nochmals Abb. 1.4.

Phänomenologische Beziehungen

Mit Hilfe der vier empirischen Parametern (α , β , m , T_c), die mit den charakteristischen Längenskalen λ und ξ_{GL} in Beziehung stehen, lassen sich viele Phänomene im Supraleiter beschreiben. Die Fläche unter der Magnetisierungskurve ist

$$f_n - f_s = \frac{B_{c,th}^2}{2\mu_0}, \quad (1.15)$$

was genau der Kondensationsenergiedichte entspricht und in Abb. 1.4 zu sehen ist. Als $B_{c,th}$ wird das thermodynamische kritische Feld bezeichnet und ergibt sich durch Umformen. Für die kritischen Felder und die charakteristischen Längen findet man in erster Näherung die folgenden wichtigen Relationen:

$$B_{c1} = \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda^2}(\ln\kappa + \eta) \quad (1.16)$$

$$B_{c2} = \frac{\Phi_0}{2\pi\xi_{GL}^2} = \sqrt{2}\kappa B_{c,th}. \quad (1.17)$$

Numerisch ergibt sich für $\eta \simeq 0,5$. In anisotropen Supraleitern, wie NbSe₂ einer ist, sind die Kohärenzlängen in c- und ab-Richtung unterschiedlich und durch den Anisotropieparameter γ verbunden:

$$\gamma = \frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}} = \frac{\xi_{ab}}{\xi_c}, \quad (1.18)$$

wobei zur besseren Übersicht der Index „GL“ weggelassen wurde. In Abb. 1.6 ist die Struktur einer einzelnen Flusslinie zu sehen. Die Cooper-Paardichte n_s nimmt gegen das Zentrum des Flusses schnell ab. Die magnetische Flussdichte $\vec{B}$ erreicht hingegen bei $r=0$ ihr Maximum. Für den Typ-II Supraleiter: $\kappa = \frac{\lambda}{\xi_{GL}} > \frac{1}{\sqrt{2}}$.

1.3.1 Hysterese in Typ-II Supraleitern

Der in Abb. 1.4 gezeigte Verlauf der Magnetisierungskurve sollte nach theoretischen Überlegungen reversibel sein. Tatsächlich wird in Typ-II Supraleitern meist eine Hysterese beobachtet. In Abb. 1.7 ist die theoretische (gestrichelt) reversible Magnetisierung und die beobachtete aufgetragen. Zusätzlich sind die Flussdichteverteilungen, wie im Folgenden im Bean-Modell besprochen wird, eingezeichnet.

Wie zu Anfang in diesem Kapitel erwähnt, tritt das Magnetfeld in Form von Flussschläuchen ein und die Magnetisierung sinkt. Die Flusslinien entstehen am Rand des

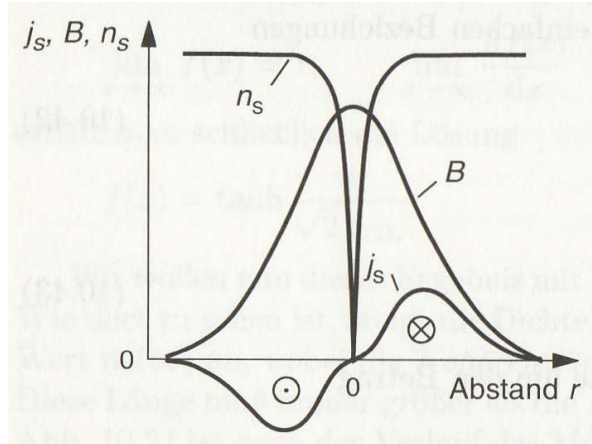


Abbildung 1.6: Einzelner Flussschlauch: Die Cooper-Paardichte n_s nimmt stetig ab während die magnetische Flussdichte B stetig zunimmt. j_s ist der abschirmende, um den Flussschlauch fließende Suprastrom bzw. dessen Dichte [2].

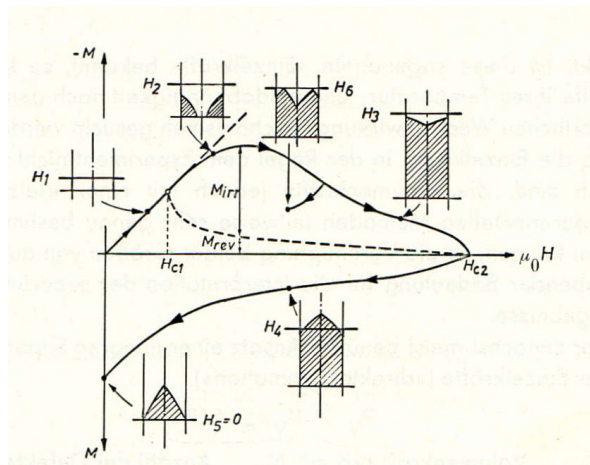


Abbildung 1.7: Beobachtete Hysterese in einem Typ-II Supraleiter inkl. Flussdichteverteilungen nach dem Bean-Modell. Hier ist zu beachten, dass die Magnetisierung negativ eingezeichnet ist [5].

Supraleiter strömen durch ihre gegenseitige Abstoßung ins Probeninnere um sich hexagonal gleichverteilt anzuordnen. Die Ursache der Abstoßung liegt in der Lorentzkraft, bedingt durch den zirkulierenden Suprastrom und der dadurch hervorgerufenen lokalen magnetischen Induktion. Bei Erniedrigen der magnetischen Feldstärke treten die Flussschläuche wieder über den Probenrand aus. Die Dichte der Flusslinien n ist über das Verhältnis der magnetischen Induktion B und dem Flussquantum¹ ϕ_0 gegeben,

$$n = \frac{B}{\phi_0}. \quad (1.19)$$

Bei der soeben gegebene Darstellung, ohne Existenz von Verankerungen, würde es zu keinem Hystereseeffekt kommen, das heißt, das freie Verschieben der Flusslinien würde keine Hysterese bewirken. Eine Erklärung für das Auftreten der Hysterese ermöglicht das Modell des kritischen Zustands.

1.4 Kritischer Zustand und Bean-Modell

Beim Modell des kritischen Zustands wird ein einziger materialabhängiger Parameter zur Beschreibung der Magnetisierung betrachtet, die kritische Stromdichte $\vec{j}_c$. Durch Kristallinhomogenitäten, z. B. Gitterdefekte, Fremdatome, usw., kommt es zu Verankerungen der Flusslinien. Die Verankerung passiert beispielsweise, weil Inhomogenitäten normalleitend bleiben und somit eine „Insel“ im Supraleiter bilden, an der Kondensationsenergie verloren geht. Bei konstantem äußeren Feld treten Flussschläuche ein und es kommt ebenfalls zum Verlust an Kondensationsenergie im normalleitenden Kern. Durch das Verbinden der beiden normalleitenden Regionen, also Flusslinienkern und Gitterdefekt, geht die Kondensationsenergie nur einmal verloren. Dadurch findet eine Energieminimierung statt.

Der kritische Zustand eines Typ-II Supraleiters ist dann erreicht, wenn sich die Verankerungskraft und die Lorentzkraft im Gleichgewicht halten, also ein stationärer Zustand gebildet wird. Der lokale Gleichgewichtszustand ist gegeben durch

$$\vec{P}_v = \vec{B} \times \vec{j}_c = -\vec{P}_p, \quad (1.20)$$

mit der Verankerungskraft $\vec{P}_p$ und der abstoßenden Kraft der Flusslinien $\vec{P}_v$.

¹ $\phi_0 = 2.07 \cdot 10^{-15} \text{ Vs}$

Um nochmals auf Abb. 1.7 zurückzukommen: Durch Erhöhen der Feldstärke steigt die Magnetisierung und folgt anfangs der reversiblen Magnetisierungskurve. Am Probenrand entstehen neue Flusslinien die ins Innere strömen. Gemäß Gl. 1.20 „pinnen“ sich einzelne Flussschläuche an Verankerungszentren und behindern dadurch Nachkommende beim Einstromen. Dadurch bildet sich ein Dichtegradient der Flusslinien aus. Am Probenrand sind mehr Flussschläuche vorhanden und die einzelnen Abschirmströme bewirken das Entstehen eines makroskopischen Stroms über die gesamte Probe. Das gemessene irreversible magnetische Moment hängt mit dem makroskopischen Strom über $\vec{m} = \frac{1}{2} \int d^3r \vec{r} \times \vec{J}$ zusammen (vgl. Gl. 4.7 aus Kap. 4.3.1).

Bei anschließendem Felderniedrigen strömen die Flusslinien wieder zum Probenrand hin. Durch die Verankerungen kommt es wieder zu einem „Stau“ und der Dichtegradient wechselt und zeigt vom Probeninneren nach Außen. Dies bewirkt, dass der makroskopische Strom die Richtung wechselt und entgegengesetzt der ursprünglichen fließt. Das führt zur Ausbildung der Hysterese, da nun das irreversible magnetische Moment das Vorzeichen wechselt.

Mit der mikroskopischen kritischen Stromdichte $\vec{j}_c$ wird die makroskopisch kritische Stromdichte $\vec{J}_c$ gemittelt. Aus der Maxwellgleichung $\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \vec{J}$ wird der makroskopische temperatur- und feldabhängige kritische Strom zu

$$J_c = J_c(T, B). \quad (1.21)$$

Experimentell wird für den kritischen Strom oft der Zusammenhang

$$J_c(B) = \frac{J_{c,0}}{(B + B_0)^\eta} \quad (1.22)$$

gefunden. Dieser Zusammenhang gilt jedoch nicht für den zweiten Anstieg in der Hysterese (Fishtail), siehe Kap. 1.5.

Bean-Modell

Ein erster phänomenologischer Ansatz zur Beschreibung der Hysterese wurde von Bean [6] formuliert. Die kritische Stromdichte über den gesamten Supraleiter wird als feldunabhängig betrachtet, das heißt, in Gl. 1.22 wird $\eta = 0$ gesetzt. Damit wird der makroskopische Strom J_c über den gesamten Supraleiter als konstant angenommen.

Der Magnetisierungsprozess erfolgt wie in Abb. 1.8 abgebildet. Bei Punkt eins wird

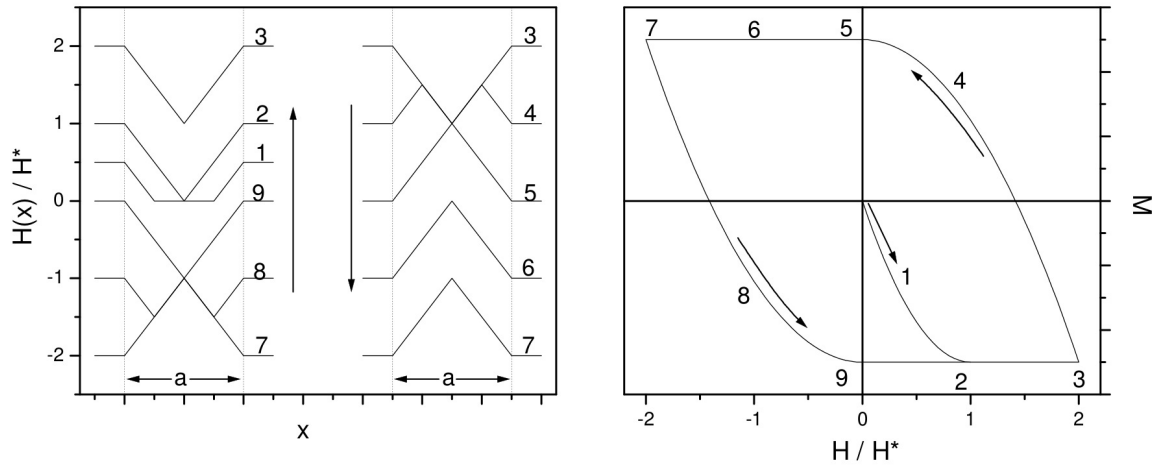


Abbildung 1.8: Dichte der Flusslinien in einem Typ-II Supraleiter und Verlauf der Hysteresekurve im Beanschen Modell [7].

die äußere magnetische Feldstärke H von null weg erhöht. Bei jedem Punkt stellt sich ein Flussdichtegradient ein, das heißt, die magnetische Induktion nimmt ins Probeninnere kontinuierlich ab um erst bei H^* vollständig einzudringen. Die Steigung ist durch die Maxwellgleichung gegeben mit:

$$\left| \frac{\partial B}{\partial x} \right| = \mu_0 J_c. \quad (1.23)$$

Bei Punkt drei wird das Feld wieder erniedrigt und es kommt zu einer Profilumkehr. Dabei muss das Feld um $-2H^*$ abgesenkt werden, um den Gradient völlig umzukehren.

1.5 Zweiter Anstieg in der Hysterese, der Fishtail

Wie bereits erwähnt, entstehen durch Neutronenbestrahlung Defekte im Kristall des Supraleiters. Durch Erhöhung der Defektdichte entsteht bei der Magnetisierungskurve ein zweiter Anstieg, der als Fishtail bezeichnet wird. In Abb. 4.18 sind mehrere Fishtails für 4.2 K zu sehen. Es ist deutlich erkennbar, wie mit steigender Bestrahlungsdauer die Hysterese immer ausgeprägter wird.

Ab einer gewissen Feldstärke (H_{onset}), vgl. nochmals Abb. 4.18, ist es für den Supraleiter energetisch günstiger, wenn die Flusslinien von einem elastisch geordneten Zustand

(E_V), in einen an die Defekte gebundenen Zustand (E_P), übergehen. Dies wird als „order-disorder“-Übergang bezeichnet [8]. Dieses Modell ist ein möglicher Erklärungsversuch für das Entstehen des Fishtails und wird im Folgenden kurz wiedergegeben.

Bis zum Übergang sind die Flusslinien eher hexagonal gleichverteilt, dominiert durch die abstoßend wirkende Lorentzkraft.¹ Bei Erreichen von H_{onset} wird es für die Flusslinien energetisch günstiger, sich an die Defekte zu binden. Dadurch bildet sich, wie im Beanmodell besprochen, ein Gradient aus und es fließt ein makroskopischer Strom. Das Ausmaß beziehungsweise schlussendlich die Stärke des magnetischen Moments ist abhängig von der Defektdichte und -größe. Abb. 1.9 zeigt das entsprechende Phasendiagramm.

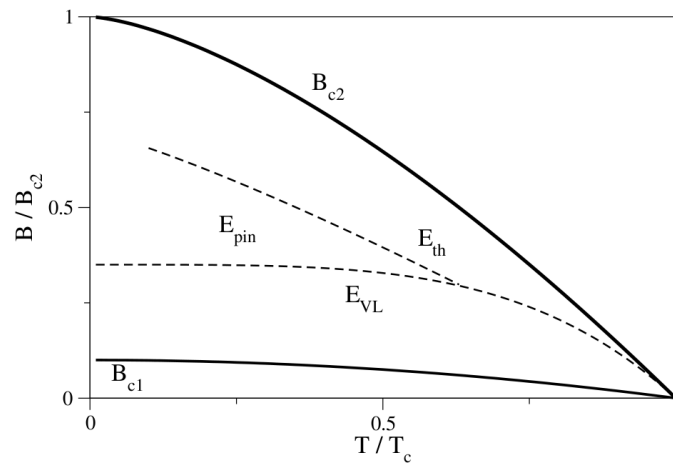


Abbildung 1.9: Phasendiagramm eines Typ-II Supraleiters mit dem unteren (B_{c1}) und dem oberen (B_{c2}) kritischen Feld. Zu sehen ist der Verlauf der verschiedenen dominierenden Bereiche, wie z. B. der thermischen Energie (E_{th}). Die Linie zwischen dem „pinning-“ (E_{pin}) sowie dem „Flusslinien-Flusslinien“-Gebiet (E_{VL}) markiert den „order-disorder“-Übergang [9].

Die mikroskopische Beschreibung der Eigenschaften des Flussliniengitters erfolgt üblicherweise durch die „collective pinning“-Theorie [10]. In Konsistenz mit der Literatur, werden auch hier reduzierte Einheiten verwendet.

¹Lorentzkraft $\vec{F} = q(\vec{E} + \vec{j} \times \vec{B})$

Ähnlich dem Phasenübergang von Flüssigkeiten zum Festkörper, wird ein „Lindemann-Kriterium“ $u^2(0, L_0) = c_L^2 a_0^2$ definiert, wo $u(r, z)$ die transversale Versetzung der Flusslinie und c_L die phänomenologische Lindemannnummer ($c_L \sim 0,25$) ist. $a_0 \simeq \sqrt{\Phi_0/B}$ ist die Gitterkonstante und $L_0 = a_0/\gamma$ mit der Anisotropie $\frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}}$ [11].

Dabei wird zwischen dem „single-vortex-“ und dem „bundle-pinning“-Regime unterschieden, getrennt durch $\tilde{b}_{sv} = 2\pi\eta^2$. Für das single-vortex-Regime, also für $B_{od} \leq B_{sv}$:

$$\tilde{b}_{od} = 2\pi c_L^2 (c_L/\eta)^{2\zeta/(1-\zeta)}, \quad (1.24)$$

wobei $\zeta = \frac{3}{5}$ verwendet wurde. Für das bundle-pinning-Regime, $B_{od} > B_{sv}$, ist $\tilde{b}_{od}$ durch folgende implizite Funktion gegeben,

$$\tilde{b}_{od}(1 - \tilde{b}_{od})^3 = 2\pi c_L^2 (c_L/\eta)^{-6} (1 - \tilde{b}_{sv})^3. \quad (1.25)$$

η charakterisiert die Eigenschaften die zur Verankerung führen und ist für $\delta l - pinning$ durch

$$\eta(t) \simeq \eta(0) [\xi(t)/\xi(0)]^{-1} [\gamma(t)/\gamma(0)]^{1/3} \quad (1.26)$$

gegeben. In $\eta(0)$ sind implizit die Defektdichte n_d und der Defektradius r_d enthalten. $\eta(0)$ stellt den Fitparameter für Gleichungen (1.25) und (1.26) dar:

$$\eta(0) \simeq \left(\frac{\gamma(0)n_d r_d^4}{\xi(0)} \right)^{\frac{1}{3}}. \quad (1.27)$$

Dies stellt nur eine äußerst kurze und kompakte Zusammenfassung der „order-disorder-transition“ dar, es wird an dieser Stelle nochmals auf [8] verwiesen.

2 Messaufbau

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden ausschließlich zwei Messsysteme verwendet. Einmal das „Superconducting Quantum Interference Device“ (SQUID)¹ welches Präzisionsmessungen des magnetischen Moments bei Proben Temperaturen von 2 K und höher erlaubt. Des weiteren wurde das „Vibrating Sample Magnetometer“ (VSM)² verwendet. Ein wesentlicher Unterschied zwischen diesen beiden Messsystemen ist, dass es das VSM ermöglicht, die Probe in der Probenkammer definiert um die Hochachse zu drehen und das magnetische Moment orthogonal und parallel zur Feldrichtung getrennt voneinander, zu messen. Mit dem SQUID wird hingegen eine bessere Auflösung erreicht.

2.1 SQUID Magnetometer

Das Superconducting Quantum Interference Device (SQUID) stellt das Herzstück des Magnetometers dar. Erst dadurch wird die weit aus höhere Auflösung als beim VSM erreicht.

Der Zustand [6] eines Supraleiters kann mit Hilfe einer eindeutigen makroskopischen Wellenfunktion $\Psi = \Psi_0 e^{i\varphi(\vec{r})}$ beschrieben werden, vergleiche Kap. 1.1. Der kanonische Impuls $\vec{p}_s$ dieser Wellenfunktion lässt sich schreiben als

$$\vec{p}_s = m_s \vec{v}_s + q_s \vec{A}, \quad (2.1)$$

mit $\vec{b} = \text{rot} \vec{A}$ als lokale Induktion in Coulombbeziehung. Die Phasendifferenz zwischen zwei Punkten A und B ist durch

$$\delta\varphi = \frac{1}{\hbar} \int_A^B \vec{p}_s d\vec{s}, \quad (2.2)$$

¹Magnetic Property Sample Magnetometer (MPMS), Oxford Instruments

²Oxford Instruments Superconductivity

mit $\varphi \in [0, 2\pi]$ gegeben. Ein geschlossener Pfad um ein Loch innerhalb eines Supraleiters ist bis auf die absolute Phase $\varphi(\vec{r})$ eindeutig und liefert aufgrund der makroskopischen Phasenkorrelation ein Vielfaches der Wellenlänge $\oint d\vec{s} = n\lambda$ ($n=1,2,3,\dots$), analog dem Bohrschen Atommodell. Setzt man Gl. 2.1 in Gl. 2.2 unter Zuhilfenahme des Stokesschen Satzes¹ ein, so folgt unmittelbar

$$\delta\varphi = \frac{1}{\hbar} \oint (m_s \vec{v}_s + q_s \vec{A}) = 2n\pi. \quad (2.3)$$

Mit der Suprastromdichte $\vec{j}_s = 2en_s \vec{v}_s$ und der zweifachen Elektronenmasse $m_s = 2m_e$ in Gl. 2.3 folgt

$$n \frac{\hbar}{2e} = \Phi_F + \frac{m_e}{2e^2 n_s} \oint \vec{j}_s d\vec{s}. \quad (2.4)$$

$\hbar$ ist die Planckkonstante, m_s die Masse des Cooper-Paars, e die positive Elementarladung und n_s die Ladungsträgerzahl.

Durch Wählen eines geschlossenen Integrationsweges weit von der Oberfläche entfernt in Gl. 2.4 folgt, dass kein Strom fließt und es gilt: $\vec{j}_s = 0$. Jetzt kann die Flussquantisierung als

$$\Phi_i = n\Phi_0 \quad (2.5)$$

geschrieben werden, wobei $\Phi_0 = \frac{\hbar}{2e}$ verwendet wurde.

Der Josephson-Effekt, auf dessen Grundlagen ein SQUID beruht, wird folgendermaßen realisiert. Ein supraleitender Ring, bestehend aus zwei Supraleitern, wird durch eine nichtleitende Barriere (*weak link*) von typisch 1 nm voneinander getrennt. Die beiden Wellenfunktionen Ψ_1 und Ψ_2 überlappen einander und können somit miteinander interferieren. Eine solche Verbindung wird als „schwache Kopplung“ bezeichnet.

Die zeitabhängige Schrödingergleichung für ein solch gekoppeltes System lautet:

$$i\hbar\partial_t\Psi_1 = E_1\Psi_1 + K\Psi_2$$

$$i\hbar\partial_t\Psi_2 = E_2\Psi_2 + K\Psi_1$$

und wurde ursprünglich von Feynman formuliert. Der Parameter K stellt die Kopplung beider Systeme dar. Der Ansatz zur Lösung folgt mit $\Psi_{1,2} = \sqrt{n_s}e^{i\varphi_{1,2}}$ für eine exponentiell abnehmende Wellenfunktion und der Cooperpaardichte $n_s = n_1 = n_2$. Durch

¹ $\oint \vec{A} d\vec{s} = \iint_F \vec{\nabla} \times \vec{A} d\vec{f} = \iint_F \vec{B} d\vec{f} := \Phi_i$

Einsetzen und Trennen in Imaginär- und Realteil erhält man nach einiger Rechnung die zeitliche Änderung der Cooperpaardichte mit

$$\dot{n}_s = \frac{2K}{\hbar} n_s \sin(\varphi_2 - \varphi_1). \quad (2.6)$$

Multipliziert man diese mit der Ladung des einzelnen Ladungsträgers $2e$ und dem Volumen V_s des Supraleiters, so lässt sich der Josephsonstrom I_s durch den Kontakt schreiben als

$$I_s = I_1 \sin(\varphi_2 - \varphi_1). \quad (2.7)$$

Der maximale Stromfluss im Supraleiter ist mit $I_1 = \frac{2e}{\hbar} K V_s n_s$ gegeben, dabei wurde die Ladungsträgerdichte n_s als konstant angenommen. V_s bezeichnet das supraleitende Volumen. Gl. 2.7 ist die 1. Josephsongleichung und sagt aus, dass es ohne Spannungsabfall zu einem Stromfluss durch den Kontakt kommt. Auf dem gleichen Weg wie man zu Gl. 2.6 kommt, folgt für die zeitliche Änderung der Phasendifferenz,

$$\frac{d}{dt}(\varphi_2 - \varphi_1) = \frac{1}{\hbar}(E_1 - E_2). \quad (2.8)$$

Bei Anlegen einer zeitlich konstanten Spannung U ändert sich die Phasendifferenz linear mit $E_1 - E_2 = 2eU$. Integrieren von von Gl. 2.8 nach der Zeit und Einsetzen in Gl. 2.7 ergibt für den Stromfluss einen Wechselstrom I_s mit einer Frequenz $\nu = \frac{2eU}{h} = \frac{U}{\Phi_0}$

$$I_s = I_1 \sin(\nu). \quad (2.9)$$

Dies ist die 2. Josephsongleichung und verknüpft Spannung und Frequenz über das Verhältnis von e/h beziehungsweise Φ_0 .

Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete RF¹-SQUID besteht aus einem supraleitenden Ring mit einer Stelle schwacher Kopplung. Bei Anlegen eines äußeren Fluss Φ_a an den supraleitenden Ring, gilt für den inneren Fluss:

$$\Phi_i = \Phi_a - L I_1 \sin\left(\frac{2\pi\Phi_i}{\Phi_0}\right). \quad (2.10)$$

Das heißt, dass neben dem äußeren Fluss auch die Eigenschaften des Rings selbst von Bedeutung sind, wobei L die Induktivität ist. Abb. 2.1 zeigt wie sich der innere Fluss im Verhältnis zum Äußeren verhält. Bei Erhöhen des äußeren Flusses Φ_a steigt auch

¹Radiofrequency

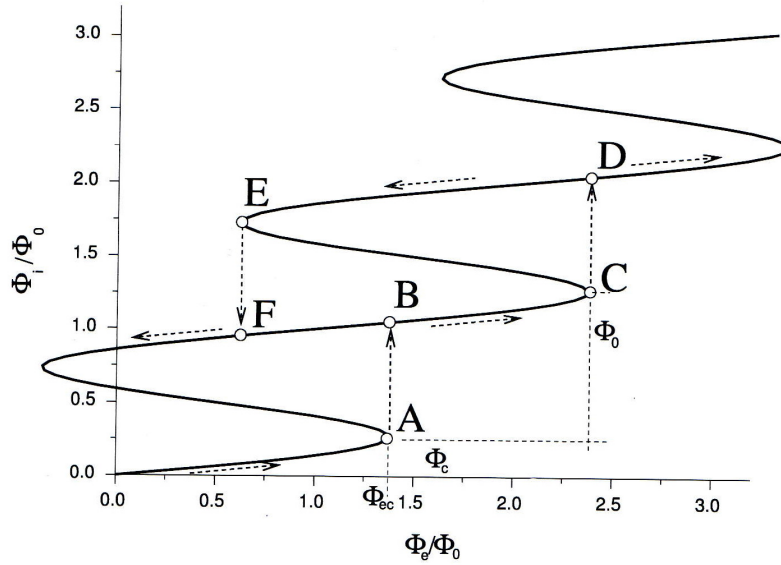


Abbildung 2.1: Abhängigkeit des Flusses im Inneren und Äußeren des SQUIDs [12].

der innere Fluss Φ_i in Richtung Punkt A. Die maximale Suprastromdichte im *weak link* erreicht bei A ihr Maximum und die Cooperpaardichte n_s wird null. Der gesamte Strom wird kurzzeitig durch die normalleitenden Ladungsträger übernommen.

Durch Verschwinden der Cooperpaare wird nach Gl. 2.3 die Geschwindigkeit $\vec{v}$ unbestimmt und damit auch die Phasendifferenz. Es kommt zu einer Phasensprung um 2π bei der Energie in der Größenordnung $\Phi_0^2/(2L)$ dissipiert wird. Ab Punkt B fließt wieder ein Suprastrom und die Dichte der Cooperpaare steigt bis zum Erreichen von C.

Beim RF-SQUID wird ein getriebener Schwingkreis, welcher mit dem supraleitenden Ring induktiv gekoppelt ist, zur Messsignalaufnahme verwendet. In Abb. 2.2 ist die Strom-Spannungskennlinie des Treiberschwingkreises zu sehen. Erhöhen des Treiberstroms I_{HF} induziert über eine Gegeninduktivität einen äußeren Fluss Φ_e an die supraleitende Anordnung. Der kritische Strom I_1 des Supraleiters wird beim Fluss Φ_{ec} erreicht und es kommt zu einem Phasensprung im supraleitenden Ring. Während dieser Zeit wird dem Schwingkreis dabei die benötigte Dissipationsenergie von $\Phi_0^2/(2L)$ entzogen und es kommt zu keinem weiteren Ansteigen der Treiberspannung.

Die Verlustrate des Schwingkreises wird beim SQUID über Lock-in Technik gemessen. Damit kann auf das magnetische Moment der Probe geschlossen werden, wobei

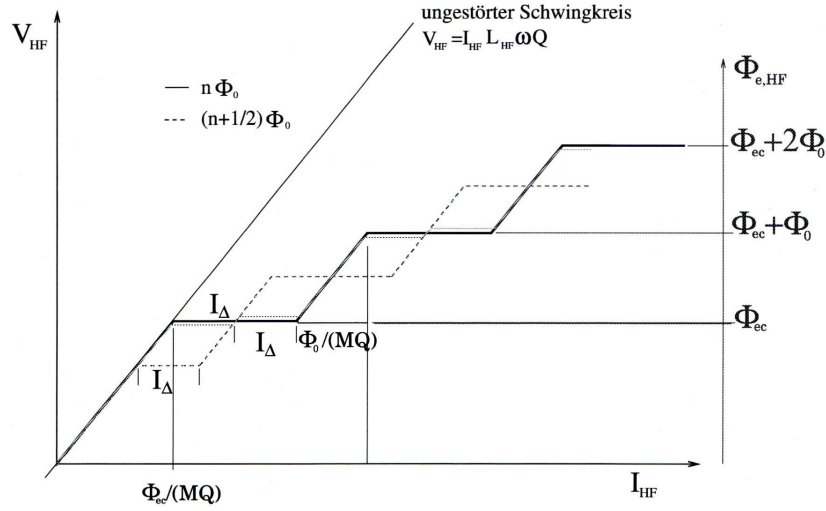


Abbildung 2.2: Strom-Spannungskennlinie des externen Treiberschwingkreises der an den supraleitenden Ring induktiv gekoppelt ist [12].

die theoretische Auflösung für niedrige Felder bei 10^{-11} Am^2 liegt. Die maximale äußere Feldstärke ist $\pm 7 \text{ T}$ mit einer realistischen Auflösung für das magnetische Moment von 10^{-8} - 10^{-9} Am^2 .

2.2 Vibrationsmagnetometer

In Abb. 2.3 ist die Messgeometrie des *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) zu sehen. Das linke Bild zeigt wie sich die Probe in mechanischer Verbindung mit dem Vibrator zwischen den Magneten und dem fixen Spulensystem befindet. Durch periodisches Auf- und Abbewegen der Probe wird durch magnetische Induktion ein elektrisches Feld an den Pick-up Spulen induziert, gemäß der Maxwellgleichung $\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\partial_t \vec{B}$.

Das rechte Bild in Abb. 2.3 zeigt die Spulengeometrie detailliert abgebildet. Der Supraleiter wird während der Messung über eine Strecke von 1.5 mm und einer Frequenz von 55 Hz bewegt. Die maximale Feldstärke beträgt $\pm 5 \text{ T}$ mit einer maximalen Änderungsrate von 0.6 Tmin^{-1} . Die Messungen des magnetischen Moments erfolgen in Abhängigkeit der Feldstärke bei konstanter Temperatur $m(H)$ oder in Abhängigkeit der Temperatur

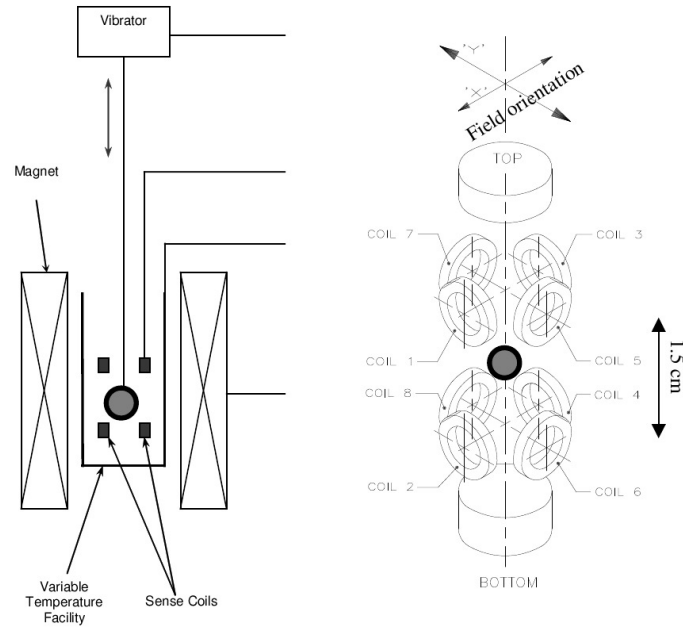


Abbildung 2.3: Schemazeichnung des VSM [13].

bei konstantem Feld $m(T)$. Zusätzlich ist es möglich, die Probe im Laufe der Messung in kleinen Schritten um bis zu 360° zu rotieren. Die maximal erreichbare Auflösung liegt bei ca. $5 \times 10^{-9} \text{ Am}^2$ und ist somit zwei Größenordnungen schlechter als beim SQUID.

2.3 Probenstab und Messvorbereitung

Für die Messungen im SQUID als auch im VSM wurden jeweils eigene Probenstäbe verwendet. Für das SQUID besteht ein Probenstab aus Aluminium auf dem die supraleitende Probe mit Vakuumfett befestigt wird. Aluminium weist ein geringes magnetisches Moment auf, dieses kann für Temperaturen größer als die Sprungtemperatur getrennt bestimmt werden und wird später dem Messsignal als Hintergrundsignal abgezogen. Eine solche Hintergrundmessung für den SQUID-Probenstab ist in Abb. 2.4 zu sehen. Die markanten Sprünge im Bereich von 0 T sind vermutlich auf interne Fit-Fehler des SQUIDs bei der Berechnung des Messsignals zurückzuführen.

Vakuumfett als Befestigungsmaterial hat sich gut bewährt und der Beitrag zum ma-

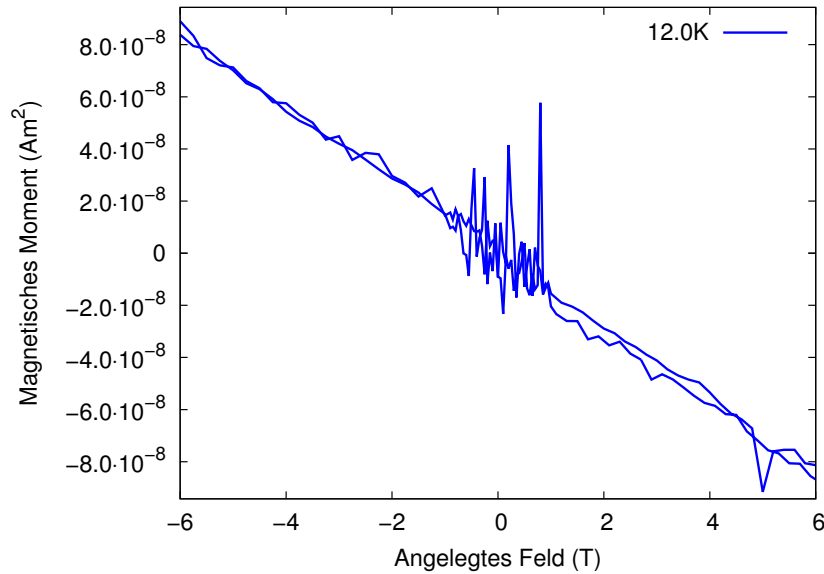


Abbildung 2.4: Messung zur Bestimmung des Hintergrundsignals durch den Probenhalter bei 12 K im SQUID.

netischen Moment kann vernachlässigt werden beziehungsweise ist bei der 12 K-Messung ohnedies berücksichtigt. Mit Hilfe des Vakuumfetts kann die Probe äußerst elegant am Probenstab angebracht und ausgerichtet werden. Die Ausrichtung der Probe erfolgt im SQUID entweder parallel (c-) oder orthogonal (ab-Richtung) zum äußeren Feld, wobei mit Richtung die kristallographische c- bzw. ab-Achse bezeichnet wird.

Beim VSM wurde ein Probenstab aus Kunststoff verwendet. Dieser weist auch ein geringes magnetisches Moment auf, Abb. 2.5 zeigt eine Messung bei 12 K. Hier wurde die zu untersuchende Probe ebenfalls mit Vakuumfett an den Probenstab befestigt.

2.4 Messdurchführung und Auswertung

Der Supraleiter muss nach dem Einbau in das Messsystem zentriert werden. Die Zentrierung kann nur erfolgen, wenn sich die Probe im supraleitenden Zustand befindet, also die Temperatur unter die Sprungtemperatur abgesenkt wurde.

Nach erfolgreichem Einstellen kann mit den eigentlichen Messungen begonnen werden.

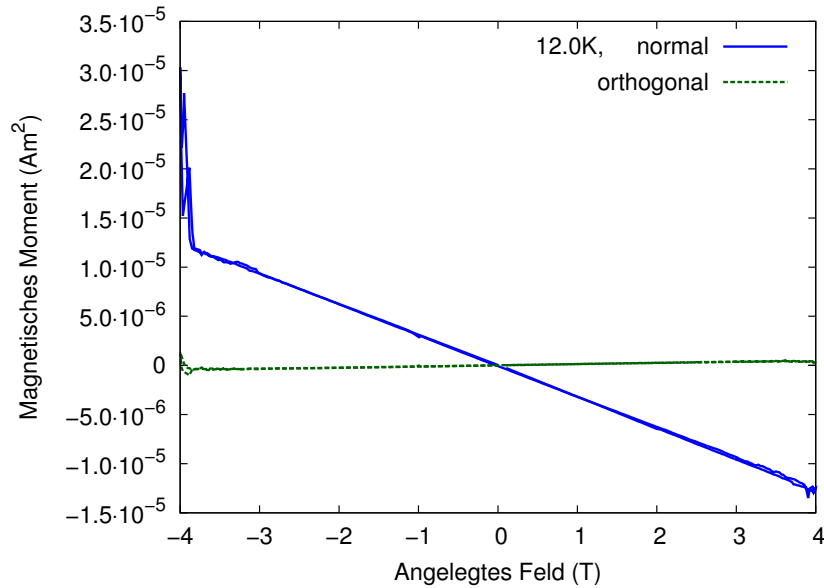


Abbildung 2.5: Messung zur Bestimmung des Hintergrundsignals durch den Probenhalter bei 12 K im VSM.

Das SQUID und auch das VSM ermöglichen die Erstellung von Messsequenzen für die verschiedensten Messaufgaben. Es können auch mehrere hintereinander ausgeführt werden.

In einem Kryostaten befindet sich flüssiges Helium, das einen Siedepunkt von ca. 4.2 K hat. Die Temperaturregelung für das SQUID erfolgt durch Umströmen des Heliums um die Probenkammer. Beim VSM hingegen strömt das Kühlmittel direkt in die Kammer. Der Fluss und die Temperatur werden durch ein Nadelventil und einem Heizwiderstand geregelt.

Der Heliumverbrauch während einer Messung liegt für das SQUID und für das VSM im Bereich von $\sim 10\text{-}15\%$. Ab Unterschreiten von 50% sinkt auch die maximal mögliche Feldstärke der Geräte, um sich bei Erreichen eines kritischen He-Standes automatisch abzuschalten.

3 Probenbeschreibung und Neutronenbestrahlung

3.1 NbSe₂

Wie in Abb. 3.1 erkennbar, besteht die Atomanordnung aus einem Niob-Layer der zwischen zwei Selen-Schichten eingebettet ist. Selen weist eine Ordnungszahl von 34 auf und zählt zu der Gruppe der Halbmetalle. Die geometrische Form des Supraleiters ist zwar unregelmäßig, wird aber trotzdem in erster Näherung, um die makroskopische Stromdichte berechnen zu können, quaderförmig betrachtet ($l=2.25$ mm, $b=2$ mm, $h=0.1$ mm). Die Höhe h wurde aus der ac-Messung in Kap. 4.2.1 bestimmt. Der Supraleiter ist auf einem Trägermaterial aus Aluminium aufgebracht. Aluminium ist schwach paramagnetisch und kann für die weiteren Messungen vernachlässigt werden. Die Probe wurde bereits fünf mal bestrahlt, die einzelnen Bestrahlungsschritte sind Tabelle 3.1 zu entnehmen.

Die Neutronenfluenz F_n ergibt sich aus dem Fluss an Neutronen pro m^2 multipliziert mit der Bestrahlungszeit.¹ Die Angaben zur Fluenz beziehen sich dabei immer auf den Fluss schneller Neutronen ($E_{\text{neutron}} > 0,1$ MeV), siehe Kap. 3.3.

3.2 Niob

Nach den Messungen an NbSe₂ wurde eine gestreckte, quaderförmige ($l=4.178$ mm, $h=0.384$ mm, $b=0.420$ mm) Niob-Probe (Nb), die einem Neutronenfluss von $5 \cdot 10^{21} m^{-2}$ ausgesetzt war, untersucht. Eine Übersicht der Neutronenfluenzen ist in Tabelle 3.2 gegeben.

¹1h $\iff 2.73 \cdot 10^{20} m^{-2}$

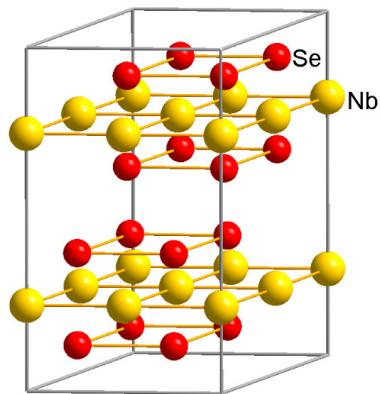


Abbildung 3.1: Atomanordnung von NbSe₂ [14].

Nr.	Fluenz (m ⁻²)
i1	1 · 10 ²⁰
i2	5 · 10 ²⁰
i3	1 · 10 ²¹
i4	2 · 10 ²¹
i5	3 · 10 ²¹

Tabelle 3.1: Bestrahlungsschritte mit der jeweiligen Fluenz an Neutronen.

Nr.	Fluenz (m ⁻²)
i1	1 · 10 ²⁰
i2	5 · 10 ²¹

Tabelle 3.2: Bestrahlungsschritte mit der jeweiligen Flussdichte an Neutronen für Niob.

Niob [15] hat die Ordnungszahl 41, zählt zu den Übergangsmetallen und hat somit eine unaufgefüllte d-Schale. Unter atmosphärischen Bedingungen befindet es sich in fester Phase und weist eine kubisch raumzentrierte Kristallstruktur auf.

3.3 Induzierte Defekte durch Neutronenbestrahlung

Durch das Einbringen künstlicher Defekte in den Kristall kommt es zu einem zweiten Anstieg in der Hysterese, dem sogenannten Fishtail. Solche Fishtails sind z. B. in Abb. 4.18 deutlich zu sehen, ein möglicher Erklärungsansatz wird in Kapitel (1.5) gegeben. Die Defekte im Einkristall werden durch die Bestrahlung von Neutronen im Wiener Forschungsreaktor¹ induziert. Dazu wird die Probe luftdicht in einem Quarzrohr eingeschweißt und anschließend in einer Aluminiumkapsel in das zentrale Bestrahlungsrohr (ZBR) im Reaktorkern eingebracht. Die Neutronenfluenz F_n , wie in Kap. 3.1 erwähnt, ergibt sich aus dem Fluss an schnellen Neutronen ($E > 0.1$ MeV) pro m^2 multipliziert mit der Bestrahlungszeit und wurde für diesen Reaktor in [16] detailliert untersucht.

Die durch Neutronen induzierten Defekte entstehen auf zwei verschiedene Arten:

Lokale Zerstörung des Gitters: Zur lokalen Zerstörung des Kristallgitters kommt es wenn schnelle Neutronen die Atombindung aufbrechen und so Beschädigungen entstehen. Dabei kommt es zu Punktdefekten sowie zu Defektkaskaden. Mit Fortdauer der Bestrahlung wächst die Defektdichte linear an, die Defektgröße kann über lange Dauer als konstant angenommen werden.

Neutronenaktivierung des Probenmaterials: Atome können durch thermische² Neutronen aktiviert werden. Mittels Neutroneneinfang durch den Atomkern werden die Elemente instabil und es kommt zum Atomzerfall.

Für die beiden Proben $NbSe_2$ und Nb kann davon ausgegangen werden, dass es vorwiegend zur lokalen Zerstörung des Kristallgitters infolge der schnellen Neutronen kommt. Diese Annahme scheint im Vergleich mit MgB_2 gerechtfertigt, siehe [17]. Diese Untersuchungen haben gezeigt, dass die induzierte Defektgröße im Bereich der Kohärenzlänge

¹TRIGA Mark-II am Atominstitut

² $E_{\text{neutron}} \sim 25$ meV

des Supraleiters liegt, das heißt, dass die induzierten Defekte gute Verankerungszentren für die Flusslinien darstellen. Im Allgemeinen lässt sich beobachten, dass mit steigender Defektdichte das obere kritische Feld B_{c2} steigt und die Sprungtemperatur T_c sinkt.

3.4 Abschätzung der zu erwartenden Aktivität nach einer Neutronenbestrahlung

Durch die Bestrahlung mit Neutronen im Kern eines Reaktors werden neben Defekten im Gitter des Einkristalls auch die vorhandenen Elemente aktiviert. Die Abschätzung der zu erwartenden Gesamtaktivität A für Nb-110¹ folgt nach den Tabellen in [18] durch Addition der einzelnen Aktivitäten A_i mit:

$$A_i = 37000 \cdot 0.6 \cdot m \cdot A_s \cdot \left(1 - e^{-\ln 2 \cdot \frac{\text{Bestrahlungszeit}}{\text{Halbwertszeit}}}\right) \cdot e^{-\ln 2 \cdot \frac{\text{Abklingzeit}}{\text{Halbwertszeit}}}. \quad (3.1)$$

Der zweite Term ist ein experimentell bestimmter Wert für die Neutronenflussanpassung und m ist die Masse in Gramm. A_s ist die Sättigungsaktivität die mit der Halbwertszeit und der Abklingzeit für die Elemente gegeben ist.

Wichtig für die Handhabung der aktivierten Probe ist die Äquivalentdosisleistung D , welche nach einem Zeitraum noch vorhanden bzw. zu erwarten ist:

$$D = A \cdot \Gamma \frac{1}{r^2}. \quad (3.2)$$

Γ ist die Äquivalentdosisleistungskonstante in $\text{mSv}\cdot\text{m}^2/\text{hGBq}$ und r der Abstand. Für die geplante Bestrahlungszeit von 73 h ist eine Äquivalentdosisleistung von $\sim 70 \mu\text{Sv/h}$ nach zehn Tagen für einen Abstand von 10 cm zu erwarten. In Abb. 3.2 ist die geschätzte Äquivalentdosisleistung über die Zeit zu sehen.

¹Hier handelt es sich um eine zweite Niob-Probe die im weiteren mit Nb-110 abgekürzt wird. 110 bezeichnet dabei die kristallographische Schnittebene, vgl. Kap. 4.6.

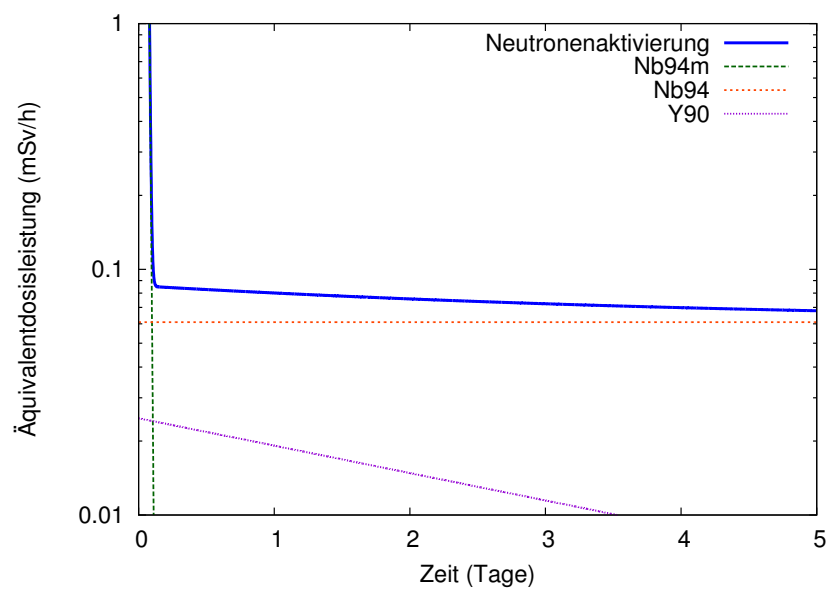


Abbildung 3.2: Die nach einem Zeitraum zu erwartende Äquivalentdosisleistung in einem Abstand von 10 cm zur Probe. Die gesamte Dosisleistung setzt sich aus Summe der einzelnen Elemente, die aktiviert werden, zusammen.

4 Messungen

Die im Folgenden durchgeführten Messungen wurden an einem NbSe₂ Einkristall gemacht der einer Neutronenfluenz von $3 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ ausgesetzt war. Die Probeneigenschaften sind in Kap. 3.1 beschrieben.

4.1 Sprungtemperatur

Bei der Sprungtemperatur T_c findet ein Phasenübergang eines supraleitenden Materials zwischen supraleitender und normaler Phase statt. Im supraleitenden Zustand ($T < T_c$) stellt der Supraleiter einen idealen Diamagneten ($\chi = -1$) dar. Das bedeutet, dass das äußere Feld vollständig verdrängt wird und das Innere feldfrei ist.

Nach Anlegen eines periodisch oszillierenden Feldes von 33 Hz mit einer Amplitude von 10^{-4} T wird die Probe bis über T_c erwärmt um anschließend wieder abgekühlt zu werden. Im supraleitenden Zustand stellt sich ein konstantes magnetisches Moment ein, um nach dem Phasenübergang null zu werden. Dieser Übergang passiert in einem endlichen Temperaturbereich, hier mit einem ΔT_c von 0.13 K. Abb. 4.1 zeigt den gemessenen Verlauf des magnetischen Moments zwischen supraleitender und normalleitender Phase. Der Übergangsbereich wird mit Erreichen von 10 % bzw. 90 % der Sättigung definiert, welche in Abb. 4.2 zu sehen ist. Dieser Bereich wird durch Anlegen einer möglichst steilen Geraden bestimmt. $T_c^{\text{tangential}}$ bezeichnet den Schnittpunkt der Fitgeraden mit dem magnetischen Moment im normalleitenden Zustand des Supraleiters und beträgt 7.16 K. Die bestimmten Größen sind in Tabelle 4.1 eingetragen.

Als „in-phase“-Signal bezeichnet man den Realteil welcher in Phase mit dem außen angelegten Feld ist und aus dem das eigentliche Messsignal bestimmt wird. Das „out-of-phase“-Signal m'' ist um 90° phasenverschoben zum äußeren Feld und legt die Änderung der elektromagnetischen Energiestromdichte fest. m'' in Abb. 4.1 ändert sich nur beim

Messung	Temperatur (K)
$T_c^{tangential}$	7.16
T_c^{unten}	7.03
T_c^{oben}	7.16
ΔT_c	0.13

Tabelle 4.1: Gemessene Übergangstemperaturen und die Breite des Phasenübergangs von NbSe₂ i5.

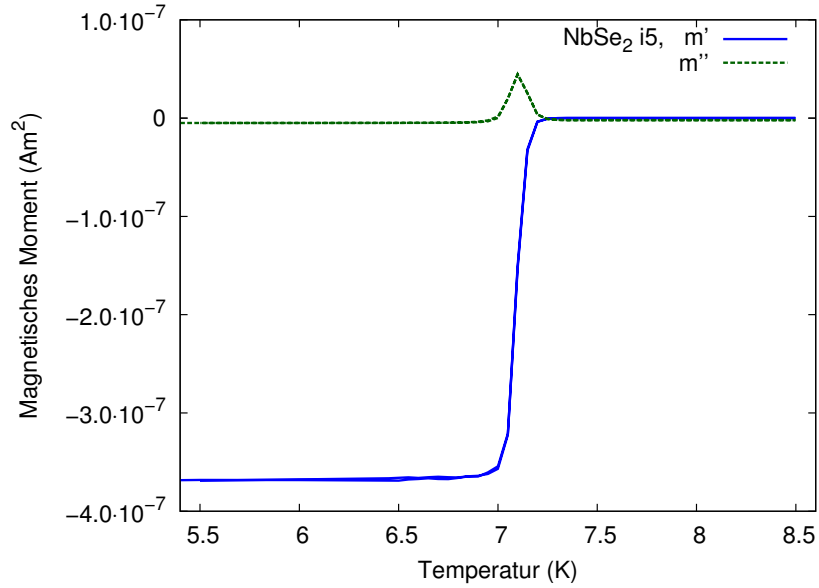


Abbildung 4.1: Messung der Sprungtemperatur von NbSe₂ nach der fünften Bestrahlung.

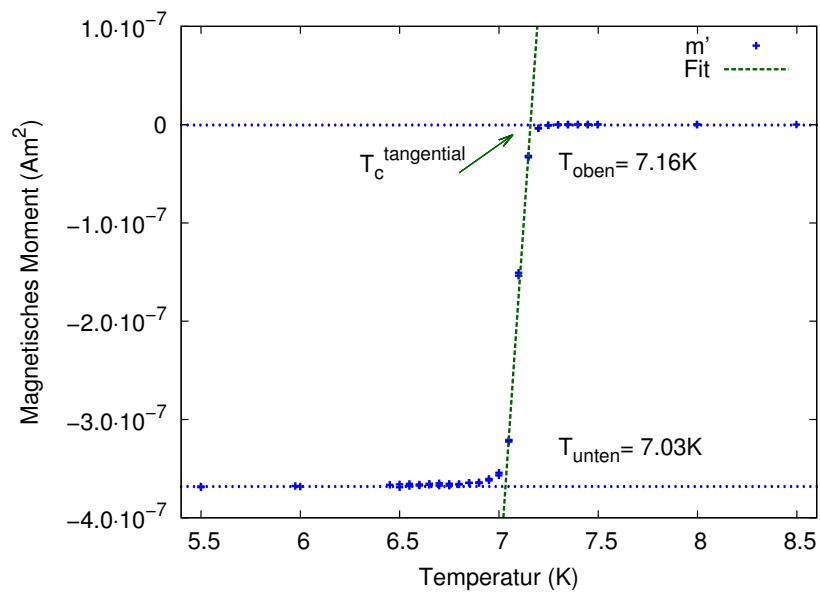


Abbildung 4.2: Fit einer Geraden an die Sprungtemperatur bei 10 % bzw. 90 % des Endwertes ($T_c^{\text{unten}} = 7.03\text{ K}$, $T_c^{\text{oben}} = 7.16\text{ K}$). Der Pfeil markiert den Schnittpunkt der Fitgeraden mit der waagrechten Verlängerung des gemessenen magnetischen Moments im nichtsupraleitenden Bereich.

Phasenübergang und zeigt die auftretende Energiedissipation.

4.1.1 Änderung der Sprungtemperatur durch Neutronenbestrahlung

Durch Neutronenbestrahlung eines anisotropen Supraleiters, wie NbSe₂ einen darstellt, ist im Allgemeinen ein Erniedrigen der Sprungtemperatur zu erwarten. Wie in Abb. 4.3 dargestellt, war ein solches Verhalten in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdauer nicht zu beobachten. Auch die erwartete Breitenzunahme des Phasenübergangs, die erfahrungsgemäß durch Zunahme der Inhomogenitäten größer werden müsste, konnte nicht beobachtet werden. Daraus ist zu schließen, dass wenig neue Punktdefekte durch die Bestrahlung entstanden sind.

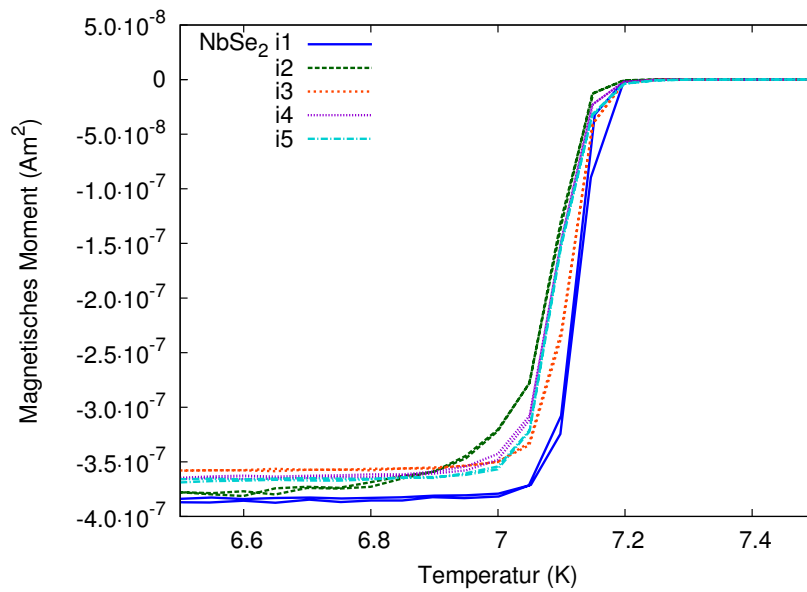


Abbildung 4.3: Sprungtemperatur für die einzelnen Bestrahlungsschritte, i1-i5.

Die steile Fitgerade, die den schmalen Übergangsbereich deutlich macht und die Tatsache, dass keine wesentliche Änderung der Sprungtemperatur $T_c^{\text{tangential}}$ zu beobachten war, deutet darauf hin, dass die Probe trotz mehrmaliger Neutronenbestrahlung homogen geblieben ist.

4.2 Oberes kritisches Feld B_{c2}

Wie in Kap. 1.3 beschrieben, ist das obere kritische Feld B_{c2} die Grenze zwischen der Misch- und normalleitenden Phase eines Typ-II Supraleiters. B_{c2} ist eine Funktion der Temperatur und nimmt mit steigender Dichte der Defekte durch Sinken der mittleren freien Weglänge der Elektronen im Allgemeinen zu. Das kritische Feld wird durch mehrere Messungen bei verschiedenen Temperaturen bestimmt. Eine solche Messung ist in Abb. 4.4 zu sehen.

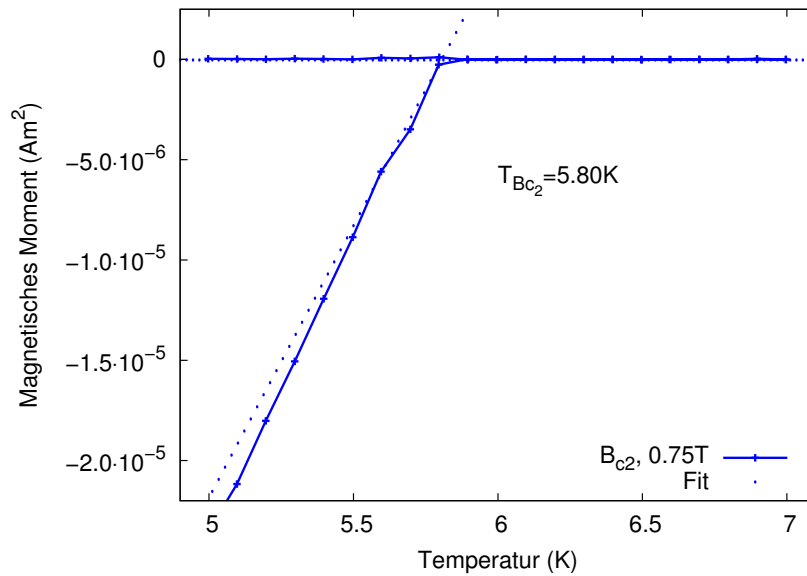


Abbildung 4.4: Messung zum Bestimmen des oberen kritischen Feldes B_{c2} mit Fit zweier Geraden.

Zuerst wird die Probe feldfrei unter die Sprungtemperatur abgekühlt was als zero field cooling (zfc) bezeichnet wird. Anschließend wird ein konstantes magnetisches Feld angelegt und die Temperatur wird kontinuierlich über T_c gesteigert. Die Kohärenzlänge ξ_{GL} wird mit steigender Temperatur immer größer und divergiert bei Erreichen der Sprungtemperatur, die Supraleitung bricht zusammen und es findet ein Phasenübergang statt.

Durch anschließendes Absenken der Proben temperatur unter T_c sind die Flusslinien „sofort“ vorhanden und ausgerichtet. Dies lässt sich wieder anhand der Kohärenzlänge, die immer kleiner wird, verstehen. Bei der Sprungtemperatur geht der Supraleiter wieder

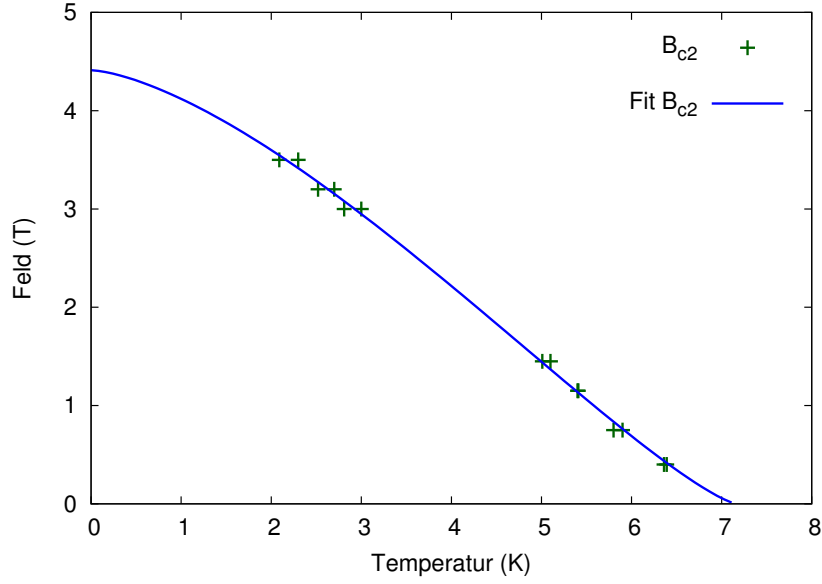


Abbildung 4.5: Oberes kritisches Feld B_{c2} in c-Richtung.

in die supraleitende Phase über. Das Abkühlen in einem konstanten äußeren Feld heißt constant field cooling (cfc).

Der Phasenübergang für eine bestimmte Feldstärke, hier 0.75 T wird durch Fitten zweier Geraden an die Magnetisierungskurven bestimmt. Die weiteren Messpunkte sind in Abb. 4.5 zu sehen. Die gezeichnete Funktion ist der Fit an die Messwerte. Die Funktion ist nach [8] gegeben durch

$$B_{c2}(T) = B_{c2}(T = 0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^{1.5} \right]^b. \quad (4.1)$$

Zum Anpassen des Fits aus Gl. 4.1 wurde jeweils als Parameter b und das obere kritische Feld bei $T=0$ K variiert. Der Fit für das obere kritische Feld in ab-Richtung ist in Abb. 4.6 zu sehen. In Tabelle 4.2 sind die Daten eingetragen und zeigen für $B_{c2}^c = 4.41$ T, für $B_{c2}^{ab} = 11.04$ T mit einem jeweiligen $b = 1.27$ bzw. $b = 1.17$.

Das Verhältnis der beiden kritischen Felder in c- und ab-Richtung ist

$$\frac{B_{c2}^{ab}}{B_{c2}^c} = 2.5, \quad (4.2)$$

wobei zu beachten ist, dass für B_{c2}^{ab} der Fit weit extrapoliert wurde. Diese Anisotropie

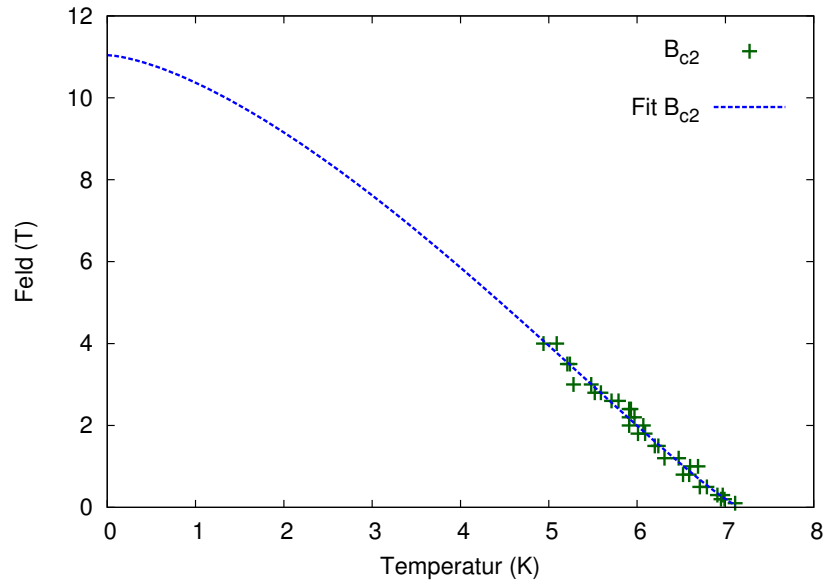


Abbildung 4.6: Oberes kritisches Feld B_{c2}^{ab} in ab-Richtung.

Parameter	Wert (T)	b
B_{c2}^{c}	4.41	1.27
B_{c2}^{ab}	11.04	1.17

Tabelle 4.2: Näherungswerte für das jeweilige obere kritische Feld in c- bzw. ab-Richtung und der zusätzliche Fitparameter b aus Gl. 4.1.

wird durch die unterschiedlichen Fermigeschwindigkeiten der Elektronen in c- bzw. ab-Richtung verursacht.

4.2.1 Probenvolumen

Das Bestimmen des Probenvolumens ist prinzipiell auf zwei verschiedene Arten möglich. Eine Möglichkeit stellt das Abmessen unter dem Lichtmikroskop dar, was bei einer geometrisch einfachen Form eine gute Genauigkeit erzielt. Bei der vorliegenden Probe ist das Probenvolumen aus einer Kombination zwischen ac-Messung und Lichtmikroskop bestimmt worden. Zuerst wurde die Probenabmessungen in x- und y-Richtung optisch ermittelt. Die z-Richtung wurde nachher durch eine ac-Messung eruiert und ist im Folgenden beschrieben. Für die geometrischen Richtungen vgl. Abb. 4.9.

Wie eingangs in Kap. 1.3 erwähnt, verhält sich ein Supraleiter in der Meißnerphase wie ein idealer Diamagnet und ist im Inneren feldfrei. Die magnetische Induktion B lässt sich anschreiben mit

$$B = \mu_0(H_a + H_s + M) = 0. \quad (4.3)$$

Die an die Probe angelegte äußere Feldstärke ist H_a , H_s ist das Streufeld für das gilt:

$$H_s = -DM \cong 0, \quad (4.4)$$

mit D als den Entmagnetisierungsfaktor der in erster Näherung hier null gesetzt wird und erst in weiterer Folge berücksichtigt wird.¹ Für einen langen, dünnen Zylinder wird der Entmagnetisierungsfaktor 0, für eine Kugel $\frac{1}{3}$. Es ist zu erkennen, dass D von der Geometrie abhängig ist und es aus diesem Grund nicht trivial ist, diesen Faktor analytisch zu berücksichtigen. Deshalb ist die getroffene Näherung nur zulässig, wenn die Richtung des angelegten Feldes parallel zur ab-Richtung des Kristalls ist, weil für die schmale Probe dann der Entmagnetisierungsfaktor minimal wird. In c-Richtung würden die Streufelder viel stärkeren Einfluss auf die Messung haben, weil $c \ll a, b$ ist und dadurch der Entmagnetisierungsfaktor nicht mehr vernachlässigbar wäre.

Aus Gl. 4.3 folgt für $H_a = -M = -\frac{m}{V}$ mit m für das gemessene magnetische Moment und V als das Probenvolumen. Umformen auf V und Erweitern mit μ_0 , so ergibt sich

¹Das Streufeld verstärkt das äußere Magnetfeld und erzeugt eine zusätzliche Magnetisierung im Inneren der Probe.

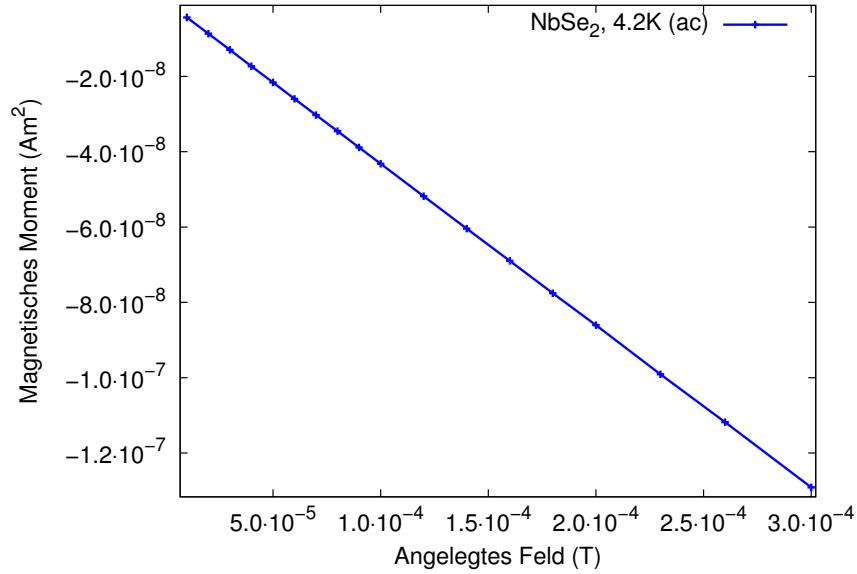


Abbildung 4.7: ac-Messung von NbSe₂ bei 4.2 K zur Bestimmung des Probenvolumens.

unmittelbar für das Volumen

$$V = -\frac{m}{H_a} \cdot \frac{\mu_0}{\mu_0} = -\mu_0 \frac{m}{B_a}. \quad (4.5)$$

Der Quotient aus m/B_a ist die Steigung in Abb. 4.7 und erlaubt sofort die Berechnung des Probenvolumens. Mit $m/B_a = -4.30 \cdot 10^{-8} \text{ Am}^2/\text{T}$ mit einem relativen Fehler von 4.3 % und $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Vs/Am}$ ist das Volumen $V = 0.54 \text{ mm}^2$. Aus numerischen Kalkulationen für solche Probengeometrien wird für den Entmagnetisierungsfaktor $\sim 15\%$ angenommen. Damit ergibt sich für die NbSe₂-Probe ein Volumen von 0.46 mm^3 . Zurückrechnen über die gemessenen Seitenlängen ergibt eine Probenhöhe von 0.1 mm. Das Volumen bzw. die Abmessungen werden im Folgenden für die Berechnung der makroskopischen Stromdichte benötigt, siehe Kap. 4.3.1.

Diese Messung erfolgte, im Gegensatz zu den anderen Messungen, im ac-mode des SQUIDs. Das bedeutet, dass dem konstanten äußeren Feld ein kleines, im Bereich von $\sim 0.1 \text{ mT}$, starkes Wechselfeld überlagert wird, um so die Magnetisierung der Probe zu bestimmen.

4.3 Hysterese

Die Hysterese eines Supraleiters gibt Aufschluss über reversible und irreversible magnetische Eigenschaften sowie die Größe des makroskopisch fließenden Stromdichte J_c .

In Abb. 4.8 ist eine Hystereseemessung von NbSe₂ bei 4.2 K abgebildet. Ein kleiner Fishtail bei 1.2 T ist bereits zu erkennen, da es sich um eine zweifach bestrahlte Probe mit einer Fluenz von $5 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2}$ handelt.

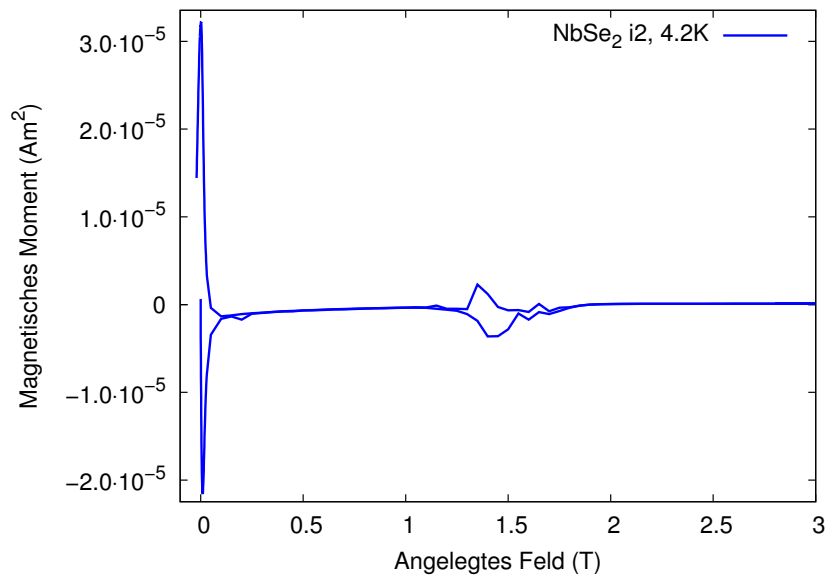


Abbildung 4.8: Hystereseemessung von NbSe₂ i2 bei 4.2 K. Ab ~ 1.4 T ist ein zweiter Anstieg (Fishtail) eindeutig zu sehen.

4.3.1 Makroskopische Stromdichte J_c

In einem Typ-II Supraleiter wie NbSe₂, bildet sich durch die Abschirmströme der Flussschläuche eine resultierende makroskopische Stromdichte J_c , siehe Abb. 4.9. Die Bildung setzt voraus, dass sich in der Kristallstruktur des Supraleiters Defekte befinden. Wie im Beanmodell (Kap. 1.4) besprochen, stellen Defekte Verankerungszentren für die Flusslinien dar. Kommt es zur Verankerung von Flussschläuchen, so bildet sich nach dem Modell ein Dichtegradient der Flusslinien aus und es kommt zum makroskopischen Stromfluss.

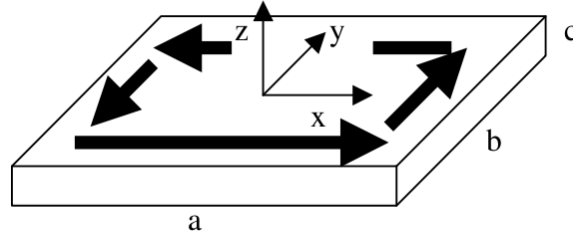


Abbildung 4.9: Resultierende makroskopische Stromdichte J_c in einem Typ-II Supraleiter bei einem äußeren Feld in z-Richtung [7].

Die Kalkulation der makroskopischen Stromdichte J_c wurde aus dem irreversiblen Teil der Magnetisierungskurve unter Zuhilfenahme des Berechnungsprogramms [19] durchgeführt.

Die Berechnung beruht im Wesentlichen auf der Lösung der magnetisch relevanten Maxwellgleichungen (ohne Verschiebestrom) in Supraleitern ($\vec{E} = \vec{E}(\vec{r}, t)$, $\vec{B} = \vec{B}(\vec{r}, t)$ und $\vec{J} = \vec{J}(\vec{r}, t)$),

$$\begin{aligned}\vec{\nabla} \cdot \vec{B} &= 0 \\ \vec{\nabla} \times \vec{B} &= \mu_0 \vec{J} \\ \partial_t \vec{B} &= -\vec{\nabla} \times \vec{E}.\end{aligned}\tag{4.6}$$

Der Zusammenhang zwischen dem gemessenen magnetischen Moment $\vec{m}$ und J_c ist durch

$$\vec{m} = \frac{1}{2} \int d^3r \vec{r} \times \vec{J}\tag{4.7}$$

gegeben. Die folgende Ableitung gilt unter der Voraussetzung, dass J über den gesamten, rechteckig angenommen Supraleiter in x- und y-Richtung konstant fließt, vgl. Bean-Modell in Kap. 1.4. Diese Relation gilt nur für den irreversiblen Bereich der Magnetisierungskurve, $m = \frac{m(+)-m(-)}{2}$. m ist die halbe Hysterese der beiden Magnetisierungsäste $m(\pm)$. $\vec{J}$ in Gl. 4.7, das nur für den irreversiblen Teil der Magnetisierung gilt, kann aus dem Integral gelöst und explizit geschrieben werden:

$$J_c = \frac{|m_i|}{abc} \frac{4}{b(1 - \frac{b}{3a})},\tag{4.8}$$

mit $J_c(H_a)$ als der kritischen Stromdichte.

Die soeben gezeigte Ableitung gilt für $J_c(H_a)$. Zur Berechnung von $J_c(B)$ gilt der Zusammenhang:

$$B = \mu_0(H_a + H_J). \quad (4.9)$$

H_J ist das durch die Stromverteilung selbst erzeugte Feld, dass nur für kleine äußere Felder eine wesentliche Rolle spielt und mit Hilfe von [19] numerisch berechnet wird.

Makroskopische Stromdichte bei einem äußeren Feld parallel zur kristallographischen c-Richtung

Die kalkulierten J_c s sind in Abb. 4.10 für unterschiedliche Temperaturen zu sehen. Es

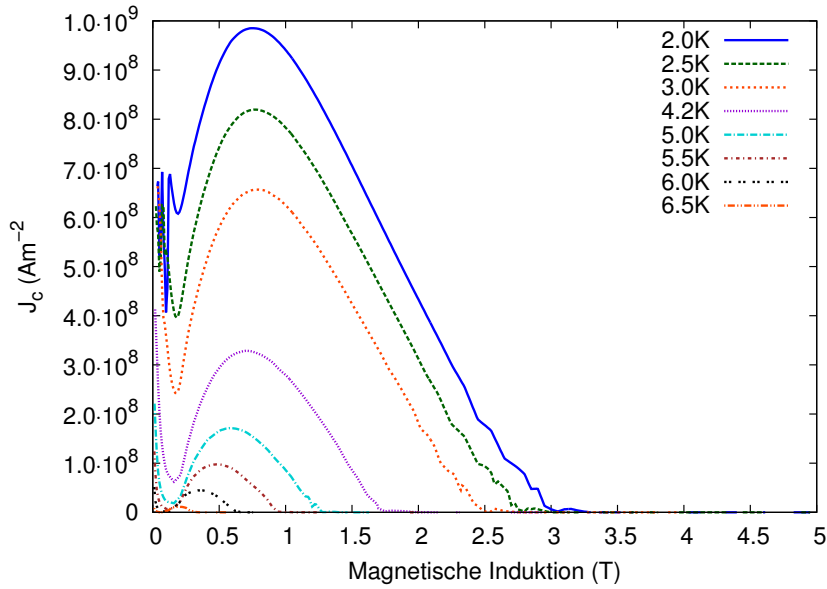


Abbildung 4.10: Berechnete makroskopische Stromdichten bei unterschiedlichen Probertemperaturen von NbSe₂ in c-Richtung für eine Fluenz von $3 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ (i5).

ist leicht zu erkennen, dass mit steigender Probertemperatur die makroskopische Stromdichte geringer wird. Dies ist auf die immer kleiner werdende Hysterese, dargestellt in Abb. 4.11 und das damit verbundene magnetische Moment $\vec{m}$ aus Gl. 4.7, zurückzuführen. Die maximale Stromdichte von $\sim 1 \cdot 10^9 \text{ A m}^{-2}$ fließt für 2.0 K bei einer Feldstärke von $\sim 1 \text{ T}$. Bei 6.5 K geht der Stromfluss um zwei Größenordnungen auf $\sim 10^7 \text{ A m}^{-2}$ zurück.

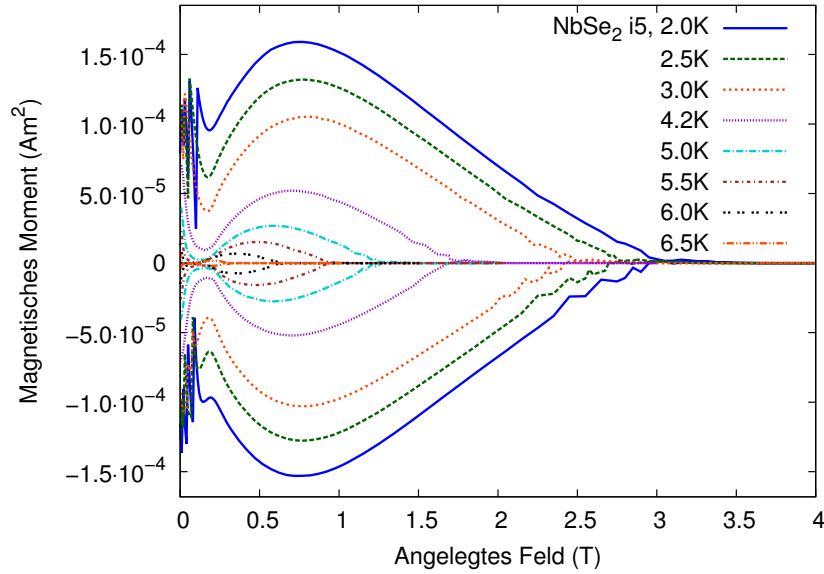


Abbildung 4.11: Magnetisierungskurven für 2.0-6.5 K von NbSe₂ i5 in c-Richtung.

Auffallend bei den beiden Abbildungen 4.10 und 4.11 ist, dass es bei der 2.0 K Messung in der Nähe von 0 T zu Sprüngen im magnetischen Moment kommt. Dies wurde vermutlich durch sogenannte „flux-avalanches“ verursacht. Bei Felderniedrigung ist trotz einer geringen äußeren Feldstärke im Bereich von 0 T eine große makroskopische Stromdichte vorhanden. Nach dem Beanmodell bedeutet dies, dass ein großer Gradient im Supraleiter vorherrscht und es dadurch zum lawinenartigen Verschieben der Flusslinien kommen kann. Dies verursacht die Sprünge im magnetischen Moment.

Makroskopische Stromdichte bei einem äußeren Feld parallel zur kristallographischen ab-Richtung

In Abb. 4.12 sind die berechneten J_c s für unterschiedliche Temperaturen in ab-Richtung zu sehen. Bei der Berechnung wird angenommen, dass durch die flache supraleitende Probe die makroskopische Stromdichte nur in b-Richtung signifikant ist und für die c-Richtung vernachlässigt werden kann. Hier fließt die maximale Stromdichte von $1.8 \cdot 10^9 \text{ Am}^{-2}$ für 2.0 K bei einer Feldstärke von 1.8 T um für 6.5 K einen ähnlichen Wert wie in c-Richtung zu haben. Die markante Änderung von J_c bei ca. 2.2 T (2.0 K) ist auf einen einzelnen Messfehler zurückzuführen und in der zugehörigen Magnetisierungskurve

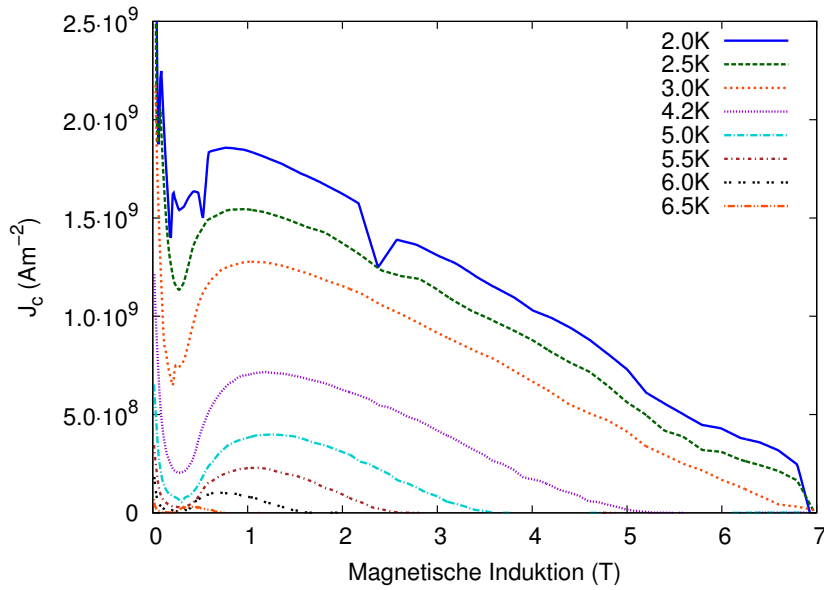


Abbildung 4.12: Berechnete makroskopische Stromdichten bei unterschiedlichen Probertemperaturen von NbSe₂ für $H_a \parallel ab$.

eindeutig identifizierbar. Die zugehörigen Magnetisierungskurven sind in Abb. 4.13 zu sehen. Der direkte Vergleich zeigt einen um $\sim 50\%$ größeren Stromfluss als für $H_a \parallel c$.

Änderung der makroskopischen Stromdichte nach Neutronenbestrahlung

Die Änderung der makroskopischen Stromdichte J_c durch die verschiedenen Bestrahlungszeiten ist in Abb. 4.14 für 4.2 K zu sehen. Es ist deutlich erkennbar, dass mit steigender Defektdichte die makroskopische Stromdichte um mehr als eine Größenordnung steigt. In Tabelle 4.3 sind die Ströme für zwei konstante Feldstärken in Abhängigkeit von der Defektdichte zu sehen. Abb. 4.15 zeigt diese Änderungen der Stromdichten grafisch. Ein ungefähr linearer Zusammenhang zwischen Defektdichte und J_c ist bis zu dieser Fluenz von $3 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ vorstellbar.

Die makroskopische Stromdichte für 2 K und 6 K in Abb. 4.16 bzw. in Abb. 4.17 zu sehen. Für 2.0 K in Abb. 4.16 ist zu erkennen, dass die makroskopische Stromdichte wie erwartet mit $\sim 1 \cdot 10^9 \text{ A m}^{-2}$ deutlich größer ist als bei 4.2 K mit $\sim 3.5 \cdot 10^8 \text{ A m}^{-2}$. Mit steigender Temperatur wird J_c immer kleiner, wie der Vergleich mit 4.2 K und 6.0 K zeigt. Für 6.0 K wird das Maximum, wie in Abb. 4.17 gezeigt, bereits bei $\sim 4.5 \cdot 10^7 \text{ A m}^{-2}$

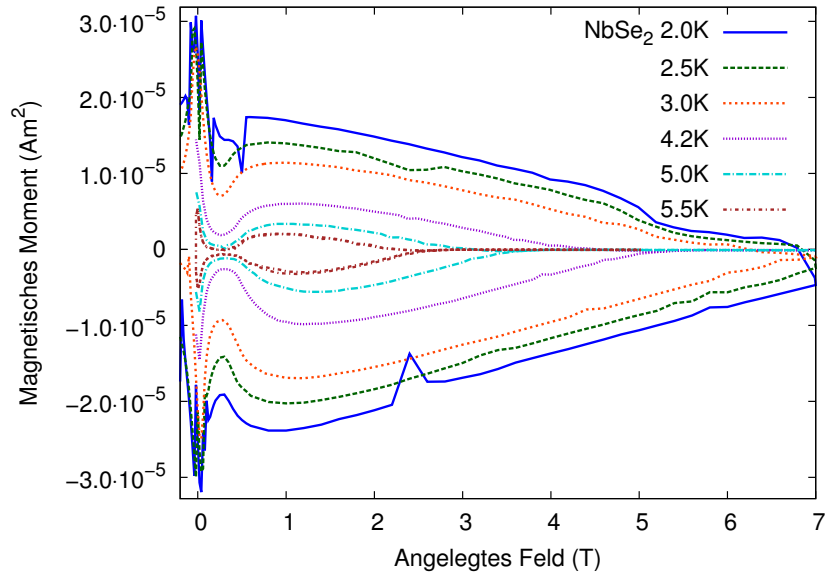


Abbildung 4.13: Magnetisierungskurven für 2.0-5.5 K von NbSe₂ i5 für $H_a \parallel ab$.

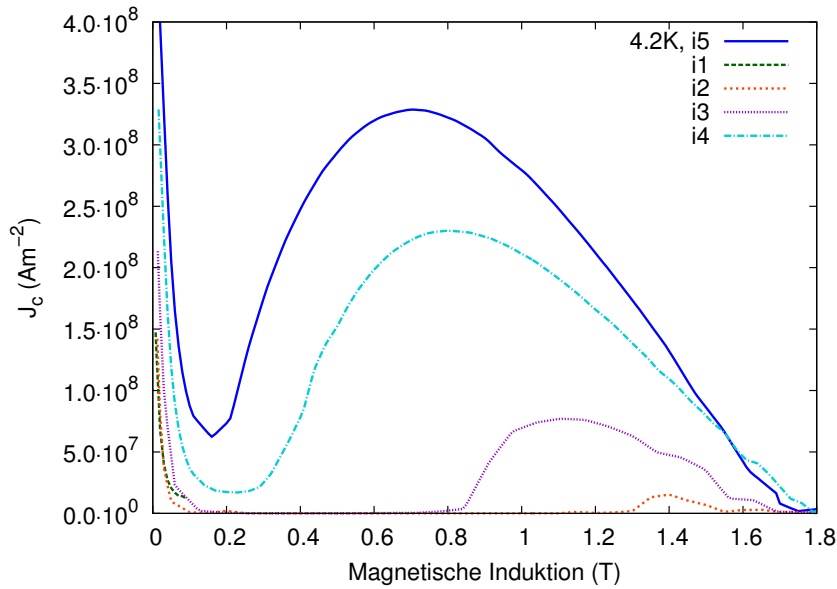


Abbildung 4.14: Änderung der makroskopischen Stromdichte J_c für $H_a \parallel c$ durch Neutronenbestrahlung bei 4.2 K, die Fluenzen sind Tabelle 4.3 zu entnehmen.

Nr.	Fluenz (m^{-2})	J_c (B=1.4 T) (Am^{-2})	J_c (B=0.7 T) (Am^{-2})
i1	$1 \cdot 10^{20}$	0	0
i2	$5 \cdot 10^{20}$	$1.5178 \cdot 10^7$	121808
i3	$1 \cdot 10^{21}$	$4.7673 \cdot 10^7$	375672
i4	$2 \cdot 10^{21}$	$1.0959 \cdot 10^8$	$2.22459 \cdot 10^8$
i5	$3 \cdot 10^{21}$	$1.3230 \cdot 10^8$	$3.28601 \cdot 10^8$

Tabelle 4.3: Bestrahlungsschritte mit der jeweiligen Flussdichte und der berechneten makroskopischen Stromdichte J_c für $H_a \parallel c$ bei 4.2 K.

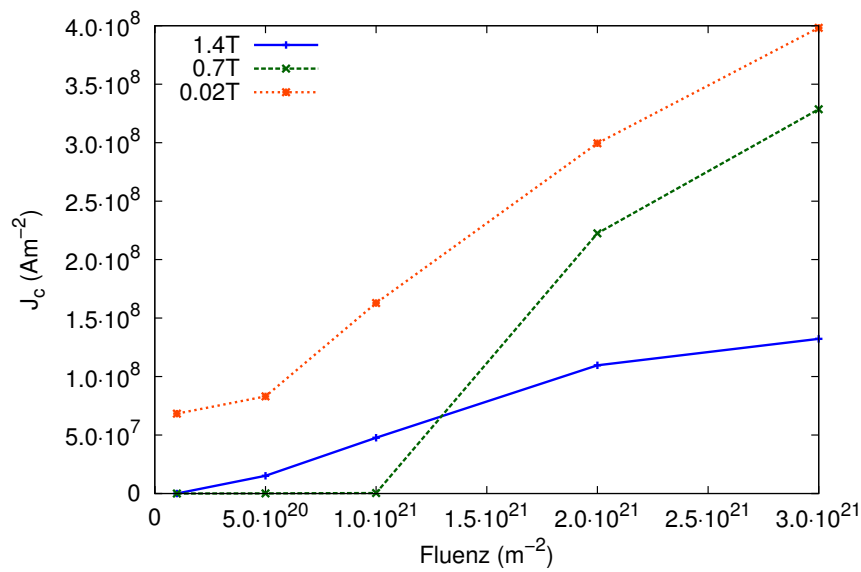


Abbildung 4.15: Abhängigkeit der makroskopischen Stromdichte bei 4.2 K von der Bestrahlungsdauer bei konstantem äußeren Feld, vgl. Tabelle 4.3.

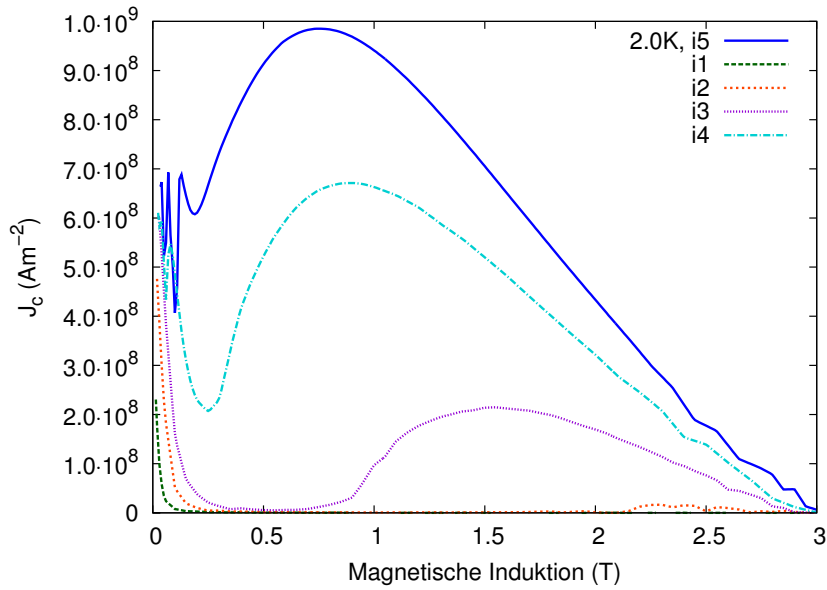


Abbildung 4.16: Änderung der makroskopischen Stromdichte J_c für $H_a \parallel c$ durch Neutronenbestrahlung bei 2.0 K .

erreicht.

4.3.2 Gemessene Fishtails

Bei H_{onset} , siehe Abb. 4.18, gehen die Flusslinien von einem elastisch geordneten Zustand (E_V) in einen an die Defekte gebundenen Zustand (E_P) über. Dies wird, wie bereits in Kap. 1.5 besprochen, als „order-disorder“-Übergang bezeichnet. Es ist zu sehen, dass dieser Übergang mit steigender Defektdichte früher passiert und H_{onset} zu niedrigeren Feldern verschoben wird.

Fishtails in Abhängigkeit der Fluenz

In Abb. 4.19 sind die gemessenen Übergänge und die gemachten Näherungen eingezeichnet. Die Fitfunktion ($\tilde{b}_{od}$) (vgl. Gl. 1.24 und Gl. 1.25) wurde jeweils nur an die ersten drei linken Messpunkte angepasst. Die genäherten Funktionen passen qualitativ gut mit den gefundenen Übergängen zusammen. Dabei ist zu beachten, dass die „gemessenen“ Werte H_{onset} bereits durch zweite Fitgeraden angenähert wurden, vgl. Abb. 4.18.

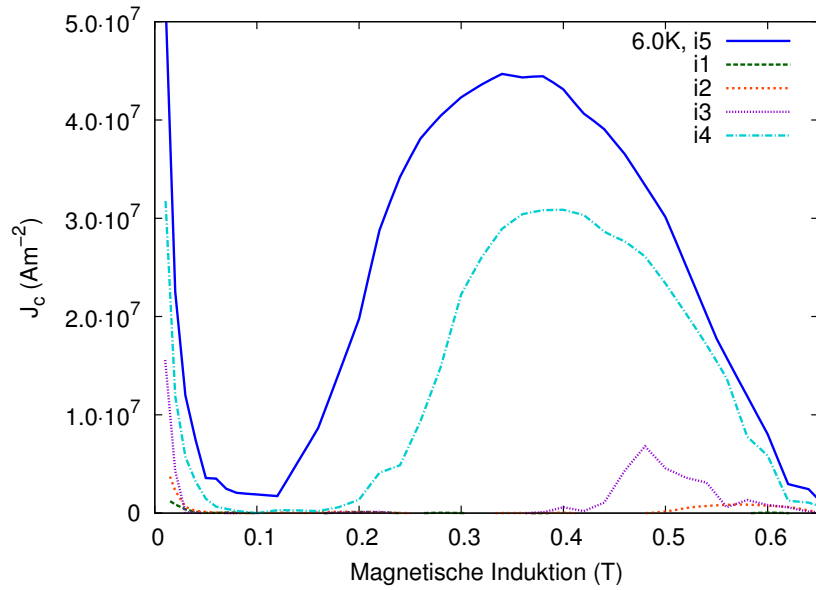


Abbildung 4.17: Änderung der makroskopischen Stromdichte J_c für $H_a \parallel c$ durch Neutronenbestrahlung bei 6.0 K.

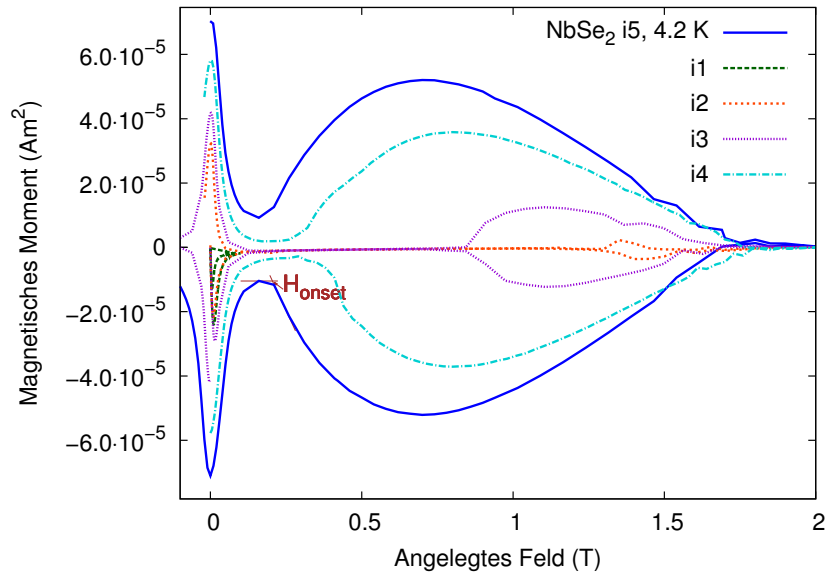


Abbildung 4.18: Magnetisierungskurven mit ausgeprägten Fishtails bei 4.2 K ($i1$ - $i5$). Der Punkt H_{onset} , bei dem der „order-disorder“-Übergang stattfindet, ist für $i5$ eingezeichnet.

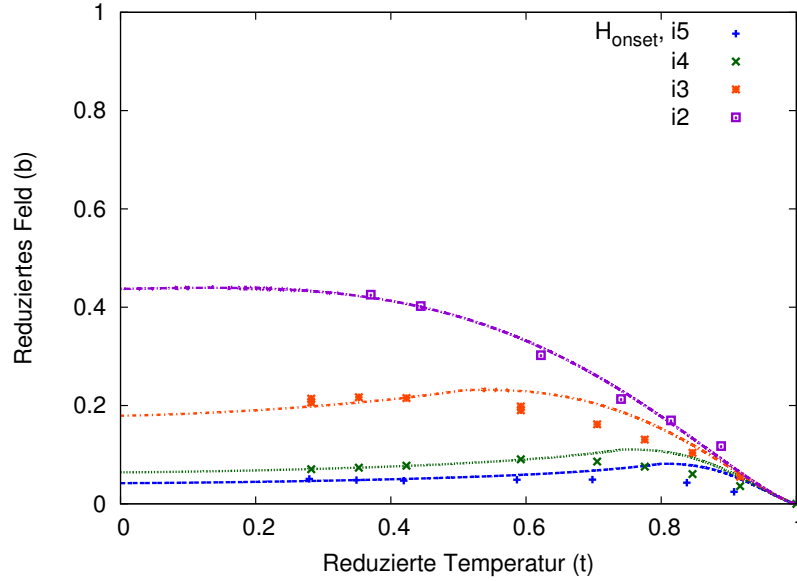


Abbildung 4.19: Gemessene H_{onset} für verschiedene Feldstärken und Funktionsfits für $\tilde{b}_{od}$.

Eine weitere Möglichkeit ist die, das Verhalten des Fishtails bei konstanter Temperatur zu betrachten. In Abb. 4.20 ist zu sehen wie sich H_{onset} mit der Bestrahlungsdauer für eine konstante Temperatur verhält. Die Darstellung entspricht einem „Schnitt“ in Abb. 4.19 bei konstanter (reduzierter) Temperatur. Es ist zu sehen, dass bei geringeren Temperaturen, wie z. B. bei $t=0.3$ (reduzierte Temperatur), der Übergang „order-disorder“ mit steigender Defektdichte bzw. Bestrahlungsdauer schneller ansteigt als für $t=0.8$. Die gefundenen Parameter sind in Tabelle 4.4 zusammengefasst.

Für den Fit in Abb. 4.20 wurde die Defektdichte proportional der Bestrahlungsdauer angenommen und das jeweilige reduzierte Feld berechnet. Die Näherung stimmt mit den gemessenen Werten gut überein. Die Änderung der Defektdichte in Abhängigkeit von der Fluenz ist in Abb. 4.21 zu sehen und stellt wie erwartet, einen einigermaßen linearen Zusammenhang dar.

Die Defektdichte beträgt nach dieser Näherung $7.75 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$ für eine Fluenz von $3 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ bei einem Defektradius von 5 nm. Es ist zu beachten, dass dies extrem hohe Werte sind und vermutlich nicht der Realität entsprechen. Der Defektradius mit 5 nm wurde sehr hoch gewählt, um die Werte für die Näherung der Defektdichte zu begrenzen. Trotz dieser Einschränkung sind die Defektdichten zu groß.

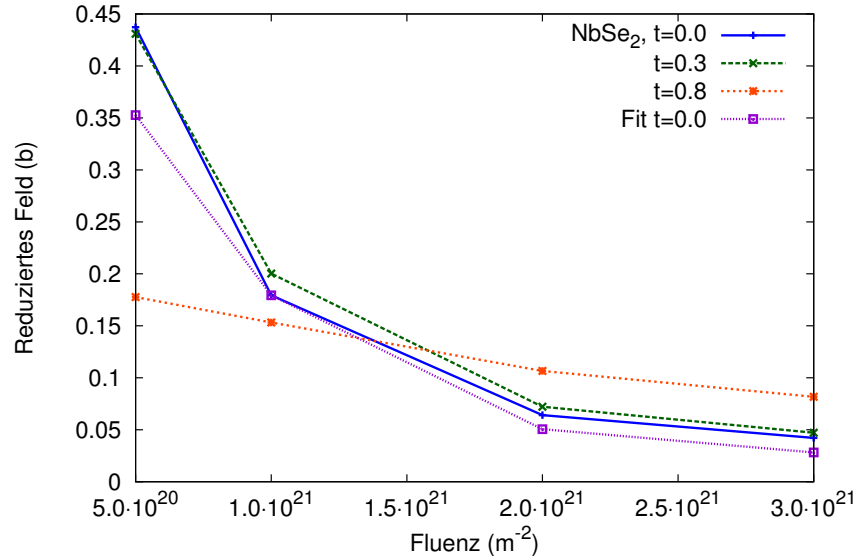


Abbildung 4.20: Änderung von H_{onset} mit der Fluenz für eine konstante (reduzierte) Temperatur. Der Fit für $t=0.0$ ist an die dritte Bestrahlung gefittet.

Nr.	Fluenz (m^{-2})	Defektdichte (m^{-3})	b_{od} ($t=0.0$)	b_{od} ($t=0.3$)	b_{od} ($t=0.8$)
i2	$5 \cdot 10^{20}$	$7.1499 \cdot 10^{22}$	0.437	0.431	0.178
i3	$1 \cdot 10^{21}$	$1.8199 \cdot 10^{23}$	0.179	0.200	0.153
i4	$2 \cdot 10^{21}$	$5.0949 \cdot 10^{23}$	0.064	0.072	0.107
i5	$3 \cdot 10^{21}$	$7.7500 \cdot 10^{23}$	0.042	0.047	0.082

Tabelle 4.4: Zusammenfassung der gefundenen bzw. bestimmten Größen aus den Fishtailparametern. Der Defektradius wurde mit 5 nm angenommen.

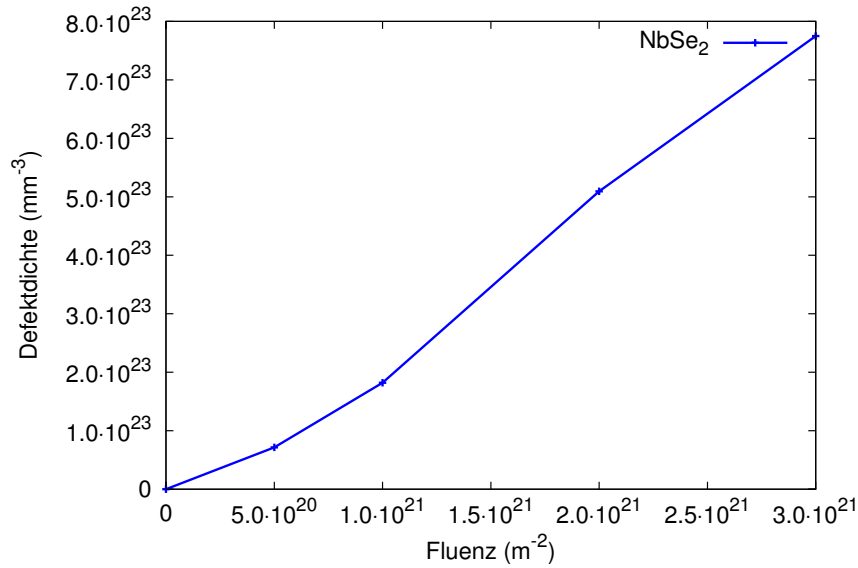


Abbildung 4.21: Änderung der Defektdichte aus der Fitprozedur mit der Fluenz, vgl. Tabelle 4.4.

4.3.3 ac-Messungen

Für $H_a \parallel c$ als auch für $H_a \parallel ab$ wurden ac-Messungen durchgeführt. Dabei wird dem äußeren dc-Feld ein Wechselfeld von 0.3 mT mit 33 Hz überlagert. Der Vorteil einer ac-Messung besteht darin, dass die Auflösung des Messsignals um eine Größenordnung besser ist als die der dc-Messung. Dabei wird jedoch nur die Änderung des magnetischen Moments gemessen, nicht der Absolutwert. Weiters ist zu beachten, dass das Vorzeichen bei Felderhöhung und Felderniedrigung nicht wechselt.

Während den dc-Messungen ist eine leichte Asymmetrie des Fishtails aufgefallen die anhand von ac-Messungen näher untersucht werden sollte. In Abb. 4.22 ist eine Magnetisierungskurve bei 6.0 K, die eine leichte Asymmetrie aufweist, zu sehen. Die dazugehörige ac-Messung ist in Abb. 4.23 zu sehen. Die Pfeile kennzeichnen die Richtung in die das Feld erhöht bzw. erniedrigt wurde. Vor 0.2 T ist ein Gap erkennbar, ab dann weisen beide Richtungen wieder die gleiche Änderung des magnetischen Moments auf, um bei ca. 0.8 T gegen null zu streben.

Das Ausbilden der Asymmetrie kann anhand von Energiebetrachtungen der Flusslinien verstanden werden. Der order-disorder Übergang scheint durch die steile Gerade

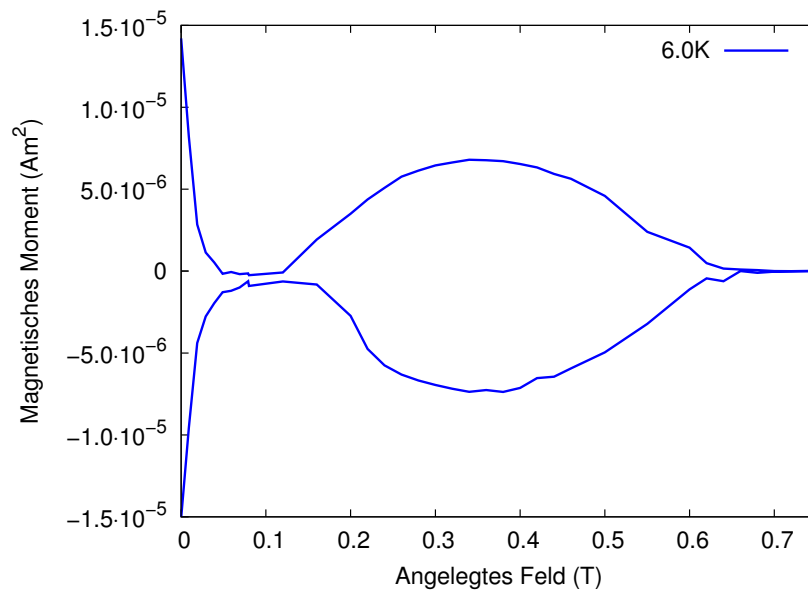


Abbildung 4.22: Magnetisierungskurve von NbSe₂ i5 die im Bereich von 0.1-0.2 T eine kleine Asymmetrie zwischen der oberen und der unteren Hlfte aufweist und nicht durch das unterschiedliche Eigenfeld erklrt werden kann.

schnell zu passieren, das heit, dass die Flussschluche ein Energieminimum rasch erreichen. Beim Zurckfahren der Magnetisierungskurve findet der disorder-order bergang statt. Fr die Flusslinien scheint es energetisch gnstiger zu sein, lnger in einem (teilweise) geordnetem Zustand zu verweilen. Das „Aufbrechen“ der Struktur bentigt Extraenergie. Dies ist eine mgliche Erklrung fr das flacher abfallende magnetische Moment.

4.3.4 Historieeffekte

Wie im vorigen Kap. 4.3.3 ausgefhrt, kommt es bei der Messung von Fishtails oftmals zu einer Asymmetrie in der oberen und der unteren Hlfte der Magnetisierungskurve. Dies wird als „Historie“-Effekt bezeichnet und bedeutet, dass der vorherige Zustand der Probe von Bedeutung ist.

Um solche Historie-Effekte zu untersuchen, wird das Feld wie bei einer gewhnlichen Hysteresemessung bis zu einer Feldstrke erhht, um bei unterschiedlichen Feldstrken

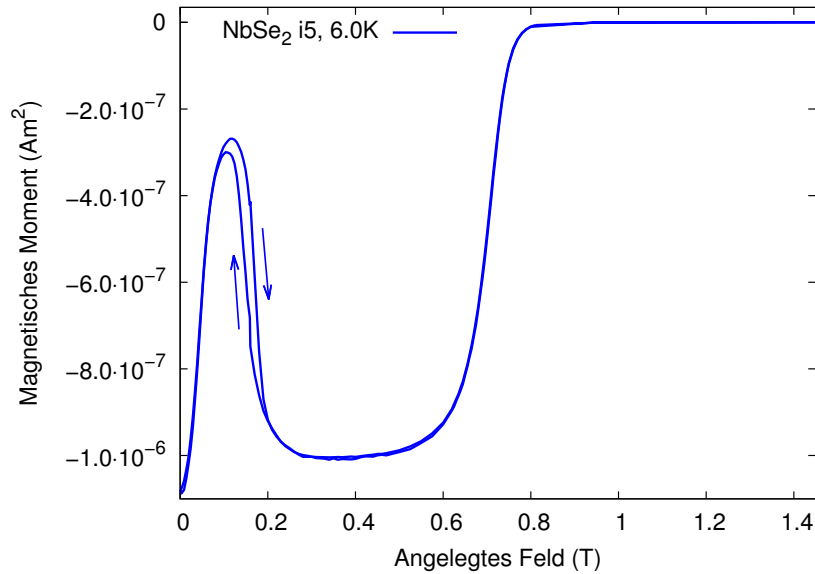


Abbildung 4.23: ac-Messung bei 6.0 K mit einem Wechselfeld von 0.3 mT und einer Frequenz von 33 Hz. Die Pfeile zeigen die Richtung der dc-Feldänderung. Zu erkennen ist der Gap im Bereich vor 0.2 T.

wieder abgesenkt zu werden. Dies kann in beide Richtungen geschehen und ist von oben kommend in Abb. 4.24¹ für die $H_a \parallel c$ des NbSe₂ Supraleiters zu sehen. Eine Vergrößerung von Abb. 4.24 ist in Abb. 4.25 zu sehen. Es ist deutlich zu erkennen, dass für unterschiedliche Umkehrpunkte verschiedene magnetische Momente gemessen werden, die eindeutig von den Ursprünglichen abweichen. Das bedeutet, dass bei Umkehrung des Feldes eine größere makroskopische Stromdichte J_c fließt, als wenn die Feldstärke kontinuierlich in eine Richtung erhöht worden wäre. Dies passiert, weil beim Umkehrpunkt mehr Flusslinien ungeordnet sind als es bei gewöhnlicher Felderhöhung wären. Aus diesem Grund ist der makroskopische Stromfluss größer und es bildet sich ein größeres magnetisches Moment aus.

Folgt man dem zweiten Pfeil in Abb. 4.24 weiter gegen null, so sind Sprünge im magnetischen Moment sichtbar. Eine Vergrößerung dieses Bereichs um 0.6 T ist in Abb. 4.26 zu sehen. Die unregelmäßigen Sprünge können folgende Ursachen haben:

- Inhomogenitäten des angelegten Feldes,

¹Die Nummerierung ist eine fortlaufende Messnummer.

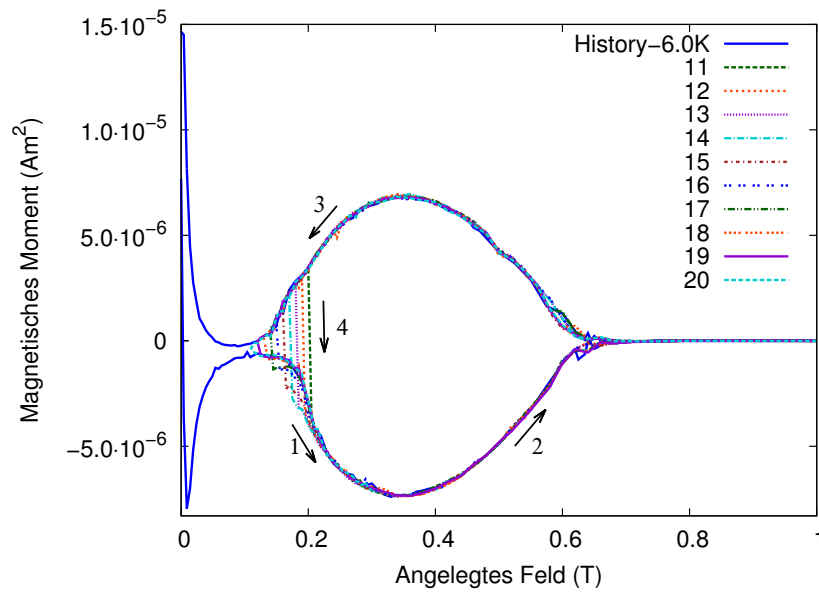


Abbildung 4.24: Historiemessungen bei 6.0 K für verschiedene Umkehrpunkte. Die Feldstärke wird zunächst erhöht (Pfeil 1), um den Umkehrpunkt auf der oberen Hysteresekurve zu erreichen (Pfeil 3).

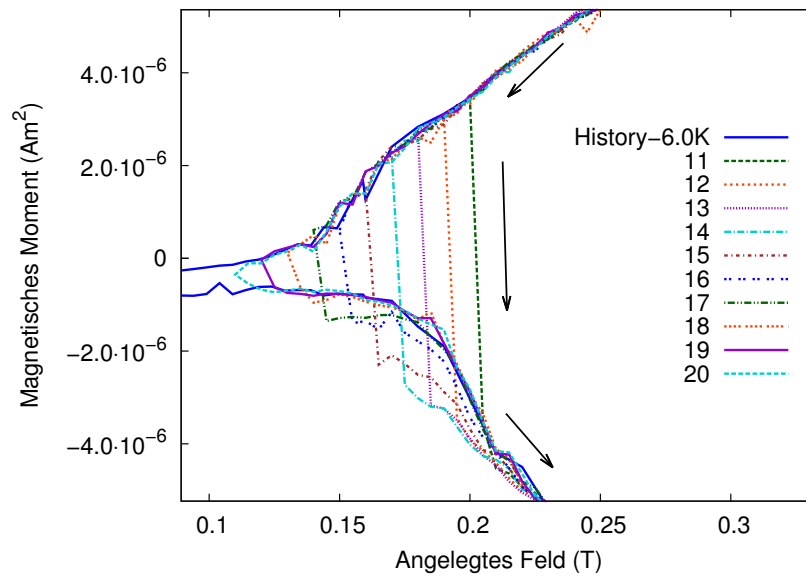


Abbildung 4.25: Vergrößerung der Historiemessungen bei 6.0 K aus Abb. 4.24.

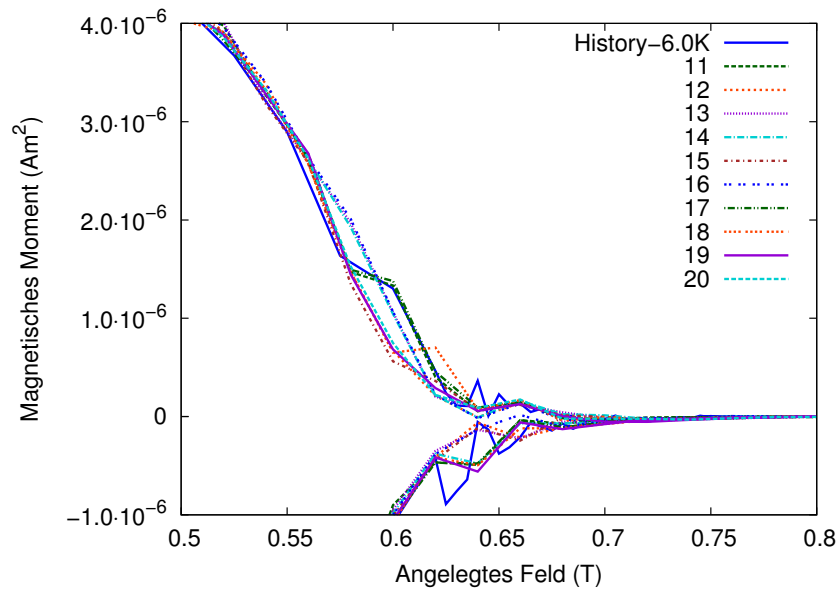


Abbildung 4.26: Vergrößerung der Historiemessungen im Bereich um 0.6 T aus Abb. 4.24.

- das Messsignal strebt gegen null bzw. wird sehr klein und erreicht die Grenze der Messgenauigkeit,
- fraglich ob es sich überhaupt noch um ein Dipolsignal handelt, das heißt, dass das gemessene Moment in diesem Bereich vermutlich fehlerhaft ist.

Die Historiemessungen in Abb. 4.27 wurden in der Nähe des order-disorder Übergangs gemacht. Die Richtung der Feldänderung ist wieder durch die Pfeile gekennzeichnet. Es ist zu sehen, dass je später die Feldrichtung umgekehrt wird, umso näher kommt das gemessene magnetische Moment der ursprünglichen Hysteresekurve.

Für Messung 1 ist erkennbar, dass bei Feldumkehrung das Moment sofort gegen null geht. Bei Messung 2 ist zu vermuten, dass sich einige Flusslinien bereits in einem ungeordnetem Zustand befinden und es dadurch zu einem Anstieg im magnetischen Moment kommt. Erst bei weiterer Erniedrigung strebt es gegen null. Beim Umkehrpunkt in Messung 4 erreicht das Moment fast den ursprünglichen Wert der Hysterese. Dies dürfte ein Anzeichen dafür sein, dass sich fast alle Flussschläuche bereits in einem ungeordneten Zustand befinden.

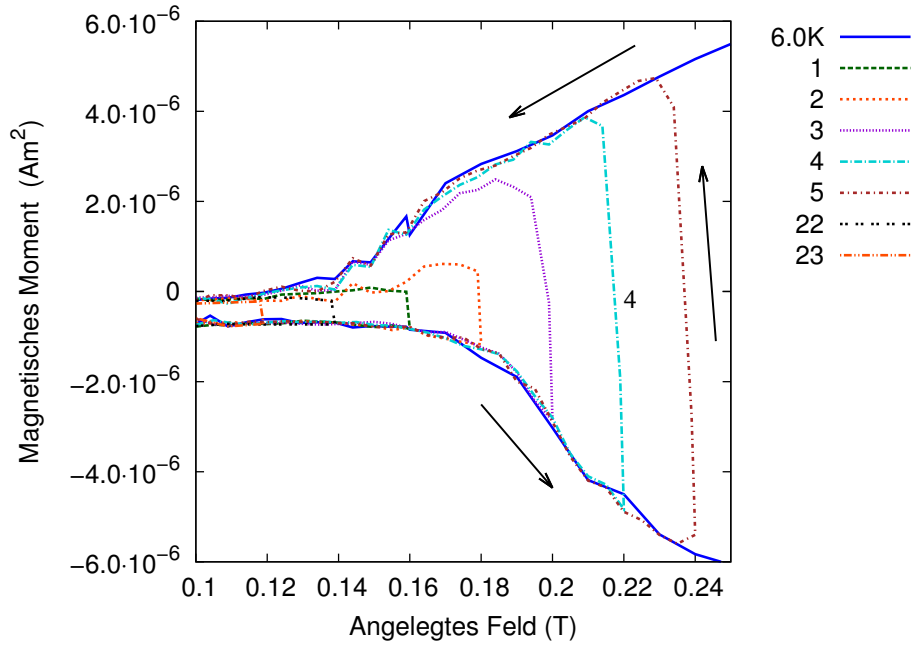


Abbildung 4.27: Historiemessung bei 6.0 K im Bereich von H_{onset} .

Wie im nächsten Kapitel erwähnt, wurde bei der oberen Hälfte der Magnetisierungskurve für $H_a \parallel ab$ eine kleine Stufe festgestellt und ist in Abb. 4.28 durch den Pfeil gekennzeichnet. Um dieses Verhalten zu untersuchen, wurden auch in diesem Bereich Historiemessungen durchgeführt. Diese Messungen sind in Abb. 4.29 abgebildet. Das äußere Feld wird wieder bei unterschiedlichen Feldstärken erniedrigt. Es ist zu sehen, dass das magnetische Moment der ursprünglichen Messkurve umso näher kommt, je später dieser Punkt gewählt wird. Die Stufe ist für alle Messungen zu erkennen. Messung 11 wurde bei 6.8 T umgekehrt. Bei der Hysterese und bei Messung 12 wurde die Feldstärke bis 7.0 T erhöht. Eine Möglichkeit für das Auftreten dieses Effekts könnte der Umstand sein, dass die Probe im SQUID nicht ganz parallel zum äußeren Feld in c- bzw. ab-Richtung ausgerichtet war. Die ac-Messung zeigte keine Unterschiede.

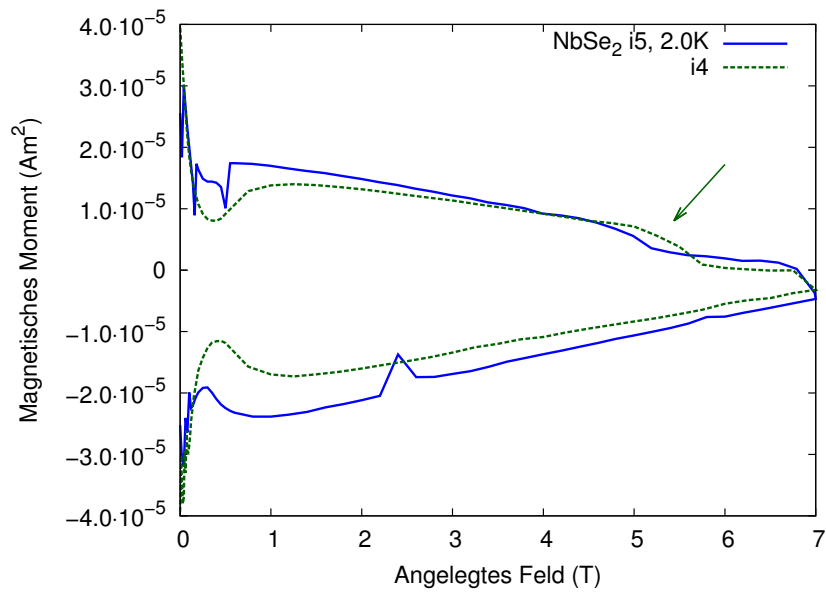


Abbildung 4.28: Vergleich der Fishtails i4 und i5 bei 2.0 K mit der charakteristischen Steigung im oberen Feld bei 5 T. Der Pfeil markiert die Stufe.

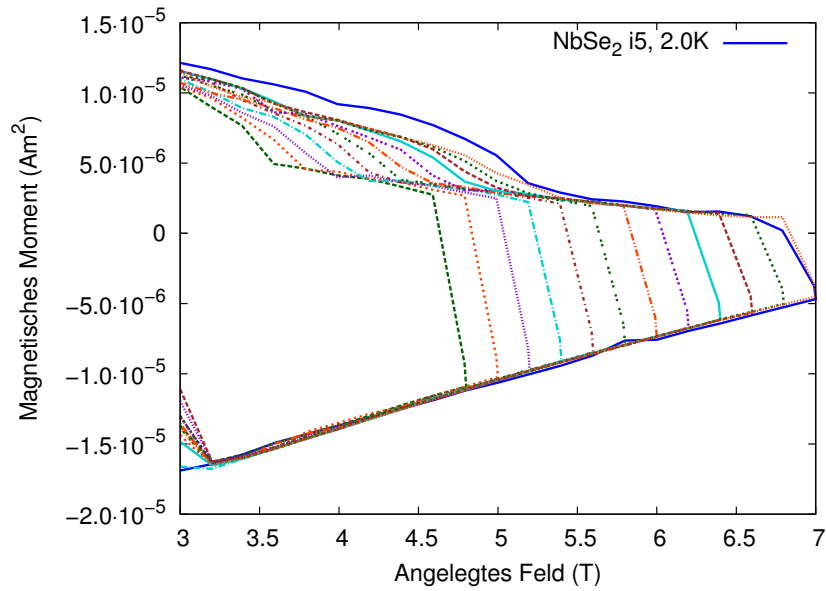


Abbildung 4.29: Historiemessung zum Untersuchen der kleinen Stufe in der Hysterese aus Abb. 4.28.

4.4 Messungen am VSM

Bei den Fishtailmessungen in Kap. 4.3.2 ist aufgefallen, dass bei der oberen Hälfte der Magnetisierungskurven für $H_a \parallel ab$ eine Stufe zu sehen ist. Eine solche Änderung ist z. B. in Abb. 4.13 für 2.0 K im Bereich von 5 T oder in Abb. 4.28 zu sehen. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass bei den Messungen im SQUID die supraleitende Probe nicht genau parallel bzw. orthogonal zum außen angelegten Feld ausgerichtet war. Das VSM bietet, wie in Kap. 2.2 ausgeführt, die Möglichkeit, Messungen winkelabhängig durchzuführen und das magnetische Moment parallel und orthogonal zur Richtung des angelegten Felds zu messen. Dies ermöglicht, die Probe um kleine Winkel zu drehen und dann das magnetische Moment zu bestimmen.

4.4.1 Bestimmen der c- und ab-Richtung und Zentrieren der Probe

Nach dem Einbau wurde die Probe in z-Richtung zentriert und durch Rotationsmessungen um max. $\pm 360^\circ$ rotiert um den Winkel für $H_a \parallel c$ bzw. $H_a \parallel ab$ zu bestimmen. Eine solche Messung bei einem konstanten äußeren Feld von 0.07 T ist in Abb. 4.30 zu sehen. Der Schnittpunkt der Magnetisierungskurve $M_{\parallel}$ erlaubt die Richtung einmal grob zu bestimmen.¹ Die c-Richtung ($H_a \parallel c$) wurde um 131° und die ab-Richtung ($H_a \parallel ab$) um 224° gefunden. Für die c-Richtung wird $M_{\parallel}$ minimal und $M_{\perp}$ null (Pfeil 1), in ab-Richtung gilt der umgekehrte Fall, hier wird $M_{\parallel}$ klein und $M_{\perp}$ maximal (Pfeil 2).

Der genaue Winkel der ab-Richtung wurde anhand von mehreren Hysteresemessungen mit jeweils kleinen Winkeländerungen ermittelt. Solche Messungen sind in Abb. 4.31, Abb. 4.32 und Abb. 4.33 abgebildet.

Beim Messsignal der Probe in orthogonaler Richtung kommt es zu einer Vorzeichenumkehrung von $M_{\perp}$ die durch Vergleich mit anderen Messungen gefunden wurde. Die ab-Richtung ist mit 225.5° ermittelt worden. In Tabelle 4.5 sind die gefunden Winkel und die Differenz eingetragen. Aus der Differenz von 94.5° folgt vermutlich daraus, dass die c-Richtung der Probe nicht so genau bestimmt wurde wie die ab-Richtung.

¹ $M_{\parallel} \hat{=} M_{\text{parallel}}$ bzw. $M_{\perp} \hat{=} M_{\text{orthogonal}}$

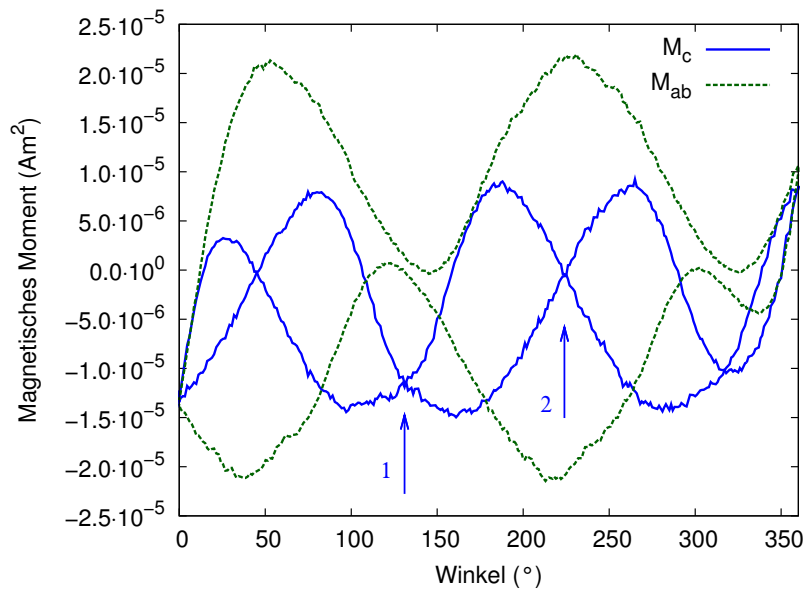


Abbildung 4.30: Rotationsmessung von NbSe₂ in normaler und orthogonaler Richtung bei 0.07 T und 4.2 K zum Bestimmen der Winkelrichtungen.

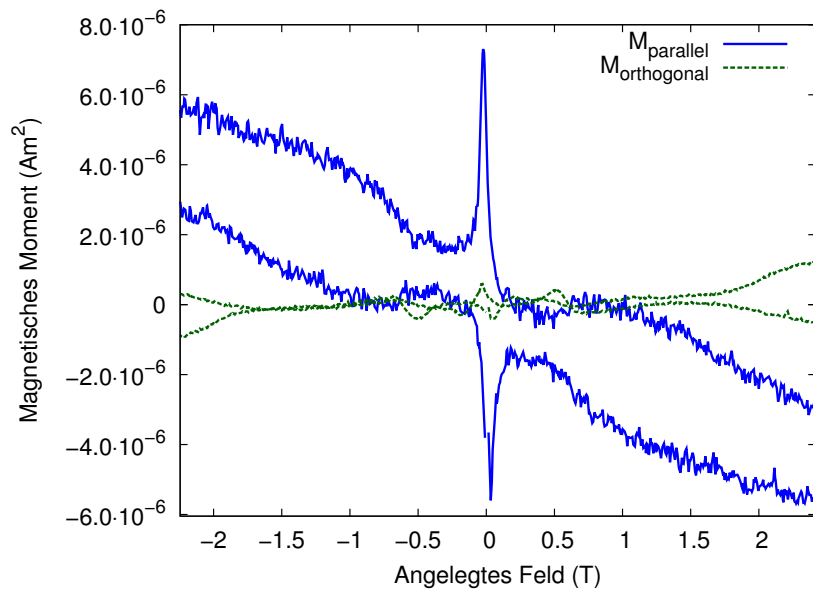


Abbildung 4.31: Magnetisierungsmessung zum Bestimmen der ab -Richtung bei 5.0 K unter einem Winkel von 222.3°.

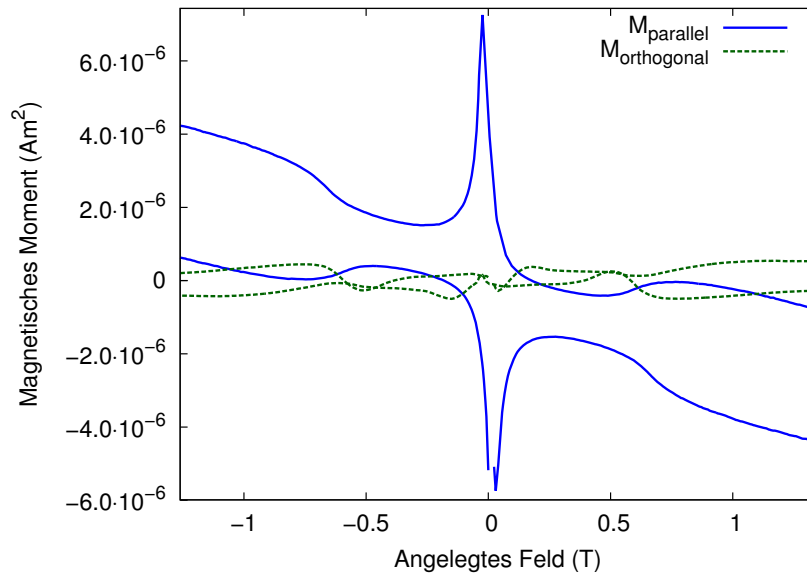


Abbildung 4.32: Magnetisierungsmessung zum Bestimmen der *ab*-Richtung bei 5.0 K unter einem Winkel von 222.4° .

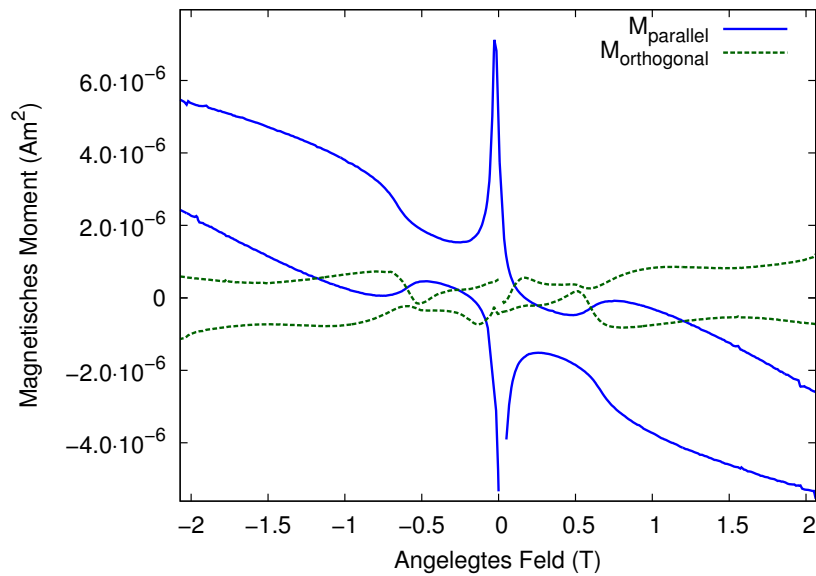


Abbildung 4.33: Magnetisierungsmessung zum Bestimmen der *ab*-Richtung bei 5.0 K bei einem Winkel von 222.6° .

Richtung bzw. Differenz	Grad (°)
c-Richtung	131
ab-Richtung	225.5

Tabelle 4.5: Übersicht über die gefundenen Winkelverteilungen von NbSe₂.

4.4.2 Fishtails im VSM

Eine Messung des Fishtails von NbSe₂ in ab-Richtung ist in Abb. 4.34 zu sehen. Neben $M_{\perp}$ ist auch $M_{\parallel}^{korrigiert}$ eingezeichnet. Unter *korrigiert* ist zu verstehen, dass das magnetische Moment des Probenstabs, das bei 12 K bestimmt worden ist, abgezogen wurde. Unter diesem Winkel konnte bei keiner Temperatur eine Stufe in der oberen Hälfte der

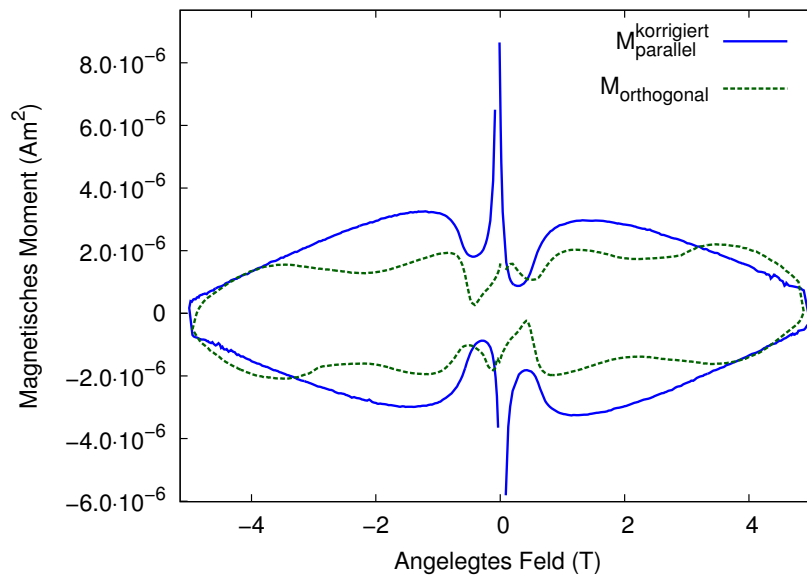


Abbildung 4.34: Fishtail von NbSe₂ bei 4.2 K in normaler und orthogonaler Richtung gemessen, wobei in normaler Richtung das Messsignal um den Probenstab korrigiert ist. Das äußere Feld ist parallel zur ab-Richtung.

Magnetisierungskurve gefunden werden. In Abb. 4.35 ist ein weiterer Loop für 6.0 K zu sehen.

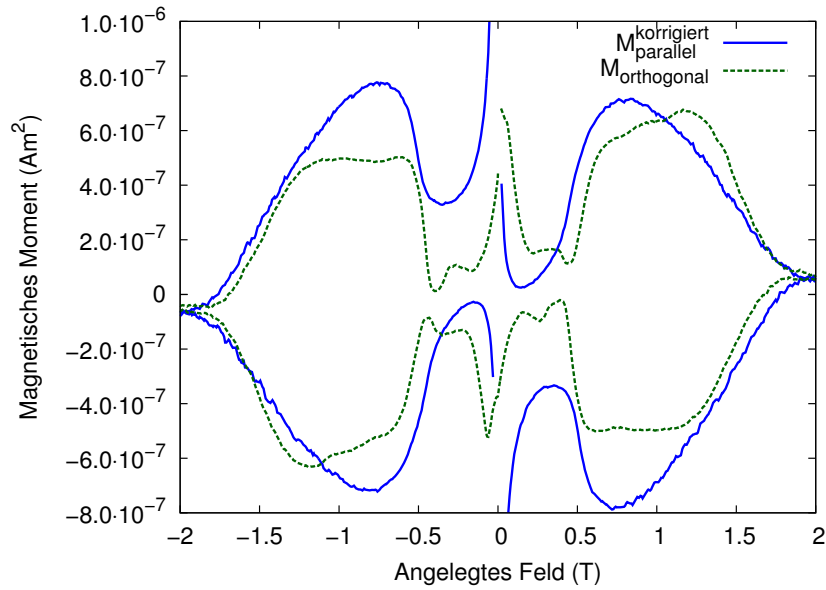


Abbildung 4.35: Fishtail von NbSe₂ bei 6.0 K in normaler und orthogonaler Richtung gemessen. Das äußere Feld ist parallel zur ab-Richtung.

Eine Möglichkeit wäre, dass es durch leichtes Verdrehen der Probe zum sprunghaften SQUID Verhalten des magnetischen Moments kommt. Zu diesem Zweck wurde bei den nächsten Messungen die Probe um 5° verdreht und die Magnetisierungskurve aufgenommen. Bei der Messung in Abb. 4.36 ist die Probe um 8.5° parallel zum äußeren Feld verschoben. In Abb. 4.37 ist eine weitere Magnetisierungsmessung für 6.0 K zu sehen. Auch bei diesen Messungen konnte keine Stufe gefunden werden.

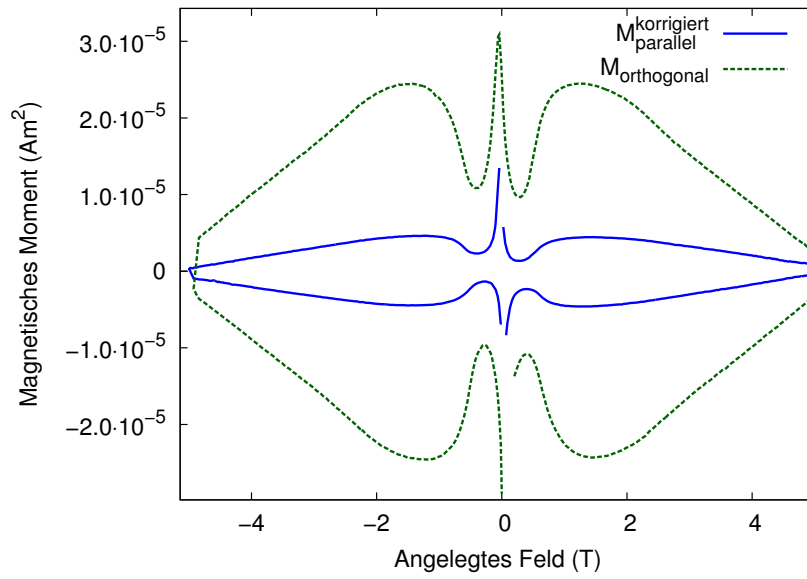


Abbildung 4.36: Fishtailmessung bei 4.2 K unter einem Winkel von 217.5° , was bedeutet, dass das äußere Feld um 8.5° normal zur ab-Richtung gedreht war.

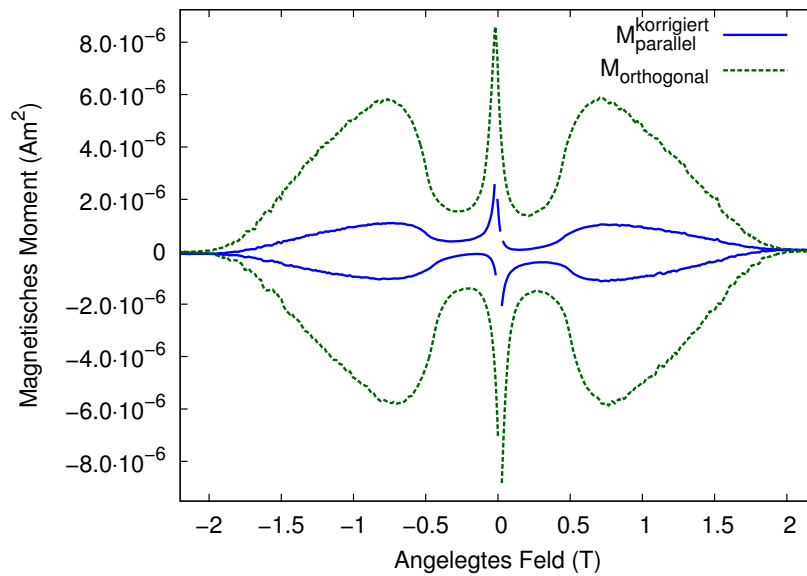


Abbildung 4.37: Fishtailmessung bei 6.0 K unter einem Winkel von 217.5° , was bedeutet, dass das äußere Feld um 8.5° normal zur ab-Richtung gedreht war.

4.4.3 Messungen der Relaxation

Mit Hilfe von Relaxationsmessungen lassen sich dynamische Prozesse untersuchen. Jeder Vorgang, der es dem Supraleiter ermöglicht in Richtung eines Gleichgewichts zu streben, bewirkt eine Änderung des magnetischen Moments und damit eine Veränderung des fließenden Suprastroms mit der Zeit. Die Ursache der Relaxation liegt im Wesentlichen an der thermischen Energie der Flusslinien [20, 21].

Messungen zur Relaxation können prinzipiell auf zwei Arten erfolgen. Eine Möglichkeit ist die, bei einer Temperatur Hysteresemessungen mit unterschiedlicher Feldgeschwindigkeit aufzunehmen, das heißt, dass das Feld mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten variieren. Die zweite Methode besteht darin, eine Hysteresemessung an einem Punkt zu stoppen, bei dem das Feld konstant bleibt und die Änderung des magnetischen Moments über die Zeit zu beobachten.

In der Mischphase des Typ-II Supraleiters treten quantisierte Flussschläuche ein. Durch verschiedene „pinning“-Mechanismen kommt es zur Ausprägung des Fishtails, vergleiche Kap. 1.5. Bei Stoppen der Feldänderung an einem Punkt in der Hysterese, Methode 2, sollte theoretisch keine Änderung des magnetischen Moments mit der Zeit zu beobachten sein.

Tatsächlich zeigt sich mit der Zeit ein Abnehmen des magnetischen Moments, der Supraleiter relaxiert und es kommt zu Verschiebungen einzelner Flusslinien, ähnlich dem Kriechstrom in der Elektrotechnik. Dies kann mehrere Ursachen haben; eine wahrscheinliche ist die, dass die thermische Energie einzelner Flussschläuche ausreicht, um diese aus ihrer Verankerung zu reißen. Diese Energie ist proportional $k_B T$ und steigt folglich linear mit der Temperatur und bewirkt ein kurzzeitiges Verschieben bzw. Wandern einzelner Flusslinien.

Das logarithmische Flusslinien-Kriechen kann durch die „Anderson-Kim“-Gleichung [22] beschrieben werden:

$$J_c = J_{c0} \left(1 - \frac{k_B T}{U_0} \ln\left(\frac{t}{t_0}\right) \right), \quad (4.10)$$

mit dem kritischen Strom J_{c0} ohne thermische Aktivierung, der quantenmechanischen Barriere U_0 durch die „pinning“-Kraft bzw. -Energie, k_B der Boltzmannkonstante und

der Proben temperatur T . t_0 wird als die „effektive“ Zeit zwischen Flussliniensprüngen bezeichnet und ist von den Vorfaktoren vor dem Logarithmus abhängig. Die Relaxationsrate S

$$S \equiv \frac{1}{M_{\text{irr}}} \frac{d M_{\text{irr}}}{d \ln t} = -\frac{k_B T}{U_0} \quad (4.11)$$

für den irreversiblen Bereich der Hysterese lässt sich aus einer Relaxationsmessung bestimmen. Dieses Modell erlaubt somit direkt Rückschlüsse auf die Barrierenenergie U_0 und damit Untersuchungen auf die Verankerungsenergie der Flussschläuche.

In Abb. 4.38 ist eine Relaxationsmessung bei 1.1 T zu sehen. Der Fit wurde gemäß

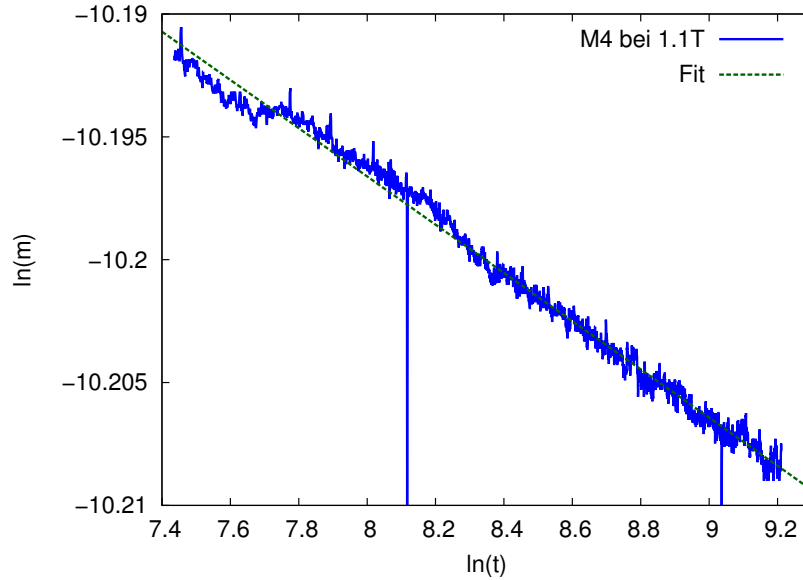


Abbildung 4.38: Relaxationsmessung, doppellogarithmisch aufgetragen bei 4.2 K. Das Feld wurde bei 1.1 T gestoppt und konstant gehalten.

Gl. 4.11 durchgeführt und ist ebenfalls eingezeichnet. Die Relaxationskonstante S wurde mit -0.0098 ermittelt. Für die Energiebarriere einzelner Flusslinien ergibt sich somit ein $U_0 = 0.37$ meV.

In der Literatur wird oftmals der n -Wert angegeben. Dieser Wert wurde mit 102 bestimmt und folgt aus:

$$\frac{1}{n} \simeq \left| \frac{d \ln M_{\text{irr}}}{d \ln t} \right|. \quad (4.12)$$

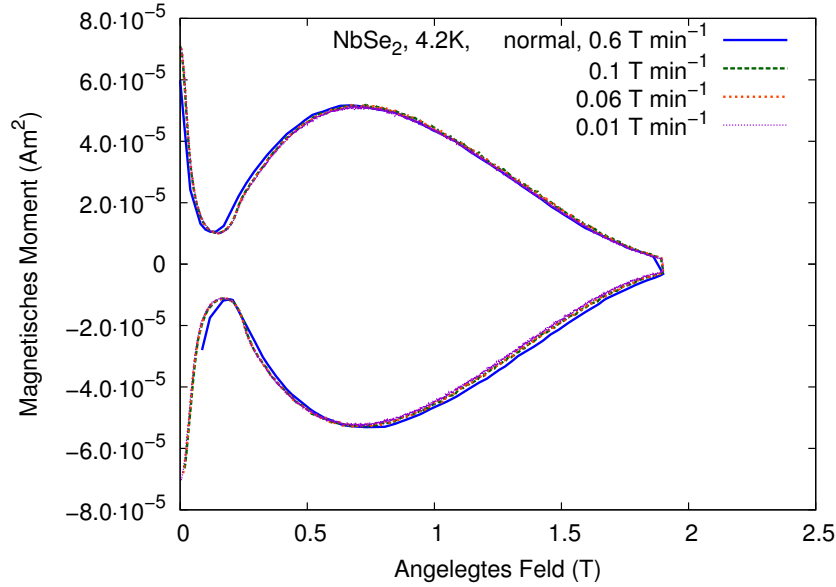


Abbildung 4.39: Relaxationsmessung mit unterschiedlichen Feldgeschwindigkeiten bei 4.2 K.

In Abb. 4.39 ist eine Relaxationsmessung mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten zu sehen. Mit langsamer werdender Feldänderung wird auch das gemessene magnetische Moment bei einer gewissen Feldstärke kleiner. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die Flusslinien länger verankert bleiben. Dadurch bildet sich ein größerer Gradient und das magnetische Moment wird größer. Eine Vergrößerung dieser Messung ist in Abb. 4.40 zu sehen. In beiden Abbildungen wurde die Messung mit einer Feldgeschwindigkeit von 0.006 T min^{-1} nicht gezeigt, da die Schwankungen des Messsignals, hervorgerufen durch den VSM-Magneten, sehr groß sind. In Abb. 4.41 ist ein Schnitt bei einer konstanten Feldstärke von 1.6 T inkl. Fit zu sehen.

Die Relaxationskonstante wurde hier mit $S=0.0464$ bestimmt. Damit folgt für die Energiebarriere einer einzelnen Flusslinie $U_0 = 2.05 \text{ meV}$, der n -Wert folgt mit

$$\frac{1}{n} \simeq \left| \frac{d \ln M_{\text{irr}}}{d \ln \dot{B}} \right| \quad (4.13)$$

zu $n=22$. Bei $\dot{B}$ ist zu beachten, dass die Geschwindigkeit der Feldänderung in Tesla/Sekunde anzugeben ist.

Für beide Messungen sollte der n -Wert ungefähr übereinstimmen. Der große Unterschied kommt vermutlich durch unterschiedliche Felder und Messungenauigkeiten.

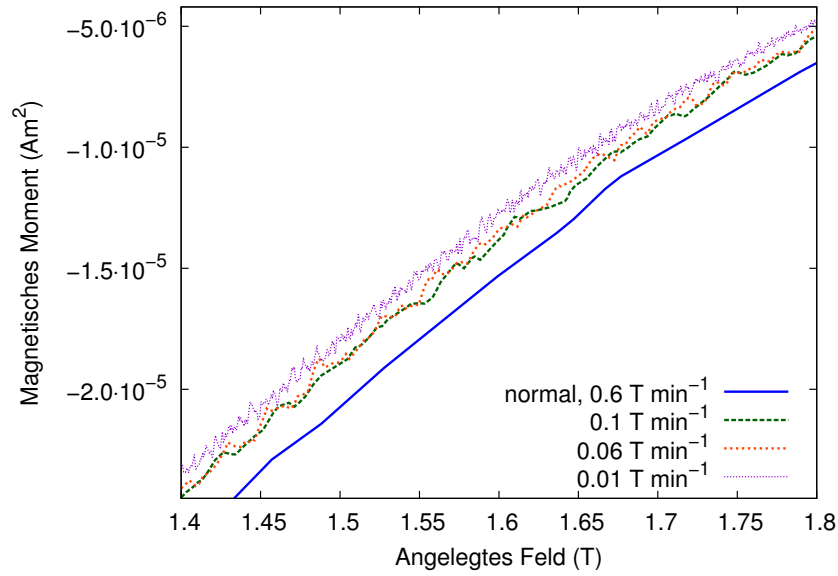


Abbildung 4.40: Vergrößerung der Relaxationsmessung aus Abb. 4.39.

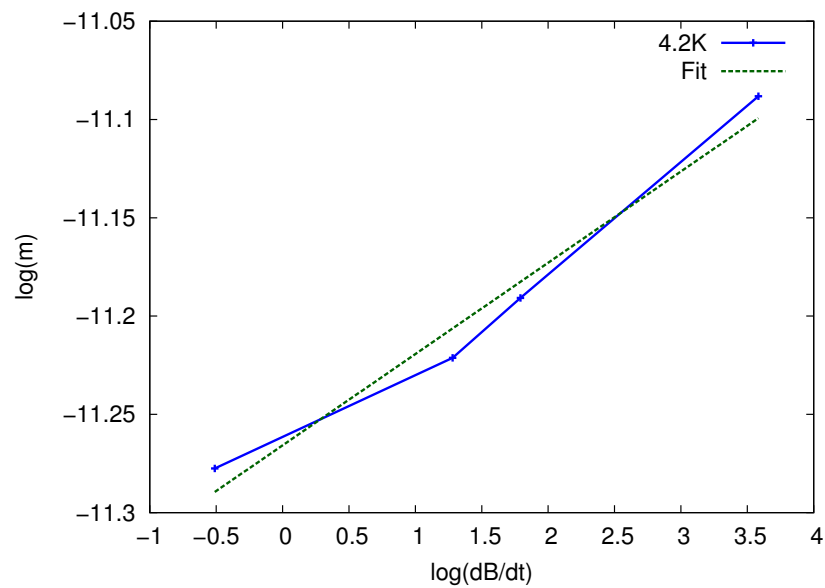


Abbildung 4.41: Schnitt aus Abb. 4.40 bei einer konstanten Feldstärke von 1.6 T inkl. Fit.

4.5 Niob

Die zweite supraleitende Probe die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurde, ist Niob. Die Neutronenfluenz ist nach der ersten Bestrahlung $1 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2}$ bzw. nach der Zweiten $5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$. Weitere Probendetails sind Kap. 3.2 zu entnehmen.

4.5.1 Sprungtemperatur

Die Messungen zur Sprungtemperatur und der Vergleich zu den vorherigen Bestrahlungsschritten sind in Abb. 4.42 zu sehen. Die obere Sprungtemperatur ist über alle Be-

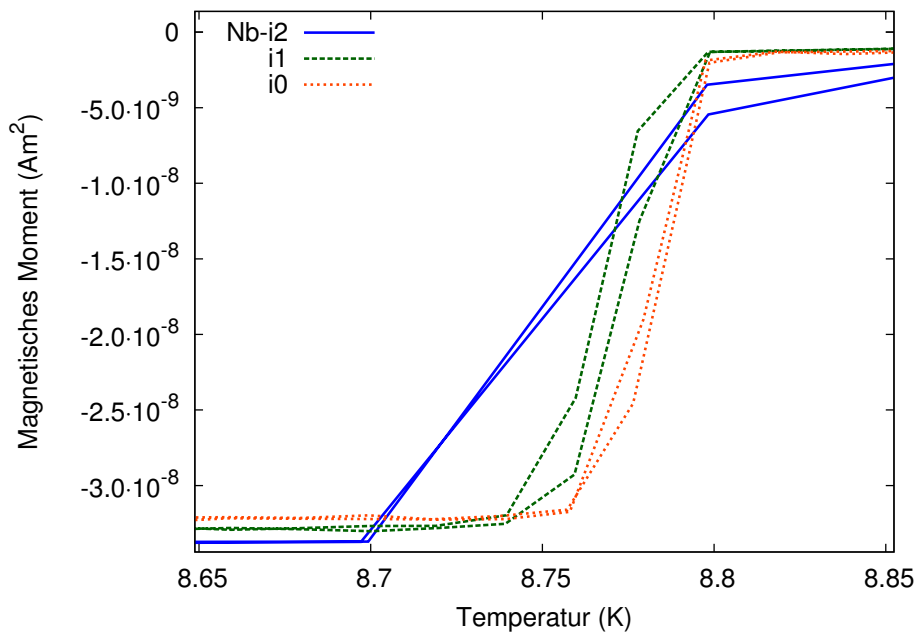


Abbildung 4.42: Messungen zur Sprungtemperatur von Niob.

strahlungsschritte bei $T_c = 8.9 \text{ K}$ beinahe unverändert geblieben. Auf den ersten Blick scheint der Übergangsbereich im Vergleich bei i2 größer zu sein als die anderen, dies ist jedoch auf die geringere Anzahl an Messpunkten bei i2 zurückzuführen und entspricht einer geringeren Messauflösung. In Tabelle 4.6 sind die gefundenen Sprungtemperaturen und die Breite des Phasenübergangs eingetragen.

Gemäß dem Anderson Theorem wird für isotrope Supraleiter erwartet, dass die Sprungtemperatur unabhängig von den vorhandenen Punktdefekten ist [22]. Für Niob, das

Messung	Temperatur (K)
T_c^{unten}	8.69
T_c^{oben}	8.90
ΔT_c	0.21

Tabelle 4.6: Gemessene Breite des Phasenübergangs von Nb i2.

annähernd isotrope Eigenschaften aufweist, wurde dieses Theorem bestätigt.

4.5.2 Probenvolumen

Das Probenvolumen wurde analog wie in Kap. 4.2.1 bestimmt. Tabelle 4.7 zeigt den Vergleich zwischen der ac-Messung und dem Lichtmikroskop. Die Differenz beider Messergebnisse beträgt 5 ‰. Mit dem Mikroskop wurden folgende Probenabmessungen gefunden: $4.178 \times 0.384 \times 0.228$ mm.

Messmethode	Volumen (mm ³)
Lineal	0.366
ac-Messung	0.364

Tabelle 4.7: Übersicht über die gemessenen Volumina von Niob.

4.5.3 Magnetisierung

In Abb. 4.43 sind die aufgenommenen Magnetisierungskurven der Niobprobe im Vergleich zu den vorherigen Bestrahlungszeiten zu sehen. Die Zunahme der Hysterese steht im Einklang mit der steigenden Defektdichte und bedeutet eine größere makroskopische Stromdichte in der Probe. Ein weiterer Vergleich der Magnetisierungskurven für 5.5 K ist in Abb. 4.44 abgebildet.

Auch nach der zweiten Bestrahlung konnte kein Fishtail festgestellt werden. Eine ac-Messung zum Auffinden eines eventuell vorhandenen Fishtails bei 2.0 K ist in Abb. 4.45 zu sehen. Im Bereich von 0.3-0.6 T, wo ein zweiter Anstieg zu vermuten wäre, konn-

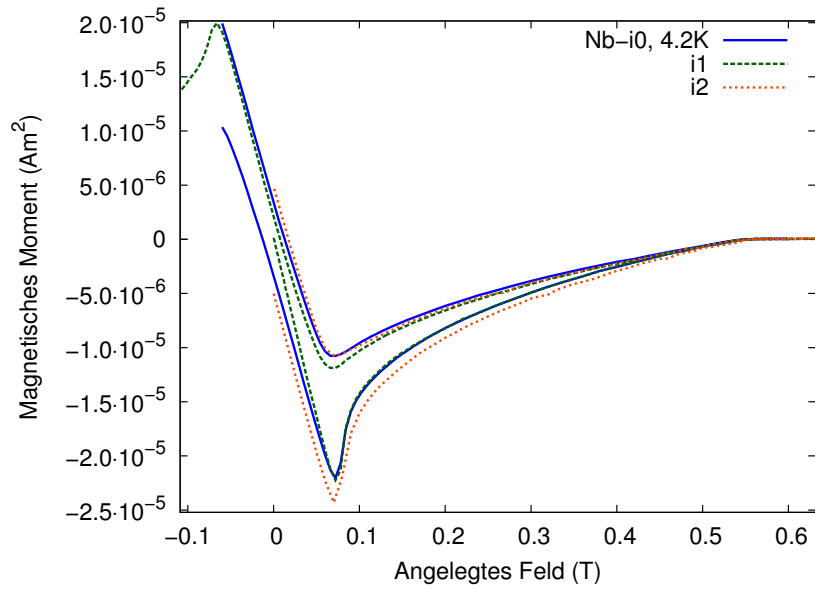


Abbildung 4.43: Magnetisierungskurve der Niobprobe bei 4.2 K.

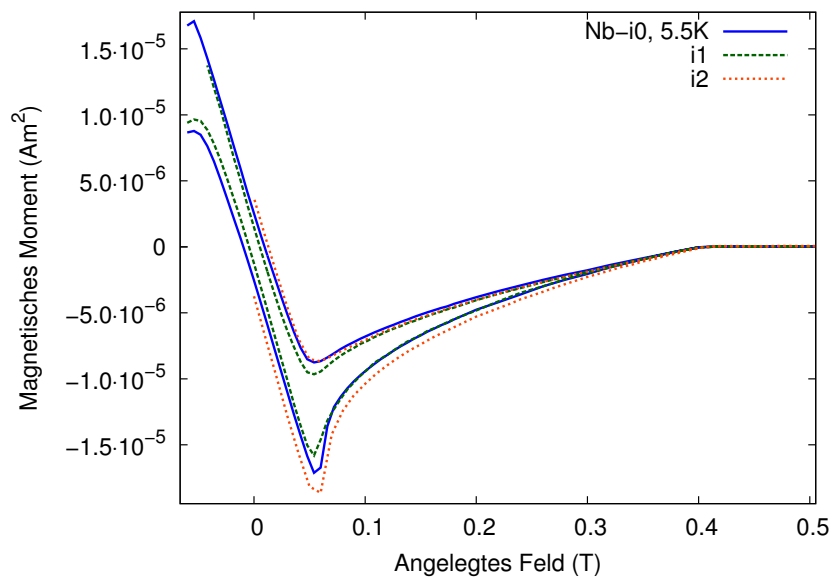


Abbildung 4.44: Magnetisierungskurve der Niobprobe bei 5.5 K.

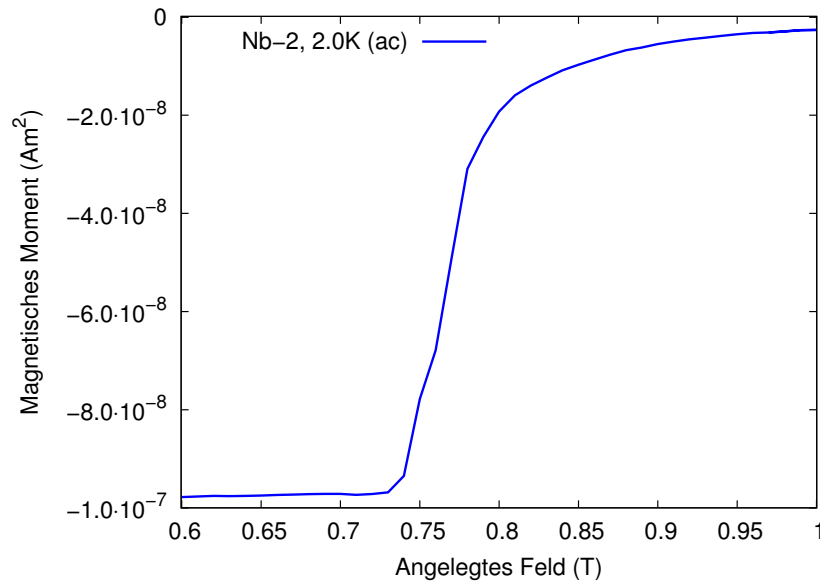


Abbildung 4.45: ac-Messung der Niobprobe zum Lokalisieren eines möglicherweise vorhandenen Fishtails.

te keine Änderung zu den vorigen Bestrahlungsschritten erkannt werden.¹ Eine dritte Bestrahlung konnte aus strahlenschutztechnischen Überlegungen nicht durchgeführt werden, da aus organisatorischen Gründen die Probe außerhalb des Instituts zum Einschmelzen gebracht werden musste. Deshalb wurde eine neue, unbestrahlte Nb-Probe ausgewählt.

¹In Abb. 4.45 ist dieser Bereich nicht zu sehen, da dort keine Änderung des magnetischen Moments auftritt.

4.5.4 Reversibler Bereich der Magnetisierung

Unter reversibler Magnetisierung versteht man jenen Bereich der Magnetisierungskurve, in der $\Delta m = 0$ ist. Für kleine Δm ist aus Symmetrieüberlegungen ein Bestimmen der reversiblen Magnetisierung möglich, $m(H_a) = \frac{m(H_a^+) + m(H_a^-)}{2}$. (vgl. Kap. 4.3.1)

Die Messungen erfolgten auf zwei verschiedene Arten, einmal wurde $m(H_a)$ bestimmt. Dabei wurde die Probertemperatur konstant gehalten. Bei der zweiten Messmethode wurde $m(T)$ unter konstantem äußeren Feld ermittelt. In Abb. 4.46 ist $m(H_a)$ bzw. in Abb. 4.47 ist $m(T)$ zu sehen.

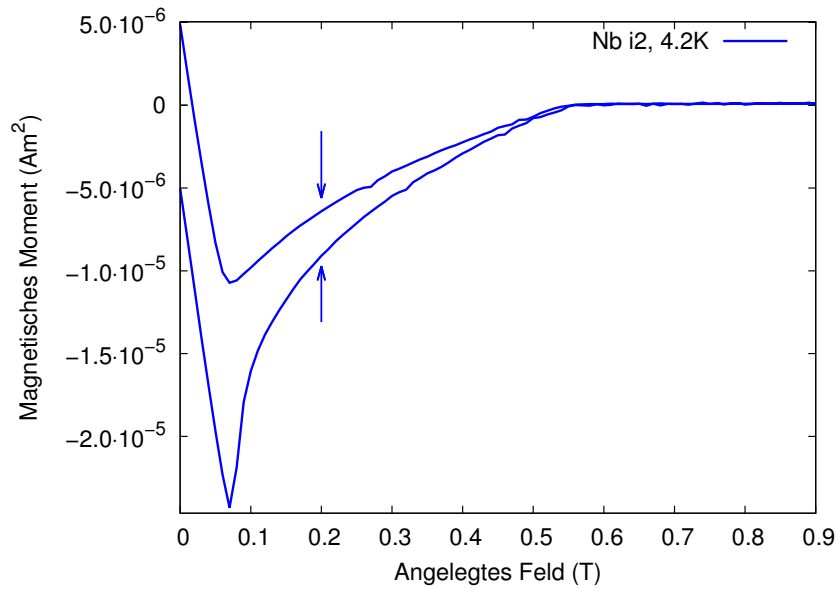


Abbildung 4.46: Gemessene Magnetisierungskurve von Nb i2 bei 4.2K. Der Fit aus Abb. 4.47 verläuft zwischen den eingezeichneten Pfeilen, gemäß: $m(H_a) = \frac{m(H_a^+) + m(H_a^-)}{2}$.

Die reversible Magnetisierungskurve in Abb. 4.47, also der Mittelwert der irreversiblen Magnetisierung wie in der Bildunterschrift in Abb. 4.46 erklärt, wurde mit Hilfe des Evaluierungsprogramms [19] durchgeführt, wie bereits in Kap. 4.3.1 für die makroskopische Stromdichte. Der Fit aus Abb. 4.47 wurde nach [11] durchgeführt, die Ableitung ist im Folgenden gegeben.

Für die Approximation werden zwei Bereiche unterschieden, $m_{low}(b, \kappa)$ für niedrige Felder und $m_{high}(b, \kappa)$ für hohe Felder. Die Kleinbuchstaben stehen für reduzierten Ein-

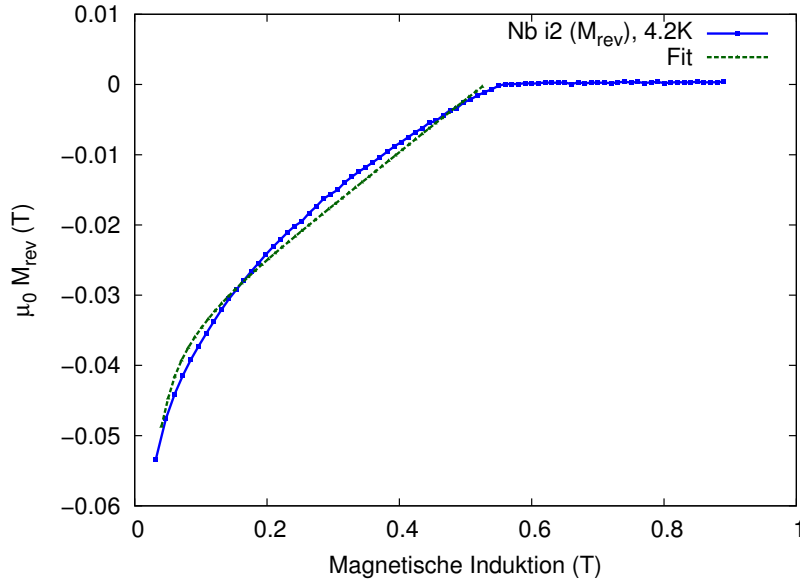


Abbildung 4.47: Reversible Magnetisierungskurve mit Fit von Nb i2 bei 4.2 K.

heiten, $b = B/B_{c2}$ und κ ist der Ginzburg-Landau Parameter, siehe Kap. 1.1. Für den Bereich kleiner Felder wurde laut [11]

$$-m_{low} \approx h_{c1} - b + \frac{3\sqrt{\pi}c}{2\kappa^2} e^{-c} \left[1 + \frac{19}{8c} - \frac{47}{128c^2} \right], \quad (4.14)$$

wobei

$$c = \frac{a}{\lambda} = \left(\frac{4\pi}{\sqrt{3}b\kappa^2} \right)^{\frac{1}{2}}. \quad (4.15)$$

Das untere kritische Feld h_{c1} des Supraleiters ist durch

$$h_{c1} = \frac{H_{c1}}{H_{c2}} = \frac{\ln \kappa + \alpha(\kappa)}{2\kappa^2} \quad (4.16)$$

$$\mu_0 H_{c1} = \frac{\Phi_0}{4\pi\lambda^2} [\ln(\kappa) + \alpha(\kappa)] \quad (4.17)$$

$$\alpha(\kappa) = 0.5 + \frac{1 + \ln 2}{2\kappa - \sqrt{2} + 2} \quad (4.18)$$

gegeben. Für das thermodynamische kritische Feld H_c gilt:

$$H_c = \frac{H_{c2}}{\kappa\sqrt{2}}. \quad (4.19)$$

Die Näherung für große Felder erfolgte mit

$$\begin{aligned} -m_{high} &= \frac{1}{4\kappa^2} \ln \left[1 + \frac{1-b}{b} f_2(b) \right] \\ f_2(b) &= 0.357 + 2.890b - 1.5816b^2. \end{aligned} \tag{4.20}$$

Mit den soeben beschriebenen Näherungen kann nun die gesamte Funktion angeschrieben werden mit

$$m(b, \kappa) = (1 - w)m_{low} + wm_{high}, \tag{4.21}$$

wobei w der Gewichtungsfaktor mit $\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \tanh[2.5(2b\kappa^2 - 1)]$ gegeben ist.

In Tabelle 4.8 sind die beiden Fitparameter κ und B_{c2} zu entnehmen. Als Fitalgorithmus wurde die Methode der kleinsten Quadrate (method of least squares) verwendet. Dies bedeutet, dass für eine Fitfunktion die Summe der quadratischen Abweichungen minimiert wird. Der relative Fehler für κ und B_{c2} liegt für alle Temperaturen in einem Bereich von $\pm 1\%$, außer bei 5.5 K mit $\pm 2\%$.

4.5.5 Charakteristische Größen aus der Ginzburg-Landau-Theorie

In diesem Abschnitt werden die charakteristischen Größen, die in Kap. 1.3 eingeführt und beschrieben wurden, bestimmt. Dies geschieht durch Auswerten bzw. Fitten der reversiblen Magnetisierungskurve für unterschiedliche Temperaturen, vgl. Kap. 4.5.4 bzw. Abb. 4.47. Die im Folgenden angegebenen Parameter wurden durch Messungen bei verschiedenen Temperaturen ermittelt und können durch Verallgemeinerung von Gl. 4.1 zu

$$X(T) = X(0) \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^a \right]^b \quad (4.22)$$

angepasst werden, wobei die Variable X ($X = \kappa, B_{c1,c2,c}, \gamma, \xi_{GL}, \lambda_L$) eine Funktion der Temperatur T und der bekannten Übergangstemperatur T_c ist. Die Ergebnisse der durchgeführten Fits sind in Tabelle 4.8 eingetragen.

Parameter	Probentemperatur (K)						
	0.0	2.0	2.5	3.0	4.2	5.0	5.5
κ	2.421	2.439	2.427	2.411	2.417	2.527	2.653
B_{c1} (T)	0.096	0.093	0.090	0.087	0.076	0.065	0.057
B_{c2} (T)	0.784	0.654	0.631	0.604	0.530	0.485	0.548
B_c (T)	0.198	0.189	0.184	0.177	0.155	0.136	0.122
ξ_{GL} (nm)	21.744	22.451	22.846	23.353	24.943	26.072	26.812
λ (nm)	54.335	54.767	55.453	56.303	60.286	65.887	71.125

Tabelle 4.8: Gefundene Parameter der Ginzburg-Landau-Theorie aus dem Fit der reversiblen Magnetisierungskurven. Der erste Wert bei 0 K entspricht in Gl. 4.22

$$X(0).$$

Parameter κ

Die Temperaturabhängigkeit von κ ist in Abb. 4.48 zu sehen. Zur Erinnerung, $\kappa = \frac{\lambda}{\xi_{GL}}$ und ist für Typ-II Supraleiter größer als $\frac{1}{\sqrt{2}}$, was experimentell sehr gut bestätigt wird. In Tabelle 4.9 sind die gefundenen Ergebnisse für $T=0$ eingetragen und die Werte für

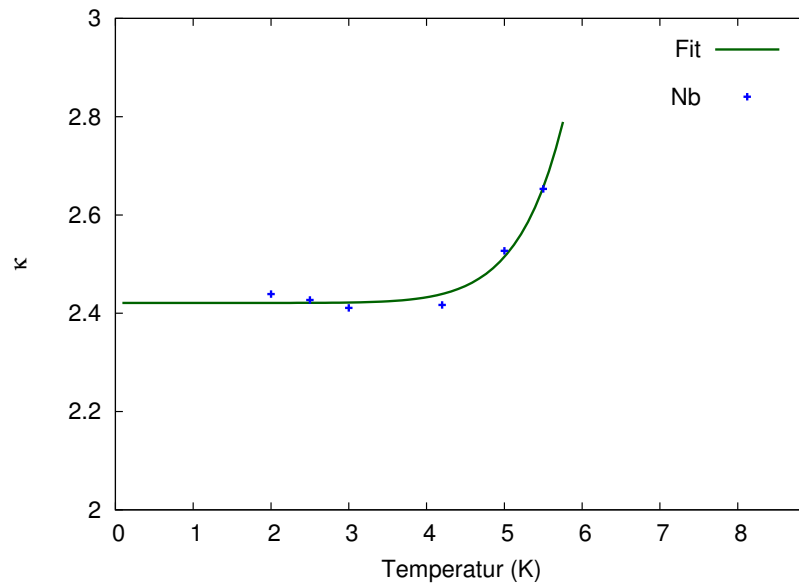


Abbildung 4.48: Gemessene Temperaturabhängigkeit von κ und inkl. Fit.

die Fitparameter a , b und $X(0)$. Die relativen Fehler sind mit 25 %, 113 % und 0.5 % weit gestreut. Besonders für b weist der große Fehler auf keine gute Güte hin.

Parameter	Wert	Fitparameter	
		a	b
κ	2.42	9.34	-8.26

Tabelle 4.9: Fitergebnis für κ bei $T=0$.

Kritische Felder $B_{c1,c2,c}$

Die gemessenen kritischen Felder, das untere Feld B_{c1} , das obere B_{c2} und das thermodynamische B_c sind in Abhängigkeit der Temperatur in Abb. 4.49 zu sehen. Auch die durchgeführten Fits sind eingezeichnet. Die Fitparameter bzw. die Feldstärken für $T=0$ K sind in Tabelle 4.10 zu sehen. Allgemein erhält man gute Ergebnisse für alle Fits. Für die Fitparameter B_c , a und b ergibt sich relativer Fehler von $\sim 2\%$ oder besser. Bei B_{c1} und B_{c2} wurde nur $X(T)$ gefittet ($\sim 1\%$ bzw. $\sim 5\%$), a und b wurde mit 1.5

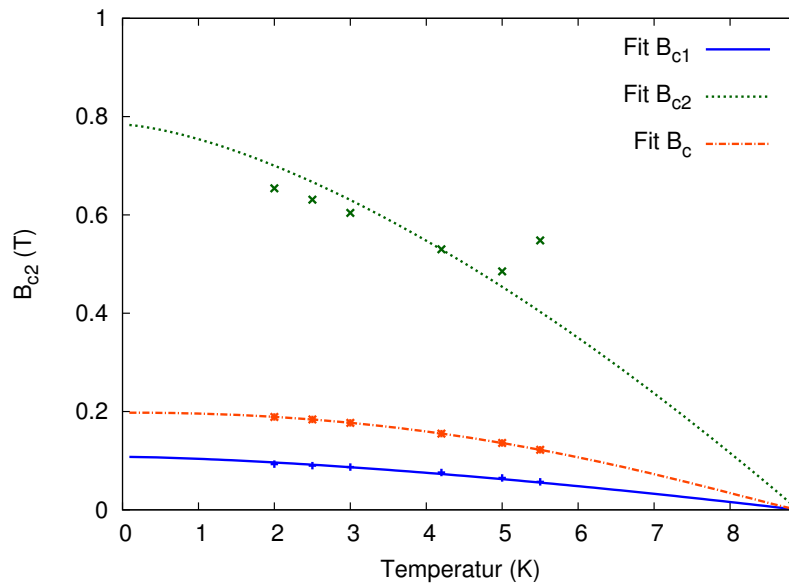


Abbildung 4.49: Fits inkl. Messpunkte der kritischen Felder.

bzw. 1 angenommen. Der große Fehler von B_{c2} ist in Abb. 4.49 deutlich zu erkennen und vermutlich auf den hohen Messwert bei 5.5 K zurückzuführen.

Parameter	Feldstärke (T)	Fitparameter	
		a	b
B_{c1}	0.096	1.50	1.00
B_{c2}	0.784	1.50	1.00
B_c	0.198	2.17	1.11

Tabelle 4.10: Fitergebnisse für die kritischen Felder $B_{c1,c2,c}$ bei $T=0$. Für B_{c1} und B_{c2} wurde a und b vorgegeben.

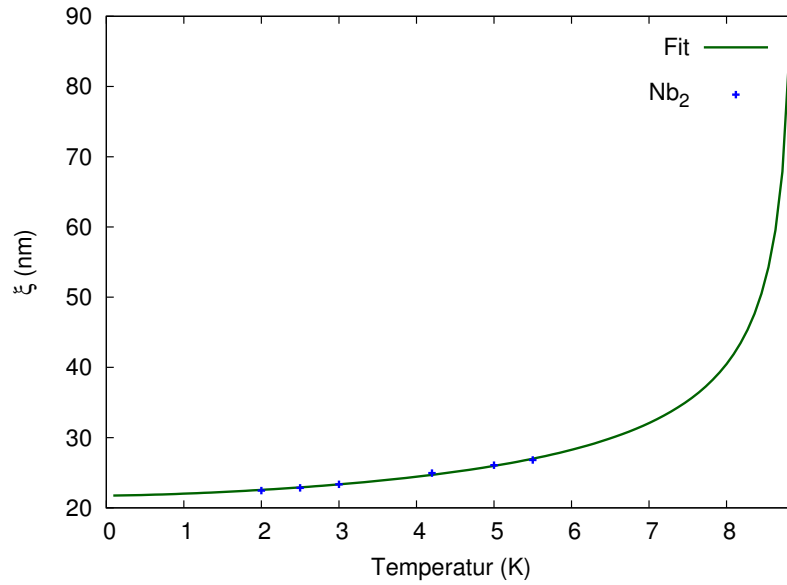


Abbildung 4.50: Änderung Kohärenzlänge ξ_{GL} mit steigender Temperatur.

Kohärenzlänge ξ_{GL}

Die gefundenen Kohärenzlängen ξ_{GL} aus Gl. 1.17 sind in Abb. 4.50 zu sehen. Mit steigender Temperatur wird die Kohärenzlänge immer größer. In Tabelle 4.11 sind die Fitparameter b und $X(0)$ zu sehen. Der Fehler liegt in einem Bereich von 5 % für b und für $X(0)$ bzw. ξ_{GL} bei $\sim 0.6\%$. a wurde mit 1.5 angenommen. Die Kohärenzlänge bei $T=0$

Parameter	Eindringtiefe (nm)	Fitparameter	
		a	b
ξ_{GL}	21.74	1.5	-0.33

Tabelle 4.11: Fitergebnisse für ξ_{GL} bei $T=0$, wobei $a=1.5$ gewählt wurde.

beträgt 21.74 nm um bei Erreichen von T_c zu divergieren.

Eindringtiefe λ

Die magnetische Eindringtiefe λ , aus Gl. 1.16, ist in Abb. 4.51 inkl. dem gemachten Fit aufgetragen. Die stetige Zunahme mit steigender Temperatur sowie die Absolutwerte

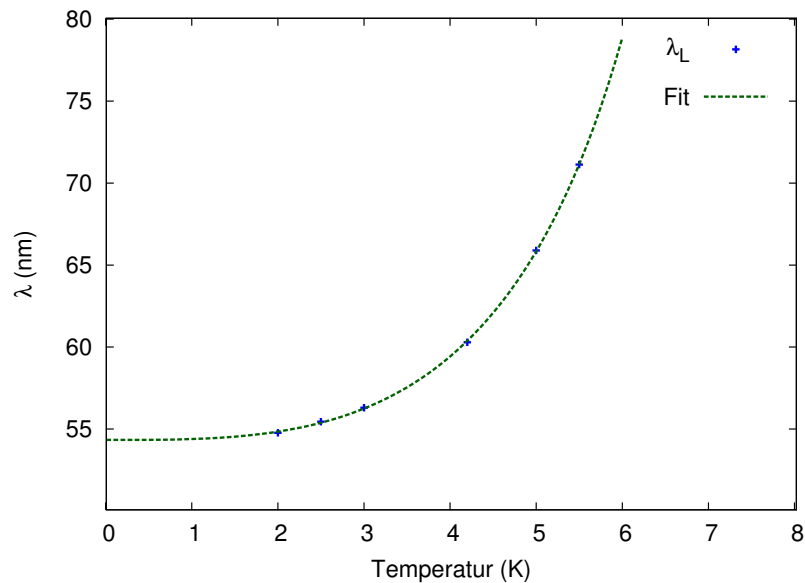


Abbildung 4.51: Eindringtiefe des magnetischen Felds in den Supraleiter für unterschiedliche Temperaturen inkl. Fit.

stehen im Einklang mit den erwarteten Werten. Tabelle 4.12 zeigt die gefitteten Werte a , b und $X(0)$. Die Güte des Fits ist mit den relativen Fehlern von $\sim 2.5\%$, $\sim 4\%$ bzw. 0.2% gut. $X(0)$, also die Eindringtiefe des magnetischen Feldes ist $\lambda(T=0) = 54.34$ nm

Parameter	Eindringtiefe (nm)	Fitparameter	
		a	b
λ	54.34	3.22	-1.13

Tabelle 4.12: Fitergebnisse für λ bei $T=0$.

und divergiert bei Erreichen der Sprungtemperatur.

4.5.6 Makroskopische Stromdichte J_c

Die errechnete makroskopische Stromdichte ist in Abb. 4.52 abgebildet. Erwartungsgemäß ist J_c für i_2 am größten, jedoch ist auffällig, dass i_1 kleiner als i_0 ist. Dies kommt möglicherweise davon, dass zwei Nb-Proben mit möglicherweise unterschiedlicher Defekt-

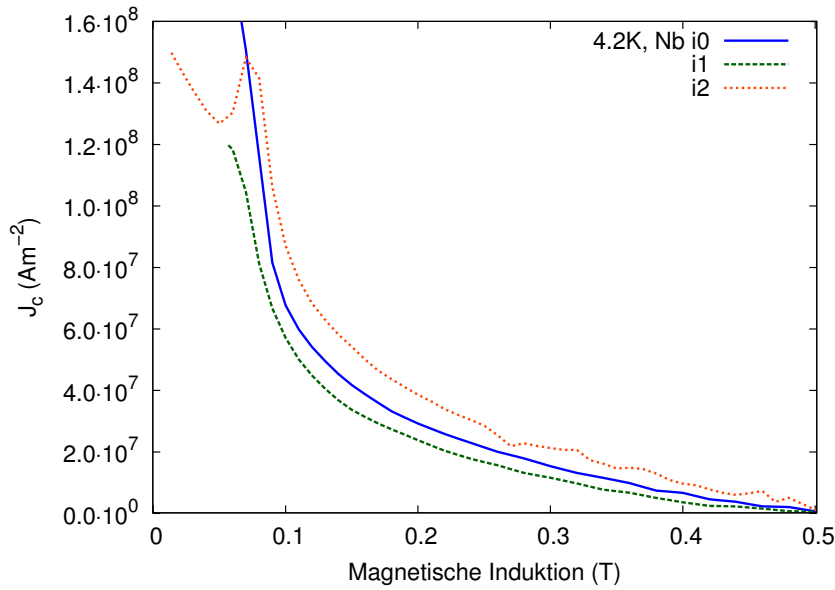


Abbildung 4.52: Makroskopische Stromdichte J_c welcher an der Oberfläche des Supraleiters fließt.

matrix untersucht wurden. Eine Probe wurde sofort bestrahlt, während die Zweite im SQUID charakterisiert wurde. Für 5.0 K ist der Vergleich der makroskopischen Stromdichte in Abb. 4.53 zu sehen.

Die berechneten J_c s für unterschiedliche Temperaturen mit einer Neutronenfluenz von $5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ sind in Abb. 4.54 zu sehen. Es ist erkennbar, dass das J_c mit steigender Temperatur und steigender magnetischer Induktion kleiner wird.

4.6 Nb-110

Wie in Abb. 4.43 gezeigt wurde, konnte bei der ursprünglichen Nb-Probe trotz einer Neutronenfluenz von $F_n = 5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ kein Fishtail festgestellt werden. Aus organisatorischen Gründen, wie in Kap. 4.5.3 erwähnt, wurde eine neue, unbestrahlte Niob Probe ausgewählt und vor der Neutronenbestrahlung charakterisiert.

Die neue Probe wird im Folgenden als Nb-110 abgekürzt, wobei 110 die Längsrichtung des Einkristalls nach den Miller-Indizes bezeichnet. Die geometrischen Abmessungen sind denen der ersten Probe vergleichbar: $l=9.70 \text{ mm}$, $b=0.42 \text{ mm}$ und $c=0.18 \text{ mm}$ bzw. mit

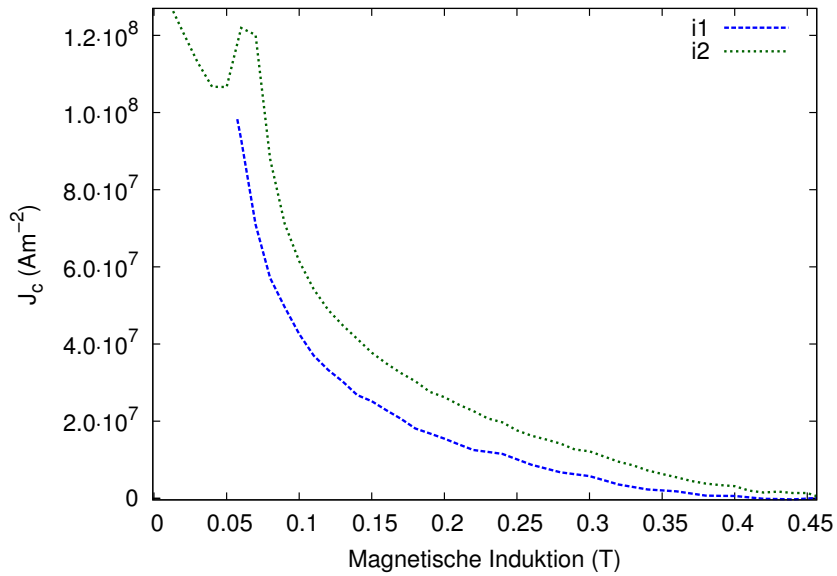


Abbildung 4.53: Makroskopische Stromdichte für Niob mit einer Fluenz von $1 \cdot 10^{20} \text{ m}^{-2}$ (i1) bzw. $5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ (i2) bei 5.0 K.

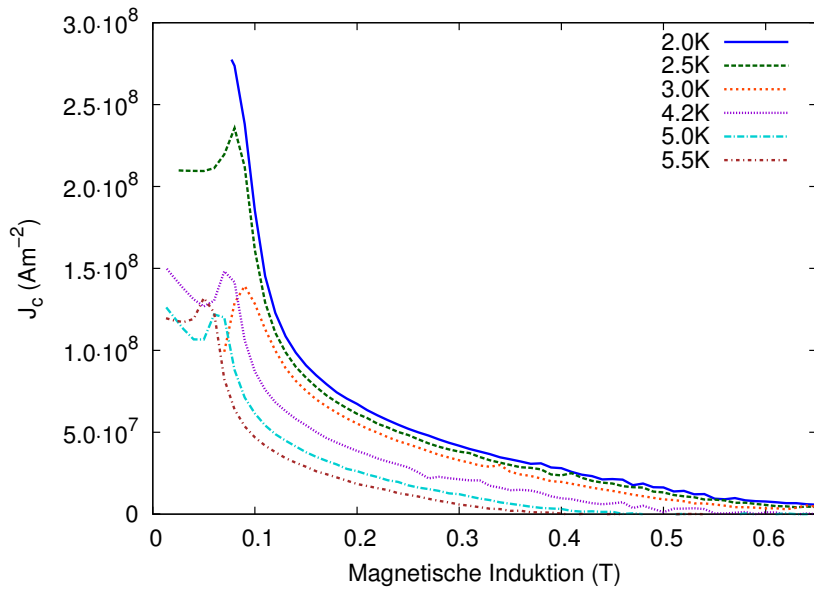


Abbildung 4.54: Makroskopische Stromdichte für Niob bei unterschiedlichen Temperaturen das einer Neutronenfluenz $5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ (i2) von ausgesetzt wurde.

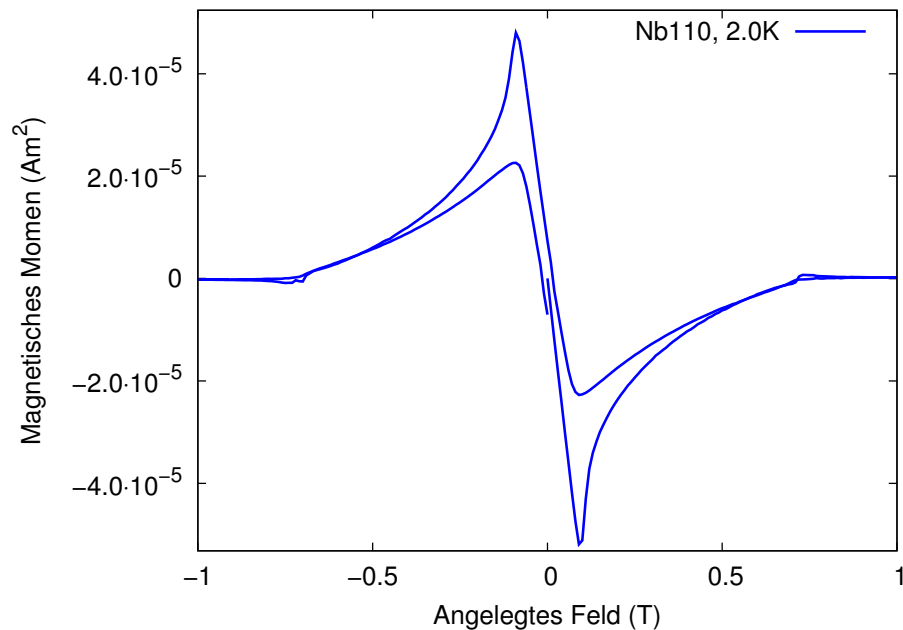


Abbildung 4.55: Hysteresekurve von unbestrahltem Nb-110 bei 2.0 K.

einem Volumen $V = 0.73 \text{ mm}^3$.

Abb. 4.55 zeigt die Magnetisierungskurve bei 4.2 K des Einkristalls. Diese entspricht der eines Typ-II Supraleiters der in Kap. 1.3 besprochen wurde.

4.6.1 Probenvolumen

Wie in Kap. 4.2.1 ausgeführt, wurde auch hier das Probenvolumen auf zwei Arten bestimmt. In Abb. 4.56 ist die gemachte ac-Messung bei 4.2 K zu sehen. Der Vergleich der beiden Messarten, ac-Messung und mikroskopisches Lineal, für das Probenvolumen ist Tabelle 4.13 zu entnehmen. Der Unterschied von 5 % ist auf die Länge der Probe zurück-

Messmethode	Volumen (mm^3)
Lineal	0.73
ac-Messung	0.70

Tabelle 4.13: Übersicht über die gemessenen Volumina der Nb-110 Probe.

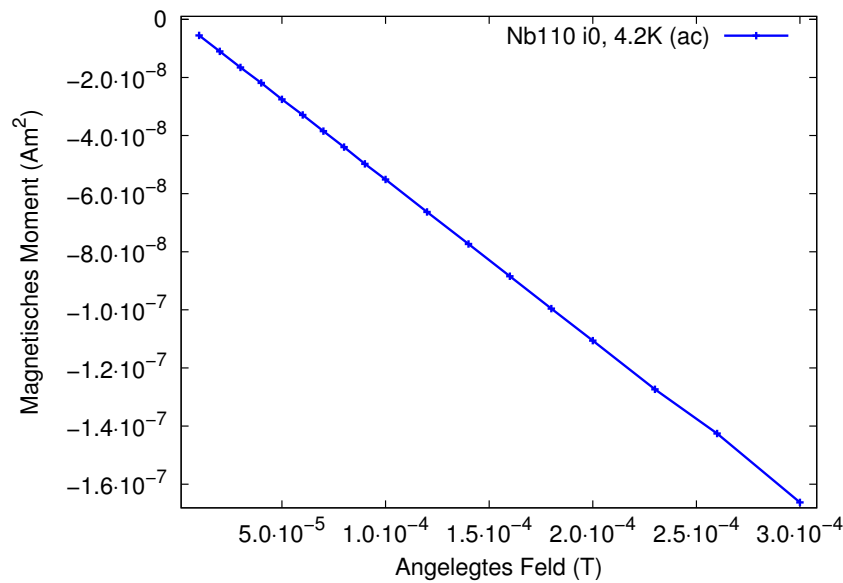


Abbildung 4.56: ac-Messung von Nb-110 zur Bestimmung des Probenvolumens bei 4.2 K.

zuführen. Während der Messung wird der Supraleiter zwischen den drei Pick-up Spulen auf einer Gesamtlänge von 15 cm verschoben und stellt auf Grund der Ausdehnung keine ideale Punktquelle dar. Würde die Probe theoretisch über die Länge des Spulensystems hinausragen, so wäre keine Änderung des Messsignals zu erwarten.

4.6.2 Makroskopische Stromdichte J_c

Die makroskopische Stromdichte J_c ist für verschiedene Temperaturen in Abb. 4.57 zu sehen und unterscheidet sich nicht merklich von jenen der ursprünglichen Nb-Probe. Der Vergleich mit Abb. 4.52 zeigt, dass die makroskopische Stromdichte größenordnungsmäßig etwa übereinstimmt. Dadurch sind spätere Vergleiche, Nb110 zu Nb i0-i2, möglich.

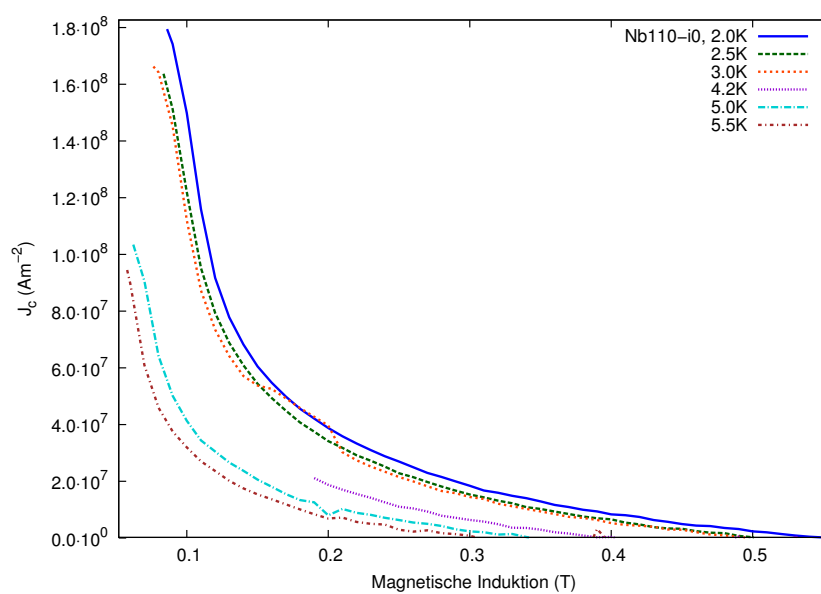


Abbildung 4.57: Makroskopische Stromdichte J_c von Nb-110 für unterschiedliche Temperaturen.

5 Zusammenfassung

Die im Rahmen dieser Diplomarbeit getätigten Messungen dienten zur Untersuchung magnetischer Eigenschaften von supraleitenden Einkristallen, die einer Neutronenbestrahlung ausgesetzt waren. Die Charakterisierung der beiden Supraleiter, NbSe₂ und Niob (in weiterer Folge Nb-110), wurde ausschließlich in einem SQUID und in einem VSM durchgeführt.

Zu Beginn dieser Arbeit wird ein kurzer, kompakter Überblick über die Grundlagen der Supraleitung gegeben. Dabei werden, speziell für Typ-II Supraleiter, diverse Modelle vorgestellt, um die beobachteten Eigenschaften zu beschreiben.

Das zweite Kapitel widmet sich dem grundlegenden Messaufbau und Vorstellung der verwendeten Messgeräte. Dabei wird auch auf die Messdurchführung als auch auf die Messvorbereitung eingegangen und physikalische Hintergründe erläutert.

Das dritte Kapitel erklärt die physikalischen Eigenschaften der verwendeten Proben und die Kriterien für die Probenauswahl. Der Vorgang der Neutronenbestrahlung im Reaktorkern und die möglichen Ursachen für die Bildung von Defekten werden ebenfalls erwähnt.

Kapitel 4 beschreibt die eigentlichen Messungen. Dabei wurden diverse Parameter eines Supraleiters, insbesondere die Auswirkungen der Neutronenbestrahlung, untersucht, wie z. B.:

- Änderung der Sprungtemperatur T_c
- Oberes kritisches Feld B_{c2}
- Makroskopische Stromdichte J_c

- Ausbildung von Fishtails
- Bestimmen der in der Ginzburg-Landau-Theorie eingeführten Parameter ξ_{GL} und λ
- Relaxation des Flussliniengitters.

Bei der Sprungtemperatur konnte keine Änderung durch Neutronenbestrahlung festgestellt werden, weder für NbSe₂ ($T_c = 7.16$ K) noch für Niob ($T_c = 8.90$ K). Dies deutet darauf hin, dass die beiden Proben trotz mehrmaliger Neutronenbestrahlung homogen geblieben sind.

NbSe₂

Das obere kritische Feld für $H_a \parallel c$ als auch für $H_a \parallel ab$ wurde aus mehreren Messungen bei der Übergangstemperatur bestimmt. Aus diesen Messungen konnte der Feldverlauf durch eine Formelnäherung extrapoliert werden. Das Verhältnis beider Felder für $T=0$ K ist 2.5.

Die beiden Seitenlängen der Probe wurden mit dem Lichtmikroskop vermessen. Aufgrund der geringen Höhe des Supraleiters wurde diese mit Hilfe einer ac-Messung zu 0.46 mm^3 bestimmt.

Die Neutronenbestrahlung bewirkte das Auftreten eines zweiten Maximums in der Hysterese, des sogenannten Fishtails. Die Höhe dieses Maximums wächst in etwa linear mit der Neutronenfluenz und konnte über alle Bestrahlungsschritte gut beobachtet werden.

Die Kalkulation der makroskopischen Stromdichte J_c erfolgte aus dem irreversiblen Teil der Magnetisierungskurve. Der maximale Stromfluss für $H_a \parallel c$ ist bei 2.0 K $\sim 1 \cdot 10^9 \text{ Am}^{-2}$ bei einer Feldstärke von ~ 1 T, um bei 6.5 K auf $\sim 10^7 \text{ Am}^{-2}$ zurückzugehen. Für $H_a \parallel ab$ konnte J_c mit $1.8 \cdot 10^9 \text{ Am}^{-2}$ bei 2.0 K mit einer Feldstärke von 1.8 T bestimmt werden. Bei 6.5 K reduzierte sich die makroskopische Stromdichte auf $\sim 10^7 \text{ Am}^{-2}$.

Das Auftreten des Fishtails bei H_{onset} wird häufig mit einem „order-disorder“-Übergang erklärt. Bei Erreichen dieser temperaturabhängigen Feldstärke gehen die Flusslinien aus einem einigermaßen hexagonal geordneten, in einen an die Defekte gebundenen, ungeordneten Zustand über. Dieser Übergangspunkt konnte im Rahmen bekannter Theorien

gefittet werden und in Abhängigkeit der Bestrahlungsdauer angegeben werden. Die Defektdichte wurde für eine Neutronenfluenz von $3 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$ mit $7.75 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3}$ bestimmt. Der Defektradius wurde mit $5 \cdot 10^{-9} \text{ m}$ abgeschätzt und ist deutlich höher als erwartet.

Das Ausbilden einer Asymmetrie zwischen der oberen und der unteren Magnetisierungskurve wurde mit Hilfe von ac-Messungen und Historiemessungen untersucht. Bei beiden Messarten konnte bestätigt werden, dass es für die Flusslinien energetisch einfacher ist, aus einem geordneten in einen ungeordneten Zustand überzugehen, als umgekehrt.

Der NbSe₂ Supraleiter wurde auch noch mit einem anderen Messsystem, dem VSM, untersucht. Bei den SQUID-Messungen ist aufgefallen, dass es in der oberen Hälfte der Magnetisierungskurve zum Ausbilden einer kleinen Stufe gekommen ist. Das VSM bietet die Möglichkeit, die supraleitende Probe winkelaufgelöst zu vermessen, jedoch mit einer geringeren Absolutgenauigkeit. Das Ausbilden dieser soeben erwähnten Stufe konnte nicht reproduziert werden.

Zum Untersuchen dynamischer Prozesse wurden Relaxationsmessungen gemacht. Dabei wird die Änderung des magnetischen Moments bei einem konstanten Feld beobachtet, was wiederum Rückschlüsse auf die Änderung der makroskopischen Stromdichte zulässt. Diese Änderungen erlauben Rückschlüsse auf die Barrierenenergie einzelner Defekte für Flusslinien die mit 0.37 meV bzw. 2.05 meV abgeschätzt wurde.

Niob

Die zweite supraleitende Probe, die im Rahmen dieser Diplomarbeit untersucht wurde, war Niob. Wie schon eingangs erwähnt, konnte keine Änderung der Sprungtemperatur mit der Bestrahlungsdauer festgestellt werden.

Das Probenvolumen wurde mit 0.36 mm^3 (ac-Messung) bzw. mit 0.37 mm^3 (Mikroskop) bestimmt, was auf 5 % übereinstimmt.

Bei den Hysteresemessungen konnte, trotz einer Neutronenfluenz von $5 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$, kein Ausbilden eines Fishtails festgestellt werden.

Aus dem reversiblen Teil der Magnetisierungskurve wurden die charakteristischen Größen aus der Ginzburg-Landau-Theorie bestimmt werden und können Tabelle 4.8 entnommen werden.

Nb-110 Um auch bei Niob ein Ausbilden des Fishtails beobachten zu können, wurde eine neue Probe charakterisiert um anschließend durch Neutronen bestrahlt werden zu können. Das Probenvolumen ist etwa doppelt so groß wie das der ursprünglichen Probe und wurde mit 0.70 mm^3 bestimmt.

Die gemessenen Ergebnisse stimmen im Allgemeinen mit den theoretischen Vorhersagen gut überein. Abweichungen von der Theorie, soweit diese auftreten, können weitgehend plausibel und physikalisch richtig argumentiert werden.

Literaturverzeichnis

- [1] Dirk van Delft and Peter Kes. The discovery of superconductivity. *Physics Today*, 63:38–43, Sept. 2010.
- [2] Christian Enss and Siegfried Hunklinger. *Tieftemperaturphysik*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 2000.
- [3] G. Hilscher, H. Michor, and M. Reissner. *Festkörperphysik 1*. June 4, 2008.
- [4] Michael Tinkham. *Introduction to Superconductivity*. MCGRAW-HILL BOOK COMPANY, 1975.
- [5] H. Weber and O. Hittmair. *Supraleitung*. Verlag Karl Thiemig München, 1979.
- [6] C. P. Bean. Magnetization of hard superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 8(6):250–253, Mar 1962.
- [7] M. Zehetmayer. *Anisotropic magnetic properties of superconducting MgB_2 and $\text{HgBa}_2\text{CuO}_{4+\delta}$ single crystals*. PhD thesis, TU Wien, 2003.
- [8] M. Zehetmayer, M. Eisterer, C. Krutzler, J. Jun, S. M. Kazakov, J. Karpinski, and H. W. Weber. Order-disorder transition in the flux line lattice of superconducting MgB_2 single crystals with artificially introduced defects: comparison with theory. *Superconductor Science and Technology*, 20:247–256, 2007.
- [9] Martin Zehetmayer. Experimental verification of theoretical models on vortex matter properties of superconducting materials. Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung (FWF), April 2008.

- [10] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, and V. M. Vinokur. Vortices in high-temperature superconductors. *Rev. Mod. Phys.*, 66(4):1125–1388, Oct 1994.
- [11] Ernst Helmut Brandt. Properties of the ideal ginzburg-landau vortex lattice. *Phys. Rev. B*, 68:054506, 2003.
- [12] Franz M. Sauerzopf. *SQUIDS, Grundlagen und Anwendungen*. Sommersemester 2011.
- [13] Oxford Instruments Superconductivity. *Vibrating Sample Magnetometer Superconducting system with integral VTI (Technical reference)*.
- [14] Ying Liu. Superconductivity and quantum electronic materials laboratory. http://www.phys.psu.edu/~liu/EM_alex.htm, 3. Aug. 2011.
- [15] J. Eckert. Niobium and niobium compounds. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, 2000.
- [16] H. W. Weber, H. Böck, E. Unfried, and L. R. Greenwood. *J. Nucl. Mater.*, 137:236, 1986.
- [17] M. Eisterer, M. Zehetmayer, S. Tönies, H. W. Weber, M. Kambara, N. Hari Babu, D. A. Cardwell, and L. R. Greenwood. Neutron irradiation of MgB₂ bulk superconductors. *Superconductor Science and Technology*, 15:L9–L12, 2002.
- [18] Franz Baumgärtner. Tabelle zur Neutronenaktivierung. *Kerntechnik*, 3:356–369, 1961.
- [19] M. Zehetmayer. Simulation of the current dynamics in superconductors: Application to magnetometry measurements. *Phys. Rev. B*, 80:104512, 2009.
- [20] Y. Yeshurun, A. P. Malozemoff, and A. Shaulov. Magnetic relaxation in high-temperature superconductors. *Rev. Mod. Phys.*, 68:911–949, 1996.
- [21] P. W. Anderson. Theory of flux creep in hard superconductors. *Phys. Rev. Lett.*, 9(7):309–311, Oct 1962.
- [22] P.W. Anderson. *J. Phys. Chem. Solids*, 11:26, 1959.