

Platzanleitung – Supraleitung 2 (SU2)

Versuchsziel und Aufgabenstellung

Das kritische Magnetfeld, bei dem eine Probe vom supraleitenden in den normalleitenden Zustand übergeht, soll bei verschiedenen Temperaturen gemessen werden. Daraus ist das Phasendiagramm des Supraleiters zu konstruieren.

Die Blei-Probe (Draht, Supraleiter 1. Art) befindet sich Kryostaten (siehe Versuchsaufbau unten). Durch Abpumpen über dem flüssigen Helium kann die Temperatur zwischen 2.0 K und 4.2 K und durch Heizen der thermisch isolierten Probe zwischen 4.2 K und 10 K geregelt werden. Außerhalb des Kryostaten befindet sich eine durch flüssigen Stickstoff gekühlte Cu-Spule, mit der ein Magnetfeld erzeugt werden kann (Windungszahl der Magnetspule pro Längeneinheit: $N/l = 234/\text{cm}$). Um das kritische Magnetfeld bei gegebener Temperatur zu bestimmen, misst man die Spannung über der Bleiprobe bei einem konstanten Messstrom (Widerstandsbestimmung) als Funktion des äußeren Magnetfeldes. Die Aufzeichnung der Messkurven erfolgt mit Hilfe eines Computers. Die Temperaturbestimmung erfolgt durch die Messung des Dampfdrucks über dem flüssigen ^4He . Um die Stabilität der Temperatur besser kontrollieren zu können, befindet sich in unmittelbarer Nähe zur Blei-Probe ein Ge-Thermometer, das gleichzeitig geeicht werden soll.

Geräte und Aufbau

- Badkryostat (LHe, LN₂), Fa. CryoVac
- Helium-Levelmeter HLG200, Fa. Cryogenics
- Temperature-Controller LS340, Fa. Lake Shore
 - Sensor A: Cernox - Thermometer am Boden des Kryostats
 - Sensor B: Cernox - Thermometer auf dem Probenhalter
- Stromquelle für Magnet CONRAD PS2403 D
- Stromquelle für Probe Statron Typ 3207
- Stromquelle für Germanium-Thermometer (auf dem Probenhalter) LS120, Fa. Lake Shore
- DC-Digitalvoltmeter Keithley 2700 (mit 10-Kanal-Einschub, relaisgeschaltet)
- Drehschieberpumpe MLW 4 m³/h (Pumpe 2) zur Evakuierung des Probenraums
- Drehschieberpumpe mit Manostat (Pumpe 1) zum Abpumpen über dem Heliumbad
- U-Rohr-Vakuummeter
- Computer, inkl. IEEE-Inteface

Versuchsdurchführung

1) Abkühlen des Badkryostaten

1. Die Messgeräte sind einzuschalten (Schalter an Steckdosen-Verteilerleiste). Um ein unkontrolliertes Heizen zu vermeiden, ist am Temperature-Controller die Taste „Heater“ zu drücken, so dass im Display „Heater off“ angezeigt wird.
2. Soweit noch nicht erfolgt, ist der Probenraum mit Helium-Austauschgas aus dem angeschlossenen Gummiballon über das Nadelventil zu füllen (ca. 2.....3 ncm³ reichen aus !). Damit wird eine gute thermische Ankopplung der Probe an das Heliumbad gewährleistet.
3. Die Abkühlung des Zweibad-Kryostaten erfolgt in zwei Schritten (nachdem das Isolationsvakuum auf einen Druck $p < 10^{-5}$ mbar abgepumpt wurde, vom Betreuer am Vortag erledigt). Zuerst wird in den Außenbehälter flüssiger Stickstoff (LN₂) ein bzw. nachgefüllt. Dazu wird ein LN₂-Drucktank an den Teflonschlauch am Kryostaten angeschlossen und das Gefäß langsam gefüllt. Das Gefäß ist voll, wenn am Abgasstutzen LN₂ herausspritzt (**Achtung:** Beim Umgang mit kroygenen Kältemitteln Schutzbrille tragen !).
4. Ist eine Temperatur $T_A \approx T_B < 150$ K erreicht, ist das Einfüllen von flüssigem Helium (LHe) möglich (Kühlen von Raumtemperatur auf 4,2 K nur mit LHe würde zuviel LHe verbrauchen). Dazu wird das Hebersystem (2 thermisch isolierte Rohre) in das Heliumvorratsgefäß bzw. den Innenbehälter des Kryostaten eingeführt und die beiden Teile werden miteinander verbunden (**Achtung:** Einführen in Vorratsgefäß langsam durchführen, Überdruck beobachten).
Vor Beginn des Überfüllens ist der Stand der Gasuhr zu notieren, um den Heliumverbrauch dokumentieren zu können (verbrauchtes Helium wird über Gasleitungen zurückgewonnen und wieder verflüssigt). Nach dem Füllen und am Ende des Versuchs ist der Gasuhrstand zu protokollieren (Umrechnung 700 l GHe \cong 1 l LHe).
Nun kann der Füllvorgang begonnen werden. Dazu ist das Ventil am Hebersystem leicht zu öffnen. Der Lauf der Gasuhr ist zu beobachten (Gasstrom < 100 l/min, sonst Ventil am Heber drosseln). Das Einfüllen von LHe ist zu beenden, wenn die Gasuhr erneut schnell zu laufen beginnt bzw. ein Flüssigkeitsstand am Levelmeter von ca. 155mm erreicht ist (Innenbehälter voll).
5. Die Abkühlung der Probe ist abzuwarten (Sensor B muss ca. 4.2 K anzeigen).
6. Die Feldspule ist mit LN₂ zu kühlen, um ein Durchbrennen der Windungen zu vermeiden. Dazu ist das Kunststoff-Dewargefäß mit LN₂ zu füllen, von unten über das Endstück des Kryostaten zu schieben (**Achtung:** Drahtzuleitungen des Magneten nicht beschädigen.) und der Einschub des Versuchsstandes zwecks Abstellen des Dewargefäßes herauszuziehen. Ca. alle 2 Stunden ist das Dewargefäß abzunehmen und nachzufüllen, da dieses nicht ideal isoliert ist; man erkennt einen Kühlmangel bei der Feldspule auch daran, dass der maximale Spulenstrom von 3 A nicht mehr erreicht wird).

2) Computerfunktion:

1. Der Computer ist einzuschalten. Nach Anmelden (User und Password siehe Versuchsplatz) kann das Programm „SU-Messprogramm“ gestartet werden (LabView-Programm).
2. Die Überprüfung der Messfunktion erfolgt durch Drücken der Taste „Messen“ (grüne Markierung sichtbar). Nun sollten die aktuellen Messwerte in den dafür vorgesehenen Kästchen angezeigt und aktualisiert werden.
3. Eine Messkurve kann nach Betätigen der Taste „Daten aufzeichnen und in Datei speichern“ geschrieben werden. In dem Diagramm wird dann die Probenspannung in Abhängigkeit vom Strom der Feldspule (regulierbar am Gerät CONRAD PS2403 D) dargestellt.
4. Nach Beendigung der Messreihe (Strom 0...3 A und zurück) kann das Datenfile durch Drücken der Taste „Daten speichern und Graph löschen“ abgespeichert werden.

3) Messung des kritischen Feldes einer supraleitenden Bleiprobe für $2.0 \text{ K} < T < 4.2 \text{ K}$

1. Die Temperatur einer Flüssigkeit kann durch Abpumpen des Dampfs über der Flüssigkeit (hier: LHe) verringert werden. Dazu steht Pumpe 1 zur Verfügung. Über die Dampfdruckkurve besteht ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Dampfdruck und Temperatur der Flüssigkeit (Dampfdruckthermometer). Eine exakte Temperaturbestimmung kann damit durch Messung des eingestellten GHe-Drucks mit dem U-Rohr-Vakuummeter vorgenommen werden (Dampfdruckkurve Helium s.u.). Da die Druckmessung über den Stand der Hg-Säule relativ zum Außendruck erfolgt, ist der Luftdruck vor Beginn der Versuchsreihe zu messen und zu protokollieren (**Achtung:** Um ein Herausspritzen von Hg zu vermeiden, ist das Abpumpen bzw. Belüften langsam vorzunehmen).
2. Es sind ca. 10 Messreihen (schrittweises Abpumpen von Atmosphärendruck bis ca. 20 mbar) aufzunehmen, dazu.....
3. Die Vakuumpumpe (Pumpe 1) ist einzuschalten. Die Regulierung des Dampfdruck erfolgt mit dem Manostat M (Ventil A schließen, Ventil M öffnen, Ventil P bleibt zu). Durch kurzes Aufdrehen bzw. Schließen des Manostats kann der Druck präzise eingestellt werden. Es sind beide Seiten des U-Rohr-Vakuummeters abzulesen und zu dokumentieren.
4. Bei jedem Druckwert wird eine Messkurve aufgezeichnet (s.o., d.h. Messung der Spannung an der Probe in Abhängigkeit des Spulenstroms bei verschiedenen Drücken (Temperaturen) mit Hilfe des Computerprogramms). Der Spulenstrom kann mit dem rechten Drehknopf des Conrad-Stromversorgungsgeräts gesteuert werden, es soll auf dem Hin- und Rückweg von 0 bis 3 A und zurück gemessen werden.
5. Das beste Vakuum kann erzeugt werden, indem man den Manostaten umgeht (Ventil M schließen und Ventil P öffnen). Nach längerem Abpumpen können so bis zu 1,8 K erzeugt werden.
6. Nach Beenden der Messreihen wird das LHe-Bad wieder auf Normaldruck belüftet (Pumpe aus, Ventil A langsam öffnen) und den Manostaten ebenfalls belüften (A ist offen, M öffnen, Manostat aufdrehen).

4) Messung des kritischen Feldes einer supraleitenden Bleiprobe für 4.2 K < T < 10 K

1. Um die Probe definiert aufheizen zu können, ist sie thermisch vom LHe-Bad abzukoppeln. Das im Probenraum befindliche Austauschgas wird mit der anderen Vakuumpumpe (Pumpe 2) abgepumpt, die Ventile an der Pumpe (Hebel) bzw. am Kryostaten (Drehknopf) sind in dieser Reihenfolge zu öffnen (**Achtung:** Vor Öffnen des Drehknopfes ca. 2 Minuten warten, damit die im Schlauch befindliche Luft abgepumpt ist und damit nicht im kalten Probenraum auskondensieren kann). Nach ca. 5 Minuten ist der Druck auf 10^{-2} mbar (Kontrolle: Pirani-Vakuummeter rechts am Rahmen des Versuchsstandes) gefallen. Die Temperatur des Probenhalters kann nun durch kontrolliertes Heizen erhöht werden, ohne das LHe vollständig zu verdampfen.
2. Die Temperaturregelung geschieht über den LakeShore Temperature Controller:
Mit der Taste „Setpoint“ kann der Temperatursollwert eingestellt werden („Setpoint“ drücken, Zahl über Ziffernfeld eingeben, „Enter“ drücken). Es ist vor Beginn der Regelung ein Setpoint von 4 K einzustellen.
Mit der Taste „Heater Range“ kann die maximale Leistung des Heizelements begrenzt werden, dieser Wert ist auf 625 mW einzustellen (**Achtung:** Heizleistungen von mehr als 1 W sind unzulässig und können zum Durchbrennen des Heizers führen !).
Der Setpoint wird nun in Schritten von 0.5 K (oder kleiner) erhöht, nach der Eingabe beginnt der Heizer automatisch, die Temperatur zu regeln. Bei einer falschen Eingabe kann der Heizvorgang mit „Heater off“ abgebrochen werden, danach die Werte korrigiert und der Heizer mit „Heater Range“ wieder eingeschaltet werden. Da ein Kühlen nur noch schlecht möglich ist (das Austauschgas ist abgepumpt), sollten die Messungen bei tieferen Temperaturen zuerst erfolgen und dann zu höheren Temperaturen gemessen werden.
7. Nach Stabilisierung der einzelnen Temperaturwerte wird jeweils eine Messkurve aufgezeichnet (s.o., d.h. Messung der Spannung an der Probe in Abhängigkeit des Spulenstroms bei verschiedenen Drücken (Temperaturen) mit Hilfe des Computerprogramms). Der Spulenstrom kann mit dem rechten Drehknopf des Conrad-Stromversorgungsgeräts gesteuert werden, es soll auf dem Hin- und Rückweg von 0 bis 3 A und zurück gemessen werden.
(Anmerkung: Die Cernox- Thermometer, d.h. Sensor A und Sensor B zeigen eine etwas zu hohe Temperatur an. Eine genauere Temperatur liefert das Ge-Thermometer, welches durch das Messprogramm aufgezeichnet wird, Kennlinie s.u.).
3. Tritt bei einer Messung kein Sprung mehr auf (die Probe ist schon so warm, dass sie auch ohne Magnetfeld normalleitend ist), kann die Messung beendet werden.
4. Nach Beenden aller Messungen ist die Gasuhr nochmals abzulesen.

5) Auswertung

1. Zur Auswertung: Aus den Messkurven ist jeweils das kritische Magnetfeld des Supraleiters für die einzelnen Temperaturen zu bestimmen. Als kritisches Magnetfeld wird das Magnetfeld bezeichnet, bei dem sich die Spannung an der Probe in der Mitte zwischen normalleitendem und supraleitendem Plateau befindet. Weiterhin sind die Temperaturen der verschiedenen Sensoren (Dampfdruckthermometer, Ge-Thermometer, Widerstandsthermometer Sensor B miteinander zu vergleichen !
2. Stellen Sie das kritische Feld als Funktion der Temperatur grafisch dar und ermitteln Sie die Parameter H_{c0} und T_c entsprechend der erwarteten Abhängigkeit

$$H_c(T) = H_{c0} \{1 - (T/T_c)^2\}$$

sind zu ermitteln.

3. Vergleichen Sie die erhaltenen Ergebnisse mit Literaturwerten. Schätzen Sie den Fehler von H_{c0} und T_c unter Berücksichtigung des Einflusses des Probenstroms auf H_c ab.
4. Finden Sie eine geeignete Fitfunktion für das Ge-Thermometer (Temperatur als Funktion des Widerstandes). Stellen Sie die Differenz $T_{\text{fit}} - T$ über T dar (T ist die aus dem Dampfdruck bestimmte Temperatur). Überprüfen Sie die alten Eichpunkte des Ge-Thermometers in der Darstellung $T_{\text{fit}} - T_{\text{alt}}$ über T_{fit} .

6) Anhang

Dampfdrucktabelle von ^4He (in mm Hg bzw. Torr)

T (K)	p (mm Hg)						
1.5	3.0688	2.25	45.655	3.0	175.51	3.75	475.51
1.55	4.5660	2.3	51.151	3.05	196.57	3.8	502.05
1.6	5.7054	2.35	57.085	3.1	211.28	3.85	529.57
1.65	7.0476	2.4	63.476	3.15	226.73	3.9	558.09
1.7	8.6136	2.45	70.343	3.2	242.92	3.95	587.63
1.75	10.424	2.5	77.704	3.25	259.89	4.0	618.21
1.8	12.500	2.55	85.579	3.3	277.63	4.05	649.86
1.85	14.861	2.6	93.988	3.35	296.18	4.1	682.59
1.9	17.526	2.65	102.95	3.4	315.55	4.15	716.42
1.95	20.511	2.7	112.48	3.45	335.76	4.2	751.37
2.0	23.832	2.75	122.59	3.5	356.81	4.25	787.43
2.05	27.498	2.8	133.31	3.55	378.74	4.3	824.65
2.1	31.514	2.85	144.65	3.6	401.56		
2.15	35.878	2.9	156.63	3.65	425.28		
2.2	40.576	2.95	169.26	3.7	449.92		

Alte Kalibrierungskurve des Ge-Thermometers

T (K)	2.0	2.2	2.4	2.6	2.8
R (Ohm)	8836.21	6489.62	4983.43	3953.46	3205.12
T (K)	3.0	3.2	3.4	3.59	3.81
R (Ohm)	2769.28	2335.09	1976.83	1731.62	1524.65
T (K)	4.0	4.2	4.5	5.0	5.5
R (Ohm)	1348.98	1186.75	1006.24	770.88	606.35