

Ultraschall-Untersuchungen  
der Flusslinienverankerung  
in  
Hochtemperatursupraleitern

Von der Fakultät für Mathematik, Naturwissenschaften und Informatik  
der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus

zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktor der Naturwissenschaften  
(Dr. rer. nat.)  
genehmigte Dissertation

vorgelegt von  
Diplom-Physiker  
Josef Pal  
geboren am 3. Mai 1969 in Thorenburg

Gutachter: Prof. Dr. S. Ewert  
Gutachter: Prof. Dr. K. Winzer  
Gutachter: Prof. Dr. habil G. Seibold

Tag der mündlichen Prüfung: 25.11.2004

# Abkürzungsverzeichnis

B	: Magnetfeld
$B_c$	: kritisches Magnetfeld eines Supraleiters 1. Art
$B_{c1}$	: unteres kritisches Magnetfeld eines Supraleiters 2. Art
$B_{c2}$	: oberes kritisches Magnetfeld eines Supraleiters 2. Art
$B_{cth}$	: thermodynamisches kritisches Magnetfeld eines Supraleiters 2. Art
BSCCO	: Hochtemperatursupraleiter $Bi_2Sr_2Ca_2Cu_3O_y$
BiPb-2223	: Hochtemperatursupraleiter $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_y$
c	: kristallographische c-Richtung
$C_{ij}$	: elastische Konstanten des Flussliniengitters
$D_{ij}$	: elastische Konstanten des Kristallgitters
$D_s$	: Dämpfungskoeffizient der Schallwelle
E	: Youngscher Elastizitätsmodul
f	: Frequenz der Schallwelle
$F_L$	: Lorentzkraft
$F_{KG}$	: freie Energie des Kristallgitters
$F_{FLG}$	: freie Energie des Flussliniengitters
FC	: field-cooled
ZFC	: zero-field-cooled
FLG	: Flussliniengitter
G	: Scher- oder Gleitmodul
HTSL	: Hochtemperatursupraleiter
HF	: Hochfrequenz
j	: Stromdichte
$j_c$	: kritische Stromdichte
$k_B$	: Boltzmann-Konstante
k	: Wellenzahl, Ausbreitungsrichtung der Schallwelle
K	: Kompressionsmodul
KG	: Kristallgitter
$T_c$	: Sprungtemperatur zur Supraleitung
$T_{dep}$	: Depinningtemperatur
TAFF	: Thermisch Aktiviertes Flussfließen
U	: Aktivierungsenergie [J] oder [meV]
$U^*$	: Aktivierungsenergie $U/k_B$ [K]
$U_L$	: Lorentzpotenzial
$\vec{u}$	: Verschiebungsvektor des Kristallgitters

$\vec{v}$	: Verschiebungsvektor des Flussliniengitters
$v, v_s$	: Schallgeschwindigkeit
$v_T$	: transversale Schallgeschwindigkeit
$v_L$	: longitudinale Schallgeschwindigkeit
$V_s$	: Volumenanteil einer Flusslinie
YBCO	: Hochtemperatursupraleiter Yttrium-Barium-Kupfer-Oxid
$\alpha$	: Ultraschalldämpfung
$\Delta\alpha$	: Dämpfungsänderung
$(\Delta\alpha)_{dep}$	: Peakhöhe der Dämpfungsänderung bei $T = T_{dep}$
$\Delta v/v$	: relative Schallgeschwindigkeitsänderung
$(\Delta v/v)_{dep}$	: Stufenhöhe der relativen Schallgeschwindigkeitsänderung bei $T = T_{dep}$
$\Gamma$	: Relaxationskoeffizient
$\lambda_c$	: magnetische Eindringtiefe in c-Achsen-Richtung
$\lambda_{ab}$	: magnetische Eindringtiefe in ab-Achsen-Richtung
$\mu, \lambda$	: Lamésche Konstanten
$\mu_0$	: magnetische Feldkonstante
$\nu$	: Poissonzahl
$\omega$	: Kreisfrequenz oder Sprungrate
$\Psi_{KG}$	: Dissipationsfunktion des Kristallgitters
$\Psi_{FLG}$	: Dissipationsfunktion des Flussliniengitters
$\rho$	: spezifischer Widerstand (Magnetowiderstand)
$\rho_n$	: Magnetowiderstands-Konstante
$\rho_m$	: Materialdichte
$\xi_{GL}$	: Ginsburg-Landau-Kohärenzlänge
$\xi_c$	: Kohärenzlänge in c-Achsen-Richtung
$\xi_{ab}$	: Kohärenzlänge in ab-Achsen-Richtung

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Experimentelles</b>	<b>3</b>
2.1	Grundlagen zum Ultraschall . . . . .	3
2.1.1	Erzeugung und Nachweis von Ultraschall . . . . .	3
2.1.2	Ankopplung der Wandler . . . . .	4
2.1.3	Elastische Eigenschaften fester Körper . . . . .	4
2.2	Messapparatur . . . . .	6
2.2.1	Messung der Ultraschalldämpfung: Impuls-Echo-Verfahren . . . . .	6
2.2.2	Messung der relativen Schallgeschwindigkeitsänderung: Phasen-Vergleichs-Verfahren . . . . .	8
2.3	Probenhalter und Kryostat . . . . .	11
2.4	Datenverarbeitung . . . . .	13
<b>3</b>	<b>Zur Supraleitung</b>	<b>15</b>
3.1	Zur Theorie der Supraleitung . . . . .	15
3.2	Eigenschaften von Supraleitern . . . . .	16
3.2.1	Supraleiter 1. Art . . . . .	17
3.2.2	Supraleiter 2. Art . . . . .	17
3.2.3	Kritischer Strom eines Supraleiters . . . . .	20
3.3	Hochtemperatursupraleiter YBCO . . . . .	21
<b>4</b>	<b>Spezielle Eigenschaften der HTSL</b>	<b>23</b>
4.1	Pinning-Verhalten des Flussliniengitters . . . . .	23
4.2	TAFF-Modell und der Magnetowiderstand . . . . .	24
<b>5</b>	<b>Das magnetoakustische Experiment</b>	<b>27</b>
5.1	Elastische Eigenschaften des Flussliniengitters . . . . .	27
5.2	Kristallgitter und Flussliniengitter als gekoppeltes System . . . . .	28

---

5.3	Bestimmung der Aktivierungsenergie . . . . .	34
5.4	Messkonfigurationen . . . . .	35
5.5	Durchführung des magnetoakustischen Experiments . . . . .	36
<b>6</b>	<b>Charakterisierung der gemessenen Proben</b>	<b>41</b>
6.1	Über das Massivmaterial YBCO . . . . .	41
6.2	Proben für die Ultraschallmessungen . . . . .	43
<b>7</b>	<b>Messergebnisse und Diskussion</b>	<b>45</b>
7.1	Absolute Schallgeschwindigkeit . . . . .	45
7.1.1	Elastische Konstanten . . . . .	46
7.2	Vergleichsmessungen an einer c-texturierten BSCCO-Probe . . . . .	46
7.3	Messungen an reinen YBCO-Proben . . . . .	50
7.3.1	Tg 121/6-M (YBCO, Mitte) . . . . .	50
7.3.2	Tg 121/6-R (YBCO, Rand) . . . . .	52
7.3.3	Diskussion der Ergebnisse . . . . .	54
7.4	Messungen an Zn-dotierten YBCO-Proben . . . . .	57
7.4.1	Tg 196/2-M (YBCO+Zn, Mitte) . . . . .	57
7.4.2	Tg 196/2-R (YBCO+Zn, Rand) . . . . .	60
7.4.3	Diskussion der Ergebnisse . . . . .	63
7.5	Messungen an mit Ag-versetzten YBCO-Proben . . . . .	66
7.5.1	Ag 844 (YBCO+Ag) . . . . .	66
7.5.2	Ag 851 (YBCO+Ag+Zn) . . . . .	67
7.5.3	Diskussion der Ergebnisse . . . . .	69
7.6	Gesamtvergleich der Ergebnisse . . . . .	71
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>73</b>
<b>9</b>	<b>Danksagung</b>	<b>75</b>

# 1 Einleitung

Supraleiter zeichnen sich durch einen Verlust des elektrischen Widerstandes und besondere magnetische Eigenschaften unterhalb einer kritischen Temperatur  $T_c$  aus. Einige supraleitende Massivmaterialien zeichnen sich insbesondere dadurch aus, dass sie in hohem Maße magnetischen Fluss verankern können. Diese Eigenschaft („Pinningeffekt“) lässt sich vorteilhaft zur Herstellung starker Dauermagnete nutzen.

Moderne Neodym-Eisen-Bor-Magnete besitzen ein Remanenzfeld von etwa 1,5 Tesla. Seit kurzem lassen sich viel stärkere Dauermagnete aus supraleitendem Massivmaterial herstellen [1]. Dabei handelt es sich um den bekannten Hochtemperatursupraleiter  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (kurz YBCO), dessen supraleitende Übergangstemperatur bei etwa 92 K liegt. Mit diesem Material konnten eingefrorene Remanenzfelder von 16 Tesla bei 24 K und 1,2 Tesla bei 77 K erreicht werden [2]. Damit sind die supraleitenden Dauermagnete bei tiefen Temperaturen den üblichen ferromagnetischen weit überlegen. Für viele Anwendungen sind YBCO-Magnete prädestiniert, z.B. für berührungsfreie Magnetlager, supraleitende Motoren, lineare Transportsysteme also überall wo hohe Levitationskräfte von Bedeutung sind. Mit einem eingefrorenen Feld von etwa 11 T ließe sich ein Levitationsdruck von  $5000 \text{ N/cm}^2$  erzielen. Dies ist zwei Größenordnungen über dem mit herkömmlichen Magneten erreichbaren Druck.

Die Eigenschaften supraleitender Dauermagnete werden vor allem durch zwei Größen bestimmt. Erstens durch eine optimierte Defektstruktur zur Verankerung des magnetischen Flusses und zweitens durch die verfügbare geometrische Größe des supraleitenden Materials in der die supraleitenden Dauerströme fließen können. Der Hochtemperatursupraleiter YBCO lässt sich als massive zylindrische Probe mit bis zu 10 cm Durchmesser herstellen [1]. Eine weitere wichtige Eigenschaft ist die mechanische Festigkeit des Massivmaterials. Durch eine inhomogene Feldverteilung werden enorme Zugspannungen induziert die unter Umständen zur Beschädigung des Massivmaterials führen können.

Wie wichtig die Erforschung der Supraleitung ist, zeigt die Tatsache, dass erst kürzlich für das Jahr 2003 der Physik-Nobelpreis wieder für Arbeiten aus diesem Forschungsgebiet verliehen wurde [3]. Gewürdigt wurden damit unter anderem frühere, heute noch entscheidende Arbeiten von Alexei A. Abrikosov über die Theorie des Flussliniengitters in Supraleitern 2. Art. Zu den Supraleitern 2. Art gehören insbesondere auch die heutigen Hochtemperatursupraleiter. Abrikosov hat in seinen Arbeiten am Anfang der 50-er Jahre den Begriff Supraleiter 2. Art

eingeführt und das später nach ihm benannte Abrikosovsche Flussliniengitter vorausgesagt [4].

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war die Untersuchung der Flusslinienverankerung (Pinning). Ausgehend von Vorgängerarbeiten [5],[6],[7],[8], wurden in dieser Arbeit magnetoakustische Messungen sowohl an reinen als auch an hinsichtlich des Pinnings unterschiedlich optimierten YBCO-Proben durchgeführt. Anhand der Messungen wurden die Depinningtemperaturen und daraus die Aktivierungsenergien der Flusslinienbewegung bestimmt. In der Arbeitsgruppe wurden darüber hinaus an den selben YBCO-Proben umfangreiche Magnetostruktionsmessungen (C. Cura) und Magnetisierungsmessungen (R. Schubert) durchgeführt [9],[10],[11].

Die gemessenen YBCO-Proben wurden am Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung (IFW) in Dresden hergestellt. Dabei handelt es sich um *c*-Achsen-texturierte kristalline Proben  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . An dieser Stelle gilt mein Dank Dr. G. Fuchs (Abt. Supraleitung und Magnetismus) und Prof. G. Krabbes (Abt. Festkörperchemie) für die freundliche Überlassung der entsprechenden Proben.

Teilergebnisse dieser Arbeit wurden bereits auf nationalen und internationalen Konferenzen vorgestellt: Frühjahrstagung des Arbeitskreises Festkörperphysik bei der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, 11.-15. März 2002 in Regensburg [12] und 24.-28. März 2003 in Dresden [13]; 13<sup>th</sup> International Conference on Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Solids (ICIFUAS), 8.-12. Juli 2002, Bilbao, Spanien [14].

## 2 Experimentelles

In diesem Kapitel werden nach einer kurzen Einführung in die Grundlagen des Ultraschalls die in dieser Arbeit verwendeten Messmethoden und Messapparaturen beschrieben.

### 2.1 Grundlagen zum Ultraschall

Unter Ultraschall versteht man im allgemeinen elastische Wellen, deren Frequenzen oberhalb der menschlichen Hörschwelle liegen. Diese Schwelle liegt bei etwa 15..20 kHz und der Frequenzbereich erstreckt sich bis zu Werten von  $10^{10}$ .. $10^{11}$  Hz. Je nach Wellenlänge reagiert Ultraschall auf die Struktur des Ausbreitungsmediums und eignet sich daher gut zur Untersuchung dessen Struktur. Die in dieser Arbeit durchgeführten Ultraschallmessungen wurden bei Ultraschallfrequenzen von etwa 10 MHz durchgeführt. Bei typischen Ultraschallgeschwindigkeiten von etwa 2500 m/s ergibt sich damit eine Wellenlänge von 250  $\mu\text{m}$ .

Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird aus Gründen der Einfachheit oft der Begriff „Schall“ anstatt „Ultraschall“ benutzt, dabei ist aber grundsätzlich immer „Ultraschall“ gemeint.

#### 2.1.1 Erzeugung und Nachweis von Ultraschall

Es gibt eine Vielzahl unterschiedlicher Verfahren der Ultraschallerzeugung: mechanische, elektromechanische, thermische oder optische Energieumwandlungsprozesse. Hinsichtlich der Anwendungsbreite haben die elektromechanischen Prozesse mittels piezoelektrischen Effekts die größte Bedeutung erlangt. Im mittleren Megahertzbereich und Höchsthfrequenzbereich gewinnen jedoch die optischen und thermischen Verfahren zunehmend an Bedeutung.

Ein piezoelektrischer Wandler (Transducer) besteht im einfachsten Fall aus einem piezoelektrischen Material wie Quarz ( $\text{SiO}_2$ ) oder Lithiumniobat ( $\text{LiNbO}_3$ ) geeigneter Orientierung. Befindet sich ein „longitudinaler“ Transducer in einem elektrischen Wechselfeld, so ändert sich seine Dicke im Rhythmus des Wechselfeldes. Die Ausbreitungsrichtung  $\vec{k}$  der Welle ist identisch mit der Schwingungsrichtung  $\vec{u}$  der ausgelenkten Gitterbausteine, also  $\vec{k} \parallel \vec{u}$ . Im Gegensatz zu den longitudinalen Ultraschallwellen gilt für die transversalen die Beziehung  $\vec{k} \perp \vec{u}$ , d.h. in diesem Fall findet eine Scherung statt. Dies wird durch einen entsprechenden



Schnitt des piezoelektrischen Kristalls erreicht. Für die Messungen in dieser Arbeit wurden scheibenförmige  $LiNbO_3$ -Transducer mit einem  $36^\circ$  Y-Schnitt für die longitudinalen und  $41^\circ$  X-Schnitt für die transversalen Schallwellen verwendet. Sie haben ein Durchmesser von 3,18 mm und eine Dicke von 0,21 mm. Die Grundfrequenz liegt bei 10 MHz. Die neueren  $LiNbO_3$ -Transducer bieten gegenüber denen aus Quarz einen deutlich höheren elektromechanischen Wandlungsfaktor. Der piezoelektrische Effekt ist umkehrbar und kann somit auch zur Rückwandlung der mechanischen Wechselbewegung in eine elektrische Größe verwendet werden.

### 2.1.2 Ankopplung der Wandler

Eine Schallwelle sollte möglichst effektiv in die zu untersuchende Probe „hineinzubringen“ sein. Das Eindringen von Ultraschall in Flüssigkeiten und Gase ist relativ unkompliziert, da das Medium mit dem Wandler unmittelbaren Kontakt hat. Schwieriger ist das Hineinbringen der Schallwelle in feste Körper. Bei festen Körpern können z.B. die Oberflächenform und die Rauigkeit der Oberflächen stören. Diese „Störungen“ müssen in jedem Fall beseitigt werden, für Präzisionsmessungen müssen die Oberflächen nahezu optisch plan poliert werden. Bei festen Körpern wird der Wandler in den meisten Fällen mit Hilfe eines Koppelmediums an dem zu messenden Material angebracht (angekoppelt). Dabei kommt der Dicke und der Homogenität dieser Schicht eine besondere Bedeutung zu, denn eine zu dicke Koppelschicht kann zu unerwünschten Absorptionseffekten und eine inhomogene Schicht zu unerwünschten Streueffekten im Koppelmedium selbst führen. Oft interessiert man sich für die Temperaturabhängigkeit der Messgrößen. Dies setzt Koppelmedium voraus, die über möglichst weite Temperaturbereiche stabile akustische und mechanische Eigenschaften behalten. Für die Ankopplung der Wandler gibt es viele Mittel, wie z.B. Öle, Fette und Epoxidharze. Die richtige Wahl des Koppelmittels beruht meist auf Erfahrungswerten. Im Laufe vieler Ultraschallmessungen bei tiefen Temperaturen hat sich ein bei Zimmertemperatur zähflüssiges Polymer namens Thiokol gut bewährt. Beim Abkühlen wird dieses Koppelmittel sehr schnell fest und eignet sich somit sowohl für longitudinale als auch für transversale Ultraschallwellen.

### 2.1.3 Elastische Eigenschaften fester Körper

Die Anwendung von Ultraschall zur Untersuchung fester Körper dient der Charakterisierung ihrer mechanischen und elastischen Eigenschaften. Ultraschall erlaubt ein zerstörungsfreies Messen, da die Beträge der bei der Wellenausbreitung auftretenden Druck- und Zugkräfte sehr gering sind. Besonders einfach lassen sich der Scher- oder Gleitmodul  $G$  und der Kompressionsmodul  $K$  für isotrope (polykristalline) Stoffe bestimmen. Für eine reine Scherung

gilt der einfache Zusammenhang:

$$G = \rho_m \cdot v_T^2 \quad (2.1)$$

Aus den Wellengleichungen in einem isotropen und homogenen Festkörper ergeben sich mit Hilfe der Laméschen Konstanten  $\mu$  und  $\lambda$  für die Schallgeschwindigkeiten [15]:

$$v_L = \sqrt{\frac{2\mu + \lambda}{\rho_m}} \quad \text{bzw.} \quad v_T = \sqrt{\frac{\mu}{\rho_m}} \quad (2.2)$$

Aus dem Hookeschen Gesetz für die allseitige Kompression ergibt sich für den Kompressionsmodul  $K$ :

$$K = \lambda + \frac{2}{3}\mu \quad (2.3)$$

Da  $\mu$  mit dem Schermodul  $G$  identisch ist, folgt für den Kompressionsmodul:

$$K = \rho_m \cdot v_L^2 - \frac{4}{3}G \quad (2.4)$$

Die Laméschen Konstanten lassen sich durch die in der Technik üblichen Elastizitätszahlen  $E$  (Youngscher Elastizitätsmodul) und  $\nu$  (Poissonzahl) ausdrücken:

$$\mu = G = \frac{1}{2} \frac{E}{1 + \nu} \quad \text{bzw.} \quad \lambda = \frac{\nu E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (2.5)$$

Aus den obigen Formeln folgt für das Verhältnis der Schallgeschwindigkeiten:

$$\frac{v_L}{v_T} = \sqrt{\frac{2(1 - \nu)}{1 - 2\nu}} \quad (2.6)$$

Die elastischen Konstanten fester Stoffe können also aus ihren Schallgeschwindigkeiten bestimmt werden. Diese können je nach Messverfahren mit relativ hoher Genauigkeit gemessen werden (mehr dazu im Abschnitt 2.2.2), so dass akustische Messungen heute zu den Standardverfahren zur Ermittlung der elastischen Eigenschaften zählen.

Oft hat man es mit anisotropen Stoffen zu tun. In solchen Fällen muss man je nach Kristallstruktur (kubisch, rhombisch, tetragonal usw...) differenzieren, da die elastischen Konstanten (wie auch viele andere physikalische Eigenschaften) orientierungsabhängig sind. Das verallgemeinerte Hookesche Gesetz nimmt dann die Form einer Tensorgleichung an mit 36 unterschiedlichen Elastizitätskonstanten [16]. Die aus Ultraschallmessungen direkt bestimm-  
baren linearen elastischen Konstanten<sup>1</sup>  $D_{ij}$  sind definiert als Koeffizienten im Hookeschen Gesetz  $T_i = D_{ij} \cdot S_j$  (Summierung über doppelte Indizes), wo  $T_i$  die mechanische Spannung

---

<sup>1</sup>In der Kristallographie werden die elastischen Konstanten üblicherweise mit  $C_{ij}$  bezeichnet. Um jedoch später ein Verwechseln mit den elastischen Konstanten  $C_{ij}$  des Flussliniengitters zu vermeiden, wird hier die Schreibweise mit  $D_{ij}$  bevorzugt.

und  $S_j$  die mechanische Deformation bedeuten [17]. In der Elastizitätslehre wird gezeigt, dass der Elastizitätstensor symmetrisch ist und 21 unabhängige Konstanten enthält. Die Kristallsymmetrie führt dazu, dass die Anzahl der von Null verschiedenen Elementen je nach Kristallstruktur geringer wird und somit die Anzahl der unabhängigen Konstanten abnimmt. So gibt es z.B. in einer kubischen Kristallstruktur wie Eisen drei voneinander unabhängige elastische Konstanten ( $D_{11}, D_{12}, D_{44}$ ). Die Moduli  $\rho_m v_s^2$  sind Linearkombinationen dieser elastischen Konstanten.

Die elastischen Eigenschaften fester Körper können von äußeren Einflüssen wie Druck, Temperatur, Magnetfeld usw. beeinflusst werden. Gerade diese Abhängigkeiten interessieren häufig den Anwender dieser Materialien. Wegen der Ankopplung einer Schallwelle an das Kristallgitter können dessen Struktur und dessen Veränderungen in Abhängigkeit von z.B. Temperatur bestimmt werden. Mit Messungen der Schalldämpfung und der Schallgeschwindigkeit können grundlegende Eigenschaften von Supraleitern untersucht werden, wie z.B. die Energielücke in der elektronischen Zustandsdichte des Supraleiters [5].

## 2.2 Messapparatur

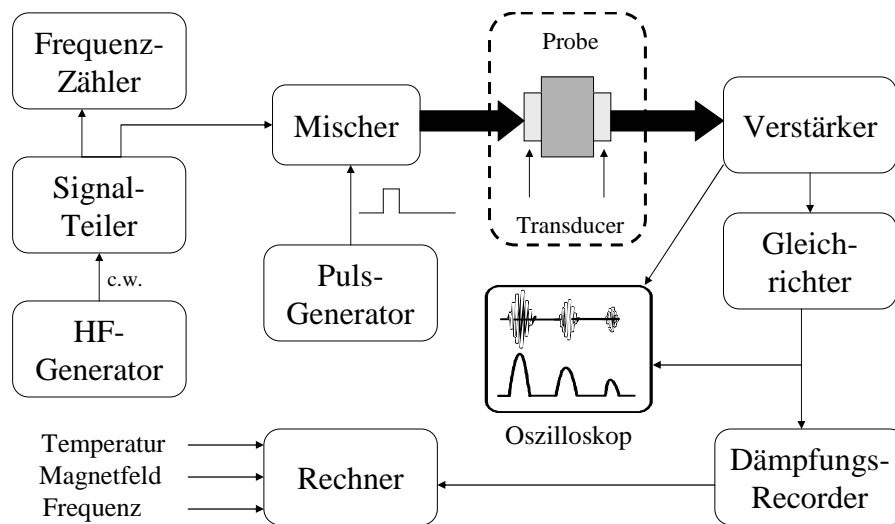
Ein wichtiger Teil dieser Arbeit bestand auch darin, die bereits vorhandene Ultraschallmessanlage [5] zu erweitern und mit neuen Komponenten zu ergänzen. So wurde der Temperaturregelkreis neu aufgebaut und mit einer neuen software-gestützten PID-Regelung ausgestattet. Eine weitere Änderung gegenüber dem in [5] beschriebenen Aufbau erfuhr die Messanlage zur Bestimmung der relativen Schallgeschwindigkeitsänderung mit Hilfe des Phasen-Vergleichs-Verfahrens.

### 2.2.1 Messung der Ultraschalldämpfung:

#### Impuls-Echo-Verfahren

Zu den bekanntesten und in dieser Arbeit auch verwendeten Messverfahren zählt das Impuls-Echo-Verfahren.

Ausgangspunkt des Messprinzips ist die Erzeugung eines Ultraschallpulses mit Hilfe eines piezoelektrischen Transducers. Wie aus der Abbildung 2.1 ersichtlich ist, wird dafür zuerst ein kontinuierliches Hochfrequenzsignal mit einem HF-Generator erzeugt. Multipliziert man dieses in einem Mischer mit einem Rechteckpuls, so entsteht eine HF-Pulsfolge, die nach Verstärkung dem Sendetransducer zugeführt wird. Die dadurch erzeugte Schallwelle durchläuft die Probe und wird auf der Empfangsseite mit dem dort angebrachten Empfangstransducer teilweise als zurückverwandertes elektrisches Signal ausgekoppelt. Da der Energieverlust der



**Abb. 2.1:** Vereinfachtes Blockschaltbild des Impuls-Echo-Verfahrens.

Schallwelle infolge der Auskopplung vernachlässigbar ist, wird sie zum größten Teil in die Probe zurückreflektiert. Der Wellenzug läuft so lange zwischen den planparallelen Seiten der Probe hin und her, bis er auf Grund der Dämpfung vollständig abgeklungen ist. Danach wird erneut eine Schallwelle erzeugt und der Vorgang wiederholt sich periodisch.

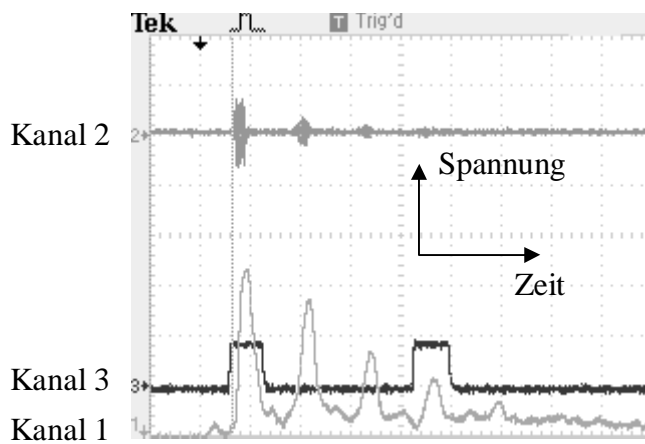
Der ausgekoppelte Anteil der Schallwelle wird einem Verstärker zugeführt. Danach erfolgt eine Gleichrichtung. Die so erzeugte Spannung wird dann einem Dämpfungsrecorder zugeführt. Dieser bestimmt die Dämpfung  $\alpha$  zwischen zwei frei selektierbaren Pulsen (Spannungen) gemäß:

$$\alpha = 10 \cdot \log \frac{I_n}{I_{n+i}} = 20 \cdot \log \frac{U_n}{U_{n+i}} \text{ [dB] mit } i, n = 1, 2, 3... \quad (2.7)$$

Dabei bedeutet  $I$  die Schallintensität und  $U$  die Pulshöhe. Sowohl das verstärkte als auch das gleichgerichtete Signal werden für eine optische Kontrolle mit einem Oszilloskop sichtbar gemacht. Eine typische Abbildung des Oszilloskopbildschirms ist in Abbildung 2.2 dargestellt. Zu sehen sind dort auf Kanal 2 das ausgekoppelte und verstärkte Wechselsignal, auf Kanal 1 das gleichgerichtete Signal (die Einhüllende) des Kanals 2 und auf Kanal 3 die selektierten Pulse des Dämpfungsrecorders. Wie weiterhin aus Abb. 2.2 ersichtlich ist, sind im dargestellten Fall die Pulse 1 und 4 ausgewählt. Puls 1 repräsentiert das durchgehende Signal, die nachfolgenden Pulse sind die Echos. Da gemäß dieser Auswahl die sechsfache Probenlänge  $L$  durchgeschallt wird, ergibt sich für die normierte Dämpfung:

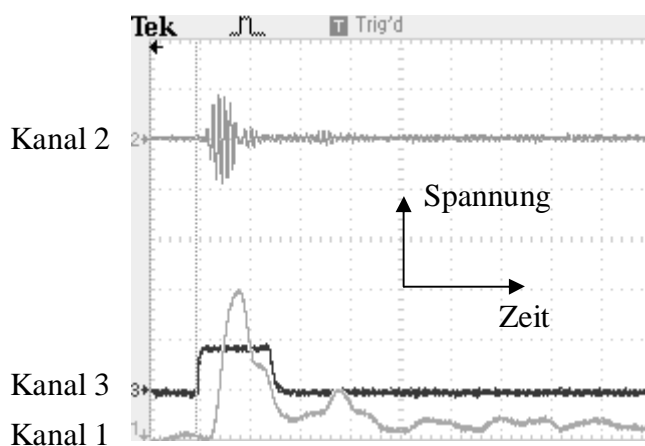
$$\alpha = \frac{20}{6 \cdot L[\text{cm}]} \cdot \log \frac{U_1}{U_4} \text{ [dB/cm]} \quad (2.8)$$

Im obigen Beispiel erfolgte die Messung mit Hilfe zweier selektierter Peaks. Diese Einstellung wird daher auch als „Double-Echo-Mode“ bezeichnet. Oft ist es aber so, dass z.B. aufgrund



**Abb. 2.2:** Signalfolge bei der Dämpfungsmessung mit mehreren Peaks. Hardcopy des Oszilloskops.

hoher Dämpfung nur die durchgehende Schallwelle für Messungen zur Verfügung steht. Für diesen Fall ist der Dämpfungsrecorder auch geeignet. Im „Single-Echo-Mode“ wird durch eine entsprechende Schaltung im Gerät die Dämpfung bezüglich einer geräteinternen Referenzspannung bestimmt. Ein typisches Abbild des Oszilloskopbildschirms in diesem Fall ist in Abbildung 2.3 dargestellt.

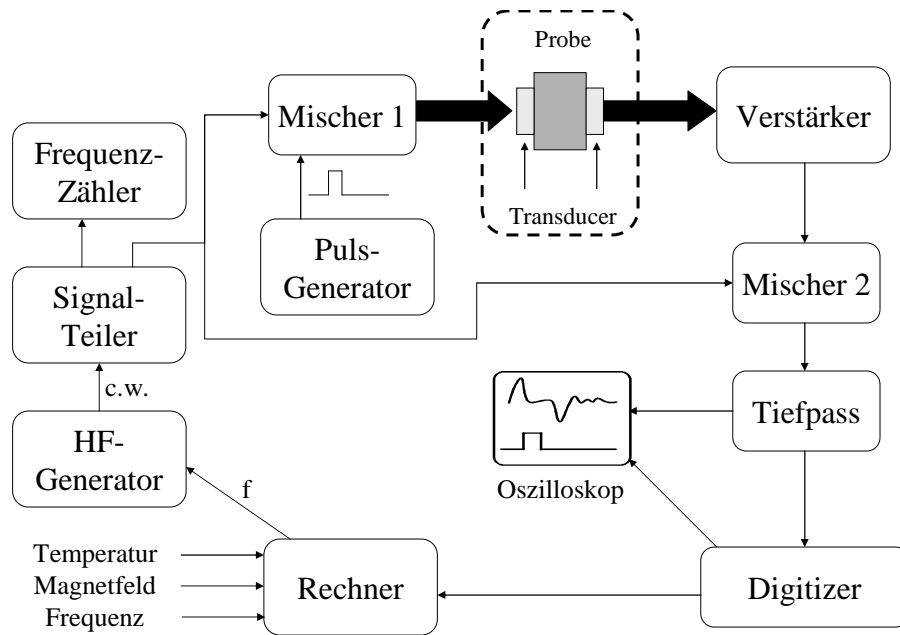


**Abb. 2.3:** Signal bei der Dämpfungsmessung mit nur einem Peak. Hardcopy des Oszilloskops.

### 2.2.2 Messung der relativen Schallgeschwindigkeitsänderung: Phasen-Vergleichs-Verfahren

Bei der Bestimmung der Schallgeschwindigkeit unterscheidet man zwischen Messverfahren, die die Schallgeschwindigkeit absolut oder relativ bestimmen. Zu den bekanntesten für die Bestimmung der absoluten Schallgeschwindigkeit zählen

- das Laufzeitverfahren,
- das Verfahren nach Papadakis (Pulse-Echo-Overlap),
- das Impuls-Echo-Verfahren nach McSkimin.



**Abb. 2.4:** Blockschaltbild des Phasen-Vergleichs-Verfahrens.

Bei der einfachsten dieser Methoden, dem Laufzeitverfahren, wird die Laufzeit  $t$  eines Schallpulses gemessen, die er für die Probenlänge  $L$  benötigt. Die Genauigkeit dieser Methode ist nicht sehr hoch, der relative Fehler bewegt sich etwa in dem Bereich  $10^{-2}$ .

Das Phasen-Vergleichs-Verfahren ist eine Methode zur Messung der relativen Schallgeschwindigkeitsänderung mit hoher Präzision, je nach Aufwand für die Messelektronik und Beschaffenheit der zu messenden Probe. Man erreicht relative Genauigkeiten in der Größenordnung von  $10^{-4}$  bis  $10^{-6}$ . Da bei allen durchgeführten Messungen der relativen Schallgeschwindigkeitsänderung dieses Verfahren Anwendung fand, folgt hier eine genaue Beschreibung des Messprinzips.

Wie aus Abbildung 2.4 ersichtlich, ist der Aufbau der Messanordnung mit dem aus dem Impuls-Echo-Verfahren größtenteils identisch. Unterschiede gibt es auf der Empfangsseite, d.h. in der Signalverarbeitung nachdem ein Ultraschallpuls die Probe durchlaufen hat. Zusätzlich findet man beim Phasen-Vergleichs-Verfahren einen zweiten Mischer. Dieser nimmt eine Mischung des kontinuierlichen HF-Signals  $A_{cw}$  mit dem durch die Probe durchgegangenen Puls  $A_p$  vor. Diese beiden Signale lassen sich mathematisch wie folgt beschreiben:

$$A_{cw} = A_1 \cdot \sin(\omega t) \quad (2.9)$$

$$A_p = A_2 \cdot \sin(\omega t + \varphi) \quad (2.10)$$

Dabei gilt  $\omega = 2\pi f$  und  $f$  ist die Frequenz der Schallwelle.  $\varphi$  bezeichnet die durch die Laufzeit entstandene Phasenverschiebung. Durch Multiplikation im Mischer ergibt sich das

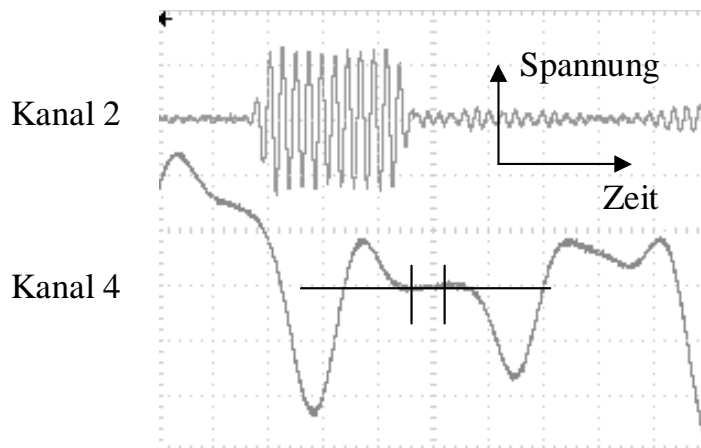
gemischte Signal zu:

$$A_{out} = A_{cw} \cdot A_p = A_1 \cdot A_2 \cdot \frac{1}{2} [\cos(\varphi) - \cos(2\omega t + \varphi)]. \quad (2.11)$$

Im nachfolgenden Tiefpass wird der frequenzabhängige Anteil ausgefiltert, so dass dem Digitizer ein Signal der Form

$$A_{digi} \propto \cos(\varphi) \quad (2.12)$$

zugeführt wird. Die Form dieser Spannung ist in Abbildung 2.5 auf Kanal 4 dargestellt. Der Digitizer bestimmt im Zeitfenster des Schallpulses die Spannung  $A_{digi}$ . Dieser Bereich ist in Abbildung 2.5 ebenfalls gekennzeichnet. Die so bestimmte Spannung wird zu Null, wenn die Phase auf  $\varphi = \pi/2$  eingestellt wird. Da bei einer Temperatur- oder Magnetfeldänderung die Phase der Schallwelle infolge der Geschwindigkeitsänderung sich ebenfalls ändert, wird im Rechner die Frequenz der erzeugten Schallwelle soweit leicht verändert, dass die Phase bei  $\pi/2$  bleibt. Mit der Regelung der Frequenz wird also eine konstant bleibende Phasenlage erreicht. Damit ist der Regelkreis geschlossen. Im in [5] verwendeten Aufbau wurde die Spannung für die Frequenzregelung mit Hilfe eines Boxcar-Averagers bestimmt und dem analogen Regeleingang des Frequenzgenerators zugeführt. Der erweiterte Aufbau mit dem Digitizer bietet eine wesentlich bessere Abstimmung und Kontrolle des Regelkreises.



**Abb. 2.5:** Abbild des Oszilloskopes bei der Regelung der Phase. Zusätzlich gekennzeichnet ist die Lage der Nullspannung und ihr Regelbereich.

Die Phasenverschiebung  $\varphi$  lässt sich darstellen als:

$$\varphi = \omega \cdot t = 2\pi f \cdot \frac{l}{v}. \quad (2.13)$$

Mit der Randbedingung der Regelung  $d\varphi = 0$  und der Annahme, dass die thermische Längenänderung  $\Delta l$  der Probe vernachlässigbar ist, ergibt sich für die Schallgeschwindigkeitsänderung:

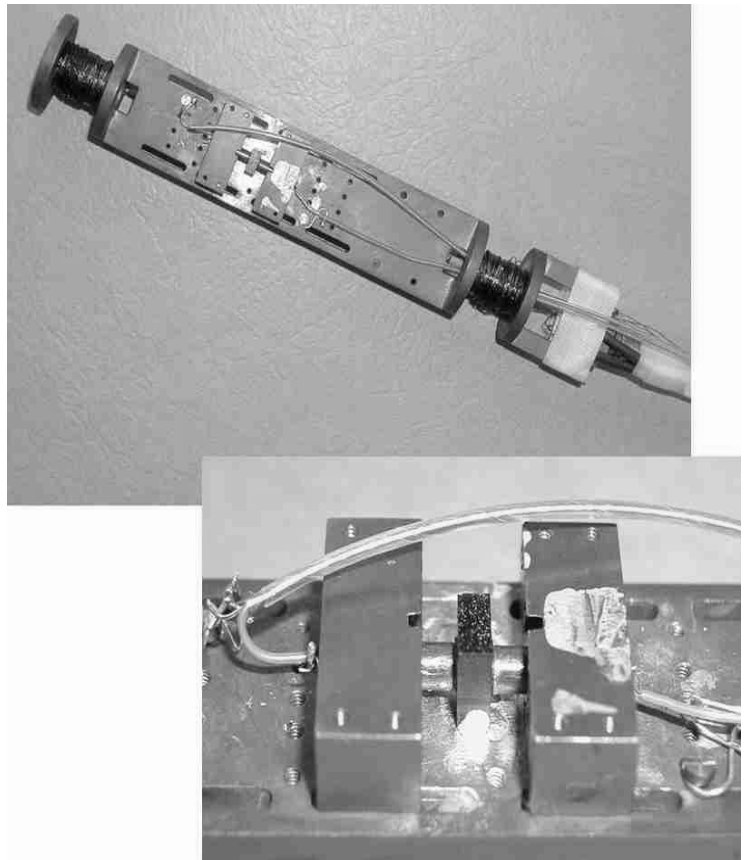
$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{\Delta f}{f}. \quad (2.14)$$

Damit ist die Bestimmung der relativen Schallgeschwindigkeitsänderung auf eine Frequenzmessung zurückgeführt. Da die Frequenz mit hoher Genauigkeit gemessen werden kann, rea-

giert das Phasen-Vergleichs-Verfahren sehr empfindlich auf kleinste Änderungen der Schallgeschwindigkeit.

## 2.3 Probenhalter und Kryostat

Der Probenhalter besteht aus einem etwa 1 m langen Stab, an dessen unterem Ende der Probenhalterkopf und am oberen die elektrischen Zuführungen angebracht sind. Die Länge des Stabes ist variabel und muss für die Messungen so eingestellt werden, dass die auf dem Probenhalterkopf eingebaute Probe sich genau in der Mitte des supraleitenden Magneten befindet. Der Aufbau des Probenhalterkopfes ist aus Abbildung 2.6 ersichtlich. Die zu messende Probe wird zwischen zwei zylindrischen Kupferstempeln fest eingespannt. An den Stempeln sind die Koaxialkabel für die zu- und abgeführten Hochfrequenzsignale angebracht. Die Transducer befinden sich zwischen Probe und Stempel.

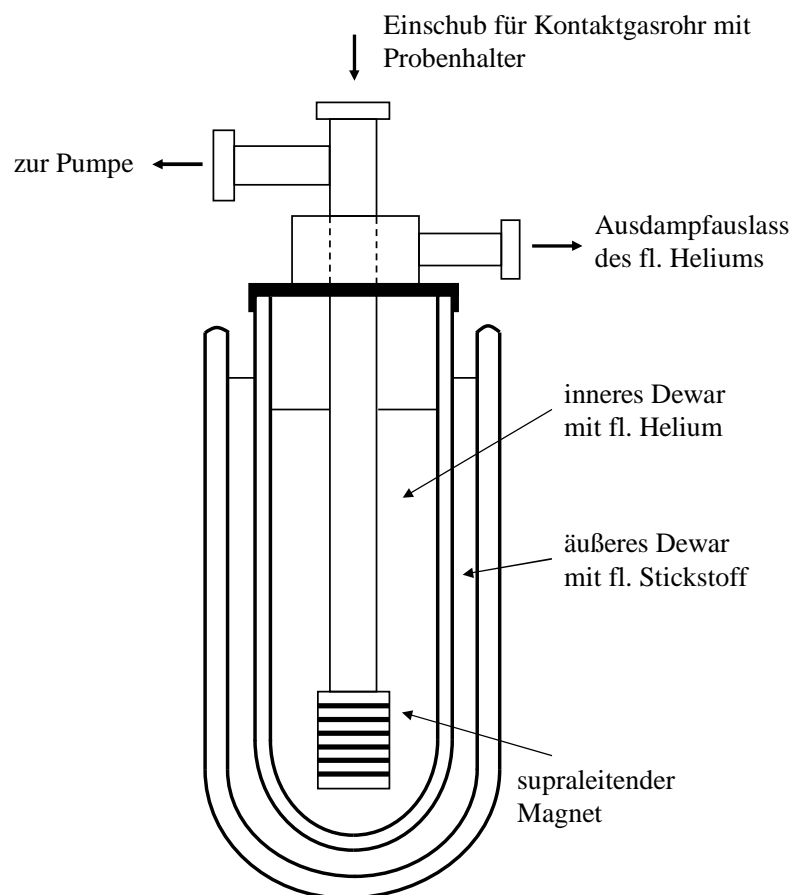


**Abb. 2.6:** Probenhalter nach [8], hier mit eingebauter YBCO-Probe.

Auf der Unterseite des Probenhalterkopfes, in Abbildung 2.6 nicht sichtbar, befindet sich ein Widerstands-Temperatursensor des Typs Cernox der Firma LakeShore Cryotronics. Der Sensor hat einen Messbereich von Zimmertemperatur bis hinunter zu etwa 1,5 K und bietet den Vorteil einer vernachlässigbar kleinen Magnetfeldabhängigkeit des Widerstandes. Oberhalb und unterhalb der Probe sind elektrische Heizwicklungen angebracht. Dadurch wird eine Temperaturregelung der eingebauten Probe ermöglicht. Die Wicklungen der Heizung sind



symmetrisch auf beiden Seiten angebracht um ein möglichst homogenes Temperaturprofil zu gewährleisten. Der komplette Probenhalter befindet sich in einem Kontaktgasrohr. Das darin befindliche Heliumgas sorgt sowohl für eine homogene Temperaturverteilung auf dem Probenhalterkopf als auch für die Ankopplung an das Kältereservoir des Kryostaten. Für Messungen wird das Kontaktgasrohr in das innere Rohr des Kryostaten eingeschoben, das sich in direktem Kontakt mit dem flüssigen Helium befindet (siehe Abbildung 2.7). Zwischen dem Kontaktgasrohr und dem Kryostatenrohr strömt Heliumgas durch. Mit einer Turbomolekularpumpe und einem entsprechend angesteuerten Ventil kann der Druck des Heliumgases reguliert werden und damit auch die Ankopplung des Kontaktgasrohres mit der eingebauten Probe an das Kältereservoir.



**Abb. 2.7:** Prinzipaufbau des Kryostaten. Nicht eingezeichnet sind die elektrischen Zuführungen zum Magneten.

Ebenso im flüssigen Heliumbad des Kryostatendewars befindet sich der supraleitende Magnet, mit dessen Hilfe ein Magnetfeld von maximal 6 T erzeugt werden kann. Wurde durch eine externe Stromquelle ein gewünschtes Magnetfeld aufgebaut, so bleibt dieses durch den Betrieb des Magneten mit einem supraleitenden Kurzschlusschalter auch ohne externe Stromzufuhr durch die supraleitende Eigenschaft des Magneten erhalten. Voraussetzung dafür ist jedoch, dass die Kühlung des Magneten aufrecht erhalten wird. Bedingt durch ohmsche

Verluste in den elektrischen Zuführungen beim Auf- und Abbau des Magnetfeldes, die Ankopplung des Kontaktgasrohres und der Probe an das Kältereservoir und nicht zuletzt auch durch die natürliche Verdampfung aus dem Kryostaten muss in regelmäßigen Zeitabständen das flüssige Helium nachgefüllt werden. Um die Verluste durch die Wärmestrahlung von außen zu minimieren, befindet sich das mit dem Helium gefüllte innere Glasdewar in einem zweiten, mit flüssigem Stickstoff gefüllten äußeren Dewar. Dieses erfüllt die Rolle eines Wärmestrahlungsschildes.

Für einige Messungen stand ein weiterer Kryostat zur Verfügung. Dabei handelt es sich um ein superisoliertes Metalldewar, das aufgrund der guten Wärmeisolierung keine zusätzliche Abschirmung mit Hilfe von flüssigem Stickstoff braucht. In diesem Kryostaten ist ein supraleitender Magnet eingebaut, mit dem Magnetfelder von maximal 8 T erzeugt werden können. Damit ist es möglich gewesen einige der Messungen bis zu diesem maximalen Feld zu erweitern.

## 2.4 Datenverarbeitung

Bei den Messungen ist eine Vielzahl von Geräten zu koordinieren. Darüber hinaus müssen während der Messungen die Parameter einiger Geräte (z.B. für die Temperatursteuerung oder für die Frequenzregelung) kontinuierlich und in Echtzeit kontrolliert und geregelt werden. Um dies zu gewährleisten, ist der Großteil der Messgeräte über einen GPIB-Bus an einen PC angeschlossen. Im Zuge der Neustrukturierung der Messanlage wurde das komplette Steuerungs- und Messprogramm neu entwickelt und in der Programmiersprache Visual Basic neu konzipiert. Das Messprogramm hat nicht nur die Aufgabe die Geräte zu überwachen und zu steuern, sondern auch die letztlich wichtigen Messwerte kontinuierlich zu speichern. Die gespeicherten Messwerte werden danach mit dem Programm Origin der Firma OriginLab weiter verarbeitet, ausgewertet und optisch dargestellt.



---

## 3 Zur Supraleitung

In diesem Kapitel werden nach einer kurzen Einführung in die Supraleitung die wichtigsten Eigenschaften supraleitender Materialien skizziert. Einen besonderen Schwerpunkt des Kapitels bilden die Supraleiter 2. Art und deren Verhalten in einem Magnetfeld.

### 3.1 Zur Theorie der Supraleitung

Im Jahre 1908 gelang es Heike Kamerlingh Onnes Helium zu verflüssigen. Damit war ein neuer Temperaturbereich (bis hinunter zu etwa 1 K) in Richtung des absoluten Nullpunktes erschlossen. Er fing danach mit Untersuchungen des elektrischen Widerstandes von Metallen bei diesen tiefen Temperaturen an. Der Durchbruch gelang ihm 1911, als er nachweisen konnte, dass bei Quecksilber der elektrische Widerstand bei Temperaturen unterhalb von 4,2 K unmessbar klein wird. Dann dauerte es fast ein halbes Jahrhundert, bis eine Theorie entstanden war mit der man die Supraleitung wenigstens im Prinzip erklären konnte. Es waren Bardeen, Cooper und Schrieffer die 1957 eine atomistische Theorie der metallischen Supraleiter vorschlugen (heute allgemein bekannt als die BCS-Theorie [18]), die in der Lage war, viele der beobachteten Effekte quantitativ zu erklären.

Die Supraleitung blieb aber immer noch ein ausgesprochenes Tieftemperaturphänomen. Erst später, im Jahre 1986, also 75 Jahre nach der Entdeckung der Supraleitung, haben Bednorz und Müller einen Artikel publiziert [19] in dem die Hochtemperatursupraleitung für das oxidische Kuprat-System Ba-La-Cu-O vermutet wurde. Wenig später wurden Übergangstemperaturen von über 90 K im YBCO-System beobachtet. Bereits im Frühjahr 1988 wurde über neue Supraleiter in den Systemen Bi-Sr-Ca-Cu-O mit  $T_c$ -Werten bis 110 K und Tl-Ba-Ca-Cu-O mit  $T_c$ -Werten über 120 K berichtet. Die bisher höchsten Übergangstemperaturen von 138 K wurden 1995 in einem Hg-Tl-Ba-Ca-Cu-O-System [20] erreicht. Dennoch bleibt das zur Zeit wohl am meisten untersuchte System das YBCO-System, da es in vielerlei Hinsicht für die Kupratsupraleiter Modellcharakter besitzt.

Obwohl in den letzten 10 Jahren auf dem Gebiet der Hochtemperatursupraleiter Fortschritte erzielt wurden, bleiben die Tieftemperatursupraleiter ein weiterhin interessantes und wichtiges Gebiet. Erst im Januar 2001 wurde eine eigentlich schon bekannte Substanz als Supra-

leiter wieder entdeckt: das Magnesiumdiborid ( $\text{MgB}_2$ ). Magnesiumdiborid wird bei etwa 40 K supraleitend und zählt somit zu den „Hochtemperatursupraleitern“ unter den Tieftemperatursupraleitern.

In der BCS-Theorie wird der supraleitende Zustand durch die Bindung zweier Elektronen zu einem Cooper-Paar erklärt. Dies geschieht, indem ein durch das Kristallgitter laufendes Elektron dieses lokal polarisiert und dadurch ein zweites an sich heranziehen kann. Über das Gitter besteht also eine indirekte Anziehung beider Elektronen. Die maximale Länge auf der diese Anziehung noch wirksam ist, heißt Kohärenzlänge ( $\xi_{Co}$ ) des Cooper-Paares. Sie ist abhängig von der mittleren freien Weglänge der Elektronen im normalleitenden Zustand und liegt typischerweise bei etwa 100 bis 1000 nm. Diese Kohärenzlänge kann auch als mittlere Ausdehnung eines Cooper-Paares gedeutet werden. Da der mittlere Abstand von zwei Leitungselektronen (einige  $10^{-1}$  nm) viel kleiner ausfällt, überlappen die Cooper-Paare sehr stark.

Quantenmechanisch lassen sich alle Cooper-Paare mit einer einzigen Wellenfunktion als eine Gesamtheit beschreiben. Die Kopplung zweier Elektronen zu einem Cooper-Paar setzt einen Teil der kinetischen Energie der Elektronen in Bindungsenergie um. Dadurch befinden sich Cooper-Paare in einem energetisch tieferen Zustand. Diese Energiedifferenz, Energielücke, ist zur Spaltung der Cooper-Paare notwendig und ist auf jeden Fall größer als jede durch Gitterstreuung vermittelbare Energie. Weil damit durch Gitterstreuung keine Energie verloren gehen kann, ist der Stromfluss in einem Supraleiter verlustfrei.

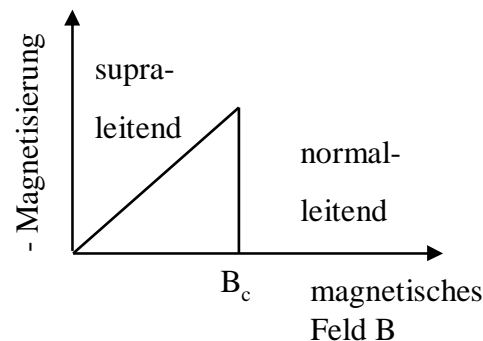
Die Bindung der Elektronen zu Cooper-Paaren ist ein dynamischer Prozess. Sie zerfallen und bilden sich ständig neu. Die Bindungsenergie beträgt dabei etwa  $10^{-3}$  eV, ist also deutlich kleiner als die Bindungsenergie der metallischen Bindung mit 1 bis 10 eV. In metallischen Supraleitern kann es erst dann zu einer Paarbildung kommen, wenn die thermische Energie des Gitters gegenüber dieser Bindungsenergie kleiner wird. Diese Bedingung ist erst unterhalb von etwa 40 K erfüllt. Die BCS-Theorie kann also nur auf metallische Supraleiter mit Sprungtemperaturen bis 40 K angewendet werden. Es bleibt immer noch offen, ob die BCS-Theorie die hohen  $T_c$ -Werte der Hochtemperatur-Supraleiter erklären kann. Sicher ist jedoch, dass auch bei diesen Supraleitern der Suprastrom von Cooper-Paaren gebildet wird.

## 3.2 Eigenschaften von Supraleitern

Die wohl bekannteste Eigenschaft eines supraleitenden Materials ist die Tatsache, dass unterhalb einer Übergangstemperatur  $T_c$  der elektrische Widerstand unter die experimentelle Nachweisgrenze fällt. Praktisch gesehen kann bei einem Abfall von über 14 Zehnerpotenzen mit einem Gleichstromwiderstand gleich Null gerechnet werden. Weitere interessante Eigenschaften ergeben sich, wenn ein Supraleiter sich in einem Magnetfeld befindet.

### 3.2.1 Supraleiter 1. Art

Befindet sich ein Supraleiter in einem äußeren Magnetfeld, so bricht bei hinreichend großem Magnetfeld, bei dem kritischen Magnetfeld  $B_c$ , die Supraleitung zusammen. Bei der thermodynamischen Beschreibung des supraleitenden Zustandes traten jedoch noch einige Schwierigkeiten auf, die erst 1933 durch die historischen Versuche von Meißner und Ochsenfeld [21] aufgelöst wurden. Ihre Versuche haben eine weitere wichtige „magnetische“ Eigenschaft ergeben, die heute als der Meißner-Ochsenfeld-Effekt bekannt ist. Demnach können Supraleiter ein Magnetfeld, das kleiner ist als das kritische Feld  $B_c$ , aus ihrem Inneren verdrängen. Der Supraleiter ist in diesem Fall ein idealer Diamagnet. In Wirklichkeit ist die Sache aber etwas komplizierter. Das äußere Magnetfeld dringt schon in die supraleitende Probe ein, allerdings nur in eine sehr dünne Oberflächenschicht. Diese ist die London'sche Eindringtiefe, typischerweise in der Größenordnung von wenigen 10 nm. Dies führt zu einem supraleitenden Stromfluss (Abschirmstrom) an der Oberfläche, der immer gerade so groß ist, dass die dadurch verursachte Magnetisierung das äußere Magnetfeld vollständig kompensiert. Allgemein nennt man Supraleiter mit diesem Verhalten (die zugehörige Magnetisierungskurve wird in Abbildung 3.1 gezeigt) Supraleiter 1. Art. Zu diesen Supraleitern gehören z.B. Al, Pb und Sn. Da bereits ein schwaches äußeres Magnetfeld (z.B. 10 mT bei Al, 30 mT bei Sn und 80 mT bei Pb) die Supraleitung zerstören kann, finden Supraleiter 1. Art in technischen Anwendungen wie im Spulenbau keine Verwendung.

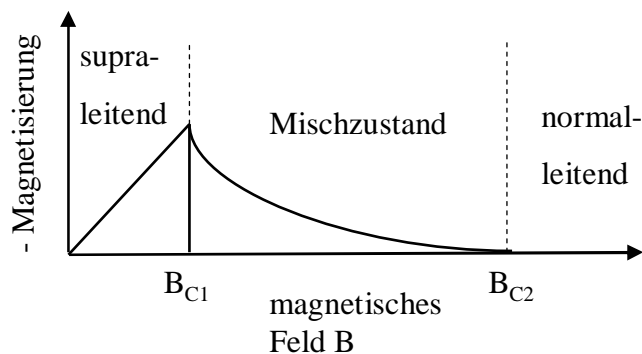


**Abb. 3.1:** Magnetisierungskurve eines Supraleiters 1. Art.

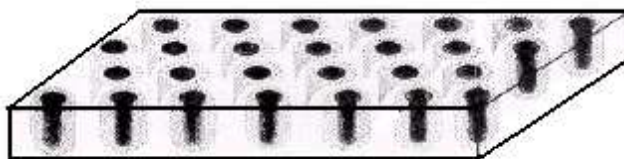
### 3.2.2 Supraleiter 2. Art

Eine weitere Gruppe von Supraleitern sind die Supraleiter 2. Art. Obwohl sie im Mechanismus der Supraleitung keinen Unterschied zu denen 1. Art vorweisen, verhalten sie sich in einem äußeren Magnetfeld jedoch anders.

Wie in Abbildung 3.2 gezeigt wird, verdrängt ein Supraleiter 2. Art ein äußeres Magnetfeld vollständig lediglich bis zu einem unteren kritischen Magnetfeld  $B_{c1}$ . Bis  $B_{c1}$  verhält sich



**Abb. 3.2:** Magnetisierungskurve eines Supraleiters 2. Art.

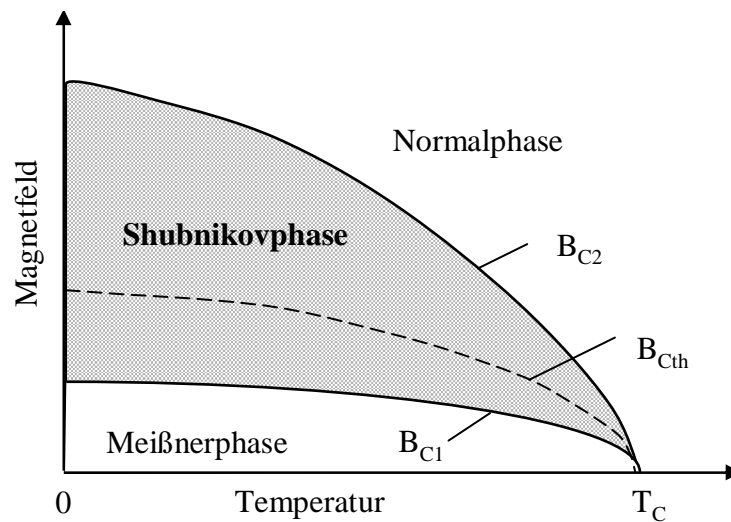


**Abb. 3.3:** Schematische Darstellung des Abrikosov-Gitters in der Shubnikov-Phase. Schwarz dargestellt sind die normalleitenden Kerne der Flussschläuche, die weißen Gebiete dazwischen sind supraleitende Gebiete. Bildquelle: [22].

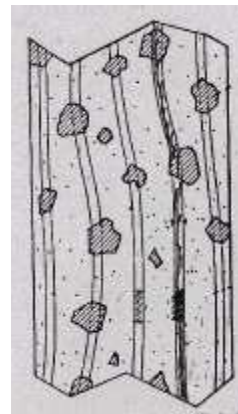
die Probe noch als Supraleiter 1. Art, dieser Zustand wird als Meißner-Phase bezeichnet. Oberhalb von diesem Wert wird das Magnetfeld nur teilweise verdrängt und obwohl sich ein Magnetfeld in der Probe befindet, bleibt sie supraleitend. Das Magnetfeld dringt in diesem Zustand in Form von Flussschläuchen, deren Kerne normalleitend sind, in die Probe ein. Dieser Zustand wird als Shubnikov-Phase oder auch als Mischzustand bezeichnet. In Abbildung 3.3 ist so ein Mischzustand dargestellt. Außerdem erkennt man in der Abbildung die für einen idealen Supraleiter typische Dreiecksverteilung der Flusslinien. Diese regelmäßige Anordnung der Flussschläuche wird als Abrikosov-Gitter bezeichnet.

Wird das äußere Magnetfeld weiter erhöht, so dringen immer mehr Flussschläuche in die Probe ein. Es kommt dann schließlich zu deren Überlappen und die Probe wird damit vollständig vom Magnetfeld durchgedrungen. Erst ab diesem Moment verliert die Probe die supraleitenden Eigenschaften und wird normalleitend. Das Feld bei diesem Phasenwechsel wird als oberes kritisches Feld  $B_{c_2}$  bezeichnet. Abbildung 3.4 zeigt ein vereinfachtes Phasendiagramm eines Supraleiters 2. Art. Zusätzlich eingezeichnet ist dort das thermodynamische kritische Magnetfeld  $B_{cth}$ . Diese Größe hat vor allem theoretische Bedeutung und kann als eine Art Mittelwert zwischen  $B_{c_1}$  und  $B_{c_2}$  angesehen werden.

Bei einem idealen Supraleiter 2. Art wird seine Magnetisierungskurve reversibel durchlaufen, weil die Flussschläuche beliebig leicht verschiebbar sind. Ist die Reversibilität nicht mehr gegeben, so wird der Supraleiter als realer Supraleiter bezeichnet.



**Abb. 3.4:** Einfaches Phasendiagramm eines Supraleiters 2. Art.



**Abb. 3.5:** Flussschläuche in einem harten Supraleiter. Haftzentren sind schraffiert dargestellt. Bildquelle: [22]

In der Praxis sind Supraleiter 2. Art immer reale Supraleiter. Dies liegt daran, dass in einer Probe immer Verunreinigungen, Fehlstellen, Fremdatome vorhanden sind. Dies führt dazu, dass an solchen Stellen die Flusslinien eine energetisch günstigere Lage finden, d.h. sie werden an diese bevorzugten Stellen „gebunden“ (siehe dazu Abb. 3.5). Dieser Vorgang heißt Flussverankerung oder auch Pinning. Die energetisch günstige Lage lässt sich dadurch erklären, dass der Volumenanteil  $V_s$  des Flussschlauches an der Pinningstelle eine Energieabsenkung erfährt, die sich ausdrücken lässt als

$$U = \frac{B_{cth}^2(T)}{2\mu_0} \cdot V_s(T). \quad (3.1)$$

Der Volumenanteil  $V_s(T)$  lässt sich mit Hilfe der Ginsburg-Landau-Kohärenzlänge  $\xi_{GL}$  abschätzen und es ergibt sich  $V_s(T) \propto F \cdot \xi_{GL}(T)$  mit  $F$  als die Fläche der betrachteten Grenzschicht. Thermodynamisch gesehen handelt es sich bei  $U$  um die Differenz der freien Enthalpien im gepinnten und nichtgepinnten Zustand. Diese Energieabsenkung  $U$  wird als Pinning-Energie bezeichnet.

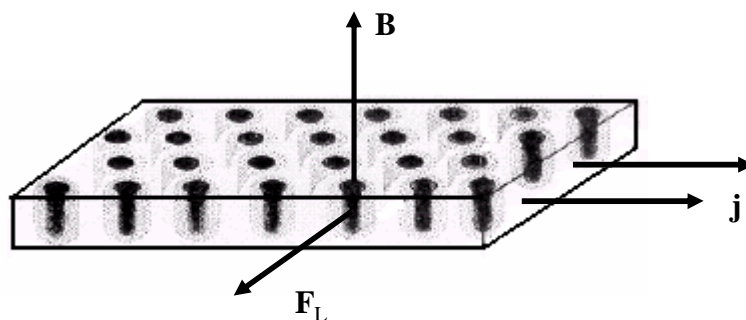


Je nachdem wie stark in einer Probe das Pinning auftritt, unterscheidet man zwischen weichen oder harten Supraleitern 2. Art. Somit sind die vom theoretischen Standpunkt her idealen Supraleiter für technische Anwendungen ungeeignet. Für technische Anwendungen, z.B. als Dauermagnete, bringt man bewusst besonders starke Pinning-Zentren in den Supraleiter. Dies wird z.B. durch Legierungen, Dotierung mit Fremdatomen, Fehlstellen in der Kristallstruktur oder auch durch das Einbringen von normalleitenden Ausscheidungen erreicht. Solche Hochfeld-Materialien, wie NbTi ( $T_c = 9,5$  K und  $B_{c_2}(0) = 12$  T) oder Nb<sub>3</sub>Sn ( $T_c = 18,5$  K und  $B_{c_2}(0) = 26$  T) haben sich für den Bau von supraleitenden Magneten gut bewährt.

### 3.2.3 Kritischer Strom eines Supraleiters

Mit dem kritischen Magnetfeld ist der kritische Strom eng verknüpft. Dabei geht es um die Fragestellung, wie groß die Stromtragfähigkeit des Supraleiters sein kann. Befindet sich eine supraleitende Probe in einem Magnetfeld, so existieren zwangsläufig Abschirmströme, die als Ringströme im Supraleiter auftreten. Erfolgt zusätzlich ein Stromtransport durch den Supraleiter, kommt ein weiterer Transportstrom hinzu. Insgesamt ergibt sich somit eine kritische Stromdichte zu der auch ein kritisches Feld gehört. Dabei ist es völlig gleichgültig, wie die Stromdichte zustandekommt, d.h. ob die Stromdichte zu den Abschirmströmen oder zu einem Transportstrom gehört.

Im folgenden soll diskutiert werden, wie sich ein stromdurchflossener Supraleiter in einem Magnetfeld verhält. Dazu wird Abbildung 3.3 mit der Stromdichte  $j$  erweitert. Fließt ein Transportstrom der Dichte  $j$  durch den Supraleiter, tritt eine Lorentzkraft  $F_L$  zwischen dem Strom und den Flussschläuchen auf (siehe Abb. 3.6), die versucht die Flussschläuche zu bewegen.



**Abb. 3.6:** Shubnikov-Phase mit Transportstromdichte  $j$ .

Bei einem idealen Supraleiter 2. Art werden die Flussschläuche ohne jeden Widerstand in Bewegung gesetzt. Die Bewegung der Flussschläuche durch den Supraleiter bedingt jedoch das Auftreten von Verlusten, d.h. die Flussschlauchbewegung ist ein dissipativer Prozess. Dabei

wird elektrische Energie in Wärme umgewandelt. Diese Energie kann nur dem Transportstrom entnommen werden. Dadurch entsteht an der Probe eine elektrische Spannung. Das bedeutet, sie hat einen endlichen elektrischen Widerstand bekommen. Ein idealer Supraleiter 2. Art eignet sich daher nicht für den widerstandslosen Stromtransport.

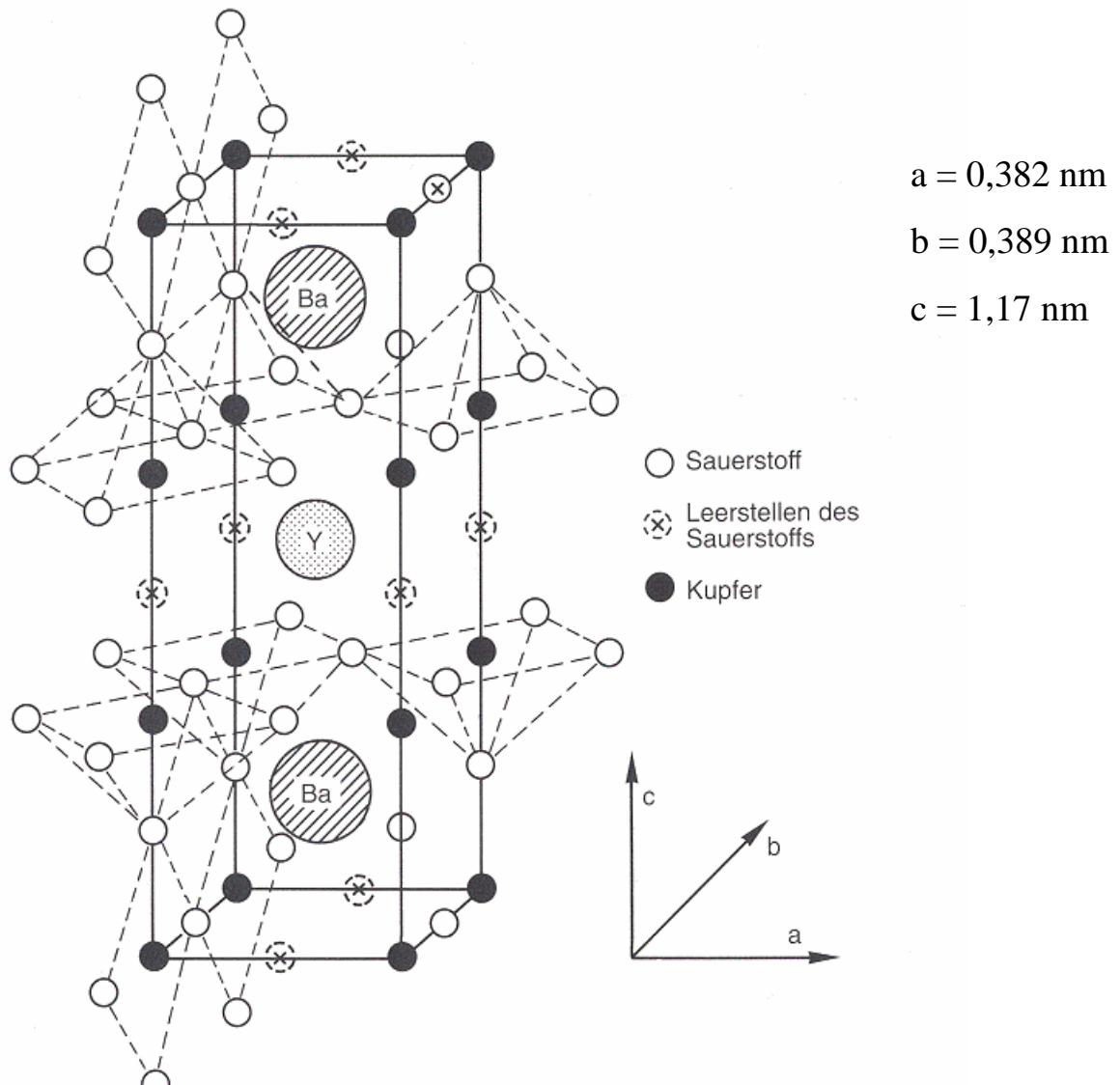
Bei einem realen Supraleiter 2. Art sind die Flussschäuche zunächst gepinnt, d.h. der Lorentzkraft steht ein gewisser Widerstand in Form der Haftkraft (Pinningkraft) entgegen. Solange die Lorentzkraft kleiner bleibt als die Haftkraft, können die Flussschläuche nicht wandern. Erst wenn die Stromdichte einen kritischen Wert übersteigt, wird die Lorentzkraft größer sein als die Haftkraft. Erst ab diesem Moment führt die eintretende Flussschlauchbewegung zu einem elektrischen Widerstand. Der kritische Strom ist also ein Maß für die Haftkraft. Besonders hohe kritische Ströme lassen sich in den schon bereits erwähnten harten Supraleitern erreichen.

### 3.3 Hochtemperatursupraleiter YBCO

Die bekannten Hochtemperatursupraleiter bestehen meist aus 4 oder nicht selten aus noch mehr unterschiedlichen Komponenten. Das markanteste Kennzeichen dieser Materialien ist deren perowskit-ähnliche geschichtete Struktur. Ein ganz typischer und bekannter Vertreter dieser Klasse von Supraleitern ist  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , dessen idealisierte Struktur in Abbildung 3.7 dargestellt ist. Aufgrund der stöchiometrischen Zusammensetzung der einzelnen Komponenten wird es oft auch als Y123 bezeichnet. Der maximale  $T_c$ -Wert von 93 K wird durch eine Sauerstoffkonfiguration mit  $\delta=0,07$  erreicht,  $\delta=0$  führt zu einer Überversorgung und zu einem niedrigerem  $T_c$ . Der HTSL  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  hat noch folgende charakteristischen Größen [23]: magnetische Eindringtiefe in ab-Achsen- und c-Achsen-Richtung 150 nm bzw. 800 nm, Ginsburg-Landau-Kohärenzlänge senkrecht und parallel zu den ab-Ebenen 1,6 nm bzw. 0,3 nm und die geschätzten oberen kritischen Felder für Magnetfelder senkrecht und parallel zu den ab-Ebenen 110 T bzw. 240 T.

Die kristalline Struktur des YBCO ist orthorhombisch und stark anisotrop (siehe Abb. 3.7). Die orthorhombische Phase entsteht während der Herstellung der Proben beim Abkühlen unterhalb von etwa 700°C aus einer tetragonalen Struktur. In der Abbildung sind die typischen Cu-O-Pyramiden eingezeichnet, deren Grundflächen die sogenannten Cu-O-Ebenen bilden. Die Supraleitung findet hauptsächlich in diesen Ebenen statt. Ferner befinden sich zwischen den Ebenen in b-Achsen-Richtung Cu-O-Cu-O-Ketten. In der a-Achsen-Richtung fehlt der Sauerstoff zwischen den Cu-Atomen.

Die reale Struktur von makroskopischen YBCO-Proben weist erhebliche Abweichungen von dieser Idealstruktur auf. Dies sind nicht nur kristallographische Defekte wie Versetzungen, Verzwilligungen, Korngrenzen oder Punktdefekte. Auch herstellungsbedingte Defektstruk-



**Abb. 3.7:** Kristallographische Struktur des  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  [22]

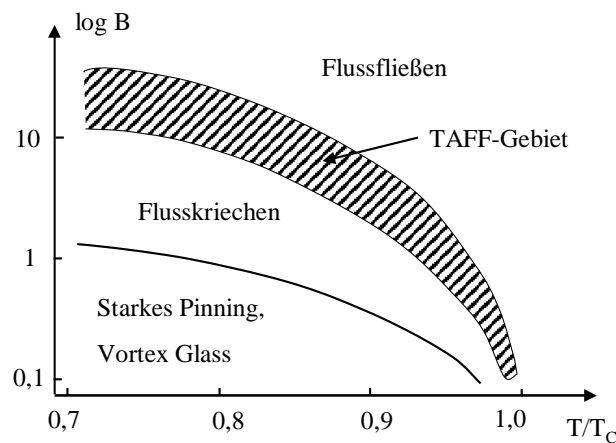
turen wie Mikro- und Makrorisse sind in den makroskopischen Proben zu finden. Gerade die letztgenannten Defekte machen Ultraschalluntersuchungen kompliziert. Die Behandlung dieser Problematik wird daher ein Schwerpunkt des Kapitels 6 über die Charakterisierung der hier gemessenen Proben sein.

## 4 Spezielle Eigenschaften der HTSL

In diesem Kapitel werden Eigenschaften und Modelle vorgestellt, die für das Verständnis magnetoakustischer Messungen von Bedeutung sind. Dazu zählen vor allem das Modell der thermisch aktivierten Flusslinienbewegung (kurz TAFF : Thermally Activated Flux Flow), der Magnetowiderstand und die elastischen Eigenschaften des gekoppelten Systems zwischen Kristallgitter (KG) und Flussliniengitter (FLG).

### 4.1 Pinning-Verhalten des Flussliniengitters

In der Abbildung 3.4 wurde bereits ein einfaches B-T-Phasendiagramm für Supraleiter 2. Art vorgestellt. Erweitert man dieses Phasendiagramm mit weiteren Zuständen die das FLG annehmen kann, so ergibt sich ein komplizierteres, siehe Abb. 4.1, aber immer noch stark vereinfachtes Phasendiagramm [24].



**Abb. 4.1:** B-T-Phasendiagramm eines HTSL mit dem typischen TAFF-Gebiet.

Ein wesentliches Merkmal der HTSL bilden die Depinninglinien. Diese befinden sich im TAFF-Gebiet (siehe Abb. 4.1). Die Verbreiterung dieses Bereiches hängt eng mit der Verbreiterung der Übergangskurven von Widerstand (Magnetowiderstand) und der Magnetisierung zusammen. Das Phasengebiet oberhalb des TAFF-Bereiches ist immer noch eine supraleitende Phase, die Flusslinien sind jedoch nicht mehr gepinnt. Dadurch können sie

sich frei bewegen. Diese freie Bewegung (auch Flussfließen genannt) wird lediglich durch die vorhandene Viskosität des FLG's gebremst. Außerdem beobachtet man in diesem Bereich eine reversible Magnetisierung. Nach oben hin ist dieser Bereich des Flussfließens durch die  $B_{c2}$ -Linie begrenzt. Unterhalb der Depinninglinien beobachtet man ein immer stärker werdendes irreversibles Verhalten. Da die Depinninglinien das Phasengebiet des Supraleiters in einen Bereich reversibler und irreversibler Magnetisierung aufteilen, werden sie oft auch als Irreversibilitätslinien bezeichnet.

Je nach Temperatur und Magnetfeld existieren noch weitere Phasenzustände des FLG's, die aber für die hier durchgeführten Messungen nicht weiter von Bedeutung sind.

Wird in einem Experiment das äußere Magnetfeld oberhalb von  $T_c$  angelegt und die zu untersuchende Probe erst dann unter  $T_c$  abgekühlt, also ein field-cooled-Prozess (FC) eingeleitet, so befindet sich das FLG in einem Gleichgewichtszustand. Dieser Gleichgewichtszustand ist eine wichtige Voraussetzung für die Anwendbarkeit des magnetoakustischen Experimentes. Wird dagegen das äußere Magnetfeld bei tiefen Temperaturen unterhalb von  $T_c$  angelegt, also ein zero-field-cooled-Experiment (ZFC) durchgeführt, so dringt das Magnetfeld sehr inhomogen in die supraleitende Probe ein. Solche Vorgänge lassen sich mit Hilfe des Bean'schen Modells [25],[22] beschreiben.

## 4.2 TAFF-Modell und der Magnetowiderstand

Bereits in den sechziger Jahren wurde von Anderson und Kim ein Modell [26],[27] für die thermisch aktivierte Flusslinienbewegung entwickelt. Dieses gilt allgemein für Supraleiter 2. Art und ist mit einigen Erweiterungen auch auf die HTSL anwendbar [28]. Im folgenden werden die wichtigsten Erkenntnisse dieses Modells zusammengefasst und skizziert, da sie für das Verständnis der magnetfeldinduzierten Ultraschalldämpfung und Schallgeschwindigkeitsänderung wesentlich sind. Für eine tiefergehende Einsicht in das TAFF-Modell sei an dieser Stelle auf die Originalarbeiten von Anderson und Kim, auf [29] sowie auf weitere frühere Dissertations-Arbeiten wie z.B. [5] und [6] aus dem Gebiet magnetoakustischer Messungen verwiesen.

Das TAFF-Modell geht von der Annahme aus, dass sämtliche Flusslinien gepinnt sind. Bei Temperaturen verschieden von Null können jedoch einzelne Flusslinien von einem Pinningzentrum zu einem benachbarten springen. Dieser Prozess ist temperaturabhängig, für die Sprungrate gilt:

$$\omega = \omega_0 \cdot \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \quad (4.1)$$

Dabei ist  $\omega_0$  eine charakteristische Sprungfrequenz welche für die HTSL im Bereich von  $10^9 \text{s}^{-1}$  liegt. Die Pinningenergie  $U$  ist temperatur- und magnetfeldabhängig (siehe Gl.3.1) und wird entscheidend bestimmt von der Art der Pinningzentren und den Pinningmechanismen.

Wird dem Supraleiter zusätzlich eine äußere Stromdichte aufgeprägt, so entstehen Lorentzkräfte, die zusätzlich auf die Flusslinien einwirken. Diesen Lorentzkraften kann ein Lorentzpotenzial  $U_L = jBV_s r_p$  ( $j$  ist die aufgeprägte Stromdichte und  $r_p$  die Reichweite des Pinningpotenzials) zugeordnet werden. Vorausgesetzt, dass das Lorentzpotenzial kleiner als das Pinningpotenzial ist, erfolgt die Flusslinienbewegung durch thermisch aktivierte Sprünge. Das Pinning- und Lorentzpotenzial bilden zusammen in der Summe ein effektives Gesamtpotenzial. Berücksichtigt man, dass Sprünge sowohl in Richtung als auch in Gegenrichtung der Lorentzkraft stattfinden können, ergibt sich für die Sprungrate [29] :

$$\begin{aligned}\omega &= \omega_0 \cdot \left( \exp\left(-\frac{U - U_L}{k_B T}\right) - \exp\left(-\frac{U + U_L}{k_B T}\right) \right) \\ &= 2\omega_0 \cdot \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \cdot \sinh\left(\frac{U_L}{k_B T}\right)\end{aligned}\quad (4.2)$$

Für den Fall sehr kleiner Stromdichten  $j$  wird das Lorentzpotenzial im Vergleich zu der thermischen Energie  $k_B T$  sehr klein und der  $\sinh()$ -Term lässt sich linearisieren. Es ergibt sich:

$$\omega = 2\omega_0 \cdot \frac{jBV_s r_p}{k_B T} \cdot \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right)\quad (4.3)$$

Bezeichnet man mit  $L$  die mittlere Sprungweite einer Flusslinie, so gilt für die mittlere Geschwindigkeit der Flusslinie  $v_\Phi = \omega \cdot L$  und der spezifische Widerstand  $\rho$ , der sich aufgrund der diffusionsartigen Flusslinienbewegung ergibt, ist [29] :

$$\rho = \frac{v_\Phi B}{j} = 2\omega_0 \cdot \frac{B^2 V_s r_p L}{k_B T} \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) = \rho_n \cdot \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right)\quad (4.4)$$

$U$  ist im allgemeinen temperatur- und magnetfeldabhängig:

$$U(B, T) = U(B)(1 - T/T_c)^\alpha\quad (4.5)$$

Dabei bezeichnet  $U(B)$  die temperaturunabhängige Aktivierungsenergie (für  $T=0$ ) und  $\alpha$  einen Exponenten, dessen genauer Wert von dem zugrunde gelegten theoretischem Modell abhängt.

Nach [29] lässt sich der Widerstand unterhalb von  $\rho = 1\mu\Omega cm$  sehr gut mit obigem Arrhenius-Ansatz 4.4 und der temperaturunabhängigen Aktivierungsenergie  $U(B)$  beschreiben:

$$\rho = \rho_n \cdot \exp\left(-\frac{U(B)}{k_B T}\right). \quad (4.6)$$

Dieser Ansatz gilt umso besser, je höher die Anisotropie des HTSL's ist. Untersuchungen [29] an BSCCO und YBCO Hochtemperatursupraleitern haben gezeigt, dass der Vorfaktor  $\rho_n$  feld- und orientierungsunabhängig ist und sowohl für BSCCO als auch für YBCO den Wert von  $10^5\mu\Omega cm$  hat.

## 5 Das magnetoakustische Experiment

In diesem Kapitel werden wichtige Aspekte der miteinander gekoppelten Systeme des FLG's und des KG's dargestellt. Einen Schwerpunkt bildet ausgehend von der Flusslinienverankerung das magnetoakustische Experiment, dessen theoretische Grundlagen für die Interpretation der in Kapitel 7 vorgestellten Messungen von Bedeutung sind.

### 5.1 Elastische Eigenschaften des Flussliniengitters

Betrachtet man das FLG genauso als elastisches Gitter wie das Kristallgitter, so lässt sich seine Deformation mit Hilfe von unabhängigen elastischen Konstanten beschreiben. Diese sind für die Dreiecksverteilung des Abrikosov-Gitters in der Voigtschen Notation [30] :  $C_{11}$ ,  $C_{44}$  und  $C_{66}$ . Angenommen, und das gelte auch für die weiteren Überlegungen dieses Kapitels, die Flusslinien zeigen entlang der z-Richtung (B||z). Dann gilt folgendes:

- $C_{11}$  ist die elastische Konstante einer Kompression des FLG's in der xy-Ebene,
- $C_{44}$  ist die elastische Konstante einer Scherung des FLG's in der xz-Ebene und
- $C_{66}$  ist die elastische Konstante einer Scherung des FLG's in der xy-Ebene.

Diese elastischen Konstanten können aus den entsprechenden Ableitungen der freien Energie berechnet werden [30]. Es ergeben sich die Ausdrücke:

$$C_{11} - C_{66} = \frac{B^2}{\mu_0} \left( \frac{dB_a}{dB} \right) \quad (5.1)$$

$$C_{44} = \frac{BB_a}{\mu_0} \quad (5.2)$$

Dabei ist:

$B_a$  : äußeres angelegtes Magnetfeld

$B$  : im Supraleiter ausgebildetes Gleichgewichtsfeld



Im allgemeinen ist der Schermodul  $C_{66}$  sehr viel kleiner als die anderen beiden Module. Befindet sich der Supraleiter weit oberhalb des unteren kritischen Feldes  $B_{c1}$ , lässt sich das Magnetfeld im Inneren des Supraleiters mit dem angelegten äußeren Magnetfeld abschätzen und es ergibt sich:

$$C_{11} \approx C_{44} \approx \frac{B^2}{\mu_0} \quad (5.3)$$

Die obigen elastischen Konstanten werden also einzig und allein durch das angelegte Magnetfeld festgelegt.

## 5.2 Kristallgitter und Flussliniengitter als gekoppeltes System

Durch die Betrachtung des FLG's als elastisches Gitter lassen sich die Bewegungsgleichungen des FLG's aufstellen. Unter der Annahme einer sehr geringen relativen Bewegung zwischen FLG und KG und dass dabei ein Zustand nahe dem Gleichgewicht herrscht, lässt sich die Dynamik des gekoppelten Systems FLG/KG durch eine Relaxationsbewegung beschreiben. Betrachtet man eine durch das Medium laufende Schallwelle, so sind für nicht allzu große Schallamplituden die Gleichgewichtsbedingungen gut erfüllt. Ohne ins Detail zu gehen, werden im folgenden die wesentlichen Erkenntnisse dieses Modells zusammengefasst. Eine detaillierte Beschreibung des Modells ist in [31] zu finden.

Um die Bewegungsgleichungen des Systems FLG/KG aufstellen zu können ist nicht nur die genaue Kenntnis der freien Energien vonnöten. Auch Dissipationseffekte müssen dabei beachtet werden. Für das gekoppelte System FLG/KG wird daher angesetzt:

$$F = F_{KG} + F_{FLG} ; \Psi = \Psi_{KG} + \Psi_{FLG}. \quad (5.4)$$

Dabei steht  $F$  für die freie Energie der elastischen Deformation. Die Dissipationseffekte werden mit Hilfe einer Dissipationsfunktion  $\Psi$  beschrieben. Die Bewegungsgleichungen haben dann die Form:

$$\rho_m \ddot{u}_i = - \frac{\delta F}{\delta u_i} - \frac{\delta \Psi}{\delta \dot{u}_i} \quad (5.5)$$

$$0 = - \frac{\delta F}{\delta v_\alpha} - \frac{\delta \Psi}{\delta \dot{v}_\alpha} \quad (5.6)$$

$u_i$  ( $i=x, y, z$ ) bezeichnet die Komponenten des dreidimensionalen Auslenkungsvektors des KG's und  $v_\alpha$  ( $\alpha=x,y$ ) die Komponenten des zweidimensionalen Auslenkungsvektors des FLG's.

Die Dissipationsfunktion  $\Psi_{FLG}$  wird mit Hilfe eines Relaxationskoeffizienten  $\Gamma$ , der sämt-

liche Wechselwirkungen zwischen Flusslinien und Pinningzentren beinhalten soll, wie folgt beschrieben [31]:

$$\Psi_{FLG} = \int dV \frac{1}{2} \Gamma^{-1} (\dot{u}_\alpha - \dot{v}_\alpha)^2 \quad (5.7)$$

Weiter führen die Bewegungsgleichungen 5.5 und 5.6 mit einem Ansatz ebener Wellen (mit dem Wellenvektor  $\vec{k}$ ) für  $\vec{u}$  und  $\vec{v}$  zu einem Gleichungssystem mit der Dispersionsbeziehung:

$$0 = -\omega^2 - iD_s k^2 + v_s^2 k^2 \quad (5.8)$$

Dabei bezeichnen  $v_s$  die Geschwindigkeit und  $D_s$  (nicht zu verwechseln mit den elastischen Moduln  $D_{ij}$ ) den Dämpfungskoeffizienten der Schallwelle. Sie werden in einer Näherung kleiner Wellenvektoren durch die folgenden Gleichungen definiert:

$$\rho_m \tilde{v}_s^2 = D_{ij} + C_{ij} \cdot \frac{\omega^2}{\omega^2 + (C_{ij} \Gamma k^2)^2} \quad (5.9)$$

$$\rho_m \tilde{D}_s = \rho_m D_s + C_{ij} \cdot \frac{C_{ij} \Gamma k^2}{\omega^2 + (C_{ij} \Gamma k^2)^2} \quad (5.10)$$

In obigen Gleichungen bezeichnen  $C_{ij}$  und  $D_{ij}$  die je nach Orientierung unterschiedlichen elastischen Konstanten des FLG's und des KG's,  $\tilde{v}_s$  und  $\tilde{D}_s$  die Schallgeschwindigkeit bzw. Dämpfungskoeffizienten mit Magnetfeld. Für den einfachen Fall eines isotropen Mediums und unter der Voraussetzung einer rein longitudinalen oder transversalen Schallwelle ergeben sich mit  $D_{ij} = \rho_m \cdot v_s^2$  die Gleichungen:

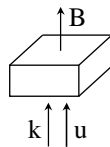
$$\tilde{v}_s^2 = v_s^2 + \frac{1}{\rho_m} C_{ij} \cdot \frac{\omega^2}{\omega^2 + (C_{ij} \Gamma k^2)^2} \quad (5.11)$$

$$\tilde{D}_s = D_s + \frac{1}{\rho_m} C_{ij} \cdot \frac{C_{ij} \Gamma k^2}{\omega^2 + (C_{ij} \Gamma k^2)^2} \quad (5.12)$$

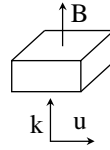
Für das isotrope Medium ergeben sich damit die im folgenden aufgeführten Geometrien. In den Gleichungen 5.11 und 5.12 werden dabei die Schallgeschwindigkeit  $v_s$  und Dämpfungskoeffizient  $D_s$  je nach verwendeter Schallwelle mit  $v_t$  und  $v_l$  bzw. mit  $D_t$  und  $D_l$  substituiert. Ähnliches gilt für die mit  $\tilde{\phantom{x}}$  gekennzeichneten Größen.

### 1. Schallausbreitung längs der Magnetfeldrichtung, $\vec{k} \parallel \vec{B}$ .

- a) longitudinale Mode: da in diesem Fall die Schallwelle nicht an das FLG koppelt, folgt:  $\tilde{v}_l = v_l$  und  $\tilde{D}_l = D_l$ .



- b) transversale Mode: in diesem Fall gibt es eine Kopplung und die entsprechenden Größen sehen wie folgt aus:

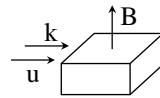


$$\tilde{v}_t^2 = v_t^2 + \frac{1}{\rho_m} C_{44} \cdot \frac{\omega^2}{\omega^2 + (C_{44} \Gamma k^2)^2} \quad (5.13)$$

$$\tilde{D}_t = D_t + \frac{1}{\rho_m} C_{44} \cdot \frac{C_{44} \Gamma k^2}{\omega^2 + (C_{44} \Gamma k^2)^2} \quad (5.14)$$

## 2. Schallausbreitung senkrecht zur Magnetfeldrichtung, $\vec{k} \perp \vec{B}$ .

- a) longitudinale Mode: in dieser Konfiguration bewirkt die Kopplung der Schallwelle an das FLG eine Kompression und es ergibt sich:

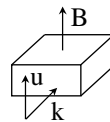


$$\tilde{v}_l^2 = v_l^2 + \frac{1}{\rho_m} C_{11} \cdot \frac{\omega^2}{\omega^2 + (C_{11} \Gamma k^2)^2} \quad (5.15)$$

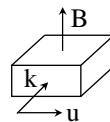
$$\tilde{D}_l = D_l + \frac{1}{\rho_m} C_{11} \cdot \frac{C_{11} \Gamma k^2}{\omega^2 + (C_{11} \Gamma k^2)^2} \quad (5.16)$$

- b) transversale Mode: bei dieser Mode muss noch unterschieden werden, ob die Auslenkung  $\vec{u}$  der Schallwelle parallel oder senkrecht zur Magnetfeldrichtung zeigt.

- i.  $\vec{u} \parallel \vec{B}$ : in dieser Konfiguration ergibt sich keine Kopplung zwischen Schallwelle und Flusslinie, d.h.  $v_t$  und  $D_t$  bleiben unverändert.



- ii.  $\vec{u} \perp \vec{B}$ : für diesen Fall findet wieder eine Kopplung statt, und es ergeben sich folgende Gleichungen:



$$\tilde{v}_t^2 = v_t^2 + \frac{1}{\rho_m} C_{66} \cdot \frac{\omega^2}{\omega^2 + (C_{66} \Gamma k^2)^2} \quad (5.17)$$

$$\tilde{D}_t = D_t + \frac{1}{\rho_m} C_{66} \cdot \frac{C_{66} \Gamma k^2}{\omega^2 + (C_{66} \Gamma k^2)^2} \quad (5.18)$$

Die obigen Ergebnisse gelten in der Form nur für isotrope Medien, wie z.B. polykristalline Proben. Die Messungen die in Kapitel 7 dargestellt werden, wurden jedoch an Proben durchgeführt, die eine definierte c-Achsen-Orientierung (Texturierung) vorweisen. Keine Unterscheidung ist jedoch zwischen der a- und b-Achsen-Richtung möglich. Aus diesem Grund müssen obige Messgeometrien und Formeln noch teilweise erweitert werden. Durch die zusätzliche Vorgabe der kristallographischen c-Achse ergeben sich je nach relativer Orientierung von  $\vec{c}$ ,  $\vec{B}$ ,  $\vec{k}$  und  $\vec{u}$  zueinander weitere Moden. Weiterhin sind dadurch drei verschiedene Relaxationskoeffizienten  $\Gamma$  und wie wir später sehen werden auch drei verschiedene zugehörige Aktivierungsenergien zu berücksichtigen. Die Werte von  $C_{11}$  und  $C_{44}$  bleiben auch im anisotropen Fall näherungsweise unabhängig von der Orientierung zwischen Magnetfeld  $\vec{B}$  und c-Achse. Änderungen ergeben sich aber für  $C_{66}$ :

1.  $\vec{B} \parallel \vec{c} : \Gamma_{ab}^{\parallel}, C_{66}$

In diesem Fall werden die in Richtung der c-Achse orientierten Flusslinien parallel zur ab-Ebene bewegt.

2.  $\vec{B} \perp \vec{c} : \Gamma_c^{\perp}, C_{66}^+$

Hier liegen die Flusslinien in der ab-Ebene und werden in Richtung der c-Achse bewegt.

3.  $\vec{B} \perp \vec{c} : \Gamma_{ab}^{\perp}, C_{66}^-$

Die Flusslinien liegen wieder in der ab-Ebene, werden jedoch parallel zu ihr bewegt.

Sämtliche Informationen über die Relaxationskoeffizienten und Elastizitätskonstanten für die unterschiedlichen Moden im anisotropen Fall sind in den Abbildungen 5.1 und 5.2 zusammengefasst.

Um eine Verbindung zwischen den magnetoakustischen Messungen einerseits und den Gleichungen 5.11 bzw. 5.12 herzustellen, werden folgende Überlegungen angestellt. Aus der Gleichung 5.12 ergibt sich:

$$\Delta D_s = \tilde{D}_s - D_s = \frac{1}{\rho_m} C_{ij} \cdot \frac{C_{ij} \Gamma k^2}{\omega^2 + (C_{ij} \Gamma k^2)^2} \quad (5.19)$$

Experimentell gemessen wird jedoch die Dämpfung der Ultraschallwelle nach Gleichung 2.8 in [dB/cm]. Die Differenz der Messung mit Magnetfeld und der Messung ohne Magnetfeld wird als magnetfeldinduzierte Dämpfungsänderung  $\Delta\alpha$  bezeichnet. Zwischen den beiden Größen

$c \parallel B$ $c \parallel z$	$\mathbf{u}_x$ $\Gamma_{ab}^{\parallel}$	$\mathbf{u}_y$ $\Gamma_{ab}^{\parallel}$	$\mathbf{u}_z$
$\mathbf{k}_x$	$D_{11}, C_{11}$ 	$D_{66}, C_{66}$ 	$D_{44}, 0$ 
$\mathbf{k}_y$	$D_{66}, C_{66}$ 	$D_{11}, C_{11}$ 	$D_{44}, 0$ 
$\mathbf{k}_z$	$D_{44}, C_{44}$ 	$D_{44}, C_{44}$ 	$D_{33}, 0$ 

**Abb. 5.1:** Elastische Konstanten des Kristallgitters ( $D_{ij}$ ) und des Flussliniengitters ( $C_{ij}$ ) für verschiedene Orientierungen von Auslenkungsvektor  $\vec{u}$  und Wellenvektor  $\vec{k}$  relativ zum Magnetfeld  $\vec{B}$  und zur kristallographischen  $c$ -Achse für den Fall eines in  $c$ -Achsen-Richtung anisotropen Materials. Dabei sei außerdem  $\vec{B}$  parallel zur  $c$ -Achse. Die schattiert dargestellte Konfiguration ist eine später angewendete Messgeometrie.

$\Delta\alpha$  und  $\Delta D_s$  besteht folgender Zusammenhang [16], [6] :

$$\Delta\alpha = 20 \cdot \lg(e) \cdot \frac{\omega^2}{2v_s^3} \cdot \Delta D_s \quad (5.20)$$

Damit gilt für die magnetfeldinduzierte Dämpfung der Ultraschallwelle:

$$\Delta\alpha = \frac{20 \lg(e)}{2\rho_m} \cdot \frac{\omega^2}{v_s^3} \cdot C_{ij} \cdot \frac{C_{ij} \Gamma k^2}{\omega^2 + (C_{ij} \Gamma k^2)^2} \quad (5.21)$$

Für die magnetfeldinduzierte Geschwindigkeitsänderung sei folgende Überlegung: da die Geschwindigkeiten  $\tilde{v}_s, v_s$  und  $v_0$  sich nur wenig unterscheiden, ergibt sich näherungsweise:

$$\frac{\tilde{v}_s^2 - v_s^2}{2v_0^2} \approx \frac{\tilde{v}_s - v_s}{v_0} = \frac{\Delta v}{v_0} \Big|_B - \frac{\Delta v}{v_0} \Big|_{B=0} \quad (5.22)$$

Dabei wurde mit  $v_0$  die Bezugsgeschwindigkeit bezeichnet. Damit lässt sich die magnetfeldinduzierte Geschwindigkeitsänderung ausdrücken mit Hilfe der in Gleichung 5.11 definierten

$B \perp c$ $c \parallel z$ $B \parallel x$	$u_x$	$u_y$ $\Gamma_{ab}^\perp$	$u_z$ $\Gamma_c^\perp$
$k_x$	$D_{11}, 0$ 	$D_{66}, C_{44}$ 	$D_{44}, C_{44}$ 
$k_y$	$D_{66}, 0$ 	$D_{11}, C_{11}$ 	$D_{44}, C_{66}^+$ 
$k_z$	$D_{44}, 0$ 	$D_{44}, C_{66}^-$ 	$D_{33}, C_{11}$ 

**Abb. 5.2:** Elastische Konstanten des Kristallgitters ( $D_{ij}$ ) und des Flussliniengitters ( $C_{ij}$ ) für verschiedene Orientierungen von Auslenkungsvektor  $\vec{u}$  und Wellenvektor  $\vec{k}$  relativ zum Magnetfeld  $\vec{B}$  und zur kristallographischen  $c$ -Achse für den Fall eines in  $c$ -Achsen-Richtung anisotropen Materials. Dabei sei außerdem  $\vec{B}$  senkrecht zur  $c$ -Achse. Die schattiert dargestellten Konfigurationen sind erneut angewendete Messgeometrien.

Geschwindigkeiten und es ergibt sich:

$$\frac{\Delta v}{v} = \frac{\Delta v}{v_0} \Big|_B - \frac{\Delta v}{v_0} \Big|_{B=0} = \frac{1}{2\rho_m v_0^2} \cdot \frac{C_{ij}\omega^2}{\omega^2 + (C_{ij}\Gamma k^2)^2} \quad (5.23)$$

Entscheidend für weitere Betrachtungen ist das Verhalten von  $\Gamma$  infolge einer Temperaturänderung. Bei  $T = 0$  K sind FLG und KG fest miteinander gekoppelt, es gilt  $\Gamma = 0$ . Für diesen Fall addieren sich einfach die elastischen Konstanten des FLG's und des KG's, was zu einer etwas höheren Schallgeschwindigkeit führt. Die magnetfeldinduzierte Dämpfungsänderung  $\Delta\alpha$  verschwindet bei tiefen Temperaturen. Mit steigender Temperatur steigt der Relaxationskoeffizient  $\Gamma$  monoton an, bis zu sehr hohen Werten bei  $T_c$ . Bei einer genau definierten Temperatur,  $T_{dep}$ , ergibt sich jedoch ein interessantes Verhalten für  $\Delta\alpha$  und  $\Delta v/v_0$ . Führt man eine Extremwertanalyse für  $\Delta\alpha$  durch, ergibt sich ein Maximum an der Stelle  $T_{dep}$ . In der magnetfeldinduzierten Geschwindigkeitsänderung  $\Delta v/v$  ist bei  $T_{dep}$  die halbe Stufenhöhe erreicht. Diese Effekte (Maximum und Stufe) resultieren daraus, dass sich das FLG vom KG entkoppelt. Die Extremwertbestimmung für  $\Delta\alpha$  liefert bei  $T = T_{dep}$  die Maximumsbedin-

gung:

$$\omega = C_{ij}\Gamma k^2 \quad (5.24)$$

Unter Zuhilfenahme der Gleichungen 5.24 und 5.3 ergibt sich:

$$\Delta\alpha_{dep}(B) = \frac{5 \lg(e)}{\rho_m \mu_0 v_0^3} \cdot \omega \cdot B^2 \quad (5.25)$$

$$\frac{\Delta v}{v}_{dep}(B) = \frac{1}{2\rho_m \mu_0 v_0^2} \cdot B^2 \quad (5.26)$$

Anhand obiger Formeln stellt man für  $\Delta\alpha$  bzw.  $\Delta v/v$  insgesamt folgendes Verhalten fest:

- Die Peakhöhe  $(\Delta\alpha)_{dep}$  und die Stufenhöhe  $(\Delta v/v)_{dep}$  hängen quadratisch vom Magnetfeld ab. Da die Effekte im allgemeinen klein sind, ist die Messung magnetoakustischer Effekte zu kleinen Magnetfeldern hin stark begrenzt.
- In  $\Delta\alpha$  geht die Schallgeschwindigkeit mit der dritten Potenz und in  $\Delta v/v$  mit der zweiten ein. Damit hängt die Größe der Effekte stark von der Schallgeschwindigkeit im entsprechendem Medium ab und die Messung magnetoakustischer Effekte wird auf Materialien mit nicht allzu großer Schallgeschwindigkeit begrenzt.
- Da allgemein die Schallgeschwindigkeit einer longitudinalen Welle deutlich höher als die einer transversalen ist, wird der Nachweis des magnetoakustischen Effektes unter Anwendung der longitudinalen Schallwelle zusätzlich erschwert.
- Die Stufenhöhe  $(\Delta v/v)_{dep}$  ist von der Frequenz der Ultraschallwelle unabhängig, jedoch nicht  $(\Delta\alpha)_{dep}$ . Eine höhere Frequenz bedeutet damit zwar einen größeren Effekt in der Peakhöhe, aber die Grunddämpfung der Ultraschallwelle wächst insgesamt mit der Frequenz. Also bleibt auch hier eine Begrenzung auf nicht zu hohe Frequenzen, die bei den durchgeführten Messungen typischerweise bei etwa 10 MHz liegen.

### 5.3 Bestimmung der Aktivierungsenergie

Die Kopplung zwischen FLG und KG wurde in Gleichung 5.7 mit Hilfe eines Relaxationskoeffizienten  $\Gamma$  beschrieben. In [31] wird zunächst eine einfache Relaxationsgleichung aufgestellt, die dann unter den Annahmen und Voraussetzungen des TAFF-Modells in eine lineare Diffusionsgleichung des Magnetfeldes überführt wird. Als Ergebnis ergibt sich dann ein einfacher Zusammenhang zwischen dem Relaxationskoeffizienten  $\Gamma$  und dem bereits eingeführten Magnetowiderstand  $\rho$ :

$$\Gamma = \frac{\rho}{B^2} \stackrel{Gl.4.6}{=} \frac{\rho_n}{B^2} \cdot \exp\left(-\frac{U}{k_B T}\right) \quad (5.27)$$

Unter Anwendung der Maximumsbedingung aus Gleichung 5.24, der Definition der elastischen Moduli des FLG's in Gleichung 5.3 und einer einfachen Umstellung obiger Gleichung 5.27 berechnet sich die Aktivierungsenergie zu:

$$U = k_B \cdot T_{dep} \cdot \ln\left(\frac{\rho_n \omega}{\mu_0 v_0^2}\right) \quad \text{in [J]} \quad (5.28)$$

oder

$$U^* = U/k_B = T_{dep} \cdot \ln\left(\frac{\rho_n \omega}{\mu_0 v_0^2}\right) \quad \text{in [K]} \quad (5.29)$$

Damit reduziert sich die Bestimmung der Aktivierungsenergie auf die Bestimmung der absoluten Schallgeschwindigkeit  $v_0$  und der experimentell gut zugänglichen Depinningtemperatur  $T_{dep}$ . Zu beachten ist an dieser Stelle, dass sowohl  $U$  als auch  $U^*$  ein und dieselbe Aktivierungsenergie beschreiben. Lediglich zur Verdeutlichung der unterschiedlichen Einheiten wurden hier zwei Bezeichnungen eingeführt.

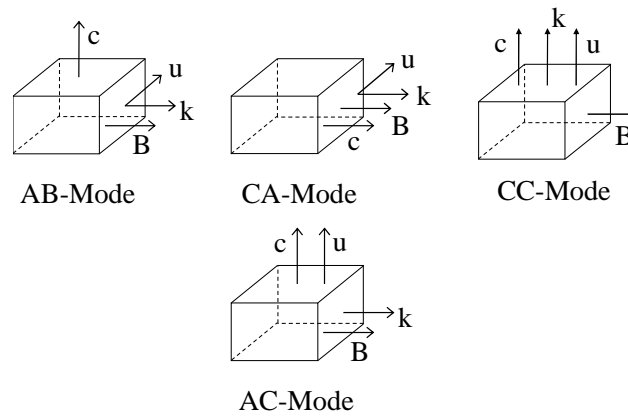
Aus Gleichung 5.29 lässt sich durch Umstellung nach  $T_{dep}$  die logarithmische Abhängigkeit der Depinningtemperatur von der Frequenz bestimmen. Diese Abhängigkeit ist bereits in früheren Ultraschallmessungen an keramischen Hochtemperatursupraleitern untersucht worden (z.B. an BiPb-2223 zwischen 3 und 30 MHz in [5]) und es konnten die theoretisch vorhergesagten Abhängigkeiten bestätigt werden. Da die Frequenz lediglich logarithmisch in die Depinningtemperatur eingeht, kann man in einem begrenzten Frequenzbereich von einer frequenzunabhängigen Depinningtemperatur ausgehen. Die meisten Messungen in dieser Arbeit wurden bei Frequenzen zwischen 8 und 10,5 MHz durchgeführt, so dass hier in guter Näherung von einer Frequenzunabhängigkeit ausgegangen werden kann.

## 5.4 Messkonfigurationen

Der Relaxationskoeffizient  $\Gamma$  und damit die Aktivierungsenergie sind orientierungsabhängig. Deshalb wurden vier verschiedene Orientierungen untersucht, die alle in Abbildung 5.3 dargestellt sind. Anhand der Abbildungen 5.1 und 5.2 ergeben sich für die verwendeten Messmoden folgende charakteristischen Größen:

- AB-Mode : die elastischen Konstanten  $D_{66}$  bzw.  $C_{44}$ , der Relaxationskoeffizient  $\Gamma_{ab}^\perp$  und die zugehörige Aktivierungsenergie  $U_{ab}^\perp$  mit einer transversalen Schallwelle,
- CA-Mode : die elastischen Konstanten  $D_{44}$  bzw.  $C_{44}$ , der Relaxationskoeffizient  $\Gamma_{ab}^\parallel$  und die zugehörige Aktivierungsenergie  $U_{ab}^\parallel$  ebenfalls mit einer transversalen Schallwelle,
- CC-Mode : die elastischen Konstanten  $D_{33}$  bzw.  $C_{11}$ , der Relaxationskoeffizient  $\Gamma_c^\perp$  und die zugehörige Aktivierungsenergie  $U_c^\perp$  mit einer longitudinalen Schallwelle und





**Abb. 5.3:** Geometrie der wichtigsten Messkonfigurationen. In der hier verwendeten Bezeichnung (AB, CA, CC, AC, übernommen aus [32]) gibt der erste Buchstabe die Ausbreitungsrichtung der Schallwelle relativ zur kristallographischen Richtung an. Der zweite Buchstabe bezeichnet die Polarisationsrichtung der Schallwelle.

- AC-Mode : die elastischen Konstanten  $D_{44}$  bzw.  $C_{44}$ , der Relaxationskoeffizient  $\Gamma_c^\perp$  und die zugehörige Aktivierungsenergie  $U_c^\perp$  mit einer transversalen Schallwelle.

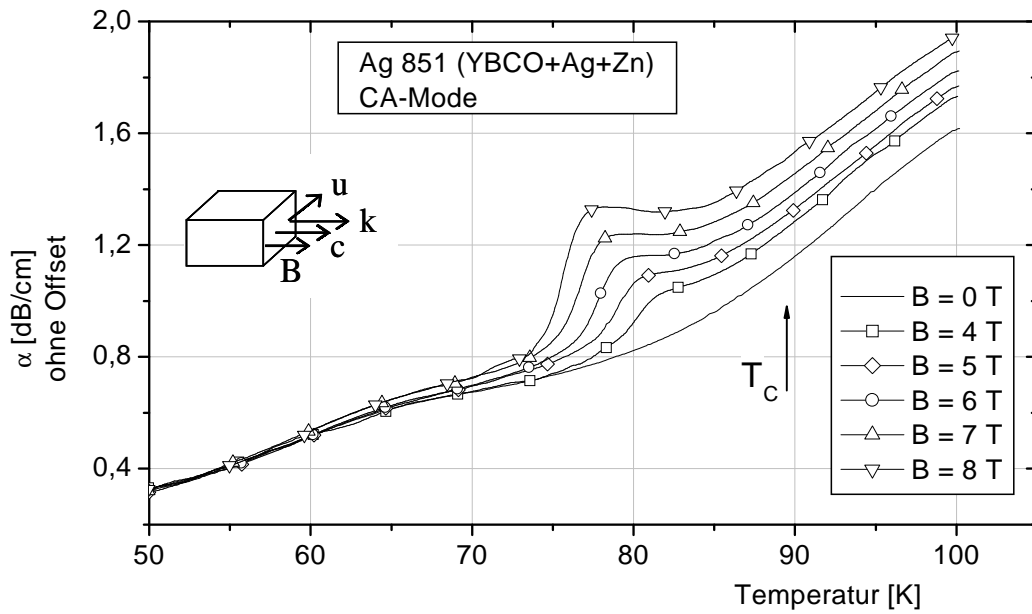
## 5.5 Durchführung des magnetoakustischen Experiments

Um die Depinningtemperatur aus der Dämpfungsmessung bestimmen zu können werden zwei Messreihen durchgeführt. In einer ersten Messung wird die Temperaturabhängigkeit der Dämpfung ( $\alpha$ ) der Schallwelle ohne angelegtes Magnetfeld gemessen (typischerweise mit 20 mK/s). Diese Messung ergibt die Nullkurve. Vor der zweiten Messrampe wird über der Sprungtemperatur  $T_c$  das gewünschte Magnetfeld angelegt. Dann wird die Probe mit dem angelegten Magnetfeld soweit abgekühlt, dass von einem festen Pinning ausgegangen werden kann. Bei dem Hochtemperatursupraleiter YBCO ist diese Bedingung bereits bei etwa 50 K gut erfüllt. Beim nachfolgenden Aufwärmen wird erneut die Temperaturabhängigkeit der Schalldämpfung gemessen. Um die magnetfeldinduzierte Dämpfung zu bestimmen wird die Differenz zur Nullkurve gebildet:

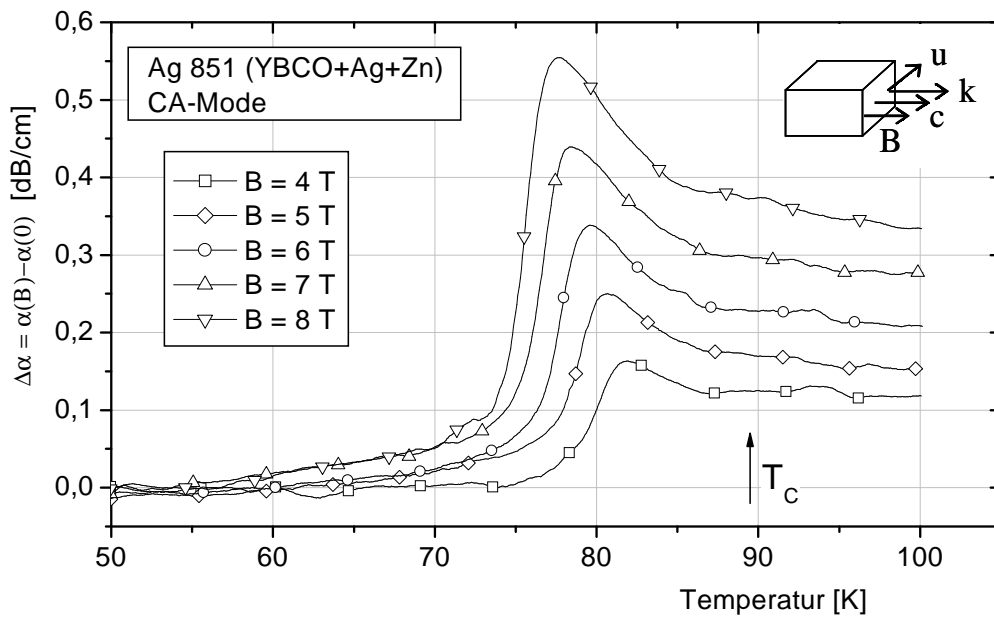
$$\Delta\alpha(B) = \alpha(B) - \alpha(0). \quad (5.30)$$

Typische Messkurven (eine Auswertung dieser erfolgt im Kapitel 7) werden in Abbildung 5.4 gezeigt. Als Ergebnis dieser Differenzbildung, siehe Abbildung 5.5, ergibt sich jeweils ein Peak, dessen Maximum bei der Depinningtemperatur liegt.

Vom Ablauf her identisch ist die Bestimmung der magnetfeldinduzierten Schallgeschwindigkeitsänderung, nur wird an Stelle der Dämpfung die laufend nachgeregelterte Frequenz der Schallwelle in Abhängigkeit der Temperatur gemessen (siehe dazu Abschnitt 2.2.2). In einem



**Abb. 5.4:** Typischer Verlauf der Ultraschalldämpfung als Funktion der Temperatur für unterschiedliche Magnetfelder. Gekennzeichnet ist zusätzlich die Sprungtemperatur  $T_c$ . Obwohl auch bei  $T_c$  ein Effekt in der Dämpfung vorhanden ist, lässt sich dieser aufgrund der nach unten begrenzten Empfindlichkeit der Messgeräte nicht nachweisen.

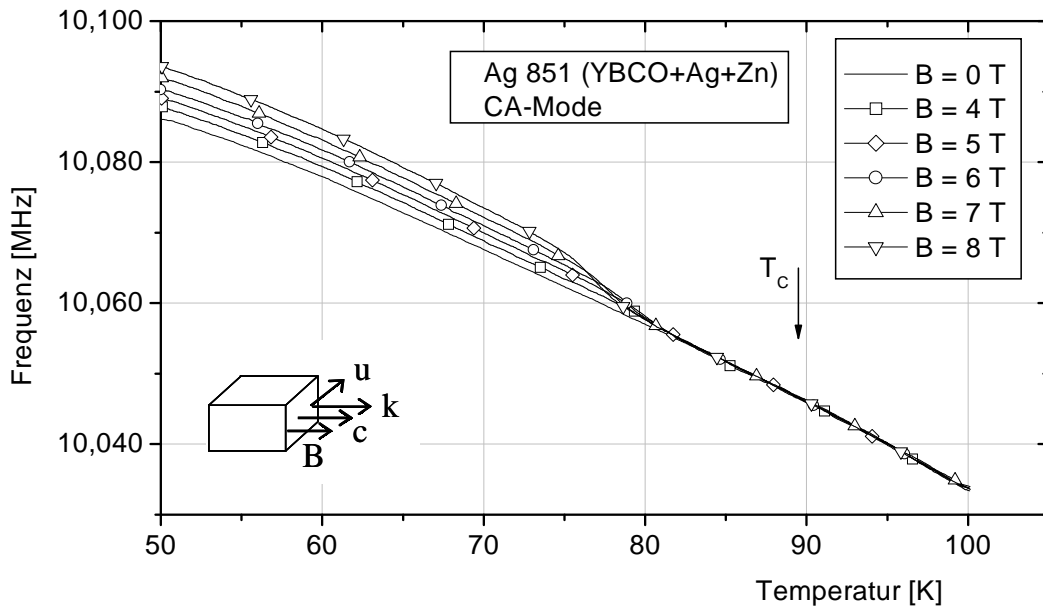


**Abb. 5.5:** Magnetfeldinduzierte Dämpfung  $\Delta\alpha(B)$  bei unterschiedlichen Magnetfeldern.

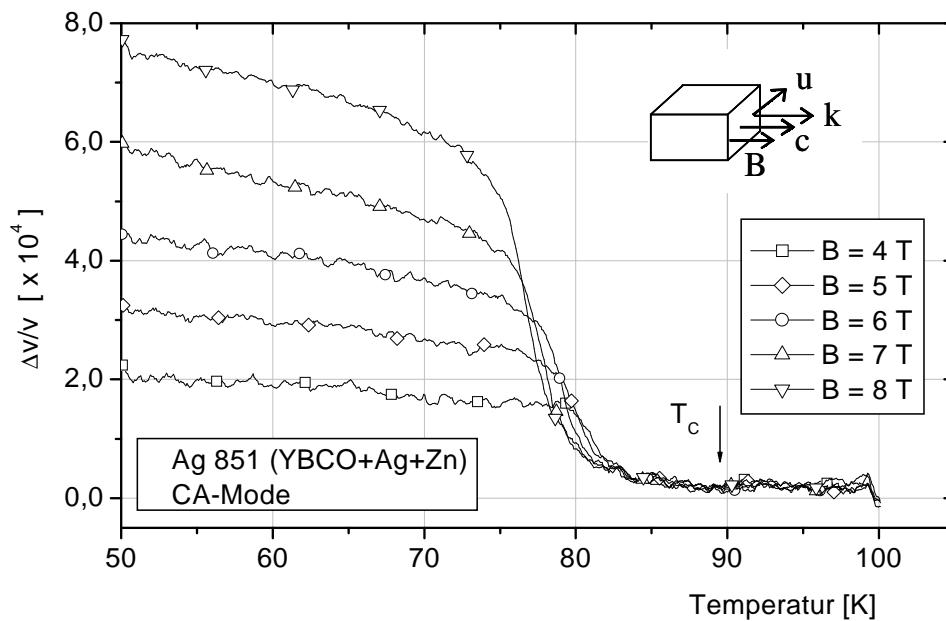
ersten Zyklus wird die Nullkurve der Frequenz und in einem zweiten Zyklus die Messkurve der Frequenz mit Magnetfeld aufgenommen. Aus beiden Messreihen wird gemäß

$$\frac{\Delta v}{v}(B) = \frac{\Delta f}{f}(B) - \frac{\Delta f}{f}(0) \quad (5.31)$$

die magnetfeldinduzierte Schallgeschwindigkeitsänderung bestimmt. Typische Ergebnisse sind in den Abbildungen 5.6 und 5.7 dargestellt.



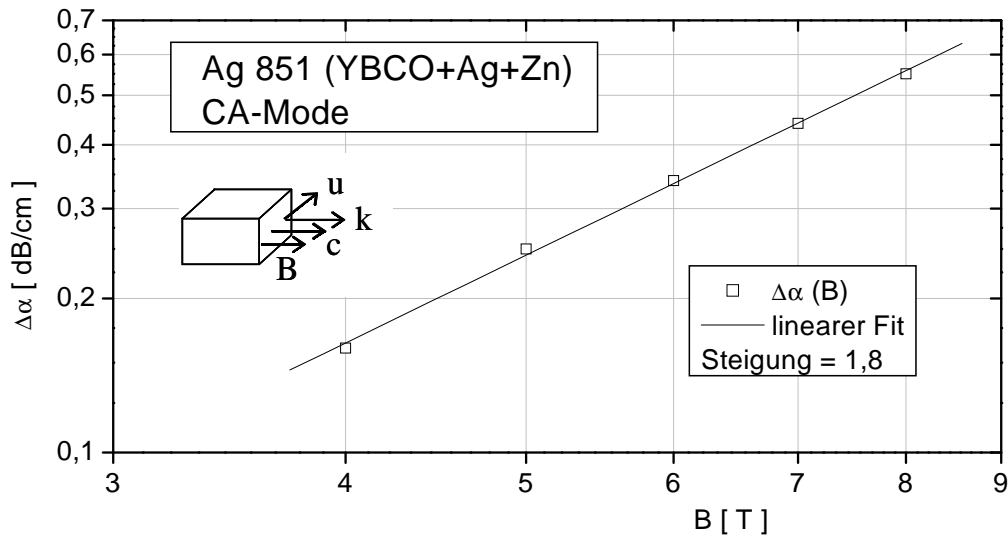
**Abb. 5.6:** Typischer Verlauf der Frequenz der Schallwelle als Funktion der Temperatur.



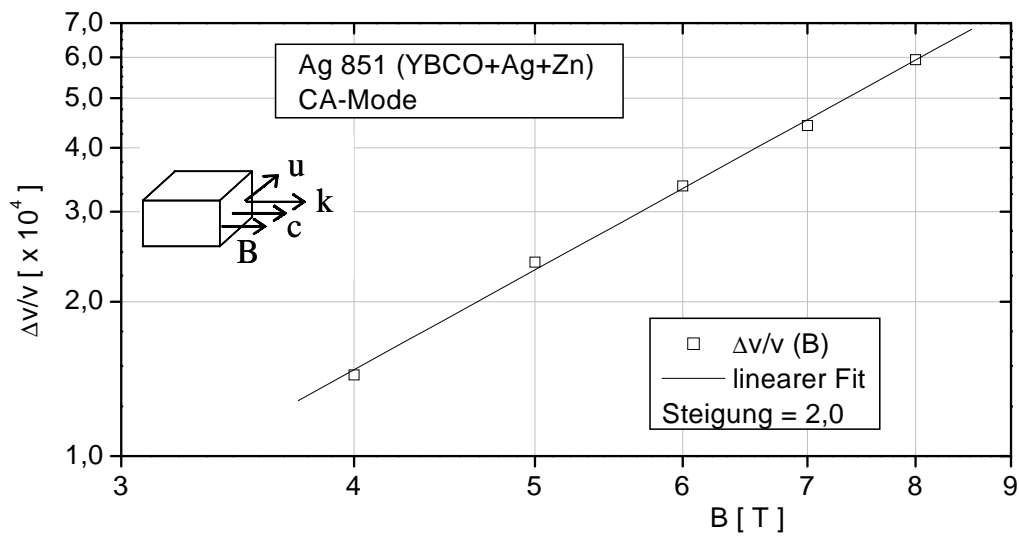
**Abb. 5.7:** Typische Stufen in der magnetfeldinduzierten Schallgeschwindigkeitsänderung bei verschiedenen Magnetfeldern.

Anhand der Gleichungen 5.25 bzw. 5.26 wurde die quadratische Abhängigkeit der magnetfeldinduzierten Größen  $\Delta\alpha_{dep}(B)$  und  $\Delta v/v_{dep}(B)$  festgestellt. Diese theoretisch vorhergesagte Abhängigkeit lässt sich nach Auswertung einer Messreihe gut überprüfen, indem die experimentell bestimmten Werte  $\Delta\alpha_{dep}$  und  $\Delta v/v_{dep}$  doppellogarithmisch als Funktion des

Magnetfeldes  $B$  aufgetragen werden. Das Ergebnis sollte eine Gerade mit der Steigung 2 sein. Wie man den Abbildungen 5.8 bzw. 5.9 entnehmen kann, stimmen in beiden Fällen die Steigungen mit dem theoretischen Wert von 2 gut überein.



**Abb. 5.8:** Magnetfeldabhängigkeit von  $\Delta\alpha_{dep}$ . Der experimentelle Wert von 1,8 für die Steigung deutet auf eine gute Übereinstimmung mit der Theorie hin.



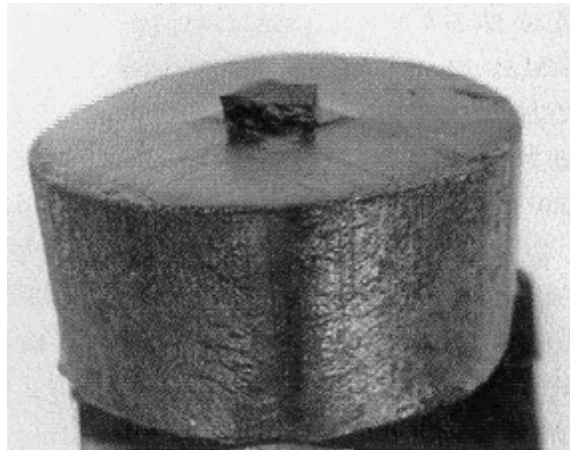
**Abb. 5.9:** Magnetfeldabhängigkeit von  $\Delta v/v_{dep}$ . Auch hier stellt man eine sehr gute Übereinstimmung mit der Theorie fest.



## 6 Charakterisierung der gemessenen Proben

### 6.1 Über das Massivmaterial YBCO

Alle benutzten YBCO-Proben wurden mittels Schmelztexturierung hergestellt [1],[33],[34]. Im so hergestellten Massivmaterial befinden sich herstellungsbedingt neben der Y123-Phase auch feine Partikel einer nicht supraleitenden Y211-Phase, deren Korngröße etwa 200 bis 1000 nm beträgt [2]. Das YBCO Massivmaterial hat in der Regel eine zylindrische Form mit einem Durchmesser von bis zu 10 cm und einer Höhe ebenfalls im cm-Bereich. In Abbildung 6.1 ist so eine massive Probe mit aufgesetztem Impfkristall dargestellt. Durch den Impfkristall wird die kristallographische  $c$ -Achsen-Orientierung in Richtung der Zylinderachse bis auf wenige Grad fest vorgegeben. Die  $a$ , $b$ -Ebenen sind parallel zur Grundfläche des Zylinders ausgerichtet. Zwischen den  $a$ - und  $b$ -Achsen ist jedoch keine Unterscheidung möglich.



**Abb. 6.1:** Massive zylindrische YBCO-Probe mit aufgesetztem Impfkristall. Der Durchmesser der Scheibe beträgt etwa 5 cm [1].

Wie schon in der Einleitung darauf hingewiesen wurde, sind z.B. für Anwendungen als Dauermagnete möglichst hohe remanente Felder notwendig. Diese lassen sich durch eine zusätzliche Dotierung des YBCO Grundmaterials mit Zn noch weiter steigern [35],[36]. Dabei werden einige Cu-Atome während der Herstellungsphase mit Zn-Atomen ersetzt. Diese wirken als

zusätzliche starke Pinningzentren, erhöhen die kritische Stromdichte und damit auch das remanente magnetische Feld. Eine Dotierung bringt aber auch Nachteile mit sich. Schon relativ geringe Mengen von Zn können die Temperatur des supraleitenden Übergangs zu tieferen Temperaturen hin verschieben. So wurde in einer undotierten Probe der  $T_c$ -Wert von 91,7 K durch die Zn-Dotierung von etwa 1 Masse-% Zn auf 90.2 K erniedrigt [36]. Eine weitere Einschränkung ergibt sich auch dadurch, dass durch das stärkere Pinning auch eine stärkere mechanische Beanspruchung der Probe stattfindet. Denn während der Aufmagnetisierung entstehen in der Probe, durch eine inhomogene Feldverteilung, zusätzliche Zugspannungen. Die Ursache dafür sind magnetische Kräfte, die proportional zu dem aufbauenden Feldgradienten sind. Diese Kräfte, die auf die Flussschläuche wirken, werden durch das Pinning auf das Kristallgitter übertragen. Überschreiten die auftretenden Zugspannungen (die temperatur- und magnetfeldabhängig sind) die Zugfestigkeit der Proben, werden diese zerstört. Die Wirkung dieser starken Kräfte lässt sich sehr gut mit der Messung der Längenänderung (Magnetostriktion) nachweisen [11],[9].

Die Zugfestigkeit der massiven YBCO-Proben wird durch herstellungsbedingte Mikro und Makrorisse in den Proben [37] auf relativ geringe Werte begrenzt. Bei der Aufmagnetisierung können sich diese Defekte auf Grund der Zugspannungen vergrößern. Für den Magnetbau sind nur Massivmaterialien geeignet, die möglichst wenige Risse vorweisen, bzw. bei denen das Wachstum der vorhandenen Risse verhindert werden kann. Dies kann hauptsächlich durch zwei unterschiedliche Methoden erreicht werden. Die erste Möglichkeit besteht darin, dass das Massivmaterial mit einer Stahlbandage umgeben wird [1]. Da Stahl einen höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als YBCO (in der a,b-Ebene) hat, übt beim Abkühlen die Stahlmantelung eine Kompressionsspannung auf den Supraleiter aus. Dadurch wird erreicht, dass die kritische Zugspannung, bei der das Wachstum der Mikrorisse einsetzt, erst bei höheren eingefrorenen Feldern erreicht wird. Die zweite, ebenfalls effektive Methode zur Stabilisierung der supraleitenden Massivproben besteht darin, die vorhandenen Mikrorisse gewissermaßen auszufüllen. Dies erreicht man durch Einbringen von duktilen Silber-Teilchen in das spröde Material. Der Anteil an Silber in den Proben vom IFW Dresden kann bis zu 12 Masse-% betragen [1],[38]. Dadurch wird die Probe mechanisch stabilisiert denn die Silber-Teilchen füllen teilweise die vorhandenen Mikrorisse aus und erhöhen damit deutlich den mittleren Abstand zwischen den immer noch vorhandenen Mikrorissen [38]. Der Silberzusatz verbessert zwar nicht die Supraleitung der Proben, bringt dennoch außer der verbesserten mechanischen Stabilität einen weiteren, positiven Nebeneffekt mit sich. Wie in [39] berichtet wird, konnten in schmelztexturierten YBCO-Proben mit Silberzusatz deutlich höhere kritische Ströme erreicht werden als ohne den Silberzusatz. Durch höhere kritische Ströme können auch höhere Magnetfelder eingefroren werden. Um Missverständnissen vorzubeugen: Silber als Zusatz bildet nicht unbedingt effektivere Pinningzentren, sondern verbessert vielmehr die Eindringfähigkeit des magnetischen Flusses entlang des Mikrorisspfades.

Probe	$T_C$ [K]	Zusammensetzung	Beschreibung
Tg 121/6-M	89,6	YBCO	reine YBCO-Probe aus der Mitte
Tg 121/6-R	90,2	YBCO	reine YBCO-Probe aus dem Randbereich
Tg 196/2-M	86,6	YBCO + Zn	Zn-dotiertes YBCO aus Mitte
Tg 196/2-R	87,5	YBCO + Zn	Zn-dotiertes YBCO aus Rand
Ag 844	90,4	YBCO/Ag	YBCO mit Silberzusatz
Ag 851	89,5	YBCO/Ag + Zn	YBCO mit Silber und Zn-Dotierung

**Tabelle 6.1:** Tabelle der gemessenen YBCO-Proben.

## 6.2 Proben für die Ultraschallmessungen

Für die Ultraschallmessungen wurden bereits am IFW Dresden aus unterschiedlichen Massivmaterialien Probenstücke von etwa  $6 \times 6 \times 6 \text{ mm}^3$  herausgeschnitten. Bei der Herstellung befindet sich der aufgesetzte Impfkristall in der Mitte der YBCO-Scheibe. Dadurch könnten bei der Kristallisation zum Rand hin Strukturveränderungen auftreten, die die supraleitenden Eigenschaften in den Randbereichen verändern könnten. So wäre es denkbar, dass in der Mitte das Kristallwachstum regelmäßiger ist als in den Randbereichen. Weiterhin denkbar ist auch, dass in den Randbereichen die Sauerstoffkonfiguration der Probe günstiger ist als in der Mitte. Um Auswirkungen auf das Pinning durch diese eventuell unterschiedlichen Eigenschaften feststellen zu können, wurden Proben sowohl aus dem Randbereich des scheibenförmigen Massivmaterials als auch aus der Mitte entnommen. Erste Versuche haben aufgrund hoher Grunddämpfung keinen Schalldurchgang ermöglicht. Um dennoch Ultraschallmessungen zu ermöglichen, wurden in der Arbeitsgruppe die in c-Richtung ursprünglich 6 mm langen Proben geteilt und die Flächen planparallel geläppt. Die Länge der Proben in c-Richtung betrug danach zwischen 2,5 und 3,5 mm. Dadurch wurde eine auswertbare Durchschallung ermöglicht. Bei der Mehrzahl der Messungen war aufgrund der schlechten Signalqualität nur der durchgehende Schallimpuls deutlich vorhanden und infolge dessen waren bei der Dämpfungsmessung in diesen Fällen nur Messungen im Single-Echo-Mode (siehe Abschnitt 2.2.1) möglich.

Alle gemessenen YBCO-Proben sind in der Tabelle 6.1 aufgeführt. Neben der Zusammensetzung sind auch die zugehörigen  $T_c$ -Werte aufgeführt. Sie wurden in der Arbeitsgruppe anhand von Messungen der DC-Magnetisierung ermittelt [40].

Zusätzlich zu den Messungen an den YBCO-Proben wurden auch einige Vergleichsmessungen an einer c-texturierten keramischen BSCCO-Probe durchgeführt. Diese Probe hat die stöchiometrische Struktur  $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_y$ , die Sprungtemperatur beträgt 103 K.





## 7 Messergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden die durchgeführten Messungen vorgestellt und die daraus abgeleiteten Ergebnisse diskutiert. Aus Gründen der Einfachheit werden im folgenden die Messungen der Schallgeschwindigkeitsänderung als  $\Delta v$ -Messungen und die der Schalldämpfung als  $\Delta\alpha$ -Messungen bezeichnet.

### 7.1 Absolute Schallgeschwindigkeit

Um die absoluten Schallgeschwindigkeiten zu bestimmen wurde das einfache Laufzeitverfahren angewendet. Ein zwingender, experimentell vorgegebener Grund für das Laufzeitverfahren war die Tatsache, dass in der Mehrzahl der Messungen nur der durchgehende Schallpuls deutlich vorhanden war. Durch die bekannte Probenlänge und die am Oszilloskop experimentell bestimmte Laufzeit des Schallpulses konnte somit die absolute Schallgeschwindigkeit bestimmt werden. Die so ermittelten Ergebnisse sind in Tabelle 7.1 aufgeführt.

Probe	CA - Mode $v_{trans}$ [m/s]	AB - Mode $v_{trans}$ [m/s]	CC - Mode $v_{long}$ [m/s]
Ag 851 (YBCO/Ag+Zn)	2337	2285	3547
Ag 844 (YBCO/Ag)	2372	2330	3813
Tg 121/6-R (YBCO)	2444	2525	3653
Tg 121/6-M (YBCO)	2494	2436	3875
Tg 196/2-R (YBCO+Zn)	2360	2473	–
Tg 196/2-M (YBCO+Zn)	2297	2384	3764
BiPb-2223	1786	1814	2244

**Tabelle 7.1:** Schallgeschwindigkeiten in den untersuchten Proben.

Die Bestimmung der Probenlänge und der Laufzeit der Schallwelle ist nur im Rahmen eines Messfehlers möglich. Schätzt man die relativen Fehler der Probenlänge und der Laufzeit im Bereich von 1 bis 2 % ab, so ergibt sich ein relativer Fehler für die absolute Schallgeschwindigkeit von etwa 2 bis 5 %. Die im Laufe der durchgeführten Messungen mehrmals

bestimmten Schallgeschwindigkeiten konnten gut reproduziert werden und die Streuung der ermittelten Werte lag im oben angegebenen Bereich.

### 7.1.1 Elastische Konstanten

In Abschnitt 2.1.3 wurden die elastischen Eigenschaften auf die entsprechenden Schallgeschwindigkeiten fester Körper zurückgeführt. So ist es möglich, die Poissonzahl eines isotropen festen Körpers aus dem Verhältnis  $v_L/v_T$  gemäß Gleichung 2.6 zu bestimmen. Bei einem YBCO-Kristall handelt es sich jedoch um eine höchst anisotrope orthorhombische Struktur, die mit 9 unabhängigen elastischen Konstanten beschrieben wird. Um die Poissonzahl zu bestimmen, müssen daher die Schallgeschwindigkeiten für eine Vielzahl unterschiedlicher Schnitte ermittelt werden. Da die vorhandenen YBCO-Kristalle lediglich eine beschränkte Auswahl an Schnitten vorweisen, ist es nicht möglich den genauen Wert der Poissonzahl zu bestimmen. Um dennoch diese Größe abschätzen zu können, wurde das Verhältnis der beiden Schallgeschwindigkeiten der reinen YBCO-Probe Tg 121/6-M  $v_L$  in der CC-Mode und  $v_T$  in der CA-Mode gebildet. Daraus ergibt sich für die Poissonzahl ein Wert von ungefähr 0,2.

In den Abbildungen 5.1 und 5.2 sind zu den dargestellten Moden die entsprechenden elastischen Konstanten des KG's angegeben. Mit Hilfe der entsprechenden Schallgeschwindigkeiten und der Dichte (benutzt wurde hier die theoretische Dichte des einkristallinen YBCO's) lassen sich diese Konstanten einfach ausrechnen. Für die reine YBCO-Probe Tg 121/6-M ergeben sich dabei folgende Werte:  $D_{44}$  oder auch  $D_{55}$  (wegen der Ununterscheidbarkeit der a,b-Richtungen)  $\approx 40$  GPa,  $D_{66} \approx 38$  GPa und  $D_{33} \approx 96$  GPa. Die Werte für  $D_{44}$  und  $D_{55}$  stimmen mit Literaturwerten [41] für einen YBCO-Einkristall recht gut überein, zum Teil größere Abweichungen gibt es jedoch bei  $D_{66}$  und  $D_{33}$ . Die in [41] angegebenen Werte wurden mit Hilfe unterschiedlicher Messmethoden ermittelt und weisen auch eine relativ breite Streuung auf.

## 7.2 Vergleichsmessungen an einer c-texturierten BSCCO-Probe

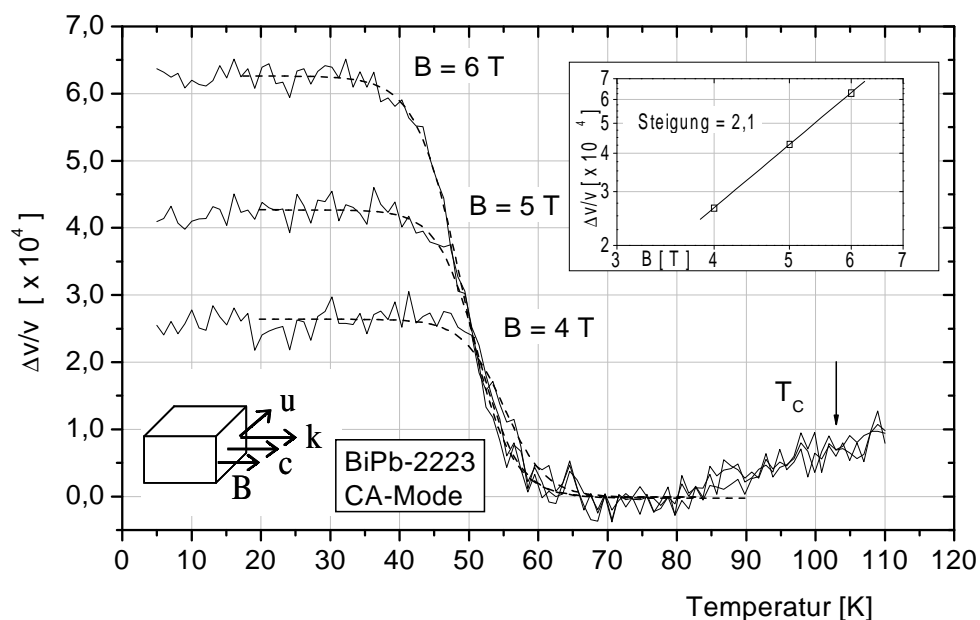
Im Gegensatz zu früheren Arbeiten wurden die  $\Delta v$ -Messungen dieser Arbeit an einem im Regelkreis veränderten Aufbau gemacht. In [5] wurden mit dem früheren Aufbau umfangreiche Messungen an einer c-texturierten keramischen BSCCO-Probe  $(Bi_{1,6}Pb_{0,4})Sr_2Ca_2Cu_3O_y$  durchgeführt. Um die Gleichwertigkeit des neuen Aufbaus zu überprüfen, wurden daher ausgewählte Messreihen wiederholt und werden an dieser Stelle als Vergleichsmessungen herangezogen. Folgende Vergleichsmessungen wurden durchgeführt:

- CA-Mode : die absolute Schallgeschwindigkeit und  $\Delta v$ -Messungen bei 4, 5 bzw. 6 T
- AB-Mode : ebenso die absolute Schallgeschwindigkeit und die  $\Delta v$ -Messungen bei 4, 5 bzw. 6 T
- CC-Mode : die absolute Schallgeschwindigkeit und die  $\Delta\alpha$ -Messung bei 6 T.

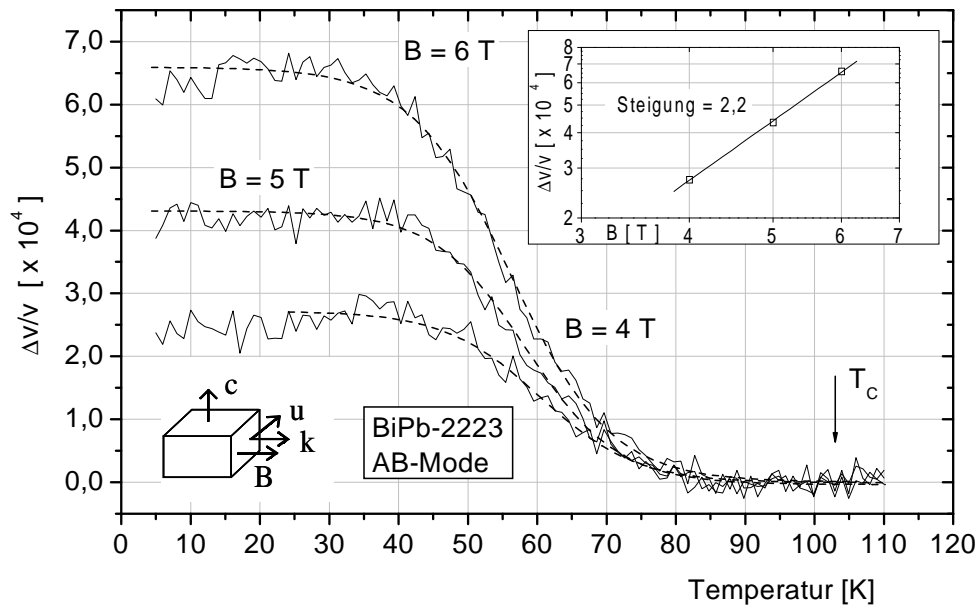
Die mit Hilfe des einfachen Laufzeitverfahrens ermittelten absoluten Schallgeschwindigkeiten sind in Tabelle 7.1 aufgeführt. Die Ergebnisse der Vergleichs-Messreihen sind in den Abbildungen 7.1 bis 7.3 dargestellt. Anhand der durchgeführten Messreihen wurden die Depinningtemperaturen ermittelt und daraus die Aktivierungsenergien gemäß Gleichung 5.29 bestimmt. Diese Größen sind in Tabelle 7.2 zusammengefasst und stimmen mit den Ergebnissen aus [5] gut überein.

B [T]	CA-Mode			AB-Mode			CC-Mode		
	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]
4	55,1	532	45,8	60,4	582	50,1	–	–	–
5	51,3	496	42,7	58,3	561	48,4	–	–	–
6	49,0	473	40,8	56,2	541	46,6	64,2	591	50,9

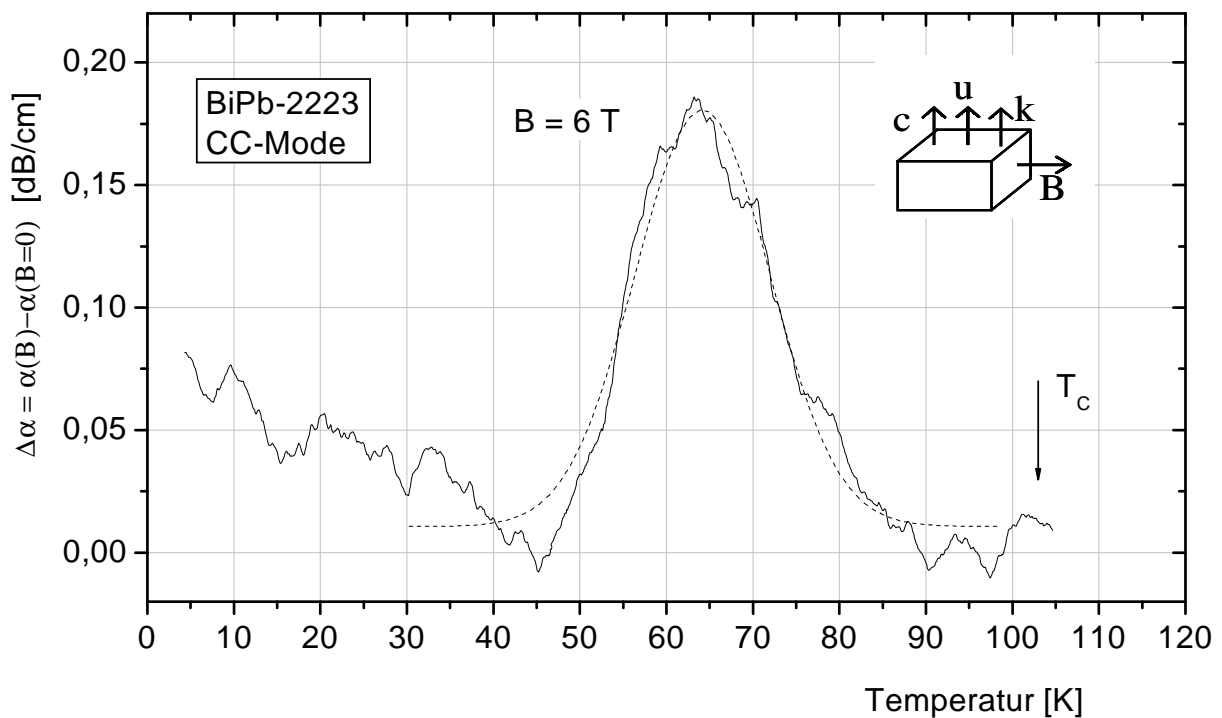
**Tabelle 7.2:** Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die c-texturierte BiPb-2223-Probe



**Abb. 7.1:** BiPb-2223: Ergebnisse der  $\Delta v$ -Messung für die CA-Mode. Die gestrichelten Linien sind Fits für die Ermittlung der Depinningtemperaturen. Im Inset rechts oben ist zusätzlich die quadratische Magnetfeldabhängigkeit der Stufenhöhe dargestellt.



**Abb. 7.2:** BiPb-2223: Ergebnisse der  $\Delta v$ -Messung für die AB-Mode. Ebenfalls dargestellt im Inset ist die doppellogarithmische Darstellung von  $\Delta v/v(B)$



**Abb. 7.3:** Ergebnis aus der  $\Delta\alpha$ -Messung bei einem Magnetfeld von 6 T. Die gestrichelte Linie ist ein Gaussfit für die Ermittlung der Depinningtemperatur.

Mit steigendem Magnetfeld ist insgesamt eine abnehmende Aktivierungsenergie feststellbar. Bei festgelegtem Magnetfeld ( $B=6$  T) ergibt sich der höchste Wert in der CC-Mode. Nach dem Modell des intrinsischen Pinnings ist dieses Verhalten verständlich, denn in dieser Mode findet eine Auslenkung der parallel zu den ab-Ebenen orientierten Flusslinien in

Richtung der  $c$ -Achse, also über die voneinander entkoppelten  $\text{CuO}_2$ -Ebenen hinweg statt. Nicht verständlich ist jedoch, dass die Aktivierungsenergien der AB-Mode deutlich über denen der CA-Mode liegen. Denn auch bei der AB-Mode liegen die Flusslinien parallel zu den  $\text{CuO}_2$ -Ebenen, bleiben aber bei der Auslenkung vollständig in diesen und sollten daher mit geringem Energieaufwand verschiebbar sein. Dagegen sind jedoch auch Messungen [6],[7] an  $c$ -texturierten BSCCO Proben bekannt bei denen die Aktivierungsenergien der AB-Mode als die niedrigsten bestimmt wurden.

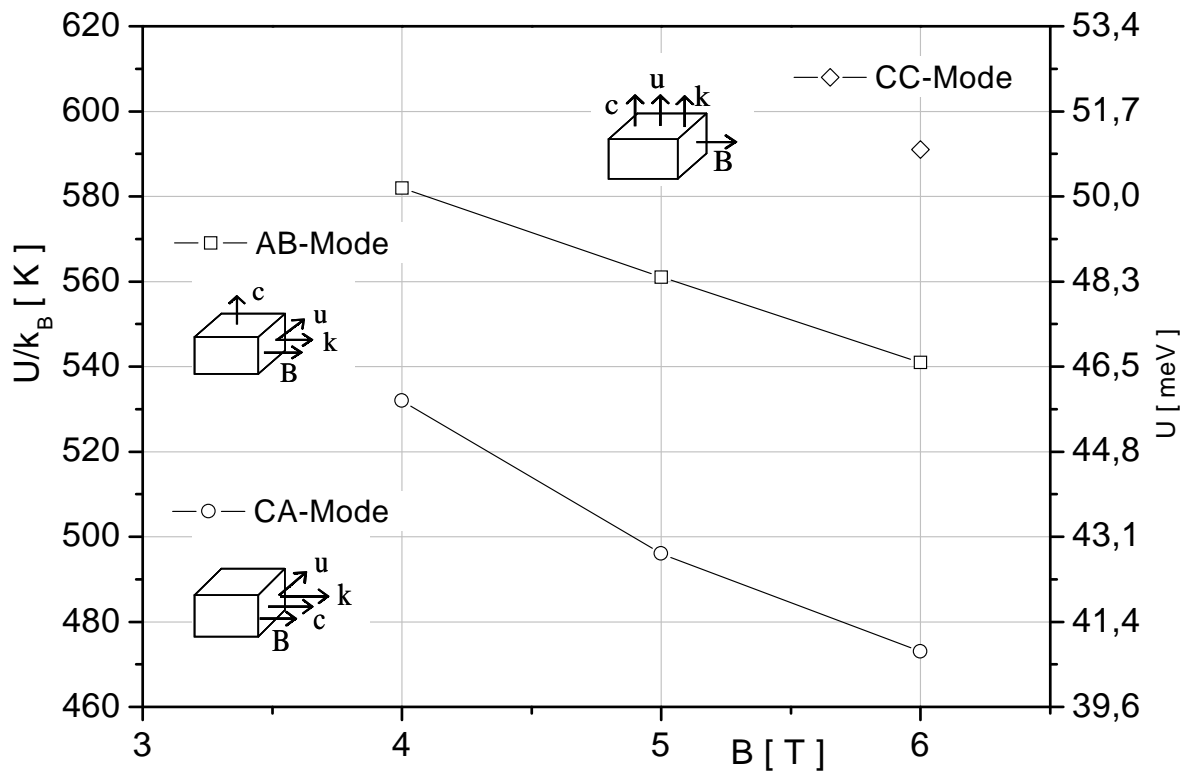
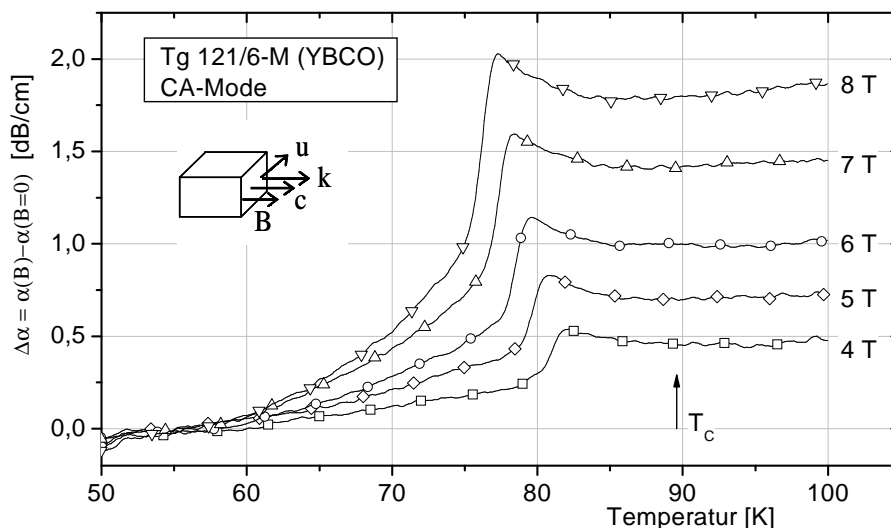


Abb. 7.4: Aktivierungsenergien für die  $c$ -texturierte BiPb-2223-Probe.

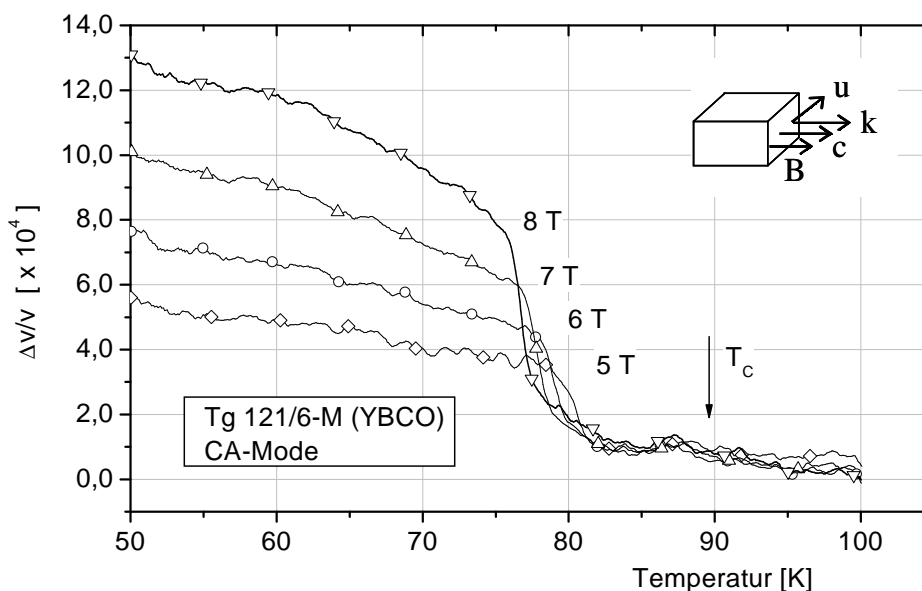
## 7.3 Messungen an reinen YBCO-Proben

### 7.3.1 Tg 121/6-M (YBCO, Mitte)

An dieser Probe wurden die Moden CA und AB untersucht. Aufgrund ungünstiger Schallausbreitung konnte die CC-Mode nicht gemessen werden. In den folgenden Abbildungen werden die Messkurven dargestellt und die daraus ermittelten Ergebnisse ( $T_{dep}$ ,  $U$  und  $U^*$ ) in der Tabelle 7.3 zusammengefasst.



**Abb. 7.5:** Magnetfeldinduzierte Dämpfungsänderung  $\Delta\alpha(B)$  bei unterschiedlichen Magnetfeldern.



**Abb. 7.6:** Magnetfeldinduzierte Schallgeschwindigkeitsänderung  $\Delta v/v(B)$  bei unterschiedlichen Magnetfeldern.

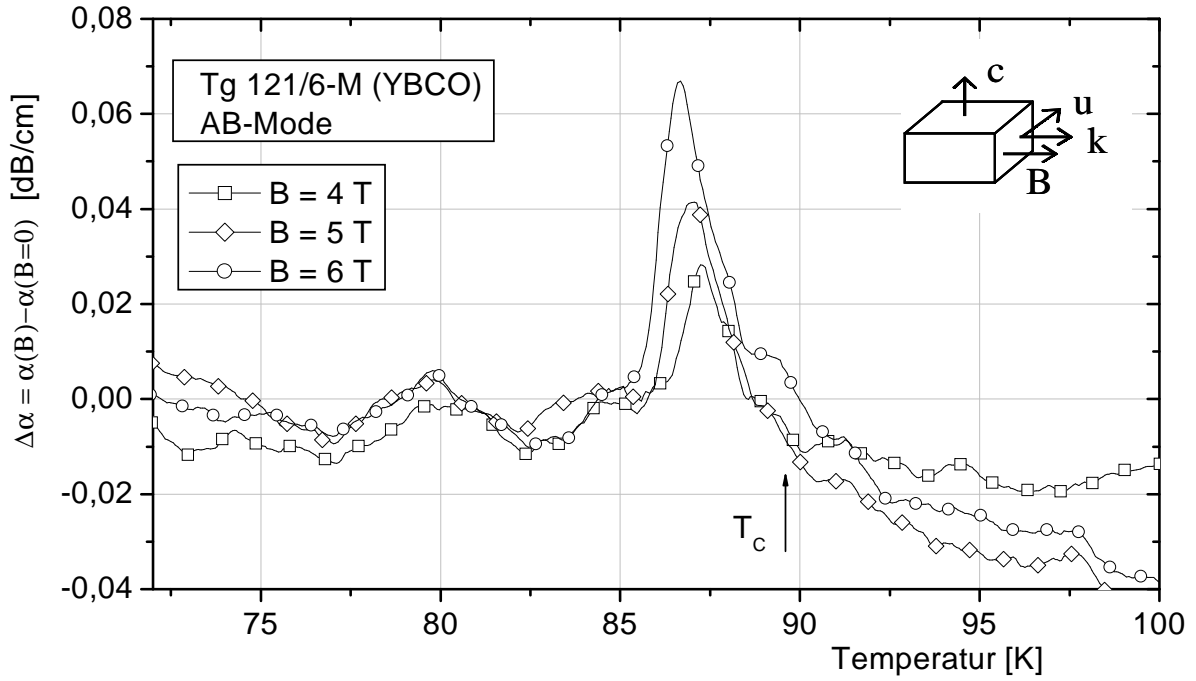


Abb. 7.7:  $\Delta\alpha$ -Messung an der reinen YBCO-Probe(Mitte) in der AB-Mode.

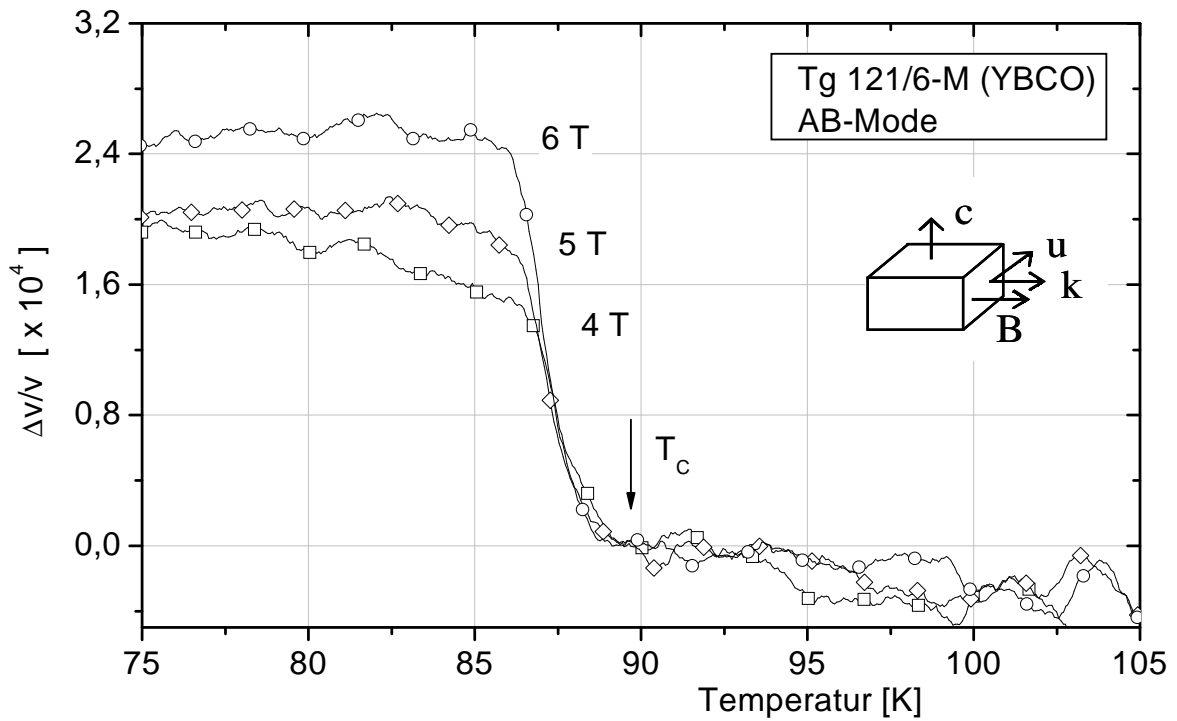


Abb. 7.8:  $\Delta v$ -Messung an der reinen YBCO-Probe(Mitte) in der AB-Mode.



### 7.3.2 Tg 121/6-R (YBCO, Rand)

An dieser Probe konnten ebenfalls nur die Moden CA und AB untersucht werden. In den folgenden Abbildungen werden einige Messkurven dargestellt und die daraus ermittelten Ergebnisse ( $T_{dep}$ ,  $U^*$  und  $U$ ) in der Tabelle 7.4 zusammengefasst.

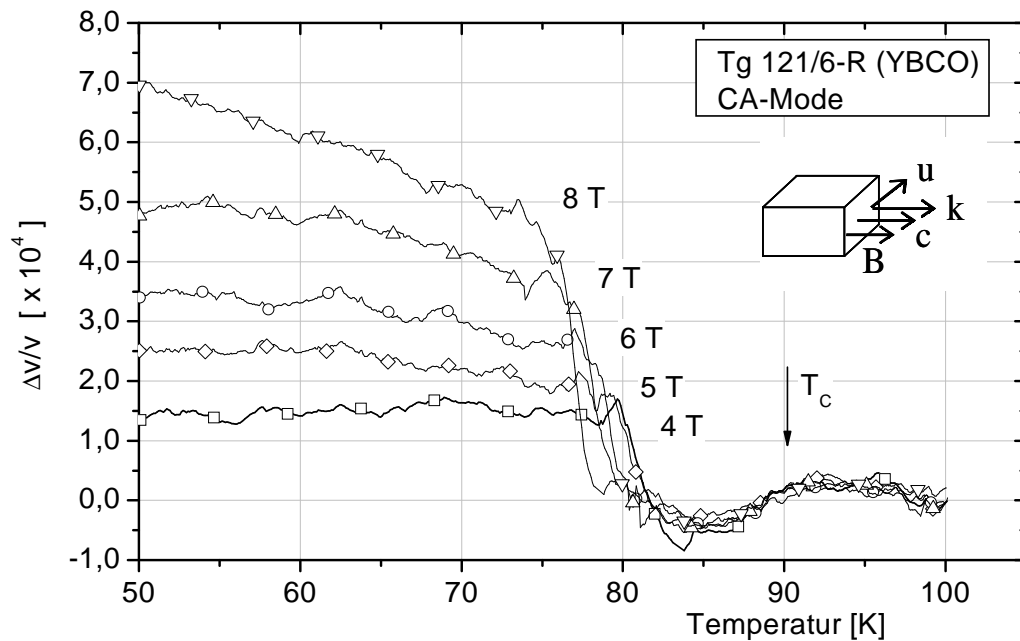


Abb. 7.9:  $\Delta v$ -Messung an der reinen YBCO-Probe(Rand) in der CA-Mode.

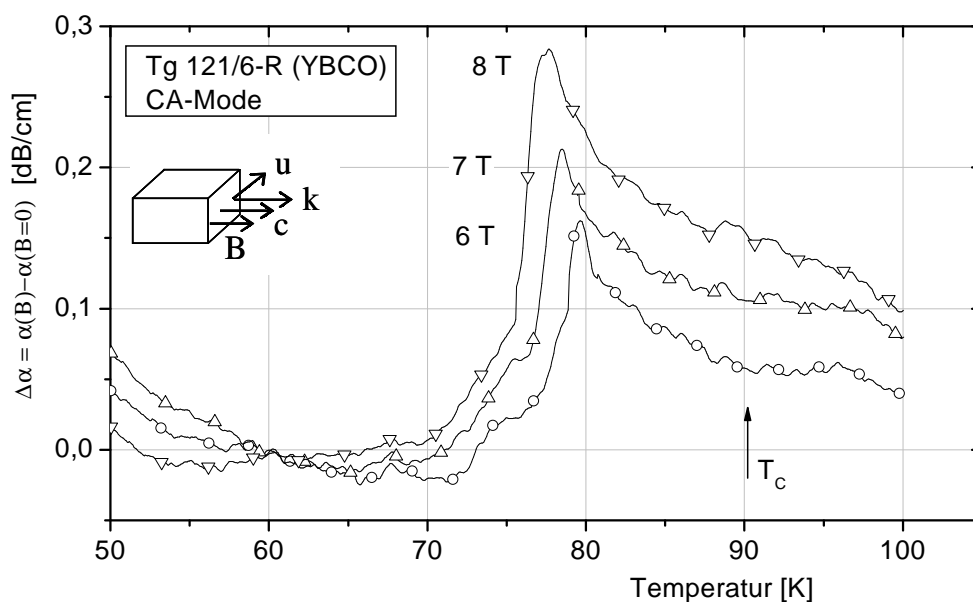


Abb. 7.10:  $\Delta\alpha$ -Messung an der reinen YBCO-Probe(Rand) in der CA-Mode.

In einer weiteren, hier nicht abgebildeten Messreihe wurden  $\Delta\alpha$ -Messungen in der CA-Mode bei den Magnetfeldern 4 und 5 T ebenfalls durchgeführt, die daraus ermittelten Ergebnisse

sind ebenfalls in der Tabelle 7.4 aufgeführt.

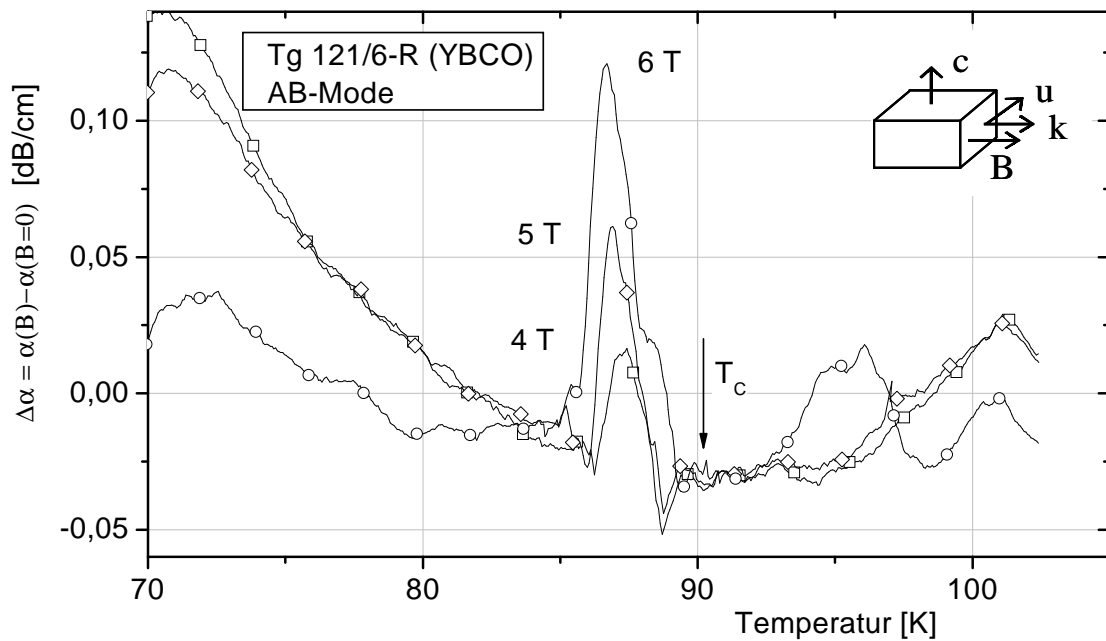


Abb. 7.11:  $\Delta\alpha$ -Messung an der reinen YBCO-Probe(Rand) in der AB-Mode.

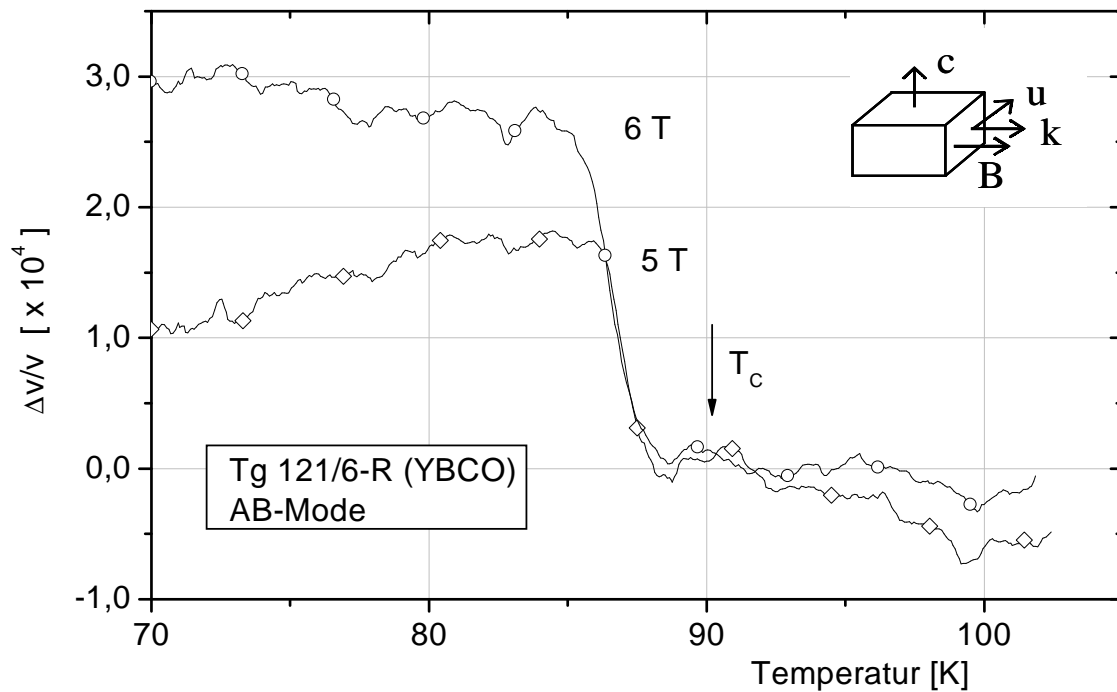


Abb. 7.12:  $\Delta v$ -Messung an der reinen YBCO-Probe(Rand) in der AB-Mode.

### 7.3.3 Diskussion der Ergebnisse

Bevor jetzt die Ergebnisse diskutiert werden, soll an dieser Stelle eine Fehlerabschätzung der Aktivierungsenergie vorgenommen werden. Der relative Fehler  $\Delta U^*/U^*$  der Aktivierungsenergie ergibt sich aus Gleichung 5.29 zu:

$$\frac{\Delta U^*}{U^*} = \frac{\Delta T_{dep}}{T_{dep}} + \frac{1}{\ln\left(\frac{\rho_n \omega}{\mu_0 v_0^2}\right)} \cdot \left( \frac{\Delta \rho_n}{\rho_n} + 2 \frac{\Delta v_0}{v_0} \right). \quad (7.1)$$

Für die einzelnen Komponenten können folgende Abschätzungen angesetzt werden:

$\Delta T_{dep}/T_{dep} \approx 5\%$ ,  $\Delta \rho_n/\rho_n \approx 50\%$  und  $\Delta v_0/v_0 \approx 5\%$ . Mit den ermittelten Aktivierungsenergien und Depinningtemperaturen ergibt sich damit für  $U^*$  ein relativer Fehler in der Größenordnung von etwa 10 bis 15 %.

Die Zusammenfassung der ermittelten Depinningtemperaturen und der Aktivierungsenergien für die reinen YBCO-Proben ist in den Tabellen 7.3 und 7.4 aufgeführt und in der Abbildung 7.13 graphisch dargestellt.

	$\Delta\alpha$ -Messung						$\Delta v$ -Messung					
	CA-Mode			AB-Mode			CA-Mode			AB-Mode		
B	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U
[T]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]
4	82,1	738	63,6	87,4	790	68,1	–	–	–	87,5	791	68,1
5	80,8	727	62,6	87,1	787	67,8	80,2	721	62,1	87,2	788	67,9
6	79,6	716	61,7	86,7	784	67,5	79,2	712	61,3	87,1	787	67,8
7	78,3	704	60,7	–	–	–	78,1	702	60,5	–	–	–
8	77,2	694	59,8	–	–	–	–	–	–	–	–	–

**Tabelle 7.3:** Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die reine YBCO-Probe Tg 121/6-M (Mitte).

	$\Delta\alpha$ -Messung						$\Delta v$ -Messung					
	CA-Mode			AB-Mode			CA-Mode			AB-Mode		
B	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U
[T]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]
4	82,2	742	64,0	87,3	783	67,4	80,8	730	62,9	87,2	782	67,4
5	80,5	727	62,6	87,0	780	67,2	80,2	724	62,4	87,0	780	67,2
6	79,6	719	61,9	86,8	778	67,0	79,2	715	61,6	86,5	776	66,8
7	78,5	709	61,1	–	–	–	78,2	706	60,8	–	–	–
8	77,5	700	60,3	–	–	–	76,8	694	59,8	–	–	–

**Tabelle 7.4:** Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die reine YBCO-Probe Tg 121/6-R (Rand).

Vergleicht man für eine ausgewählte Mode die aus den unterschiedlichen Messmethoden

( $\Delta v$  und  $\Delta\alpha$ ) stammenden Ergebnisse, so ergeben sich im Rahmen der Messgenauigkeit für beide Proben größtenteils gut übereinstimmende Werte. Bei der AB-Mode liegen die Aktivierungsenergien der aus der Mitte stammenden Proben leicht über denjenigen vom Rand, der Unterschied beträgt etwa 1%. Bei der CA-Mode dagegen stellt man keinen solchen Unterschied fest und die ermittelten Aktivierungsenergien bewegen sich in einem Rahmen von etwa 1%. Der Vergleich der beiden Proben „Rand“ und „Mitte“ deutet damit darauf hin, dass bezüglich der Flussverankerung in der Konfiguration der CA-Mode praktisch keine Unterschiede zwischen diesen beiden Proben bestehen. Obwohl der ermittelte systematische Fehler mit 10 bis 15% relativ groß ausfällt, ist die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse sehr gut. Die ermittelten Aktivierungsenergien sind gut reproduzierbar, die Reproduzierbarkeit liegt in einem Bereich von 2%.

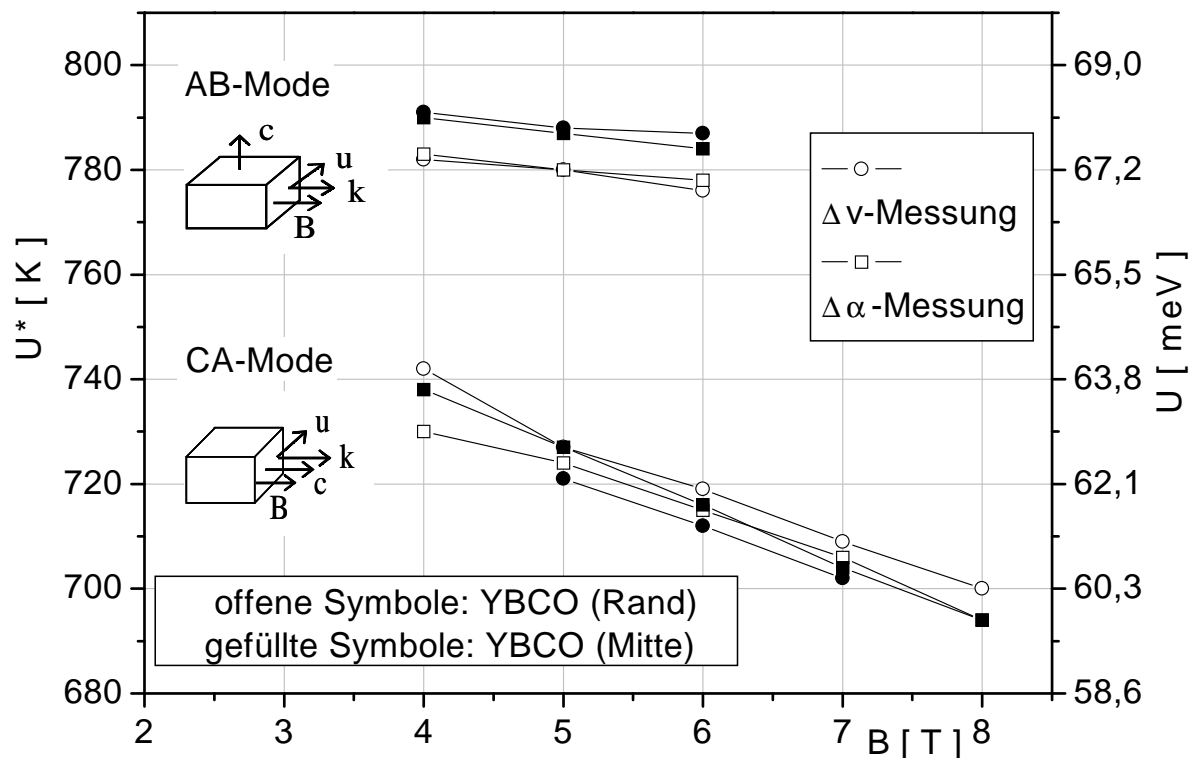


Abb. 7.13: Vergleich der Aktivierungsenergien für die reinen YBCO-Proben.

Interessantes liefert der Vergleich mit Aktivierungsenergien welche an polykristallinem keramischen YBCO ( $YBa_2Cu_3O_{6,99}$ ,  $T_c = 90$  K) ebenfalls mit der Ultraschallmethode ermittelt wurde. So wurden in [7] für  $U^*$  610 K bei 5 T und 675 K bei 3 T ermittelt. Da bei polykristallinen Proben keine ausgezeichnete kristallographische Richtung vorhanden ist, entsteht deren Aktivierungsenergie durch eine Mischung aller ihrer anisotropen Anteile. Da die anisotropen Aktivierungsenergien der AB- und CA-Mode der texturierten Proben deutlich höher sind, würde durch eine Mischung kein so niedriger Wert wie bei der polykristallinen Probe entstehen. Die wahrscheinliche Ursache für die höheren Aktivierungsenergien der hier untersuchten texturierten YBCO-Proben ist das Vorhandensein von feinen Y211-Partikeln in der Struktur

des Massivmaterials. Messungen des Magnetowiderstandes in [42] haben ergeben, dass in den dort untersuchten schmelztexturierten Y123/Y211-Proben in Abhängigkeit der Y211-Menge eine Verschiebung der Irreversibilitätslinien nach oben hin stattfindet. Dieses Verhalten wurde für alle Orientierungen zwischen der Magnetfeldrichtung  $B$  und der kristallographischen  $c$ -Achse festgestellt. Da die typischen Abmessungen eines Y211-Einschlusses um etwa 2 bis 3 Größenordnungen höher liegen als die Ginsburg-Landau-Kohärenzlänge, kann ein Pinning in den Y211-Körnern selber ausgeschlossen werden. Vielmehr wird vermutet [42], [43], [44], dass bei diesem Pinningmechanismus (Y123/Y211-Interface-Pinning genannt) die Grenzflächen zwischen dem supraleitendem Y123 und dem nicht supraleitendem Y211 eine Rolle spielen.

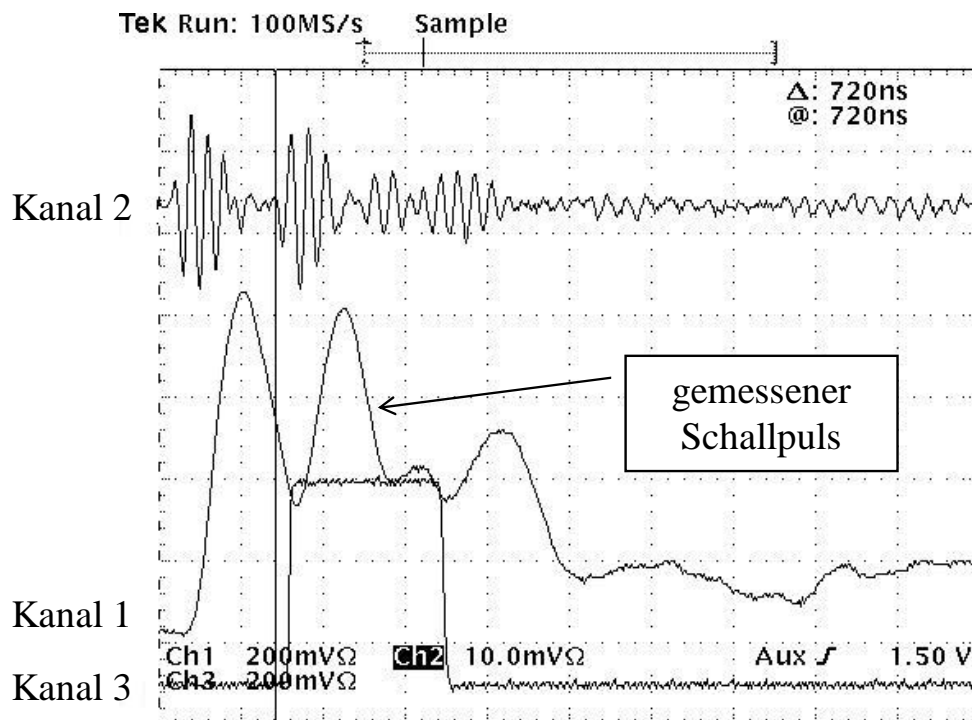
Überraschenderweise ergibt sich beim Vergleich der beiden Schallmoden AB und CA, dass die Aktivierungsenergien in der AB-Mode deutlich über denen in der CA-Mode liegen, im Schnitt ungefähr 8 bis 10%. Zwar liegt dieser Unterschied noch innerhalb des abgeschätzten Fehlers, die ermittelten Werte konnten aber im Rahmen von Wiederholungsmessungen gut reproduziert werden. Da die Reproduzierbarkeit der Werte bei 1 bis 2% liegt, ist die deutlich höhere Aktivierungsenergie der AB-Mode signifikant. Da in der AB-Mode die Flusslinien die  $ab$ -Ebenen nicht verlassen, wäre eine leichte Verschiebbarkeit zu erwarten, die sich als niedrigere Aktivierungsenergie gegenüber der CA-Mode bemerkbar macht. Eine Analyse der Magnetfeldabhängigkeit der Aktivierungsenergien ergibt eine erwartete Abnahme mit steigendem Magnetfeld. In der CA-Mode beträgt sie  $dU^*/dB = -11 \text{ K/T}$ , die AB-Mode zeigt dagegen im untersuchten Bereich eine viel schwächere Abhängigkeit von  $dU^*/dB = -3 \text{ K/T}$ . Die starke Magnetfeldabhängigkeit in der CA-Mode deutet damit auf einen Pinningmechanismus an Punktdefekten im Falle dieser Mode. Die ganz schwache Magnetfeldabhängigkeit der AB-Mode dagegen eher auf intrinsische Pinningeigenschaften dieser Mode.

Für die höheren Aktivierungsenergien der AB-Mode kann eine ganze Reihe von Defekten im YBCO-Materialaufbau in Frage kommen. Dabei könnten Schichtungsfehler, Versetzungen oder auch Korngrenzen eine Rolle spielen. In [44] wurden Messungen der kritischen Stromdichte in einer Messgeometrie durchgeführt ( $B||ab$  und  $c||j$ ), die der Geometrie der AB-Mode entspricht. Es wird vermutet, dass bei dieser Geometrie hauptsächlich zwei Pinning-Mechanismen einen Beitrag leisten. Der eine Anteil ist das schon erwähnte Interface-Pinning. Wahrscheinlich keine entscheidende Rolle spielt für die höheren Aktivierungsenergien der AB-Mode das Interface-Pinning, dieser Mechanismus sorgt vielmehr in allen Schallmoden insgesamt für eine Verschiebung zu höheren Werten hin. Der zweite Anteil (in der Konfiguration  $B||c$  nicht gefunden) wird in [44] als „background“-Anteil bezeichnet. Als Ursache kommen sowohl Versetzungen in den Ebenen als auch Lineardefekte parallel zu den  $ab$ -Ebenen in Frage die als sehr effektive Pinningzentren wirken. Da die genaue geometrische Struktur der YBCO-Proben nicht bekannt ist, bleibt abschließend ungeklärt, welche Art von Defekten für die höheren Aktivierungsenergien verantwortlich sind.

## 7.4 Messungen an Zn-dotierten YBCO-Proben

### 7.4.1 Tg 196/2-M (YBCO+Zn, Mitte)

An dieser Probe konnten drei Moden gemessen werden: CC, CA und AB. In der CC-Mode war zwar die Schallausbreitung stark eingeschränkt, jedoch konnten (wenn auch mit sehr schlechter Signalqualität) einige Messreihen aufgenommen werden. Aufgrund der schlechten Signalqualität sind jedoch die Ergebnisse der CC-Messungen kritisch zu beurteilen. In Abbildung 7.14 ist das Messsignal dieser Mode dargestellt. In der AB-Mode dagegen war die Ausbreitung der transversalen Schallwelle interessanterweise so gut, dass auch Messungen bei einem Magnetfeld von 3 T durchgeführt werden konnten.



**Abb. 7.14:** Hardcopy des Oszilloskopes bei der Messung in der CC-Mode. Vor dem gekennzeichneten gemessenen Schallpuls ist ein starkes elektrisches Übersprechen erkennbar. Außerdem sind starke Reflexionen vorhanden, die zu einem verrauschten und instabilen Signalbild führen.

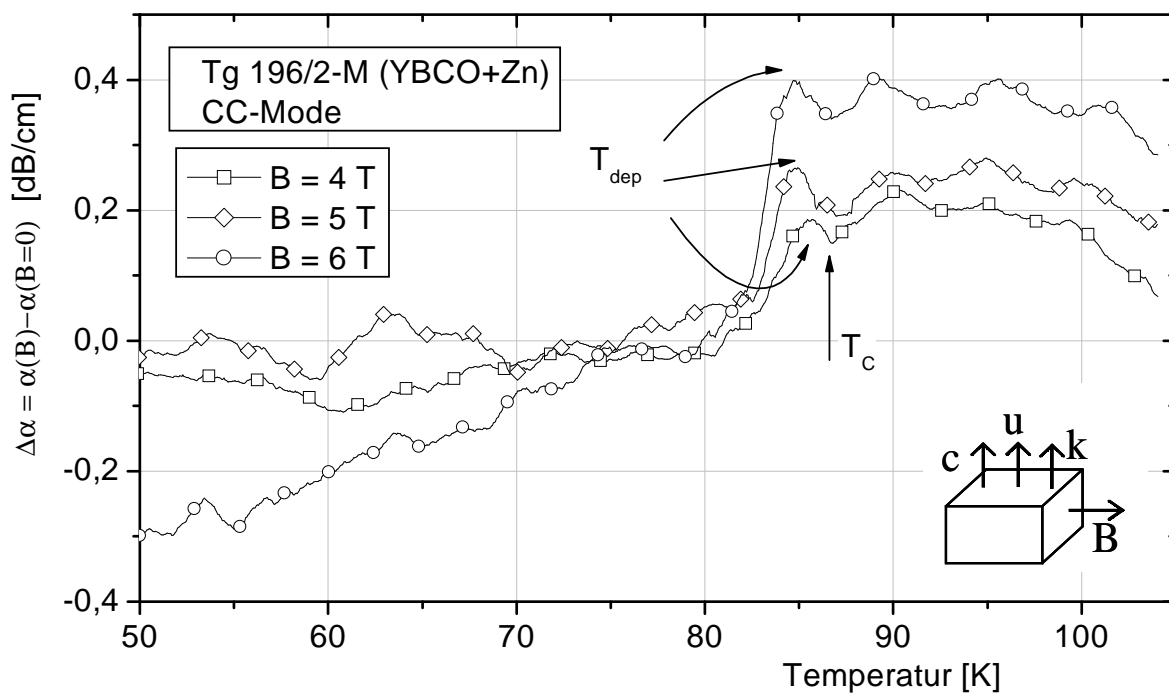


Abb. 7.15:  $\Delta\alpha$ -Messung in der CC-Mode. Aufgrund des stark verrauschten Messsignals sind die hier dargestellten Kurven geglättet.

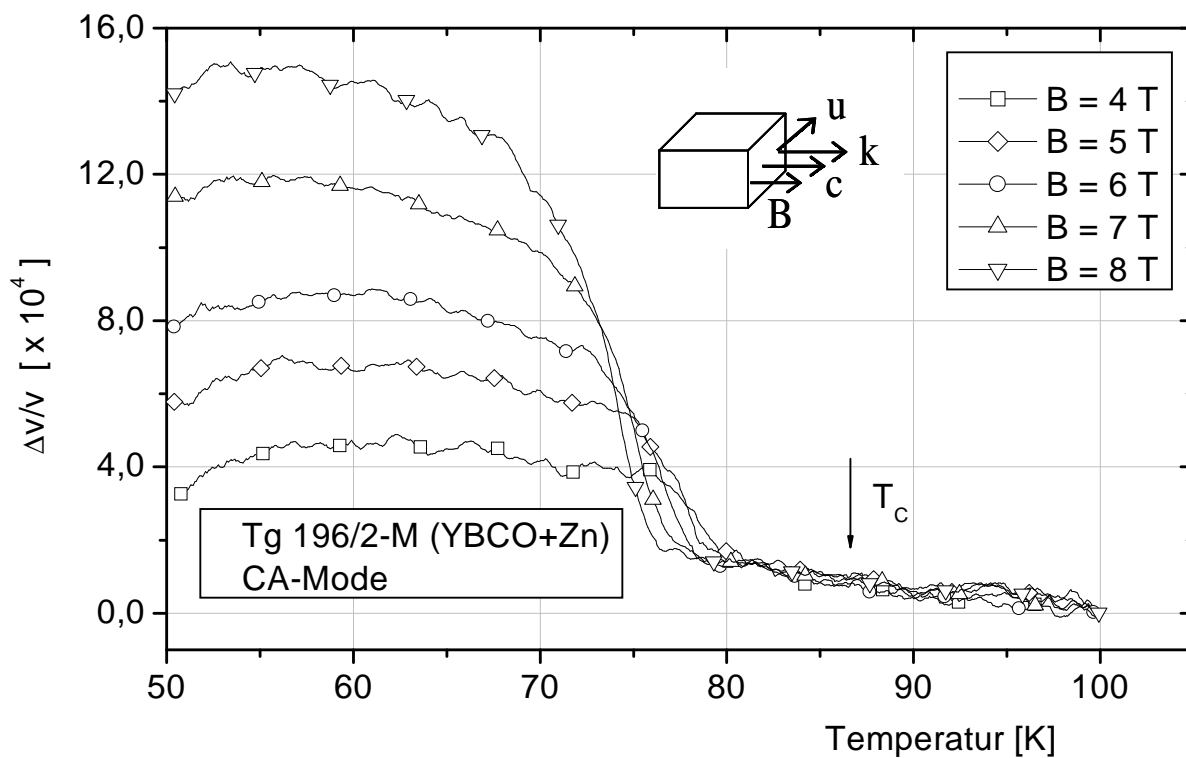


Abb. 7.16:  $\Delta v$ -Messung in der Konfiguration der CA-Mode.

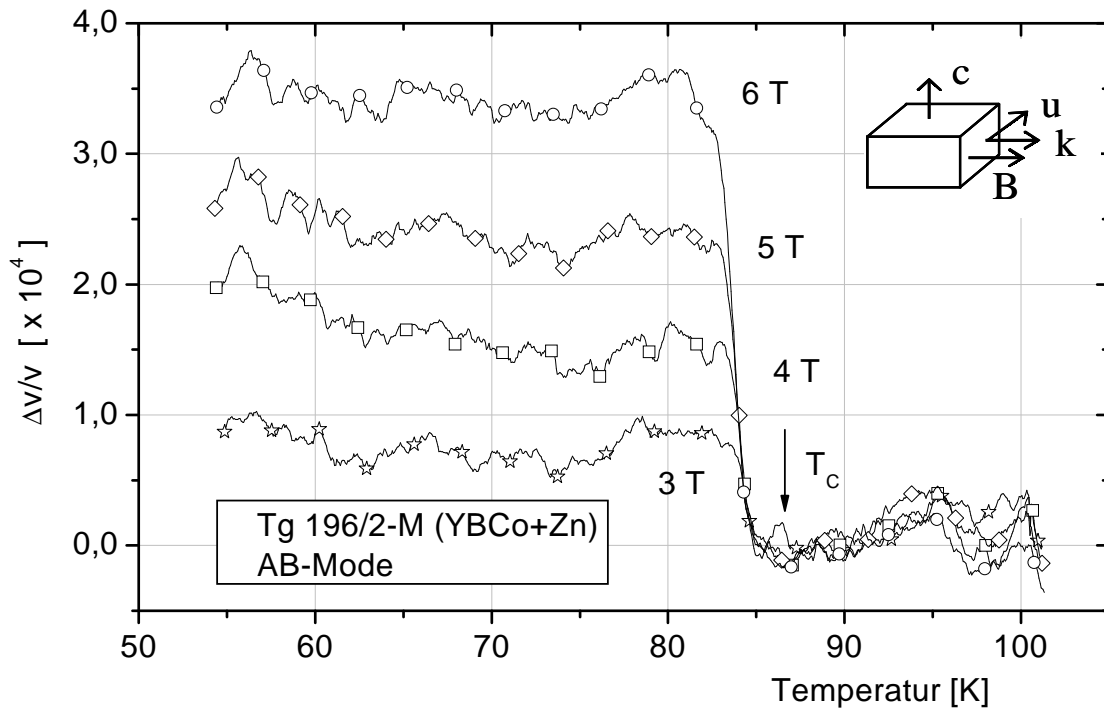


Abb. 7.17:  $\Delta v$ -Messung in der Konfiguration der AB-Mode.

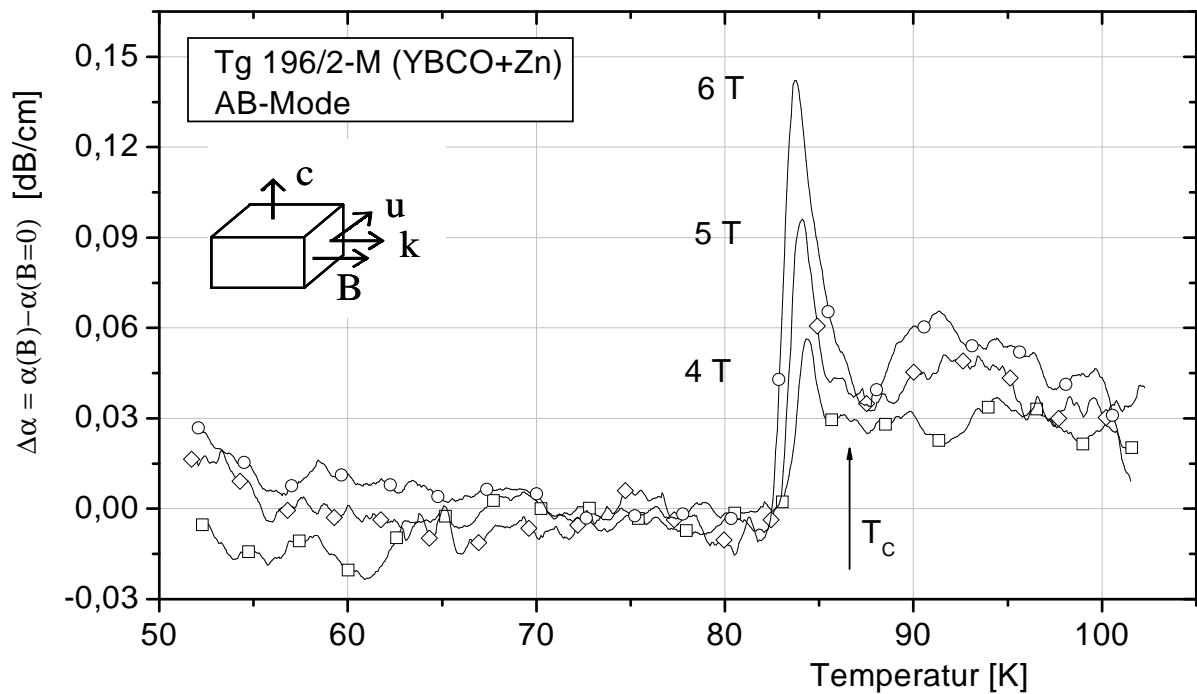
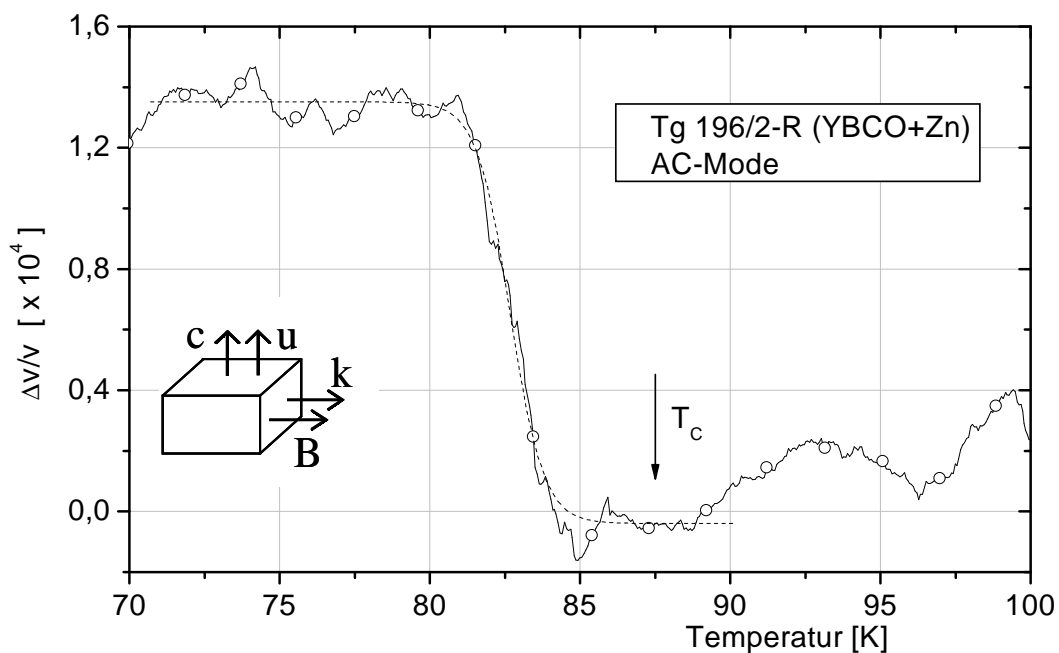


Abb. 7.18:  $\Delta\alpha$ -Messung in der Konfiguration der AB-Mode.



### 7.4.2 Tg 196/2-R (YBCO+Zn, Rand)

An der Probe Tg 196/2-R wurden Messungen der Moden CA und AB durchgeführt. Um Rückschlüsse auf eine Frequenzabhängigkeit der Depinning-Temperatur ziehen zu können, wurde zusätzlich in der AB-Mode die Depinning-Temperatur bei mehreren unterschiedlichen Frequenzen bestimmt. Aufgrund schlechter Signalqualität konnte jedoch die CC-Mode nicht untersucht werden. In der CC-Mode äquivalenten Geometrie, der AC-Mode, konnte dennoch eine  $\Delta v$ -Messung bei  $B = 6$  T gemacht werden. Da in der AC-Mode die Auslenkung der zur c-Achse senkrecht orientierten Flusslinien ebenso wie in der CC-Mode in Richtung der c-Achse stattfindet, ist der gleiche Relaxationskoeffizient (siehe Abb. 5.2) maßgebend und es sollte sich die gleiche Aktivierungsenergie wie in der CC-Mode ergeben. Die für die Berechnung der Aktivierungsenergie notwendige absolute Schallgeschwindigkeit wurde zu  $v = 3348$  m/s ermittelt. Aus der Messung bei  $B = 6$  T (Abb. 7.19) ergibt sich eine Depinningtemperatur von  $T_{dep} = 82,6$  K und die Aktivierungsenergie zu  $U^* = 694$  K oder  $U = 59,8$  meV. Da aber bei dieser Probe die Bestimmung der Aktivierungsenergie in der CC-Mode nicht möglich war, ist ein direkter Vergleich nicht möglich. Es ergibt sich dennoch eine Aktivierungsenergie, die mit derjenigen der YBCO+Zn-Probe aus der Mitte (Tg 196/2-M) gut übereinstimmt.



**Abb. 7.19:**  $\Delta v$ -Messung in der AC-Mode bei  $B = 6$  T.

Wie schon angesprochen, wurden bei der Probe Tg 196/2-R (YBCO+Zn) Messreihen bei unterschiedlichen Frequenzen durchgeführt. Bei einem Magnetfeld von 6 T wurden  $\Delta v$ -Messungen gemacht, die Frequenzen (bei  $T=T_{dep}$ ) lagen jeweils bei 8,19 MHz, 9,77 MHz und 10,91 MHz. Diese Messreihen sind in Abbildung 7.23 dargestellt. Man erkennt sofort, dass die Depinningtemperaturen sehr gut übereinstimmen. Relativ geringe Unterschiede gibt es

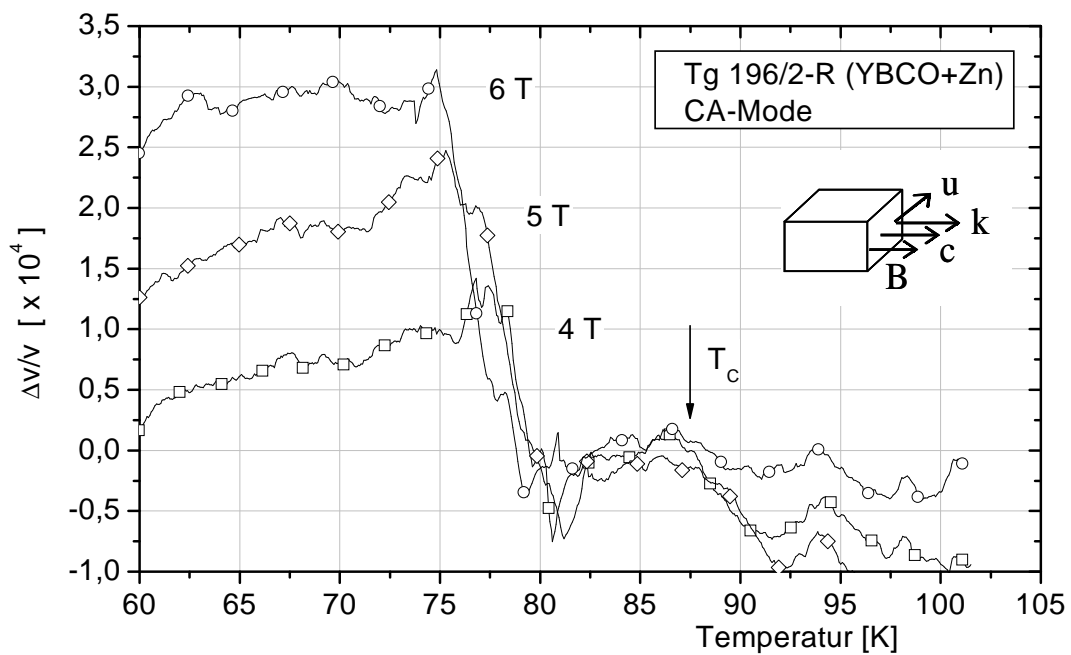


Abb. 7.20:  $\Delta v$ -Messung in der CA-Mode.

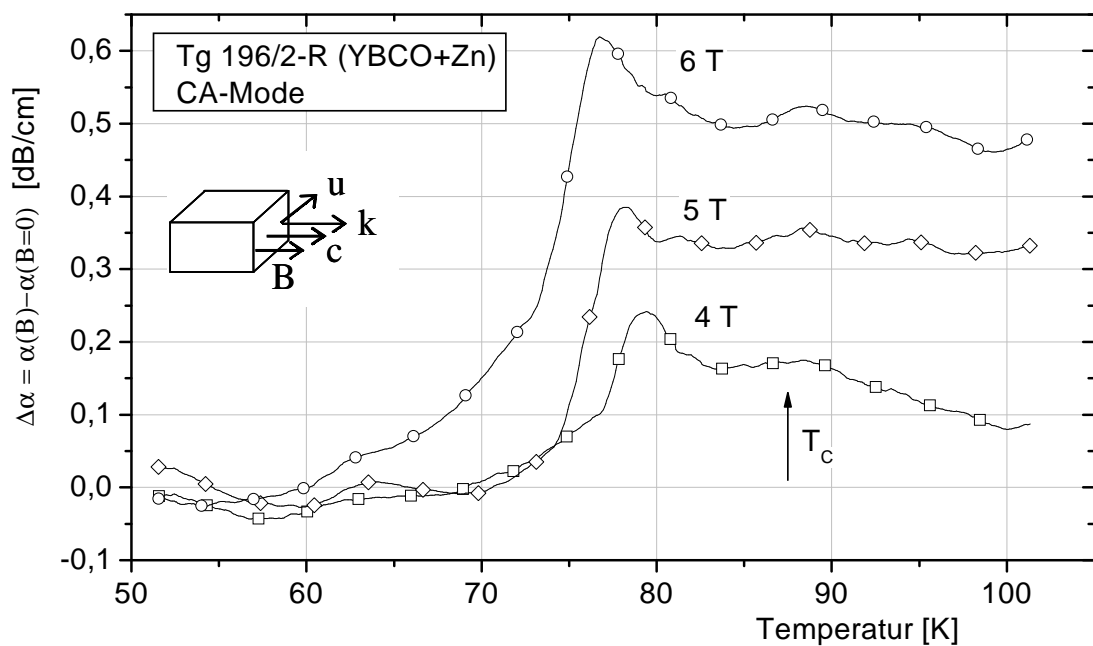


Abb. 7.21:  $\Delta\alpha$ -Messung in der CA-Mode.

bei der Höhe der Stufen. Dies lässt sich aber durch die unterschiedliche Schallausbreitung bei den jeweiligen Frequenzen erklären. Denn die Schallausbreitung wird in diesen Proben sehr durch die Frequenz des Ultraschalls beeinflusst. Da eine geringe Amplitudenabhängigkeit der Regelschleife des Phasen-Vergleichs-Verfahrens (siehe Abschnitt 2.2.2) nicht ausgeschlossen werden kann, kann dies zu diesen Unterschieden führt. Diese leicht unterschiedlichen Stufenhöhen sind aber unkritisch, da die Aktivierungsenergien nicht von der Stufenhöhe abhängig

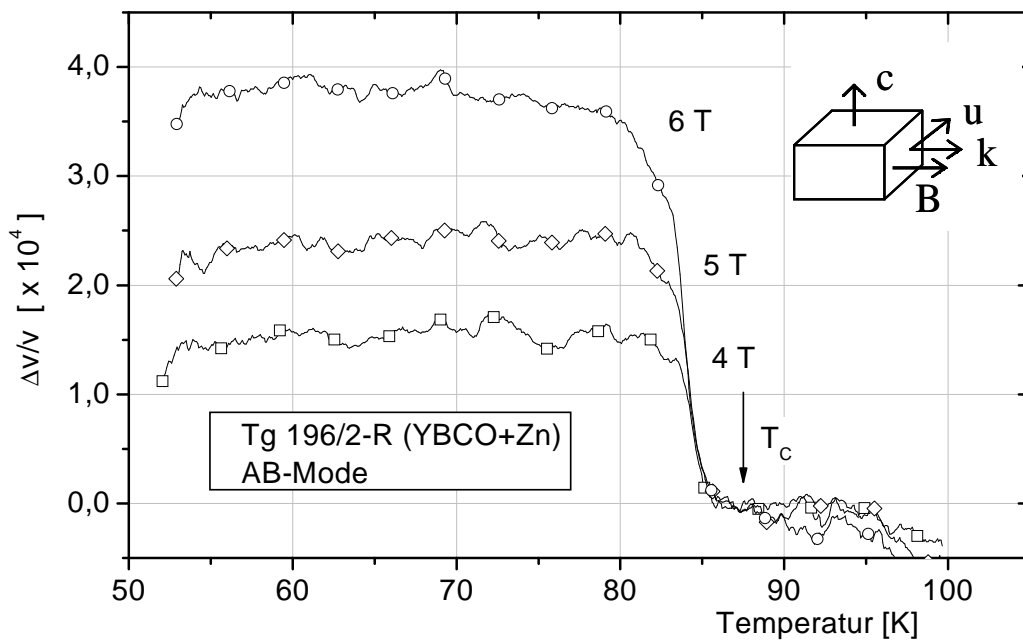


Abb. 7.22:  $\Delta v$ -Messung in der AB-Mode.

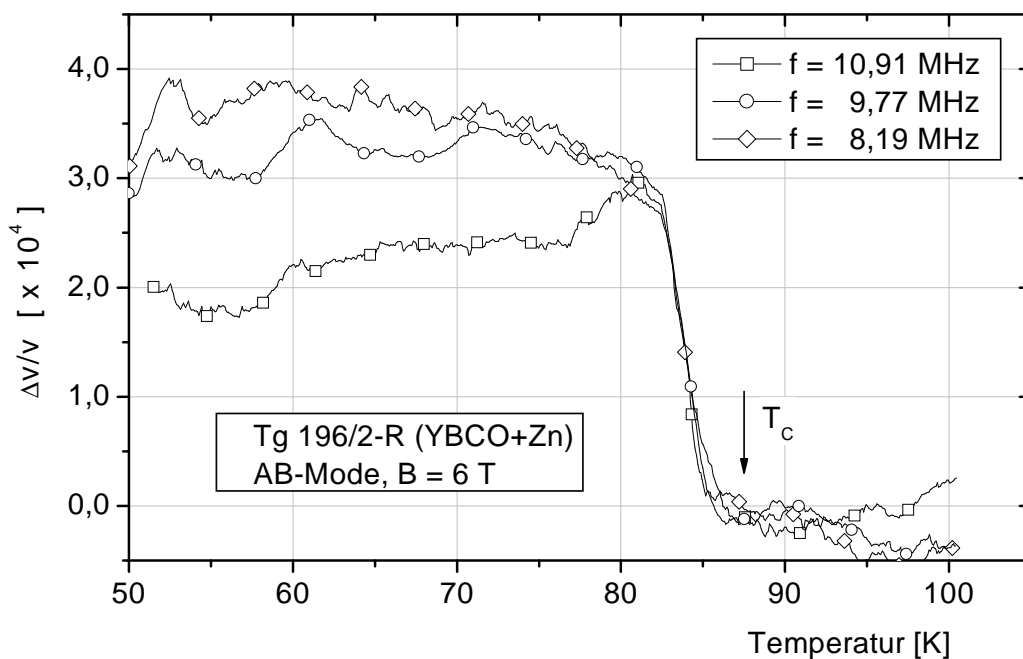


Abb. 7.23:  $\Delta v$ -Messungen bei unterschiedlichen Frequenzen bei  $B = 6$  T.

sind. Die Depinningtemperaturen befinden sich alle zwischen 83,7 K und 83,9 K, so dass anhand obiger Messreihen in einem begrenzten Frequenzbereich von einer frequenzunabhängigen Depinningtemperatur ausgegangen werden kann.

### 7.4.3 Diskussion der Ergebnisse

Zunächst sind in den nachfolgenden Tabellen die aus den Messungen ermittelten Ergebnisse zusammengefasst und in der Abbildung 7.24 graphisch dargestellt.

B	$\Delta\alpha$ -Messung						$\Delta v$ -Messung					
	CA-Mode			AB-Mode			CA-Mode			AB-Mode		
	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]
3	–	–	–	–	–	–	–	–	–	84,4	767	66,0
4	–	–	–	84,4	767	66,0	78,9	723	62,2	84,2	765	65,9
5	–	–	–	84,1	764	65,8	77,0	705	60,7	83,9	762	65,6
6	–	–	–	83,8	761	65,6	75,6	692	59,6	83,7	760	65,5
7	–	–	–	–	–	–	74,1	679	58,4	–	–	–
8	–	–	–	–	–	–	72,8	667	57,4	–	–	–

**Tabelle 7.5:** Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die Zn-dotierte YBCO-Probe Tg 196/2-M.

B	$\Delta\alpha$ -Messung						$\Delta v$ -Messung					
	CA-Mode			AB-Mode			CA-Mode			AB-Mode		
	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]
4	79,3	722	62,2	84,5	761	65,6	79,0	719	61,9	84,3	760	65,4
5	78,2	712	61,3	84,3	760	65,4	78,3	713	61,4	84,1	758	65,3
6	76,7	698	60,1	83,9	756	65,1	76,6	697	60,1	83,7	754	64,9

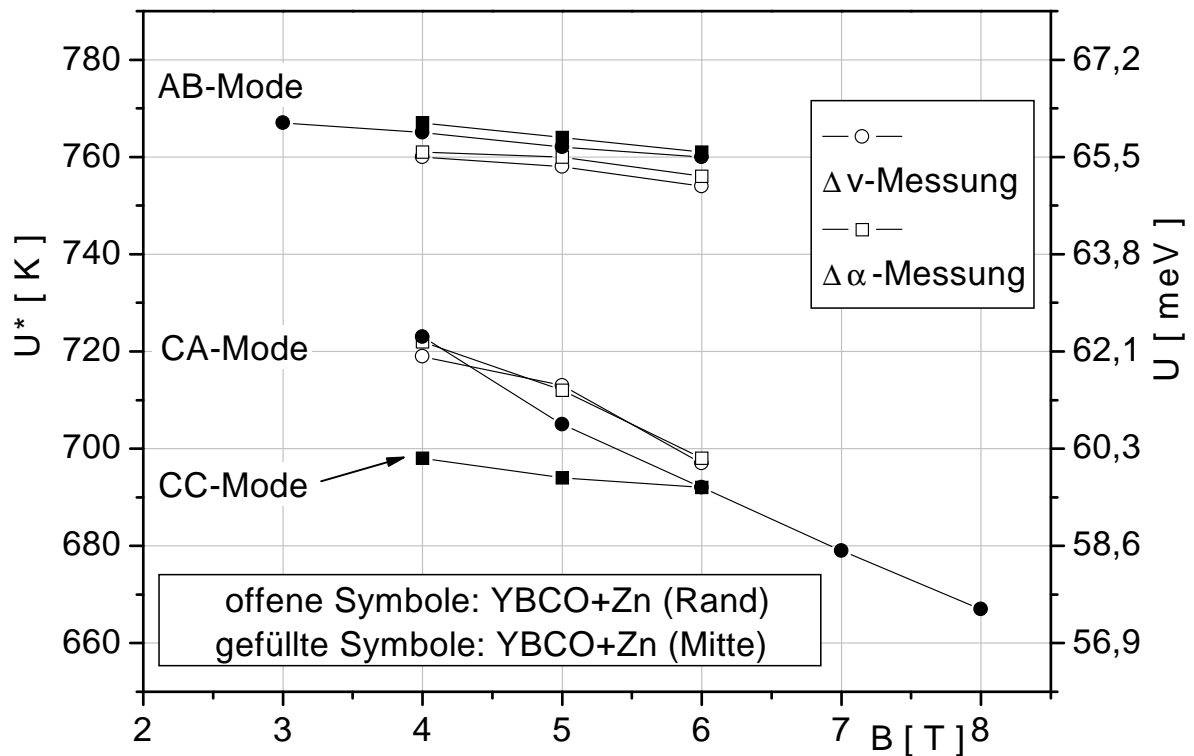
**Tabelle 7.6:** Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die Zn-dotierte YBCO-Probe Tg 196/2-R.

B	CC-Mode $\Delta\alpha$ -Messung		
	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	U [meV]
	4	85,5	698
5	84,9	694	59,7
6	84,7	692	59,6

**Tabelle 7.7:** Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die Zn-dotierte YBCO-Probe Tg 196/2-M in der CC-Mode.

Wie schon bei den reinen YBCO-Proben, stellt man auch bei den Zn-dotierten Proben nur geringe Unterschiede in den Aktivierungsenergien in Abhängigkeit der Entnahmestelle (Mitte oder Rand) fest. In der AB-Mode, wie schon bei der reinen YBCO-Probe, weist die aus

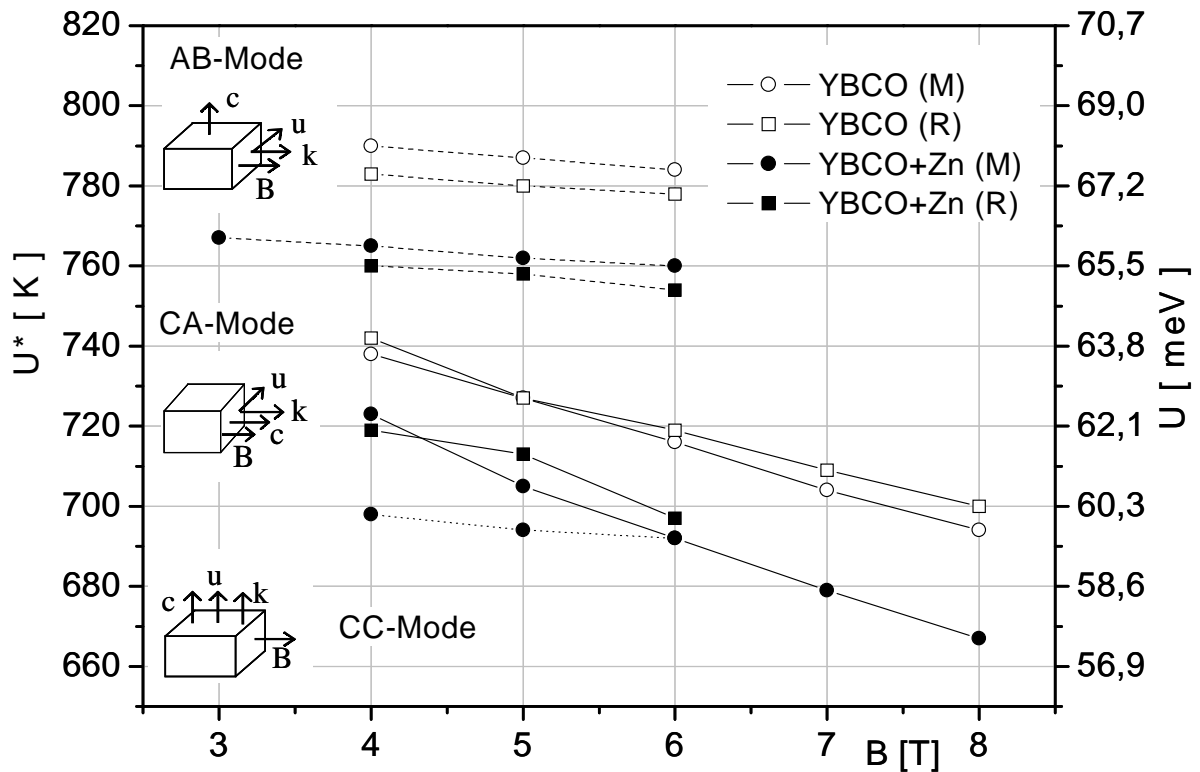
der Mitte entnommene Probe eine geringfügig höhere Aktivierungsenergie auf. Eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten wäre folgende. Während der Herstellung ist die Sauerstoffdiffusion in die Mitte des Massivmaterials schwächer als in die Randbereiche, wodurch in der Mitte eine sauerstoffärmere Konfiguration des YBCO dominiert. Die so entstandenen Sauerstofffehlstellen könnten in der AB-Mode als zusätzliche Pinningzentren wirken und so für eine höhere Aktivierungsenergie verantwortlich sein. Andererseits wäre auch denkbar, dass in den „Rand-Proben“ die Texturierung nicht so ausgeprägt ist. Infolge der unterschiedlichen Texturierung wäre damit eine geringere Aktivierungsenergie der „Rand-Probe“ denkbar.



**Abb. 7.24:** Vergleich der Aktivierungsenergien für die Zn-dotierten YBCO-Proben.

Wie weiterhin aus Abbildung 7.24 ersichtlich ist, sind auch bei den Zn-dotierten YBCO-Proben die Aktivierungsenergien in der AB-Mode deutlich höher als die in der CA-Mode. Mögliche Ursachen hierfür wurden bereits in Abschnitt 7.3.3 diskutiert. Viel erstaunlicher und auch unerwartet sind die niedrigen Aktivierungsenergien in der CC-Mode. Denn nach dem Modell des intrinsischen Pinnings wird aufgrund des vergleichbaren Abstandes der  $\text{CuO}_2$ -Ebenen zu der Kohärenzlänge die Modulation des Ordnungsparameters als Pinningpotenzial benutzt. Ein Verlassen dieser Potentiale, wie es bei der CC-Mode der Fall ist, sollte daher besonders schwer fallen, was eine höhere Aktivierungsenergie bedeutet. In der AB-Mode dagegen bleiben die Flusslinien vollständig innerhalb der Potentiale des intrinsischen Pinnings, also sollte die Aktivierungsenergie in der AB-Mode geringer sein als in der CC-Mode. Bei den in Abschnitt 7.2 vorgestellten Vergleichsmessungen an der c-texturierten BiPb-2223-Keramik war die Aktivierungsenergie der CC-Mode deutlich oberhalb des Wer-

tes der AB-Mode. Dass dieses Verhältnis der Aktivierungsenergien bei YBCO umgekehrt ausfällt, könnte daran liegen, dass der HTSL BSCCO im Vergleich zu YBCO eine deutlich höhere Anisotropie in Richtung der  $c$ -Achse besitzt. Dadurch wäre beim BSCCO die „Gefangenschaft“ der Flusslinien in den intrinsischen Potenzialen effektiver als bei YBCO [45].



**Abb. 7.25:** Gegenüberstellung der Aktivierungsenergien der reinen bzw. Zn-dotierten YBCO-Proben. Die Ergebnisse der AB- und CC-Mode sind dabei gestrichelt bzw. gepunktet dargestellt.

In einer weiteren Abbildung 7.25 sind die Aktivierungsenergien der Zn-freien und der Zn-dotierten Proben dargestellt. Aus dieser Gegenüberstellung wird ersichtlich, dass infolge der Zn-Dotierung die Aktivierungsenergien herabgesetzt werden. Dies trifft sowohl für die AB- als auch für die CA-Mode zu. In [36] wurde in YBCO-Proben ebenfalls eine Herabsetzung des Irreversibilitätsfeldes infolge der Zn-Dotierung beobachtet, so wurde bei  $T = 77$  K in einer sauerstoffübersorgten YBCO-Probe eine Verschiebung des Irreversibilitätsfeld von 8 T auf 5,6 T festgestellt.

## 7.5 Messungen an mit Ag-versetzten YBCO-Proben

### 7.5.1 Ag 844 (YBCO+Ag)

An dieser Probe wurden drei Moden (CA, AB und CC) untersucht. Zunächst werden in den folgenden Abbildungen die Messkurven dargestellt und dann die daraus ermittelten Ergebnisse ( $T_{dep}$ ,  $U^*$  und  $U$ ) in der Tabelle 7.8 zusammengefasst.

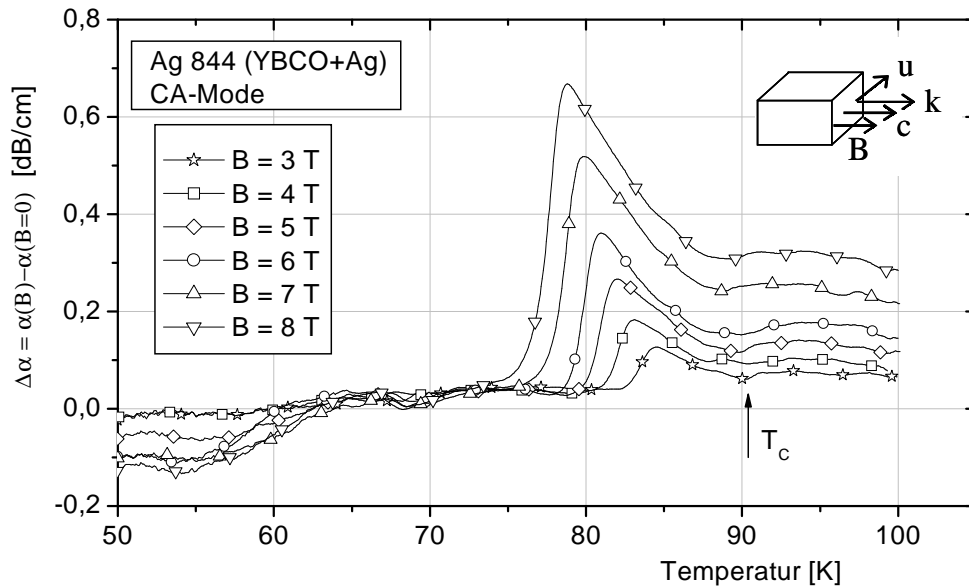


Abb. 7.26:  $\Delta\alpha$ -Messungen in der geometrischen Konfiguration der CA-Mode.

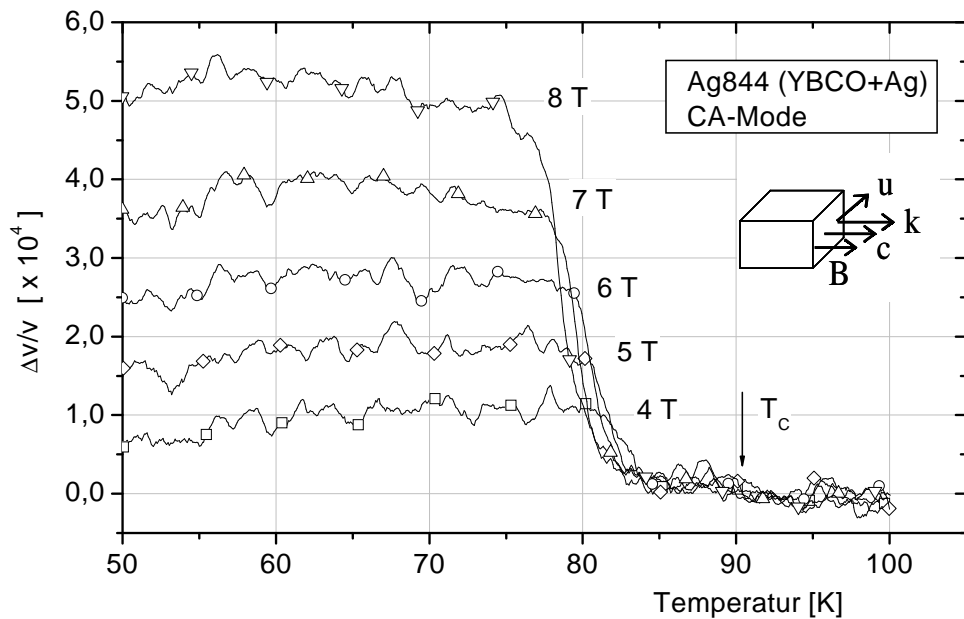
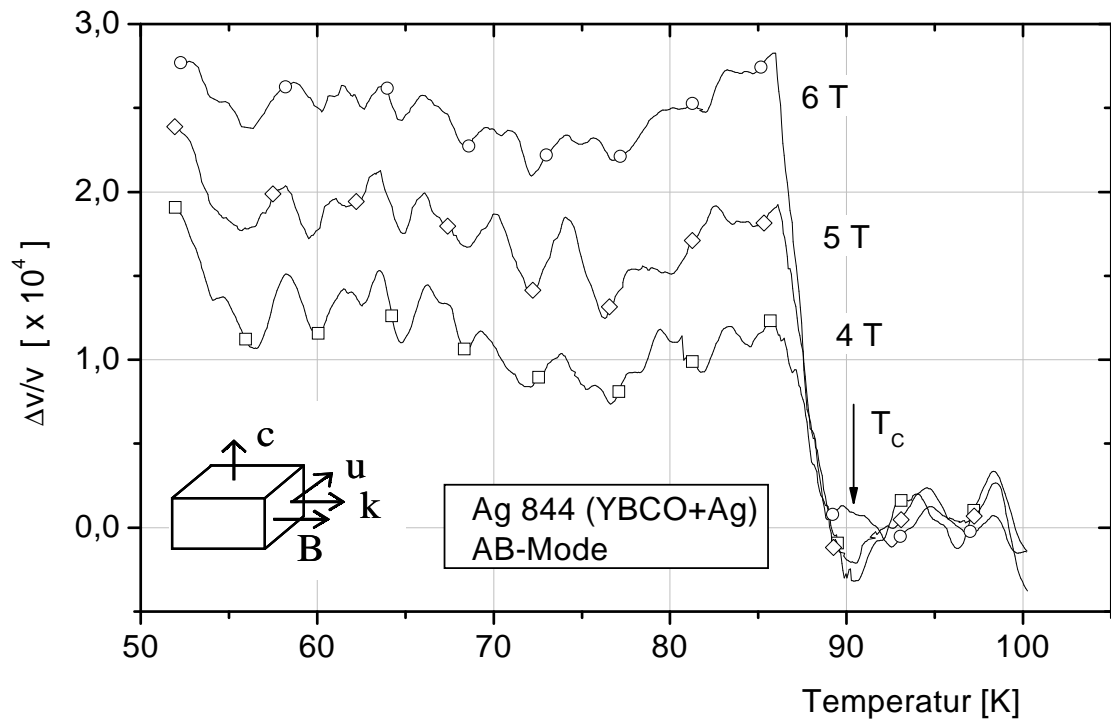
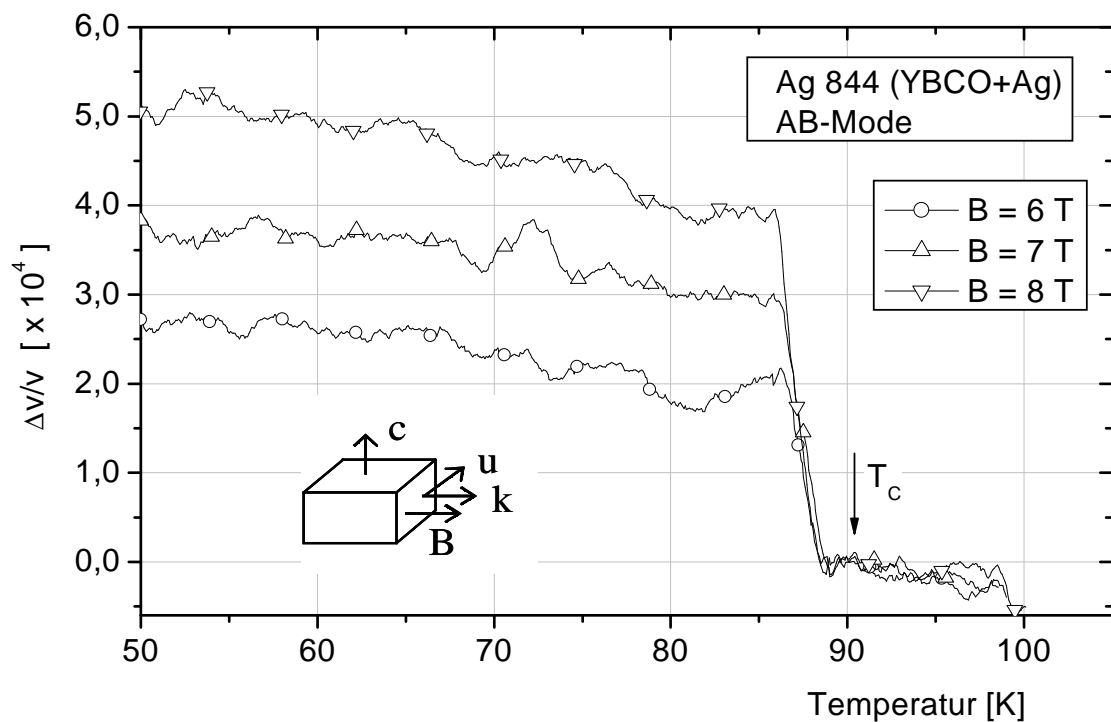


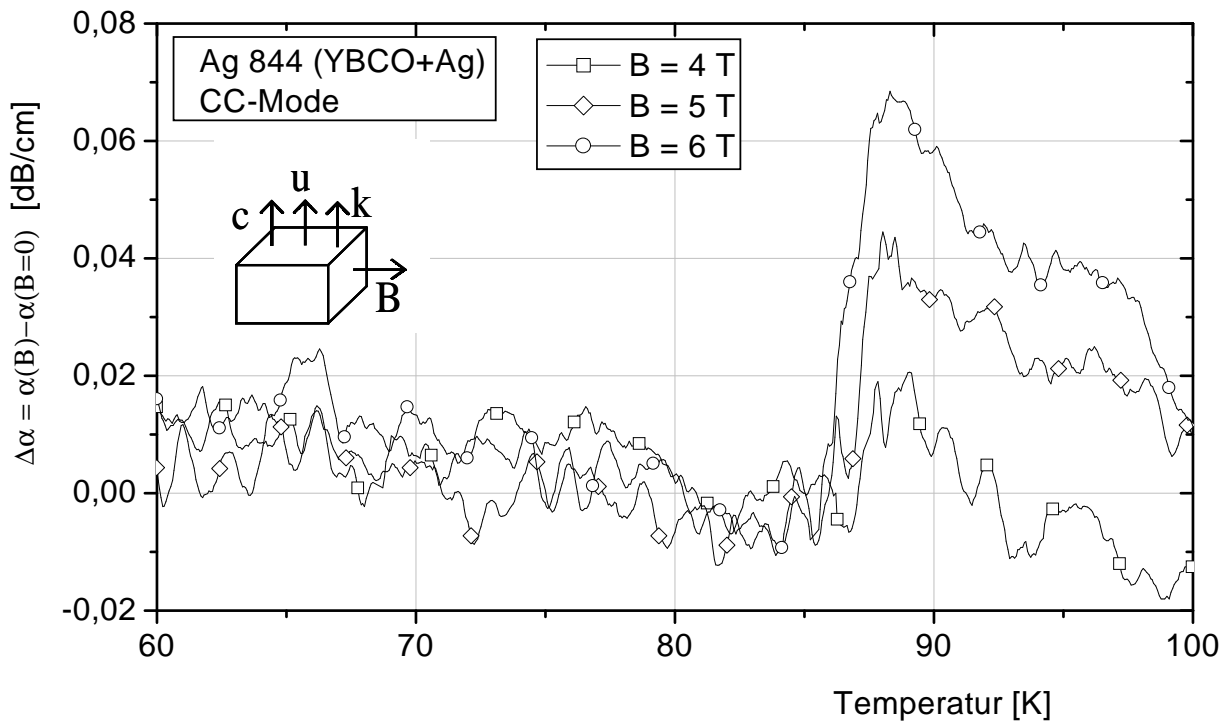
Abb. 7.27:  $\Delta v$ -Messungen in der Geometrie der CA-Mode.

Abb. 7.28:  $\Delta v$ -Messungen in der AB-ModeAbb. 7.29:  $\Delta v$ -Messungen in der AB-Mode

### 7.5.2 Ag 851 (YBCO+Ag+Zn)

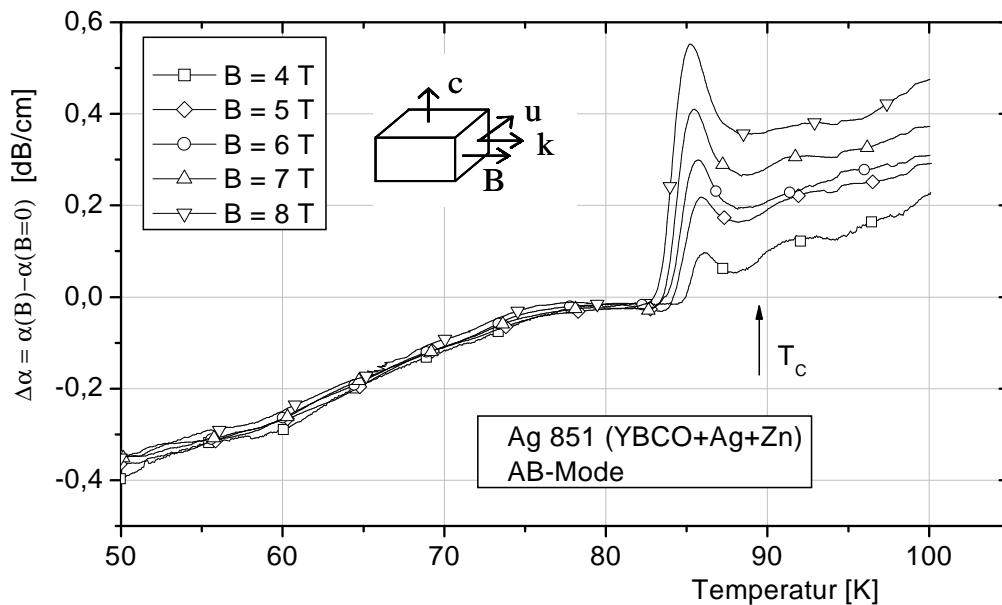
Bei dieser Probe wurden magnetoakustische Messungen in den Moden CA und AB durchgeführt. Die entsprechenden Messkurven der CA-Mode wurden bereits im Abschnitt 5.5 bei der





**Abb. 7.30:**  $\Delta\alpha$ -Messungen in der CC-Mode. Aufgrund der beeinträchtigten Signalqualität sind die dargestellten Kurven stark geglättet.

Vorstellung des magnetoakustischen Experiments gezeigt. Auf eine nochmalige Abbildung wird daher an dieser Stelle verzichtet. Nachfolgend also nur die Messkurven der AB-Mode.



**Abb. 7.31:**  $\Delta\alpha$ -Messungen der AB-Mode

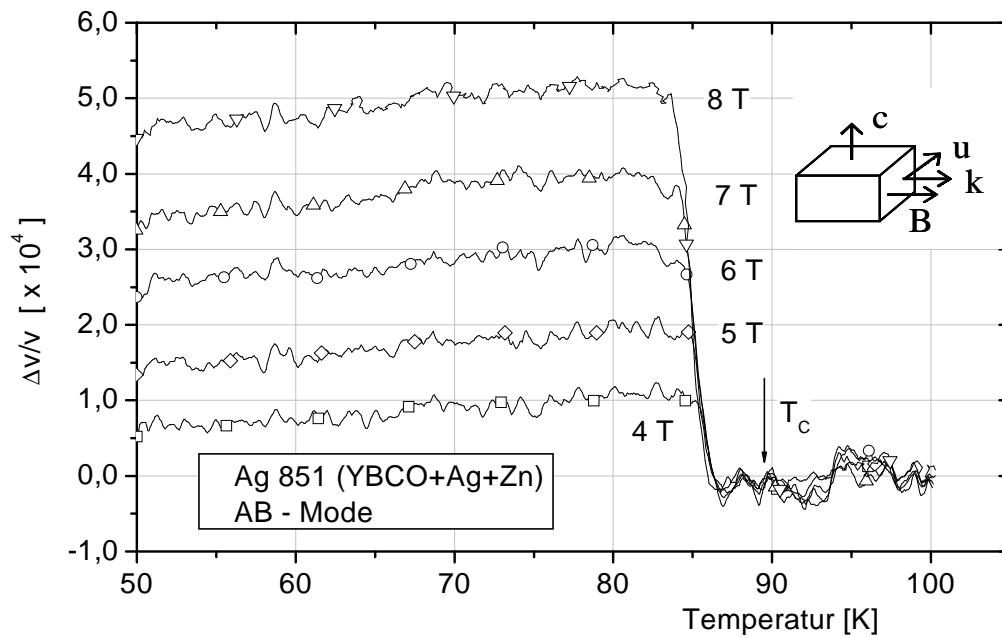


Abb. 7.32:  $\Delta v$ -Messungen der AB-Mode

### 7.5.3 Diskussion der Ergebnisse

Die aus den Messungen ermittelten Ergebnisse sind in den folgenden Tabellen 7.8 bis 7.10 zusammengefasst und in der Abbildung 7.33 graphisch dargestellt.

B [T]	$\Delta\alpha$ -Messung						$\Delta v$ -Messung					
	CA-Mode			AB-Mode			CA-Mode			AB-Mode		
$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	$U$ [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	$U$ [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	$U$ [meV]	$T_{dep}$ [K]	$U^*$ [K]	$U$ [meV]	
3	84,5	768	66,2	–	–	–	–	–	–	–	–	
4	83,1	756	65,1	–	–	–	83,1	756	65,1	87,9	802	69,1
5	81,9	745	64,1	–	–	–	81,8	744	64,1	87,7	801	69,0
6	80,9	736	63,4	–	–	–	80,8	735	63,3	87,4	798	68,7
7	79,8	726	62,5	–	–	–	79,7	725	62,4	87,2	796	68,6
8	78,8	717	61,7	–	–	–	78,6	715	61,6	86,8	792	68,3

Tabelle 7.8: Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die Ag/YBCO-Probe Ag 844.

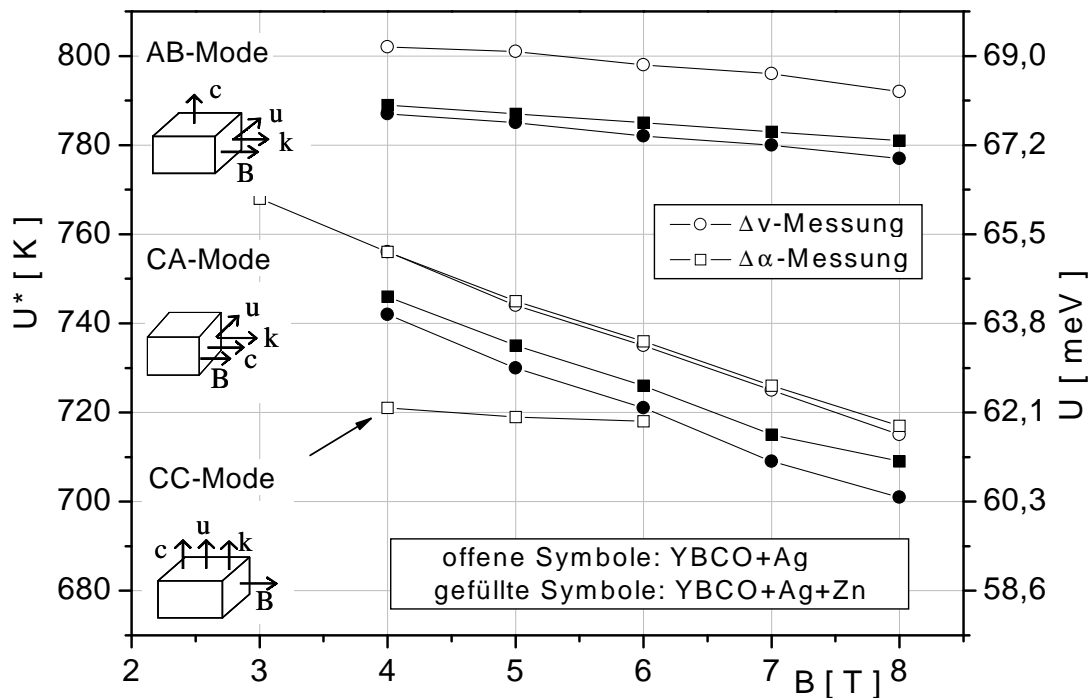
Wie schon bei dem Vergleich der reinen mit den Zn-dotierten Proben festgestellt wurde, führt die Zn-Dotierung auch bei den mit Silber versetzten Proben zu einer Erniedrigung der Aktivierungsenergien. Erneut wurden die höchsten Aktivierungsenergien in der AB-Mode, dann deutlich niedriger in der CA-Mode und schließlich die niedrigsten für die CC-Mode festgestellt. Bei der CC-Mode muss allerdings folgendes beachtet werden. Sie zeigt im untersuchten Bereich nur eine sehr schwache Magnetfeldabhängigkeit gegenüber der CA-Mode.

CC-Mode $\Delta\alpha$ -Messung			
B	$T_{dep}$	$U^*$	U
[T]	[K]	[K]	[meV]
4	88,5	721	62,1
5	88,3	719	61,9
6	88,2	718	61,9

**Tabelle 7.9:** Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die Ag/YBCO-Probe Ag 844 in der CC-Mode.

$\Delta\alpha$ -Messung							$\Delta\nu$ -Messung					
CA-Mode			AB-Mode				CA-Mode			AB-Mode		
B	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U	$T_{dep}$	$U^*$	U
[T]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]	[K]	[K]	[meV]
4	81,8	746	64,3	86,1	789	68,0	81,3	742	63,9	85,9	787	78,8
5	80,6	735	63,3	85,9	787	67,8	80,0	730	62,9	85,6	785	67,6
6	79,6	726	62,5	85,6	785	67,6	79,0	721	62,1	85,3	782	67,4
7	78,4	715	61,6	85,4	783	67,4	77,7	709	61,1	85,1	780	67,2
8	77,7	709	61,1	85,2	781	67,3	76,8	701	60,3	84,8	777	67,0

**Tabelle 7.10:** Depinningtemperaturen und Aktivierungsenergien bei  $f=10$  MHz für die Ag/Zn-dotierte YBCO-Probe Ag 851.

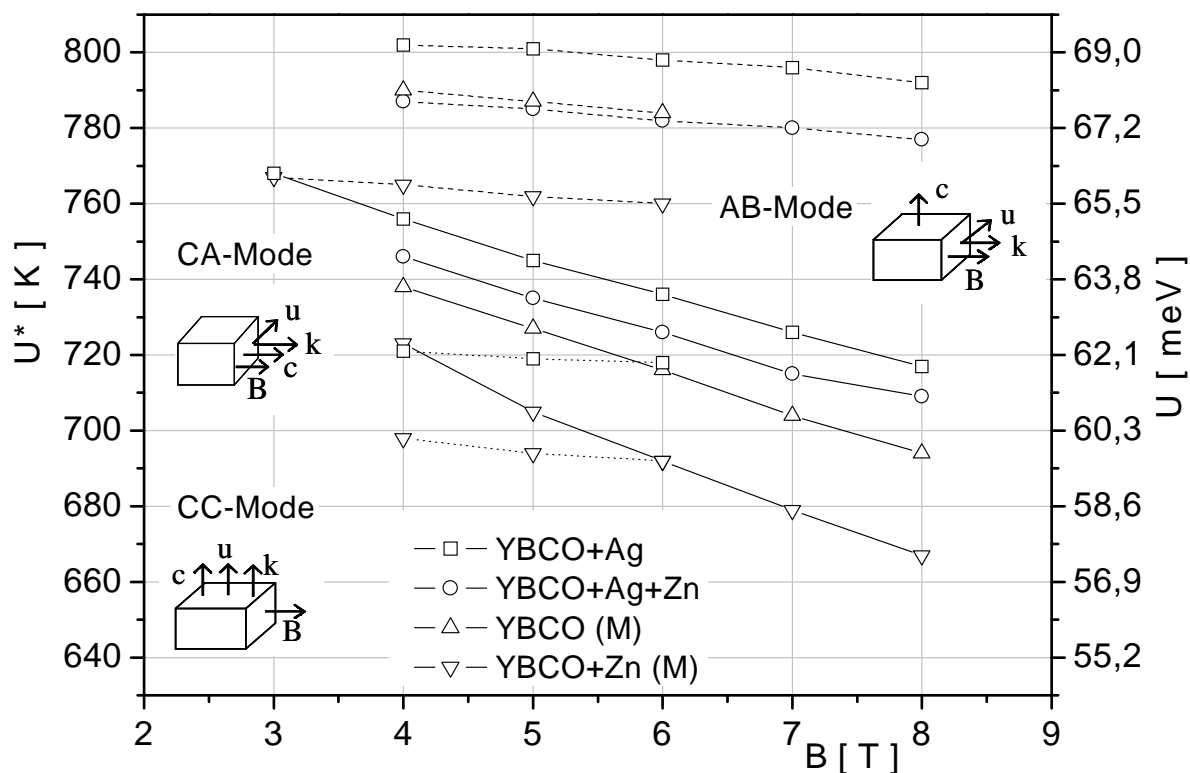


**Abb. 7.33:** Vergleich der Aktivierungsenergien für die mit Silber versetzten Proben.

Bei 4 T sind die Aktivierungsenergien der beiden Moden CC und CA noch deutlich unterschiedlich. Bei 6 T jedoch sind sie fast gleich, so dass aufgrund des sehr flachen Verlaufes der Magnetfeldabhängigkeit bei einer Extrapolation auf höhere Felder als 6 T die Aktivierungsenergien der CC-Mode nun größer als die der CA-Mode wären. Übrigens, dieses Verhalten tritt auch bei den nur mit Zn-dotierten Proben auf (siehe Abb. 7.24).

## 7.6 Gesamtvergleich der Ergebnisse

Eine graphische Darstellung der ermittelten Aktivierungsenergien in Abhängigkeit der Probenzusammensetzung, der Schallmode und des Magnetfeldes ist aus Abbildung 7.34 ersichtlich.



**Abb. 7.34:** Vergleich der Aktivierungsenergien in Abhängigkeit der Schallmode, des Magnetfeldes und der Probenzusammensetzung. Die Ergebnisse der AB- und CC-Mode sind dabei gestrichelt bzw. gepunktet dargestellt.

Anhand der Abbildung lassen sich die folgenden Erkenntnisse feststellen.

1. Die Zn-Dotierung führt bei festem Magnetfeld zu einer Erniedrigung der Aktivierungsenergie
2. Silberzusätze führen dagegen in den untersuchten Proben immer zu einer Erhöhung.

3. Bei der mit Silber versetzten und Zn-dotierten YBCO-Probe gleichen sich diese gegenteiligen Wirkungen in etwa aus (in der AB-Mode besser als in der CA-Mode) und die Aktivierungsenergie bleibt vergleichbar mit der der reinen YBCO-Probe.

Anhand von Messungen der kritischen Stromdichte in schmelztexturierten YBCO/Ag-Proben wird in [39] vermutet, dass die Ag-Zusätze nicht selber als Pinningzentren dienen. Vielmehr könnte es so sein, dass die Silberzusätze die die kritischen Ströme begrenzenden Faktoren teilweise aufheben. Vermutet wird außerdem, dass die Ag-Zusätze die Effektivität der existierenden Defekte in irgendeiner Weise so verändern können, dass dadurch die kritischen Stromdichten und die Irreversibilitätslinien bei z.B. fester Temperatur zu höheren Magnetfeldern hin verschoben werden.

## 8 Zusammenfassung

Mit Hilfe magnetoakustischer Messmethoden wurde im Rahmen dieser Arbeit die Flusslinienverankerung im System des Hochtemperatursupraleiters YBCO untersucht. Die theoretischen Grundlagen lassen sich dabei, aufbauend auf das TAFF-Modell mit Hilfe der Pankert'schen Theorie [31] beschreiben.

Das Ziel der Messungen war den Depinning-Übergang (oder Irreversibilitäts-Übergang) zu untersuchen. Dieser Übergang ist dadurch gekennzeichnet, dass für Temperaturen größer als  $T_{dep}(B)$  eine feste Verankerung der Flusslinien im supraleitenden Material nicht mehr möglich ist. Der daraus bestimmbaren Aktivierungsenergie der Flusslinienbewegung kommt eine besondere Bedeutung zu, da sie die Stromtragfähigkeit des supraleitenden Materials bestimmt. Es wurden Messreihen an Kristallen durchgeführt die eine unterschiedliche Zusammensetzung hatten, um die Auswirkungen auf das Pinningverhalten zu studieren. Durch die vielfältigen Orientierungsmöglichkeiten zwischen der Schallwelle, Magnetfeld und der kristallographischen c-Achse lassen sich mit Hilfe der Ultraschallmethode die anisotropen Eigenschaften des Flussliniengitters untersuchen.

Bei den durchgeführten Messungen wurde für die untersuchten Proben ein ungewöhnliches Verhalten der Aktivierungsenergie festgestellt. Die Aktivierungsenergie der Flusslinienbewegung in der CC-Mode (des intrinsischen Pinnings) hat bei Magnetfeldern kleiner als etwa 6 T im Vergleich zu den anderen untersuchten Moden die niedrigsten Werte. Dagegen wurden in der AB-Mode, unerwartet, die höchsten Aktivierungsenergien festgestellt. Diese Verhaltensweisen wurden unabhängig von der Entnahmestelle und der Dotierung der einzelnen Proben festgestellt.

Die ermittelten Aktivierungsenergien sind im Vergleich zu entsprechenden Werten an polykristallinen keramischen YBCO-Proben deutlich höher. Die wahrscheinliche Ursache dafür ist die Zusammensetzung der Proben, insbesondere das Vorhandensein einer Y211-Phase in den hier untersuchten Kristallen. Dadurch entsteht, wie es vermutet wird, ein zusätzlicher Pinningbeitrag, das Interface-Pinning Y123/Y211. Die Höhe der hier ermittelten Aktivierungsenergien bestätigen diese Vermutungen.



## 9 Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen danken, die zu dem Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben, insbesondere:

Prof. Dr. S. Ewert, Inhaber des Lehrstuhls für Experimentalphysik I (Festkörperphysik) der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus für seine Förderung und Betreuung meiner Forschungsarbeiten. Darüber hinaus ermöglichte er mir die Teilnahme an nationalen und internationalen Konferenzen.

Herrn Dr. R. Schubert für die Durchführung der Magnetisierungsmessungen und die vielen anregenden Diskussionen.

Herrn I. Henke für die nicht immer einfache Probenpräparation.

Durch die Zusammenarbeit mit dem Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung in Dresden und die Bereitstellung der Proben wurde erst eine Vielzahl der Messungen ermöglicht. Mein besonderer Dank geht hierbei an Prof. G. Krabbes und Herrn Dr. G. Fuchs.





---

# Literaturverzeichnis

- [1] G. FUCHS, G. KRABBES: *Dauermagnete aus Hochtemperatur-Supraleitern*. Physikalische Blätter, Seite 61, Mai 2001.
- [2] G. KRABBES, G. FUCHS, P. VERGES, P. DIKO, G. STÖVER, S. GRUSS: *16 T trapped fields in modified YBaCuO: materials aspects*. Physica C, 378:636, 2002.
- [3] R. P. HÜBENER, M. LIU, N. SCHOPOHL: *Physik-Nobelpreis für Theorien zu Supraleitern und Supraflüssigkeiten*. Physik Journal, Seite 23, Dezember 2003.
- [4] A. A. ABRIKOSOV: *Die Entdeckung der Typ-II-Supraleitung*. Physikalische Blätter, Seite 61, Januar 2001.
- [5] A. GEERKENS: *Ultraschallmessungen an Hochtemperatur-Supraleitern*. BTU Cottbus, 1998. Dissertation.
- [6] P. LEMMENS: *Magnetoakustische Effekte in Hochtemperatur-Supraleitern*. RWTH Aachen, 1992. Dissertation.
- [7] P. FRÖNING: *Einfluß von Flusslinien-Pinning auf Schallgeschwindigkeit und Dämpfung in Hochtemperatur-Supraleitern*. RWTH Aachen, 1991. Diplomarbeit.
- [8] I. GIESGEN: *Magnetoakustische Effekte in keramischen Ferriten*. RWTH Aachen, 1994. Dissertation.
- [9] C. CURA, R. SCHUBERT, S. EWERT, G. FUCHS, G. KRABBES: *Magnetostriction measurements on  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  crystals and Zn doped YBCO crystals*. Science and Engineering of HTC Superconductivity, Seite 393, 2003. Konferenzbeitrag CIMTEC 2002, Poster.
- [10] C. CURA, J. PAL, R. SCHUBERT, S. EWERT, G. FUCHS, G. KRABBES: *Magnetostriction and magnetoacoustic measurements on pure and Zn-doped YBCO crystals*. Physica C, 388:261, 2003.

- [11] C. CURA, R. SCHUBERT, S. EWERT, G. FUCHS, G. KRABBES: *Magnetostruktionsmessungen an reinen und Zn dotierten YBCO-Kristallen*. In: *Verhandlungen der DPG*, Band 37 der Reihe VI, Seite 408, 2002. Konferenzbeitrag, Poster.
- [12] J. PAL, S. EWERT, G. FUCHS, G. KRABBES: *Magnetoakustische Messungen an reinen und Zn-dotierten YBCO-Kristallen*. In: *Verhandlungen der DPG*, Band 37 der Reihe VI, Seite 409, 2002. Konferenzbeitrag, Poster.
- [13] J. PAL, S. EWERT, G. FUCHS, G. KRABBES,: *Magnetoakustische Messungen an YBCO-Kristallen*. In: *Verhandlungen der DPG*, Band 38 der Reihe VI, Seite 503, 2003. Konferenzbeitrag, Poster.
- [14] J. PAL, C. CURA, S. EWERT, G. FUCHS, G. KRABBES: *Magnetoacoustic measurements on pure and Zn-doped YBCO crystals*. *Materials Science Engineering A*, 370:381, 2004.
- [15] H. KUTTRUFF: *Physik und Technik des Ultraschalls*. S. Hirzel Verlag, 1988.
- [16] V. A. SUTILOV: *Physik des Ultraschalls*. Springer Verlag, 1984.
- [17] G. SORGE, P. HAUPTMANN: *Deutsch Taschenbücher Band 46: Ultraschall in Wissenschaft und Technik*. Harri Deutsch Verlag, 1985.
- [18] J. BARDEEN, L. N. COOPER, J. R. SCHRIEFFER: *Theory of Superconductivity*. *Phys. Rev.*, 108:1175, 1957.
- [19] J. G. BEDNORZ, K. A. MÜLLER: *Possible High  $T_c$  Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System*. *Zeitschrift für Physik B*, 64:189, 1986.
- [20] P. DAI, B. C. CHAKOUMAKOS, G. F. SUN, K. W. WONG, Y. XIN, D. F. LU: *Synthesis and Neutron Powder Diffraction Study of the Superconductor  $HgBa_2Ca_2Cu_3O_{8+\delta}$  by Tl Substitution*. *Physica C*, 243:201, 1995.
- [21] W. MEISSNER, R. OCHSENFELD. *Naturwissenschaften*, 21:787, 1933.
- [22] W. BUCKEL: *Supraleitung: Grundlagen und Anwendungen*. VCH Verlagsgesellschaft mbH, 1993. 5. Auflage.
- [23] W. BUCKEL, R. KLEINER: *Supraleitung: Grundlagen und Anwendungen*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2004. 6. Auflage.
- [24] E. H. BRANDT: *Dynamics of the flux-line lattice in high- $T_c$  oxides*. *Physica C*, 185:270, 1991.
- [25] C. P. BEAN: *Magnetization of hard superconductors*. *Phys.Rev.Lett.*, 8:250, 1962.

- [26] P. W. ANDERSON: *Theory of flux creep in hard superconductors*. Phys.Rev.Lett., 9:309, 1962.
- [27] Y. B. KIM, C. F. HEMPSTEAD, A. R. STRNAD: *Flux creep in hard superconductors*. Phys.Rev., 131:2486, 1963.
- [28] E. H. BRANDT. J.Mod.Phys.B, 5:751, 1991.
- [29] T. T. M. PALSTRA, B. BATLOGG, R. B. VAN DOVER, L. F. SCHNEEMEYER, J. V. WASZCZAK: *Dissipative flux motion in high-temperature superconductors*. Phys. Rev. B, 41:6621, 1990.
- [30] R. LABUSCH: *Elastic constants of the fluxoid lattice near the upper critical field*. Phys.Stat.Sol., 32:439, 1969.
- [31] J. PANKERT: *Ultrasonic attenuation in the mixed state of high- $T_C$  superconductors*. Physica C, 168:335, 1990.
- [32] T. HANAGURI, T. FUKASE, I. TANAKA, H. KOJIMA: *Elastic properties and anisotropic pinning of the flux-line lattice in single-crystalline  $La_{1.85}Sr_{0.15}CuO_4$* . Phy.Rev.B, 48:9772, 1993.
- [33] G. KRABBES, P. SCHÄTZLE, W. BIEGER, U. WIESNER, G. STÖVER, M. WU, T. STRASSER, A. KÖHLER, D. LITZKENDORF, K. FISCHER, P. GÖRNERT: *Modified melt texturing process for YBCO*. Physica C, 244:145, 1995.
- [34] P. SCHÄTZLE, G. KRABBES, S. GRUSS, G. FUCHS: *YBCO/Ag bulk material by melt crystallization for cryomagnetic applications*. Applied Superconductivity, IEEE Transactions on, 9:2022, 1999.
- [35] G. FUCHS, G. KRABBES, P. SCHÄTZLE, S. GRUSS, P. VERGES, K.-H. MÜLLER, J. FINK, L. SCHULTZ, H. ESCHRIG: *Bulk superconducting magnets with fields beyond 14 T*. Physica B, 294:398, 2001.
- [36] G. KRABBES, G. FUCHS, P. SCHÄTZLE, S. GRUSS, J. W. PARK, F. HARDINGHAUS, G. STÖVER, R. HAYN, S. -L. DRECHSLER, T. FAHR: *Zn doping of  $YBa_2Cu_3O_7$  in melt textured materials: peak effect and high trapped fields*. Physica C, 330:181, 2000.
- [37] P. DIKO, G. KRABBES: *Macro-cracking in melt-grown YBaCuO superconductor induced by surface oxygenation*. Superconductor Science And Technology, 16:90, 2003.
- [38] P. DIKO, G. FUCHS, G. KRABBES: *Influence of silver addition on cracking in melt-grown YBCO*. Physica C, 363:60, 2001.

- [39] E. MENDOZA, T. PUIG, E. VARESI, A. E. CARRILLO, J. PLAIN, X. OBRADORS: *Critical current enhancement in YBCO-Ag melt-textured composites: influence of microcrack density*. Physica C, 334:7, 2000.
- [40] R. Schubert: persönliche Mitteilung.
- [41] M. LEI, J. L. SARRAO, W. M. VISSCHER, T. M. BELL, J. D. THOMPSON, A. MIGLIORI: *Elastic constants of a monocrystal of superconducting  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$* . Phys.Rev.B, 47:6154, 1993.
- [42] J. FIGUERAS, T. PUIG, X. OBRADORS: *Influence of twin boundaries and randomly oriented correlated disorder on the liquid vortex plasticity of  $YBa_2Cu_3O_7$* . Phys.Rev.B, 67:014503, 2003.
- [43] B. MARTINEZ, X. OBRADORS, A. GOU, V. GOMIS, S. PINOL, J. FONTCUBERTA, H. VAN TOL: *Critical currents and pinning mechanisms in directionally solidified  $YBa_2Cu_3O_7$ - $Y_2BaCuO_5$  composites*. Phys.Rev.B, 53:2797, 1996.
- [44] B. MARTINEZ, T. PUIG, A. GOU, V. GOMIS, S. PINOL, J. FONTCUBERTA, X. OBRADORS G. CHOUTEAU: *In-plane flux pinning in melt-textured  $YBa_2Cu_3O_7$ - $Y_2BaCuO_5$  composites*. Phys.Rev.B, 58:15198, 1998.
- [45] H. HANEDA, T. ISHIGURO, K. OKA: *Intrinsic Pinning in the Layered Superconductor  $YBa_2Cu_3O_7$  studied by the Conversion of Ultrasonic to Electromagnetic Waves*. Journal of Superconductivity, 12:587, 1999.