



AC Suszeptibilitätsmessung unterhalb 2 Kelvin

Dominic Böni

Zürich, April 1, 2008
Physik-Institut der Universität Zürich

Bachelor-Arbeit unter der Leitung von Raffaele Dell'Amore
in der Gruppe von Prof. Dr. Andreas Schilling

Einleitung

Diese Bachelor-Arbeit beinhaltet die Funktionsweise, das Design, sowie den Aufbau einer AC-Suszeptibilitätsmessung, welche unterhalb von 2 Kelvin (bis ca. 500mK) und bis Frequenzen von ca. 20kHz messen kann. Die Arbeit befasst sich dabei hauptsächlich mit dem Design der Apparatur und den dazu ausschlaggebenden Rahmenbedingungen. Letztere wurden vor allem durch den tiefen Temperaturbereich bestimmt, was sich in zweierlei Arten äusserte: Erstens durch die kleine Kühlleistung, welche eine genaue Planung der Wärmeflüsse voraussetzt, sowie dem sehr kleinen Proberaum (ca. 8cm³).

Die Motivation diese Apparatur zu bauen, obwohl AC-Suszeptibilitätsmessungen als Serienkonstruktionen erhältlich sind, liegt genau in diesen Rahmenbedingungen. Die Serienkonstruktionen decken den tiefen Temperaturbereich nicht ab und sind auf ganz tiefe Frequenzen limitiert. Somit war die Apparatur nötig, um magnetische Eigenschaften von Materialien bei solch extremen Rahmenbedingungen zu testen.

Inhaltsverzeichnis

1 AC-Suszeptibilitätsmessung.....	3
1.1 Theoretische Beschreibung der Suszeptibilität in einem Wechselfeld.....	3
1.2 Prinzip der Messung.....	4
1.3 Berechnung der Suszeptibilität.....	4
2 Experimenteller Aufbau.....	6
2.1 Kryostat.....	6
2.1.1 He4 (Helium) Kryostat.....	6
2.1.2 He3 Kryostat.....	7
2.1.3 Rahmenbedingungen des Kryostaten.....	7
2.2 Aufbau der Apparatur.....	7
2.2.1 Kleiner Proberaum.....	7
2.2.2 Wärmeflüsse.....	7
2.2.3 Möglichst hohe Sensitivität.....	8
2.2.4 Befestigungsmöglichkeiten.....	8
2.2.5 Materialien.....	8
2.2.6 Schneller Einbau.....	9
2.2.8 Fazit.....	9
2.3 Details der einzelnen Bauteile.....	9
2.3.1 Basisplatten.....	10
2.3.1.1 Basisplatte für die Primärspule.....	10
2.3.1.2 Basisplatte für die Sekundärspule.....	10
2.3.2 Spulen.....	11
2.3.2.1 Herstellung der Spulen.....	11
2.3.2.2 Primärspule.....	11
2.3.2.3 Sekundärspule.....	11
2.3.3 Träger.....	11
2.3.3.1 Träger für die Primärspule.....	11
2.3.3.2 Träger für die Sekundärspule.....	11
2.4 Bauplan.....	12
3 Eichung mit Indium.....	13
3.1 Auswertung.....	14
4. Danksagungen.....	15

1 AC-Suszeptibilitätsmessung

Magnetische Suszeptibilität ist ein Mass für die Magnetisierung einer Probe. Sie ist definiert als

$$\chi = \frac{\partial M}{\partial H} \quad (1)$$

Dabei ist M die Magnetisierung und H das angelegte Magnetfeld. Bei der AC-Suszeptibilitätsmessung wird ein Wechselfeld an die Probe angelegt, und das Verhalten der Probe mit einer Detektorspule aufgezeichnet. Da mit einem dynamischen Magnetfeld gemessen wird, hat man auch die Möglichkeit die Frequenzabhängigkeit der komplexen Suszeptibilität zu bestimmen. Dies ist interessant, wenn man dynamische Prozesse und deren Relaxationszeiten studieren will. Da die Suszeptibilität beim Erreichen von T_C eines Supraleiters auf -1 springt (perfekter Diamagnet), wird diese Messmethode verwendet, um solche Materialien zu bestimmen und zu charakterisieren.

1.1 Theoretische Beschreibung der Suszeptibilität in einem Wechselfeld

Wir legen ein Wechselfeld $H_a = H_{a0} \cos(\omega t)$ an unsere Probe an. Als Folge des Wechselfeldes H_a , erhalten wir eine lokale Flussdichte B in der Probe, welche eine verzögerte Phasenverschiebung aufweist. Für kleine angelegte Felder ist das B-Feld nicht linear, weshalb wir weder B noch M durch eine Sinusfunktion ausdrücken können. Wir müssen B durch eine Fourier Analyse darstellen,

$$\langle B \rangle = \mu_0 H_{a0} \sum_{n=0}^{\infty} [\mu'_n \cos(n\omega t) + \mu''_n \sin(n\omega t)] \quad (2)$$

Dabei sind μ'_n und μ''_n der Real- bzw. Imaginärteil der komplexen relativen Permeabilität μ_n . Nun multiplizieren wir beide Seiten mit $\cos(\omega t)$ und integrieren über eine Periode $T = \left(\frac{2\pi}{\omega}\right)$, somit erhalten wir

$$\int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \cos(\omega t) dt = \mu_0 H_{a0} (\pi/\omega) \mu'_1 \quad (3)$$

Analog multiplizieren wir die Gleichung (2) mit $\sin(\omega t)$ und erhalten

$$\int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \sin(\omega t) dt = \mu_0 H_{a0} (\pi/\omega) \mu''_1 \quad (4)$$

Aus der Definition der komplexen Permeabilität durch die Suszeptibilität

$$\mu = 1 + \chi \quad (5)$$

kann man folgendes für den Real- bzw. den Imaginärteil der Suszeptibilität schliessen

$$\chi'_1 = \mu'_1 - 1 \quad (6)$$

$$\chi''_1 = \mu''_1 \quad (7)$$

Mit Hilfe der Gleichungen (3) und (6) können wir den Realteil der Suszeptibilität χ'_1 durch die lokale Flussdichte B ausdrücken.

$$\chi'_1 = \left(\frac{\omega}{\pi \mu_0 H_{a0}} \int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \cos(\omega t) dt \right) - 1 \quad (8)$$

Analog bestimmt man den Imaginärteil χ''_1 durch die Gleichungen (4) und (7)

$$\chi_1'' = \left(\frac{\omega}{\pi \mu_0 H_{a0}} \int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \sin(\omega t) dt \right) \quad (9)$$

Man kann sagen, dass χ_1' ein Ausdruck für das Eindringen des magnetischen Flusses in die Probe ist. Für ein Supraleiter, welcher durch den Meissnereffekt kein Eindringen des Magnetfeldes erlaubt, wird das Integral in Gleichung (8) Null und $\chi_1' = -1$. Bei vollem Durchdringen des magnetischen Flusses wird das Integral

$\frac{\mu_0 H_{a0} \pi}{\omega}$ und somit $\chi_1' = 0$. Ähnlich für χ_1'' , im komplett supraleitenden Zustand wird $\chi_1'' = 0$ während im gemischten supraleitenden Zustand χ_1'' einen kleinen positiven Wert kleiner als 1 annimmt. Dieser widerspiegelt Wechselstrom-Verluste.

1.2 Prinzip der Messung

Das Prinzip der AC-Suszeptibilitätsmessung beruht darauf, eine Probe in einem schwachen Wechselfeld zu platzieren. Die Änderung des magnetischen Flusses in der Probe wird mit einer Detektionsspule aufgenommen, und die induzierte resultierende Spannung gemessen.

Das gewünschte Wechselfeld $H_a = H_{a0} \cos(\omega t)$ wird durch Anlegen einer Wechselspannung an eine umhüllende Spule erzeugt. Diese Spule wird Primärspule genannt. Die Detektionsspule (Sekundärspule) wird innerhalb der Primärspule platziert. Sie besteht aus zwei symmetrischen Spulen, welche in entgegengesetzte Richtung gewickelt sind (siehe Abbildung). Ohne Probe wird somit in beiden Hälften der Sekundärspule die gleiche Spannung jedoch mit entgegengesetztem Vorzeichen induziert, wodurch sich eine resultierende Spannung von Null ergibt. Fügt man jedoch eine Probe in die eine Hälfte der Sekundärspule ein (siehe Abbildung), so ändern sich die Eigenschaften dieser Spule und wir erhalten eine resultierende Spannung. Mit Hilfe von dieser Spannung kann die Suszeptibilität bestimmt werden.

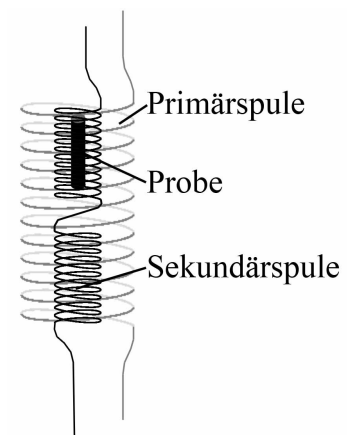


Abbildung 1: Anordnung der Spulen

1.3 Berechnung der Suszeptibilität

Die induzierte Spannung in einer Spule mit N Windungen ist

$$v(t) = -N \frac{d\Phi}{dt} \quad (10)$$

Um die Spannung zu berechnen benötigen wir also den magnetischen Fluss für die jeweiligen Hälften der Sekundärspule. Dieser ist definiert als

$$\Phi(t) = \int \vec{B} \cdot d\vec{A} \quad (11)$$

Für eine Spule erhalten wir somit

$$\Phi(t) = B \cdot A \quad (12)$$

Betrachten wir nun die Hälfte der Sekundärspule, in welcher sich die Probe befindet, so erhalten wir mit

$$B(t) = \mu_0 \cdot (H_a + M) \quad (13)$$

für den magnetischen Fluss,

$$\Phi_1(t) = \mu_0 \cdot A_1 (H_a + M) \quad (14)$$

Dabei ist M die Magnetisierung innerhalb der ganzen Spule. Da die Probe jedoch nur einen Teil des Spulenvolumens ausfüllt, erhalten wir die Magnetisierung m innerhalb der Probe aus folgender Gleichung:

$$M = V_f \cdot m \quad (15)$$

Dabei ist V_f der Volumenfüllfaktor. Dieser ist ein Mass dafür, wie viel des Innenraumes der Spule von der Probe ausgefüllt ist. Es gilt:

$$V_f = \frac{V_{Probe}}{V_{Spule}} \quad (16)$$

Damit wird der magnetische Fluss innerhalb der ersten Hälfte der Spule

$$\Phi_1(t) = \mu_0 \cdot A_1 (H_a + m \cdot V_f) \quad (17)$$

Die Hälfte der Spule ohne Probe erhalten wir Analog

$$\Phi_2(t) = \mu_0 \cdot A_2 (H_a + 0) \quad (18)$$

Somit erhalten wir für die Spannungen nach Gleichung (10)

$$v_1(t) = -N_1 \cdot \mu_0 \cdot A_1 \left(\frac{dH_a}{dt} + \frac{dm}{dt} \cdot V_f \right) \quad (19)$$

$$v_2(t) = N_2 \cdot \mu_0 \cdot A_2 \frac{dH_a}{dt} \quad (20)$$

Bei v_2 erhalten wir kein Minus, da diese Hälfte der Spule in entgegengesetzter Richtung gewickelt ist, und somit eine entgegengesetzte Spannung induziert wird.

Die Suszeptibilität innerhalb der Probe ist

$$\chi = \frac{dm}{dH} \quad (21)$$

Daraus folgt

$$\frac{dm}{dt} = \frac{dm}{dH} \cdot \frac{dH}{dt} = \chi \cdot \frac{dH}{dt} \quad (22)$$

Setzen wir (22) in die Gleichung (19) ein, so erhalten wir für die Spannung in der Spule mit Probe

$$v_1(t) = -N_1 \cdot \mu_0 \cdot A_1 \cdot \frac{dH_a}{dt} (1 + \chi \cdot V_f) \quad (23)$$

Mit $H_a = H_{a0} \cos(\omega t)$ ergibt sich somit

$$v_1 = N_1 \cdot \mu_0 \cdot A_1 \cdot \omega \cdot H_{a0} \cdot \sin(\omega t) (1 + \chi \cdot V_f) \quad (24)$$

$$v_2 = -N_2 \cdot \mu_0 \cdot A_2 \cdot \omega \cdot H_{a0} \cdot \sin(\omega t) \quad (25)$$

Aus den Spannungen der beiden Spulen können wir nun die totale Spannung der Sekundärspule berechnen, indem wir die Teilspannungen addieren. Nehmen wir zusätzlich an, dass die Flächen der beiden Teilspulen gleich gross sind, so erhalten wir

$$v = v_1 + v_2 = \mu_0 \cdot A \cdot \omega \cdot H_{a0} \cdot \sin(\omega t) (N_1 \cdot \chi \cdot V_f - \Delta N) \quad (26)$$

mit $A = A_1 = A_2$ und $\Delta N = N_2 - N_1$. Da die Apparatur die Spannung als „root mean square“ (rms) misst, erhalten wir.

$$v_{rms} = |\mu_0 \cdot A \cdot \omega \cdot H_{A_{rms}} (N_1 \cdot \chi \cdot V_f - \Delta N)| \quad (27)$$

Durch das Quadrieren, geht uns jedoch das Vorzeichen verloren. Diese Gleichung können wir nun nach χ auflösen, mit $H_{A_{rms}} = I_{rms_{pri}} \frac{N_{pri}}{l_{pri}}$ und $\omega = 2\pi f$ erhalten wir

$$\chi = \delta \frac{v_{rms} l_{pri}}{2\pi f \mu_0 I_{rms_{pri}} N_{pri} A \cdot N_1 \cdot V_f} + \frac{\Delta N}{N_1 \cdot V_f} \quad \text{mit} \quad \begin{matrix} \delta = 1 \text{ für } N_1 \chi V_f > \Delta N \\ \delta = -1 \text{ für } N_1 \chi V_f < \Delta N \end{matrix} \quad (28)$$

Dabei beschreiben $I_{rms_{pri}}$, N_{pri} und l_{pri} die Stromstärke, die Windungszahl und die Länge der Primärspule. Zusätzlich muss beachtet werden, dass die Spulen nicht perfekt gewickelt sind, was zu einem Windungszahlunterschied ΔN führt, welcher einen Messoffset verursacht. Zusätzlich müssen Entmagnetisierungseffekte beachtet werden. Es gilt folgende Beziehung

$$\chi_{Schein} = \frac{\chi_{eff}}{1 + \chi_{eff} \cdot N} \quad (29)$$

wobei χ_{Schein} die gemessene und χ_{eff} die effektive Suszeptibilität ist. Der Entmagnetisierungsfaktor N ist von der Geometrie der Probe abhängig. Für einen Zylinder mit Radius r und Höhe h berechnet er sich folgendermassen

$$N_{Zylinder} = 1 - \left(4 \left(\frac{r}{h} \right)^2 + 1 \right)^{-1/2} \quad (30)$$

2 Experimenteller Aufbau

Dieses Kapitel nimmt sich dem Kernthema der Arbeit an. Als erstes werden die Rahmenbedingungen analysiert, welche zu einem grossen Teil durch den Kryostaten gegeben sind. Der zweite Teil befasst sich mit der Apparatur, deren Einzelteile und dem Einbau in den Kryostaten. Zuletzt folgen dann die Details der einzelnen Bauteile.

2.1 Kryostat

Der Kryostat ist für die Kühlung zuständig. Wir verwenden das PPMS (He4 Kryostat) von Quantum Design mit dem He3 Einsatz.

2.1.1 He4 (Helium) Kryostat



Abbildung 3: PPMS Kryostat

Das PPMS ist ein grosser Tank (Abbildung 3) in welchem ein mehrstufiges Kühlsystem untergebracht ist (Abbildung 2; die Abbildung stimmt nicht genau mit dem verwendeten Modell überein, besitzt jedoch ein beinahe identisches System).

Der äussere Bereich wird mit flüssigem Stickstoff gefüllt, um das ganze System kostengünstig auf ca. 80 K zu kühlen. Der darin liegende Tank beinhaltet flüssiges Helium (He4), welches eine Temperatur von ca. 4 K besitzt. Die letzte Stufe besteht aus einem Heliumkreislauf. In einem kleinen Helium Becken wird das verdampfte Helium abgepumpt. Das Gas wird wieder verflüssigt und in das Becken zurück geleitet. Durch das Abpumpen wird eine

Drucksenkung erreicht, wodurch der Siedepunkt von Helium (He4) von 4 auf ca. 2 K sinkt. Somit kann mit dem PPMS auf 2 K gekühlt werden.



Abbildung 2: Kryostat Innenansicht

2.1.2 He3 Kryostat

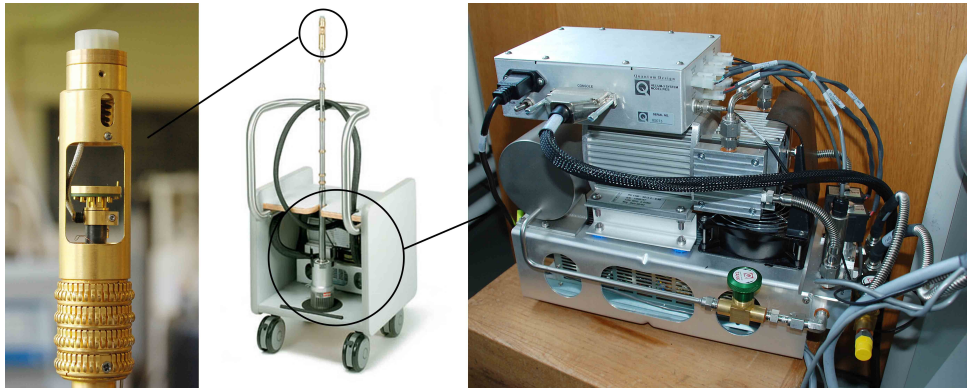


Abbildung 4: He3 Kryostat (Mitte), Proberaum (links) und Pumpsystem (rechts)

Der He3 Kryostat besteht aus einem stabförmigen Einsatz für den He4 Kryostat (Mitte und links) und einem Pumpsystem (rechts). Der Einsatz, in welchem sich auch der Proberaum befindet, wird in den oben beschriebenen He4 Kryostat eingeführt. Es verfügt über einen zusätzlichen Helium 3 Kreislauf, welcher vom Pumpsystem betrieben wird. Durch den tieferen Siedepunkt von Helium 3 kann bis 0.4 K gekühlt werden. Aufgrund des sehr hohen Preises von He3 wird es nur für die Kühlung der letzten 2K benutzt.

2.1.3 Rahmenbedingungen des Kryostaten



Abbildung 5:

Abbildung 6:

Der Proberaum ist relativ klein, es bleiben nur zirka 8 cm³ um das Anbringen des Spulensystems zu realisieren (Abbildung 5). Die Montage der Messapparatur innerhalb des Proberaumes ist sehr knifflig, da nur eine kleine Plattform auf die gewünschte Temperatur gekühlt wird (Abbildung 6). Zusätzlich ist die Kühlleistung sehr begrenzt, weshalb streng darauf geachtet werden musste, dass möglichst wenig Wärme um die Probe und Probeplattform erzeugt wird.

2.2 Aufbau der Apparatur

Durch die Einschränkungen, welche durch den Kryostat und den angestrebten Messbereich gegeben waren, ergaben sich folgende grundsätzliche Fragen.

1. Wie kann die Apparatur in einem so kleinen Proberaum untergebracht werden?
2. Wie hält man die Wärmeflüsse möglichst klein. Wie isoliert man die Probe und die Probeplattform. von den Wärmequellen?
3. Wie muss man das Design wählen, um eine möglichst grosse Sensitivität zu erhalten?
4. Wo kann man die Bauteile im Proberaum festmachen, ohne den Kryostat zu beschädigen?
5. Welche Materialien sind geeignet?
6. Wie wählt man das Design, damit die Apparatur in nützlicher Frist ein bzw. ausgebaut werden kann?

2.2.1 Kleiner Proberaum

Der kleine Proberaum war eine der wichtigsten Einschränkungen. Dadurch wurde es notwendig, die Spulenanordnung in einem sehr kleinen Massstab anzufertigen. Dies erschwerte diverse Bereiche der Konstruktion. Zum Beispiel mussten die Spulen mit sehr dünnem Draht gewickelt werden, wodurch beim Einbau der Spulen eine grössere Sorgfalt und Genauigkeit benötigt wird. Ausserdem sind die Spulen dadurch sehr heikel, so dass sie mit grösster Vorsicht behandelt werden müssen. Zusätzlich erschweren die kleinen Dimensionen die Montage der Bauteile und beeinträchtigen die Sensitivität. Genauer zu den Auswirkungen des kleinen Proberaumes auf die einzelnen Gebiete finden Sie weiter unten.

2.2.2 Wärmeflüsse

Der Kryostat hat eine sehr begrenzte Kühlleistung, weshalb darauf geachtet werden muss, dass möglichst wenig Wärmeenergie zu der Probe und der Probeplattform gelangen kann. Zusätzlich wird das Problem durch die sehr

kleinen Wärmekapazitäten bei diesen Temperaturen noch verschärft. Dadurch schnell die Temperatur schon bei sehr kleinen Energien weit in die Höhe. Um dies zu verhindern, ist es notwendig, die Wärmequellen von der Probe und der Probepattform zu trennen. Glücklicherweise wird nur ein sehr geringer Strom in der Sekundärspule erzeugt, so dass diese fast keine Wärme erzeugt, somit konnte die Probe ohne Bedenken in der Sekundärspule platziert werden. Diese wurde dann auf der kleinen Probepattform montiert, welche auf weniger als zwei Kelvin gekühlt wird (Abbildung 6). So kann die Wärme von der Probe über die Sekundärspule zur gekühlten Probepattform abgeleitet werden.

Ein grösseres Problem stellt die Primärspule dar, da in ihr wegen der grösseren Stromstärke (siehe 2.2.3) bedeutend mehr elektrische Arbeit verrichtet wird, und somit mehr Wärme entsteht. Es war unablässig, die Primärspule von der Sekundärspule zu trennen, um diese nicht zu erwärmen. Zusätzlich durfte die Primärspule keinen Kontakt zu der Probepattform bekommen. Es musste also eine andere Montagemöglichkeit für die Primärspule gefunden werden.

2.2.3 Möglichst hohe Sensitivität

Für eine hohe Sensitivität wird einerseits ein möglichst grosses Feld in der Primärspule und andererseits eine möglichst sensitive Sekundärspule benötigt.

Aus der Formel $H = I \cdot \frac{N}{l}$ ist ersichtlich, dass das magnetische Feld ein Produkt aus der Stromstärke und der Windungsdichte ist. Um ein möglichst grosses Feld in der Primärspule zu erzeugen, soll dieses Produkt maximal werden. Eine hohe Windungsdichte bedeutet jedoch auch eine hohe Induktivität L der Spule und somit ein hoher Wechselstromwiderstand. Das heisst, die Stromstärke wird kleiner, je grösser die Windungsdichte wird. Es gilt also ein Optimum zu wählen.

Wie in Formel (10) ersichtlich, ist die Sensitivität der Sekundärspule direkt proportional zur Windungszahl. Um eine genaue Messung zu erhalten, muss die Windungszahl möglichst gross werden. Diese ist jedoch durch den knappen Platz begrenzt.

Ein weiterer wichtiger Faktor um eine präzise Messung zu erhalten, ist die Genauigkeit der Spulen. Die einzelnen Windungen müssen ohne Zwischenräume aneinander liegen, und sie dürfen sich auf keinen Fall überkreuzen, dies würde ungewollte Kapazitäten hervorrufen, welche zu Messfehlern führen. Dies limitiert die Windungszahl der Sekundärspule, da es von Hand (unter dem Mikroskop) nicht möglich ist, einen beliebig dünnen Draht fehlerfrei zu wickeln.

2.2.4 Befestigungsmöglichkeiten

Als Montagemöglichkeit im He3 Kryostat ist diejenige Probepattform vorgesehen, auf welcher eine Messplatte mittels 8 Pins aufgesteckt werden kann. Die 8 Pins dienen gleichzeitig als elektrische Verbindungselemente, über welche die Messwerte nach aussen gelangen. Die Probepattform ist von den anderen Teilen des He3 Kryostaten isoliert und wird als einzige auf unter 2 Kelvin gekühlt (siehe Abbildung 6). Auf ihr wird die Sekundärspule inklusive Halterung montiert. Für die Primärspule muss jedoch aus wärmetechnischen Gründen (siehe 2.2.2) eine andere Möglichkeit für die Montage gefunden werden. Die Lösung fand sich in drei Schrauben, welche sich auf der Oberseite des Kryostaten befinden. Mit Hilfe dieser drei Schrauben ist es möglich, die Basisplatte der Primärspule von der Probepattform getrennt zu montieren. Genaueres dazu unter 2.3.1.1.

2.2.5 Materialien

Die Materialien welche für die Spulen und die Träger verwendet werden können, müssen einerseits magnetisch neutral sein, um die Messung nicht zu beeinflussen, andererseits muss das Material die grossen Temperaturschwankungen und die sehr niedrigen Temperaturen aushalten, ohne dabei spröde zu werden. Diese Eigenschaften erfüllt Torlon hervorragend, ein stabiles aber äusserst teures Material. Der hohe Preis des Materials fällt dank der kleinen Dimensionen unserer Einzelteile weniger ins Gewicht.

Die Basisplatten, auf welchen die Träger montiert werden, sind mit dem grösstmöglichen Abstand vom Spulensystem montiert, so dass für sie auch metallische Materialien verwendet werden können. Hier fiel die Wahl auf Berylco, eine Kupfer Berilium Legierung, welche die hohe thermische Wärmeleitfähigkeit von Kupfer besitzt, jedoch bedeutend stabiler ist.

Es muss noch bedacht werden, dass sich die Teile durch das Abkühlen zusammenziehen, wodurch sich die Positionen der Spulen ändern. Mit Hilfe des Ausdehnungskoeffizienten von Torlon kann diese Positionsänderung abgeschätzt und in die Konstruktion aufgenommen werden.

2.2.6 Schneller Einbau

Ziel ist es, dass die Apparatur in möglichst kurzer Zeit und ohne grosse Schwierigkeiten montiert und demontiert werden kann. Die kleinen Dimensionen und die heiklen Spulen erschweren dies erheblich, da grösste Sorgfalt und Genauigkeit gefragt sind, um Nichts zu beschädigen. Das grösste Problem ergibt sich jedoch dadurch, dass die beiden Spulenkörper trotz unterschiedlicher Befestigungsplätze ineinander montiert werden müssen. Dies macht es unmöglich, die Apparatur ausserhalb des Kryostaten zusammenzubauen, um sie dann als Ganzes in den Kryostaten einzusetzen. Stattdessen muss alles innerhalb des Kryostaten Stück für Stück zusammengebaut werden. Schlussendlich müssen noch die Drähte der Spulen an die richtigen Pins gelötet werden. Da dies alles innerhalb des sehr kleinen Proberaumes (siehe Abbildung 5) geschieht, nimmt die Montage mehr Zeit in Anspruch als geplant. Es ist notwendig, eine genaue Abfolge beim Einbau einzuhalten (siehe 2.4). Zusätzlich stellt das Löten mit so kleinen Drähten und mit so wenig Platz hohe Ansprüche an die Feinmotorik, das Sehvermögen und die Lötfähigkeiten des Benutzers.

WICHTIG: Wer die Apparatur benutzen will, sollte vorher eine Person konsultieren, welche damit schon Erfahrung hat, und unbedingt die Reihenfolge und Hinweise unter Punkt 2.4 einhalten und befolgen.

2.2.8 Fazit

Zusammengefasst mussten folgende Eigenschaften beachtet werden:

1. Kleine Bauteile (Platzmangel)
2. Sehr dünne Drähte und genau gewickelte Spulen
3. Geeignete Windungszahlen
4. Komplett getrennte Primär und Sekundärspule
5. Torlon als Material für alle Teile nahe der Spulen

2.3 Details der einzelnen Bauteile

Dieser Abschnitt befasst sich mit den einzelnen Bauteilen. Dabei werden die Funktion, das Zusammenspiel mit anderen Bauelementen sowie deren Eigenheiten betrachtet.

Um die Verwendung und das Zusammenspiel der Einzelteile untereinander besser erläutern zu können, sind hier alle Einzelteile (Abbildung 7 links), sowie die zusammengebaute Apparatur (Abbildung 7 rechts) abgebildet.

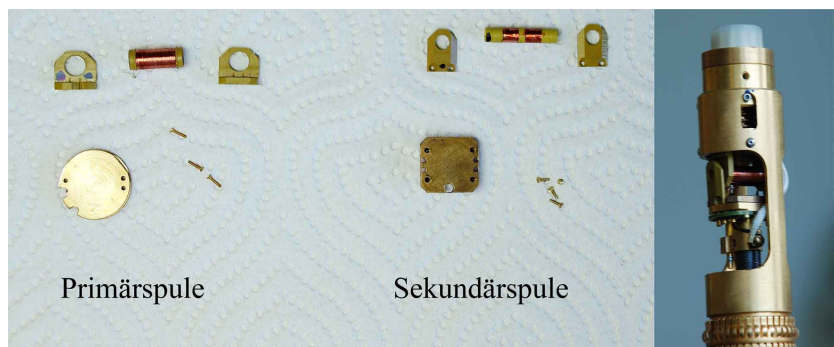


Abbildung 7: Bauteile einzeln (links) und zusammengebaut (rechts)

2.3.1 Basisplatten

Die Basisplatten sind die Verbindungselemente zwischen dem Kryostaten und der Apparatur. An ihnen werden die Träger montiert.

2.3.1.1 Basisplatte für die Primärschule

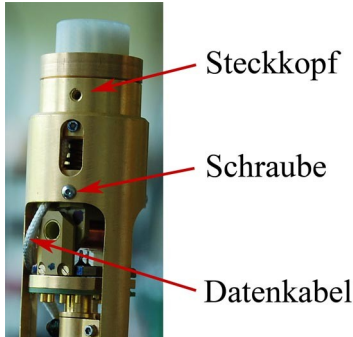


Abbildung 9: Apparatur und Proberaum

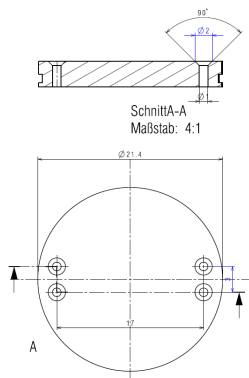


Abbildung 10: technische Zeichnung der Basisplatte für die Primärschule

Die Basisplatte für die Primärschule wird am oberen Ende des Proberaumes mittels drei Schrauben befestigt (Abbildung 9). Deren Funktion ist es ursprünglich, dass der Steckkopf nicht in den Proberaum gelangen kann. Dieser Steckkopf wird etwas angehoben, und die Basisplatte darunter gelegt. Danach wird die Basisplatte (wie in Abbildung 8 oben zu sehen ist) eingeklemmt. Um zu verhindern, dass die Basisplatte vom Steckkopf nach unten gedrückt wird, ist die Basisplatte auf der Seite eingekerbt (Abbildung 8). Die Kerbe, welche in den technischen Zeichnungen zu sehen ist, war zu schmal, und die Schrauben passten nicht hinein, deshalb wurde sie wie in dem Foto zu sehen modifiziert.

An den Stellen wo die einzelnen Schrauben auftreten, wurde die Kerbe etwas vertieft. Diese Vertiefungen erfüllen zwei Funktionen. Erstens sind sie da, damit die Schrauben nicht vom He3 Kryostat abstehen, da dieser sonst nicht mehr in den He4 Kryostaten passen würde. Zweitens wurde jede Vertiefung individuell für die dazugehörige Schraube angefertigt. Somit war es möglich, die Basisplatte in die richtige Position zu bringen, damit sich die Primär- und Sekundärschule nicht berühren (siehe 2.2.2). Trotz der Vertiefungen kann die Basisplatte bei der Montage etwas gedreht werden, dies kann zur Feinjustierung genutzt werden (siehe Abschnitt 2.4.5).

Auf der Abbildung 8 sind drei Löcher für M1 Schrauben erkennbar, mit welchen die Träger an der Basisplatte befestigt werden. Zusätzlich findet man zwei Aussparungen an der Seite der Platte, diese ermöglichen die Durchführung des Datenkabels (Abbildung 9). Nur eine der beiden Aussparungen ist notwendig, die andere wurde durch eine nachträgliche Änderung unbrauchbar.

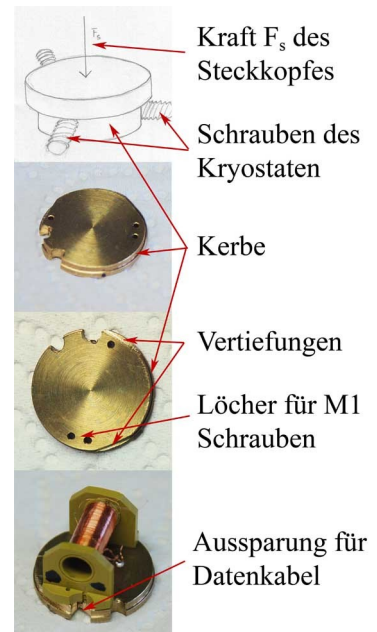


Abbildung 8: Basisplatte für Primärschule

2.3.1.2 Basisplatte für die Sekundärschule

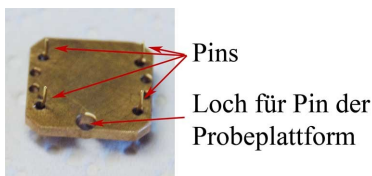


Abbildung 11: Basisplatte der Sekundärschule

Die Basisplatte der Sekundärschule wird mittels vier Pins auf der Proberplattform montiert (Abbildung 11). Die vier Pins dienen nicht nur als Halterung, sie sind gleichzeitig die Anschlüsse für die Drähte der Primär- und Sekundärschule. Die Anschlüsse werden über ein Datenkabel (Abbildung 9) an den Steckkopf des Kryostaten weitergeleitet und können dann am PPMS ausgelesen werden. Analog zur Basisplatte für die Primärschule, muss auch die Basisplatte für die

Sekundärschule genau am richtigen Ort platziert sein, damit sich die Spulen nicht berühren. Um dies zu erreichen, wurden die 4 Pins so verbogen, dass die aktuelle Grundposition passt. Es ist also äusserst wichtig, dass die Pins nun nicht mehr verbogen werden.

Auf der Proberplattform des Kryostaten befindet sich ein einzelner Pin, welcher verhindert, dass der zu montierende Aufsatz falsch orientiert wird. Um die Platte montieren zu können, musste somit ein zusätzliches Loch in die Basisplatte gemacht werden (Abbildung 11).

Auf der Seite der Platte sind jeweils zwei Gewinde für M1 Schrauben angebracht, mit welchen die Träger

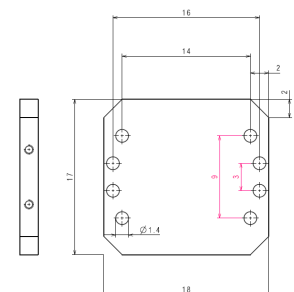


Abbildung 12: technische Zeichnung der Basisplatte

befestigt werden.

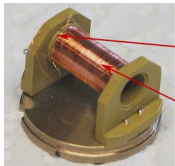
2.3.2 Spulen

Die Spulen sind die zentralen Bauelemente der Apparatur. Sie sind aus sehr dünnem Draht gewickelt, und müssen deshalb mit äusserster Vorsicht behandelt werden.

2.3.2.1 Herstellung der Spulen

Zur Herstellung der Spulen verwendeten wir einen kleinen Motor, dessen Geschwindigkeit mittels einem einstellbaren Netzteil geregelt werden konnte. Die noch nicht mit Draht bezogene Spule wurde mittels Klebeband auf der einen Seite an den Motor befestigt, und an der anderen Seite wurde ein Windungszähler angebracht. Mit einer Rotationsgeschwindigkeit von 0.5 - 1 Windung pro Sekunde, führt man mit einer Hand den Draht so, dass er sich schön aufrollt, mit der anderen Hand richtet man den Draht mittels einer Pinzette aus, falls Lücken entstehen. Das Ganze geschieht unter dem Mikroskop, da der Draht von blossen Auge kaum zu erkennen ist. Dieser Prozess braucht viel Geduld, Feingefühl und Übung. Aus diesem Grund war es mir im Rahmen der Bachelor-Arbeit nur möglich, die Primärspule zu wickeln, welche mit dickerem Draht hergestellt wurde. Für die Sekundärspule war ich auf Hilfe des für mich zuständigen Assistenten Raffaele Dell'Amore angewiesen, welcher seit mehr als einem Jahr regelmässig solche Spulen wickelt, und sich dementsprechende Fähigkeiten angeeignet hat.

2.3.2.2 Primärspule



kleine Stufe
Spule

Abbildung 14: Primärspule plus Halterung

Die Primärspule besteht aus einem Torlon Röhrrchen und der Spule. Wir verwendeten 65 μm dicken Draht, somit erhielten wir 155 Windungen auf der 12mm langen Spule. An den Seiten der Spule ist eine kleine Stufe zu sehen, diese wird als Limitierung beim Einsetzen der Primärspule in den Träger benutzt (Abbildung 13 + 14).

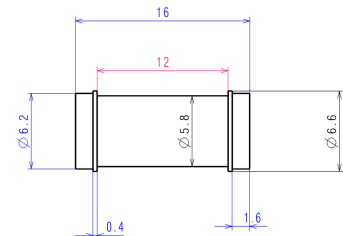


Abbildung 13: technische Zeichnung der Primärspule

2.3.2.3 Sekundärspule

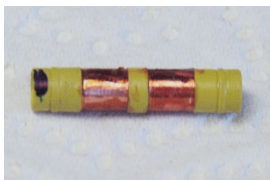


Abbildung 16: Sekundärspule

Die Sekundärspule ist etwas komplizierter als die Primärspule, sie wurde mit 15 μm dünnem Draht gewickelt, was grosse Anforderungen an die Herstellung stellte (siehe 2.3.2.1). Eine Seite der Spule ist 5 mm lang und enthält auf 3 Lagen 926 Windungen. Analog zur Primärspule hat es an jedem Ende der Spule zwei Stufen für die Halterung.

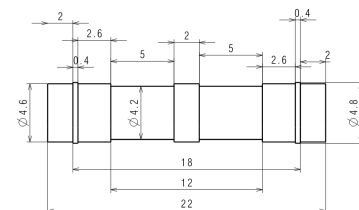


Abbildung 15: technische Zeichnung der Sekundärspule

2.3.3 Träger

Die Träger sind die Verbindungselemente zwischen Basisplatte und Spule.

2.3.3.1 Träger für die Primärspule

Die Träger der Primärspule werden unterhalb der zugehörigen Basisplatte mittels 3 M1 Schrauben montiert. Sie haben ein grosses Loch in welches die Primärspule eingefügt wird (siehe Abbildung 14).

2.3.3.2 Träger für die Sekundärspule

Die Träger der Sekundärspule werden Seitwärts an die zugehörige Basisplatte mittels 4 M1 Schrauben montiert. ähnlich zu den Trägern der Primärspule haben sie ein Loch in welches die Sekundärspule gesteckt werden kann.

2.4 Bauplan

Dieser Abschnitt befasst sich mit dem Aufbau der Apparatur. Die Demontage erfolgt in umgekehrter Reihenfolge und ist etwas leichter, weshalb sie hier nicht separat beschrieben wird.

WICHTIG: Der Aufbau der Apparatur erfordert ein grosses Mass an Geschick, Geduld und Vorsicht, da die sehr kleinen Bauteile sehr heikel sind (insbesondere die Drähte). Auch das Löten mit 15 µm dickem Draht ist eine Herausforderung, die durch den sehr begrenzten Platz noch zusätzlich erschwert wird. Es wird dringend dazu geraten, eine Person zu konsultieren, welche sich schon mit der ganzen Apparatur auseinander gesetzt hat.

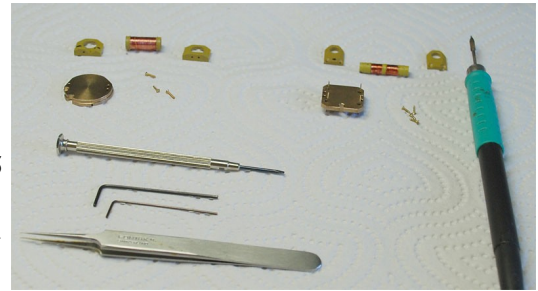
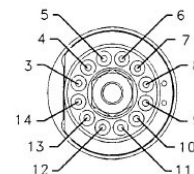
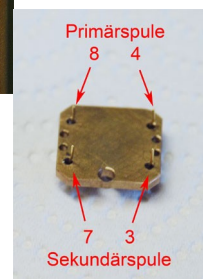
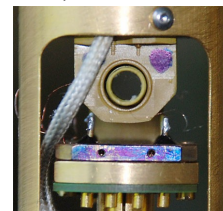


Abbildung 17: Bauteile und Werkzeug

Der Aufbau sollte in folgenden Schritten erfolgen:

1. Die Schrauben des Steckkopfes entfernen, damit der Steckkopf angehoben werden kann.
2. Die Primärspule mittels den Trägern auf die Basisplatte montieren (**Achtung:** Die Drähte dürfen bei der Montage der Träger an die Spule nicht eingeklemmt werden, da sie sonst reissen!).
3. Die unteren Schrauben des Kryostat lösen, den Steckkopf etwas anheben und die Basisplatte (inkl. Spule) von unten einfügen. Danach die Schrauben ein wenig anziehen, damit die Basisplatte nicht runter fallen kann (siehe 2.3.1.1).
4. Die Basisplatte für die Primärspule etwas anheben, und die Basisplatte der Sekundärspule vorsichtig mit den Pins auf die Probeplattform montieren (**Achtung:** die Pins sind absichtlich verbogen, und dürfen auf keinen Fall gerade gebogen werden !!! siehe 2.3.1.2). Dabei ist darauf zu achten, dass die hervorstehenden Enden der Pins die Primärspule nicht beschädigen.
5. Die Träger der Sekundärspule montieren.
6. Nun kann die Basisplatte der Primärspule mittels der drei Schrauben so ausgerichtet werden, damit die beiden Spulen genau ineinander passen. Wenn die Halterungen genau passen, müssen die drei Schrauben gleichmässig angezogen werden, damit die Primärspule nicht mehr verrutscht (Wichtig: Die Schrauben dürfen nur schwach angezogen werden, da sonst die Gewinde des Kryostat beschädigt werden können. Dies geschieht relativ schnell da Kupfer ein sehr weiches Material ist!)
7. Ein Träger wieder abmontieren, und die Sekundärspule sehr vorsichtig einsetzen. Bevor die Spule eingesetzt wird, muss der Draht durchgezogen werden, damit dieser nicht eingeklemmt wird. Ist die Spule eingesetzt, kann der zweite Träger wieder montiert werden.
8. Die Drähte in der Richtigen Anordnung an die Pins anlöten (siehe Abbildung). Die Nummerierung der einzelnen Pins entspricht den Ausgängen des Steckkopfes (siehe Abbildung).



3 Eichung mit Indium

Als letztes mussten wir dem Signal, welches in Volt gemessen wird, noch das richtige magnetische Moment zuordnen. Als Umrechnung benutzen wir den Ansatz $M = a \cdot V_{Signal} + b$, wobei a der Umrechnungsfaktor darstellt. Den Offset b müssen wir benutzen, da die beiden Hälften der Sekundärspule nicht genau identisch sind.

In der Gleichung (28) entspricht das dem Term $\frac{\Delta N}{N_1 \cdot V_f}$.

Um die fertige Apparatur zu eichen, haben wir eine Indiumprobe mit einer bereits geeichten Apparatur (He4) und der neuen He3 Apparatur gemessen. Mit folgenden Überlegungen konnten wir aus der Messung mit der He4 Apparatur die Magnetisierung der Indiumprobe in der He3 Apparatur berechnen. Es gilt:

$$\chi_{He3}(SI) = \chi_{He4}(SI) \quad (31)$$

Da die He4 Messungen in cgs-Einheiten sind, ändert sich die Gleichung (31) zu

$$\chi_{He3}(SI) = 4\pi \chi_{He4}(cgs) \quad (32)$$

mit

$$\chi_{He3}(SI) = \frac{m_{He3}(A/m)}{H_{He3}(A/m)} = \frac{M_{He3}(A/m)}{H_{He3}(A/m) \cdot V_{fHe3}(-)} \quad (33)$$

und

$$\chi_{He4}(cgs) = \frac{M_{He4}(emu)}{H_{He4}(G) \cdot V_{Probe}(cm^3)} = \frac{1}{10^6} \frac{M_{He4}(emu)}{H_{He4}(G) \cdot V_{Probe}(m^3)} \quad (34)$$

Kombiniert man nun die Gleichungen (32), (33) und (34) so erhält man:

$$\frac{M_{He3}(A/m)}{H_{He3}(A/m) \cdot V_{fHe3}(-)} = \frac{4\pi}{10^6} \frac{M_{He4}(emu)}{H_{He4}(G) \cdot V_{Probe}(m^3)} \quad (35)$$

mit Gleichung (16) erhalten wir somit:

$$M_{He3}(A/m) = \frac{4\pi}{10^6} \frac{M_{He4}(emu) \cdot H_{He3}(A/m)}{H_{He4}(G) \cdot V_{Spule}(m^3)} \quad (36)$$

Dieser berechnete Wert vergleichen wir nun mit den gemessenen Werten der He3 Apparatur, um den Umrechnungsfaktor sowie den Offset zu bestimmen. Zu unserem Bedauern gab es bei der bereits existierenden Apparatur Probleme mit dem Temperatursensor, wodurch die gemessene Temperatur der He4 Apparatur nicht mit der realen Temperatur übereinstimmt. Die kritische Temperatur (T_C), welche sich bei der Magnetisierung als Sprung äussert, ist jedoch gut erkennbar und dient somit als ein zuverlässiger Referenzpunkt mit welchem die falsche Temperatur korrigiert werden kann.

Aus Gleichung (33) können wir nun χ berechnen. Jedoch müssen dabei die Entmagnetisierungseffekte, Gleichungen (29) und (30), beachtet werden. Bei unserem Indiumzylinder erhalten wir dadurch ein

$\chi_{Schein} = -1.439$ für den supraleitenden Zustand mit $\chi_{eff} = -1$. Da durch das rms das Vorzeichen verloren geht, erwarten wir also für den supraleitenden Zustand $\chi_{berechnet} = 1.439$. Durch die Messung erhalten wir in guter Übereinstimmung $\chi_{gemessen} = 1.46$ (siehe 3.1).

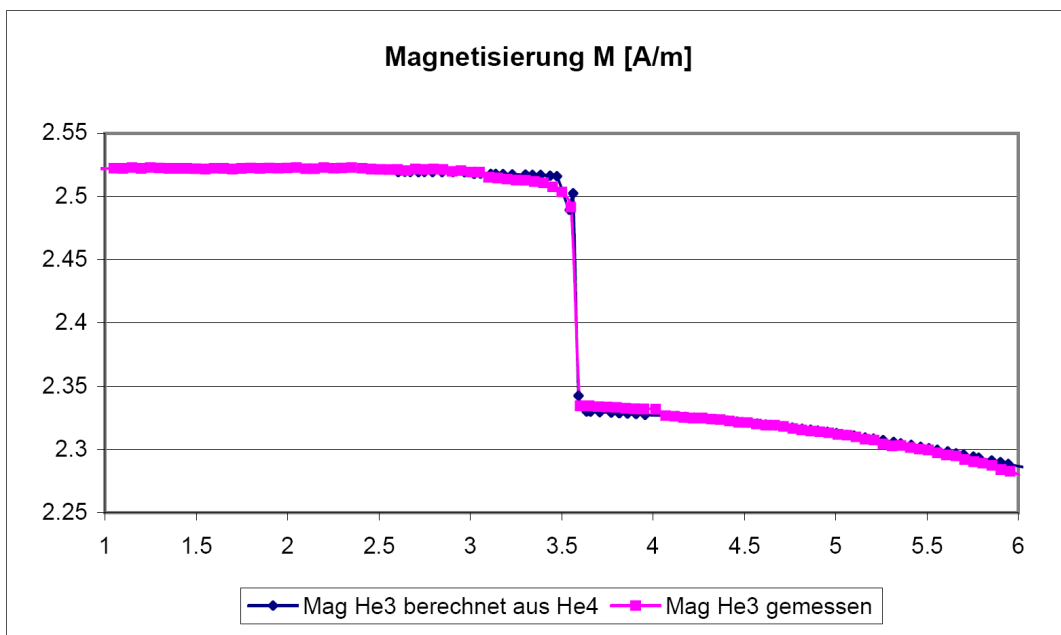
3.1 Auswertung

Allgemeine Daten	
Sample	
Volumen	= 3.54E-08 m ³
Masse	= 2.59E-04 kg
Dichte	= 7.31E+03 kg/m ³
He3 Apparatur	
Sekundärspule:	
Volumen	= 7.95E-08 m ³
Länge	= 5.00E-03 m
Radius	= 2.25E-03 m
Primärspule:	
H_AC	= 3.88E+00 A/m
H_AC	= 4.87E-02 Gauss
#Windungen	= 1.55E+02 -
Länge	= 1.20E-02 m
Strom	= 3.00E-04 A
He4 Apparatur	
Sekundärspule:	
H_AC	= 10.0019305 Gauss

He4 (PPMS)	
Korrektur der Temperatur:	
Streckung:	1
Verschiebung:	0.6

He3	
Umrechnung von Volt in A/m:	
Ansatz:	$M = V \cdot a + b$
Streckung (a):	45900
Offset (b):	-1.67

Suszeptibilität im SL Zustand	
Berechnet:	
Effektiv	-1.000
Schein	-1.439
Gemessen:	
Effektiv	1.02
Schein	1.46



4. Danksagungen

Ich möchte mich bei Prof. Dr. Andreas Schilling bedanken, dass ich meine Bachelor-Arbeit in seiner Gruppe machen konnte, sowie für seinen Rat. Ich möchte mich auch ganz herzlich bei Raffaele Dell'Amore für die ausgiebige Betreuung, das Fertigen der Spulen sowie das Korrigieren der Bachelor-Arbeit bedanken. Ein Dank geht auch an Frau Ursula Eisenring für das Korrekturlesen meiner Arbeit. Zum Schluss richte ich meinen Dank noch an Kurt Bösiger und das Werkstattteam des Physik-Institutes der Universität Zürich, welches die Einzelteile gefertigt hat, und wo ich stets gut beraten wurde.