

## Platzanleitung – Supraleitung (SU)

### Versuchsziel und Aufgabenstellung

Die Supraleitung ist einer der faszinierendsten Effekte der Physik. Hervorgerufen wird er durch einen Korrelationsübergang in einen neuen quantenmechanischen Vielteilchenzustand. Phänomenologisch charakterisiert wird dieser Zustand durch

- a) das Verschwinden des elektrischen Widerstandes und
- b) den ideal diamagnetischen Charakter der Probe.

Der Versuch beinhaltet die Messung der ac-Suszeptibilität verschiedener Hochtemperatursupraleiter ( $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{Bi}_2\text{CaSr}_2\text{Cu}_2\text{O}_8$  bzw.  $\text{Bi}_2\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$ ) in Abhängigkeit von der Temperatur.

Die supraleitenden Materialien liegen in polykristalliner Form vor und werden als Kernmaterial eine Kupferspule, die Teil eines Schwingkreises ist, verwendet. Mittels einer Brückenschaltung kann die Induktivität der Spule gemessen werden. Die Kühlung der Probe erfolgt durch direkten Kontakt mit flüssigem Stickstoff ( $\text{LN}_2$ ), die Temperaturerhöhung wird über eine nachfolgende geregelte Temperaturdrift realisiert, wobei die Temperaturmessung mit einem Pt1000-, Pt5811- Widerstandsthermometer (lineare Kennlinie) erfolgt.

Folgende Teilaufgaben sind zu bearbeiten:

- 1.1 Kennenlernen von ac-Messverfahren in resonanten Schwingkreisen.
- 1.2 Messung der magnetischen Suszeptibilität der Hochtemperatursupraleiter  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  und  $\text{Bi}_2\text{CaSr}_2\text{Cu}_2\text{O}_8$  /  $\text{Bi}_2\text{Ca}_2\text{Sr}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10}$  im Temperaturbereich 80 K bis 140 K über Induktivitätsmessung einer Kupferspule, in die die supraleitende Probe als Kernmaterial eingebracht wurde.
- 1.3 Berechnung der magnetischen Suszeptibilität der Supraleiter aus der gemessenen Induktivität.
- 1.4 Überprüfung der Verwendbarkeit des Ohmschen Anteils der Kupferspule als Temperatursensor.

## Geräte und Aufbau

### Verwendete Geräte:

Arbeitsplatz 1	Arbeitsplatz 2	Arbeitsplatz 3
<b>Messgeräte:</b> PeakTech 2155 LCR-Meter (Interface: USB)  Oxford Intelligent Temperature Controller ITC-4 (Interface: RS232)	<b>Messgeräte:</b> PeakTech 2155 LCR-Meter (Interface: RS232)  Oxford Intelligent Temperature Controller ITC-4 (Interface: RS232)	<b>Messgeräte:</b> Grundig RLC-Meter 2000 (Interface: RS232)  Keithley 195A (Interface: GPIB)
Mess-Stab mit Kupferspule und Widerstandsthermometer <b>Pt 1000</b>	Mess-Stab mit Kupferspule und Widerstandsthermometer <b>Pt 1000</b>	Mess-Stab mit Kupferspule und Widerstandsthermometer <b>Pt 5811</b>
<b>Temp.-file:</b> Pt_1000_cal.dat	<b>Temp.-file:</b> Pt_1000_cal.dat	<b>Temp.-file:</b> Pt_5811_cal.dat
LN <sub>2</sub> -Aufbewahrungskanne	LN <sub>2</sub> -Aufbewahrungskanne	LN <sub>2</sub> -Aufbewahrungskanne
Computer, inkl. Kommunikation- Interface	Computer, inkl Kommunikation- Interface	Computer, inkl. Kommunikation- Interface

### Aufbau:

siehe Anhang

## Versuchsdurchführung

### 1) Vorbereitung der Experimente

1. Die Messgeräte sowie der Mess-Computer (User: Praktikum, Password: Praktikum) sind einzuschalten. Folgende Geräteeinstellungen sind vorzunehmen:

LCR-Messbrücke PeakTech 2155:

- Frequenz  $f = 1 \text{ kHz}$
- Messgrößen:  $L_s$  (durch mehrmaliges Drücken der Taste „L/C/Z/DCR“) und ESR (Ohmsche Verluste) (durch mehrmaliges Drücken der Taste „D/Q/θ/ESR“)
- Zur Verbindung mit dem Computer: „Remote“ drücken bis „USB“ (Messplatz 1) oder „232“ (Messplatz 2) angezeigt wird

Oxford Intelligent Temperature Controller ITC-4:

- Kanal 1 (Messplatz 2) bzw. Kanal 2 (Messplatz 1) sind durch Drücken der Tasten „SENSOR“ am DISPLAY und am HEATER einzustellen

Keithley 195A Digital Voltmeter:

- Messgröße: Ohms
- Modus: Auto

Die Funktionsfähigkeit des Pt-Widerstandsthermometers Pt5811 (Messplatz 3) ist anhand der bereit gestellten Temperatur-Widerstands-Tabelle bei Raumtemperatur zu prüfen.

2. Die LN<sub>2</sub>-Kanne bzw. der entsprechende Behälter sind abzukühlen und bis zu einer Höhe von ca. 20 cm mit flüssigem Stickstoff (LN<sub>2</sub>, Siedetemperatur 78 K) zu füllen. Die Füllstandsmessung erfolgt mit einem Plastestab, der kurzzeitig in den Behälter eingetaucht wird (Die erreichte Füllhöhe ergibt sich nach Herausziehen aus der Kanne aus der Länge, über die der Stab mit Eis beschlägt).
3. Die Geometrie der supraleitenden Proben ist mit Hilfe eines Messschiebers zu bestimmen. Außerdem sind Länge und Durchmesser der Kupferspule in Näherung zu messen. Verwenden Sie hierzu die bereitgestellte Vergleichsspule (Vorsicht: Kein mechanischer Kontakt zum Spulendraht, Gefahr der Beschädigung!).
4. Für die Messreihen mit supraleitenden Proben ist jeweils eine dieser Proben (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub> und Bi<sub>2</sub>CaSr<sub>2</sub>Cu<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) in die Kupferspule einzubringen. Nutzen Sie dazu eine Pinzette ! Silikon-Fett wird als thermisches Kontaktmittel verwendet. An den Messplätzen 1 und 2 sind dazu am Mess-Stab der Außenzylinder abzuschrauben und anschließend der Probenhalter mit Kupferspule an der 10-poligen Steckerbuchse abzuziehen. Der Zusammenbau erfolgt in umgekehrter Reihenfolge. Am Messplatz 3 kann die Spule direkt mit den beiden seitlichen Schrauben gelockert und anschließend vorsichtig nach unten herausgenommen werden. **Achtung: Den Boden der Probenhalterung festhalten, da sonst die Spule herausfallen kann!**

**Achtung: Beim Umgang mit tiefsiedenden Flüssigkeiten (z.B. LN<sub>2</sub>) sind spezielle Arbeitsschutz-Vorschriften zu beachten: Tragen von Schutzbrille und Schutzhandschuhen, Vermeidung des verstärkten Einatmens von Stickstoffgas) !**

## 2) Messung der Induktivität der Kupferspule mit supraleitendem Kern in Abhängigkeit von der Temperatur:

Es werden 3 Messreihen im Temperaturbereich  $T = 78$  bis  $140$  K durchgeführt:

- A) Induktivität der leeren Spule (Da die Windungszahl der Kupferspule nicht genau bekannt ist, kann aus der gemessenen Induktivität  $L$  die Permeabilität  $\mu$  bzw. Suszeptibilität  $\chi$  nicht berechnet werden. Es wird also eine Referenzmessung durchgeführt, deren Ergebnis im Vergleich zur Messung mit supraleitendem Kern die Berechnung der Suszeptibilität  $\chi$  des Kernmaterials ermöglicht, siehe Punkt Auswertung).
- B) Messung mit **YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-Probe**
- C) Messung mit **Bi<sub>2</sub>CaSr<sub>2</sub>Cu<sub>2</sub>O<sub>8</sub>-Probe**

Zur Durchführung dieser Messungen wird der Mess-Stab nach Einbau der Probe in die LN<sub>2</sub>-Kanne eingetaucht und auf ca. 78 K abgekühlt. Danach ist das Messprogramm „SUMessprogram“ zu starten. Die Verbindung mit den Messgeräten wird durch Betätigen der Taste „**Connect**“ realisiert, die Datenerfassung (alle 0,7....1 s) und –speicherung beginnt nach Betätigen der Taste „**Record**“.

---

Der Temperaturanstieg bis zum Endwert von 140 K wird dynamisch durchgeführt, d.h. der Mess-Stab wird aus der Flüssigkeit gezogen und in der N<sub>2</sub>-Gasphase positioniert. An den Messplätzen 1 und 2 wird mit Hilfe des Temperature Controllers ITC-4 ein Temperaturanstieg von ca. 2 K/min realisiert.

Dazu wird das Gerät wie folgt programmiert:

Halten Sie die „**RUN/PROGRAM**“ Taste gedrückt, bis auf dem Display „**Pro**“ erscheint. Das Gerät ist nun im Programmiermodus. Nach dem Loslassen der Taste erscheint „**P01**“ auf dem Display. Dies zeigt an, dass nun der erste Programmschritt programmiert werden kann. Durch „**RAISE**“ und „**LOWER**“ kann zwischen den einzelnen Programmpunkten gewechselt werden. Sollten mehrere Punkte programmiert sein, werden sie vom Gerät nacheinander ausgeführt. Für diesen Versuch wird nur ein Temperaturanstieg benötigt; es reicht also P01 zu programmieren. Während Sie nun erneut die „**RUN/PROGRAM**“ Taste gedrückt halten, wird „**Program**“ aufleuchten. Mit „**RAISE**“ und „**LOWER**“ können Sie nun die zu erreichende Endtemperatur, also 140 K einstellen. Nacheinander können Sie nun auf diese Weise „**SWEEP**“ und „**HOLD**“ einstellen. Der Sweep ist die Dauer des Temperaturanstieges in Minuten (Welche Zeit muss für einen Temperaturanstieg von 2 K/min eingestellt werden?). Unter Hold stellt man die Zeit, wie lange die Endtemperatur des Programmpunktes gehalten wird, ebenfalls in Minuten ein. Sollte längere Zeit keine Programmeinstellung vorgenommen werden, verlässt das Gerät den Programmiermodus wieder.

Zum Starten des Programms halten Sie nun die „**SET**“ Taste gedrückt und stellen Sie mit „**RAISE**“ und „**LOWER**“ die Starttemperatur von 78 K ein. Nachdem die Probe auf Stickstofftemperatur gekühlt und anschließend in der Gasphase positioniert wurde, schalten sie den Heater auf „**AUTO**“. Das Gerät bringt die Probe nun auf die unter „**SET**“ eingestellte

Ausgangstemperatur. Wenn diese erreicht wurde, drücken Sie nochmals kurz die „**RUN/PROGRAM**“ Taste. Auf dem Display erscheint nun „**Run**“ Das Programm läuft nun und realisiert einen linearen Temperaturanstieg bis zur gewünschten Endtemperatur. Während des Temperaturanstieges leuchtet „**SWEEP**“. Nach dem Erreichen der Endtemperatur leuchtet „**HOLD**“. Das Programm kann nun beendet werden, indem Sie die „**RUN/PROGRAM**“ Taste lange gedrückt halten, bis „**End**“ im Display erscheint. Anschließend schalten Sie die den Heater aus, indem Sie die Leistung des Heizers mit „**LOWER**“ verringern, während Sie die Taste „**MAN**“ gedrückt halten.

Am Messplatz 3 muss der Temperaturanstieg durch die Höhe der Probe in der Gasphase reguliert werden. (Für einen Anstieg von etwa 2 K/min sollte sich die Oberkante des Probenhalters etwa auf der Höhe des Randes der Stickstoffkanne befinden.)

---

Nach Erreichen der Endtemperatur wird durch Betätigen von „**Record**“ die Datenerfassung gestoppt. Die endgültige Datensicherung in einem Ergebnisfile erfordert die Betätigung der Taste „**Save**“.

Nach Entnahme des Mess-Stabes ist dieser zum Zwecke des Probenwechsels mit dem bereit liegenden Föhn zu trocknen.

Nach Beenden aller Messungen sind die Gräte auszuschalten (Schalter an der Verteilerleiste).

### 3) Auswertung

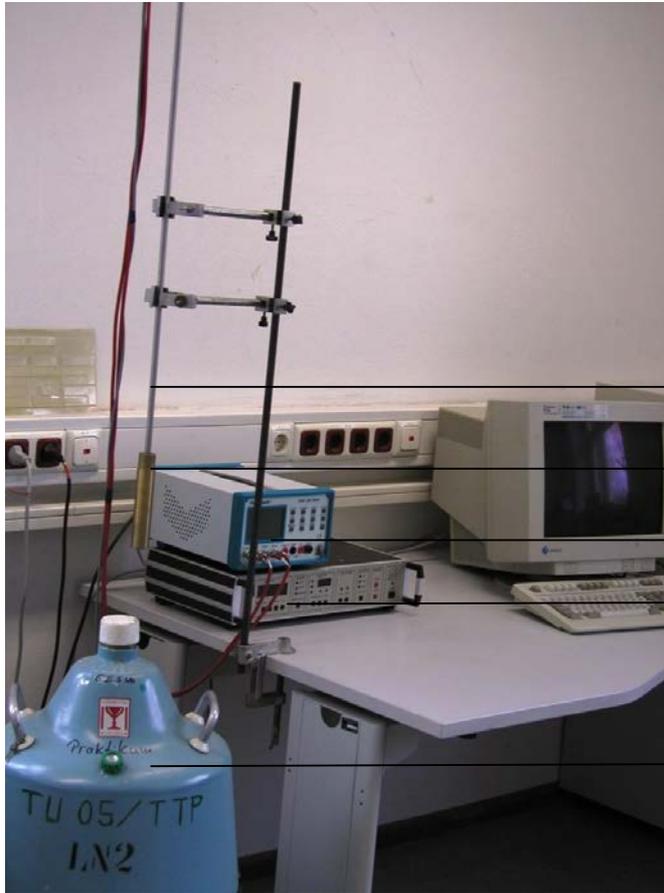
1. Stellen Sie die Messkurven  $L_s(T)$  der 3 Messungen grafisch dar (Sie können dazu u.a. das Grafikprogramm Microcal ORIGIN verwenden)! Die Messung mit leerer Kupferspule weist keine physikalische Anomalie auf und zeigt einen monotonen Verlauf. Es ist möglich, diese Abhängigkeit  $L_0(T)$  durch eine lineare Fitfunktion anzupassen.
2. Leiten Sie aus Grundbeziehungen der klassischen Elektrodynamik analytisch her, wie sich aus den gemessenen Induktivitäten  $L$  bzw.  $L_0$  der gefüllten bzw. leeren Kupferspule die Suszeptibilität  $\chi$  des Supraleiters ergibt. Es ist zu beachten, dass die supraleitende Probe die Spule nicht vollständig ausfüllt. Berechnen Sie dann die Suszeptibilität der gemessenen Proben in Abhängigkeit von der Temperatur und stellen Sie die Kurven  $\chi(T)$  grafisch dar !
3. Aus den Kurven  $\chi(T)$  kann die kritische Temperatur (im Nullfeld)  $T_{c0}$  des Phasenübergangs bestimmt werden. Da die magnetische Suszeptibilität eine Volumeneigenschaft ist, wird dafür oftmals der sogenannten „Onset“-Wert des Sprungs genutzt (90 % der Sprunghöhe). Außerdem ist die Breite des Übergangs  $\Delta T_c$  als Maß für die Qualität der Probe anzugeben (Temperaturdifferenz 10 % - 90 % der Sprungkurve). Welche Schlussfolgerungen können sich aus „Doppelsprüngen“ ergeben ?
4. Vergleichen Sie die erhaltenen Ergebnisse mit Literaturangaben (liegen am Versuchsplatz aus) und werten Sie Übereinstimmungen bzw. Abweichungen.
5. Könnte man auch den Widerstand der Kupferspule zur Temperaturbestimmung nutzen? Wie hängt er von der Temperatur ab ? Stellen Sie dazu den Widerstand  $R_{Cu}(T)$  grafisch dar. Beurteilen Sie auch die Streuung und Reproduzierbarkeit der Daten !
6. Schätzen Sie den Fehler von  $\chi$  und  $T_{c0}$  ab und diskutieren Sie mögliche Fehlereinflüsse !

#### 4) Anhang

##### Eichtabelle des Pt-Thermometers (Pt 5811)

<b>T (K)</b>	<b>R (Ohm)</b>
74.024	18.999
78.047	20.704
80.101	21.515
82.043	22.340
84.027	23.188
96.015	28.295
98.003	29.140
100.02	30.005
103.03	31.275
106.04	32.548
109.04	33.820
112.04	35.083
115.03	36.338
118.03	37.602
121.02	38.854
124.02	40.109
127.03	41.363
130.04	42.619
133.04	43.866
136.02	45.102
139.03	46.348
142.02	47.585
145.03	48.822
148.03	50.059
150.03	50.877

## Versuchsaufbau Messplatz 1 und 2



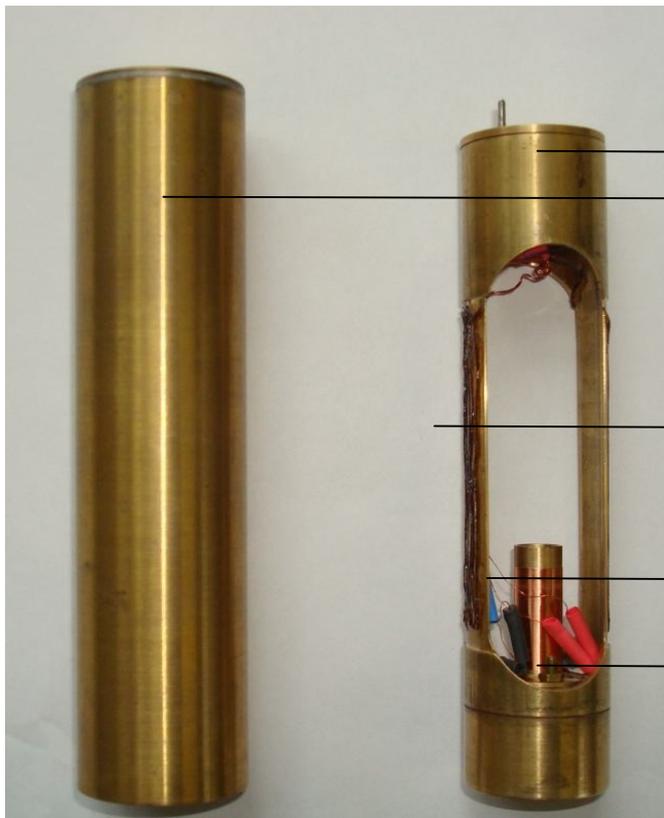
Messstab

Probenhalter

PeakTech 2155 LCR-Meter

Temp. Controller ITC-4

LN<sub>2</sub>-Kanne



Probenhalter

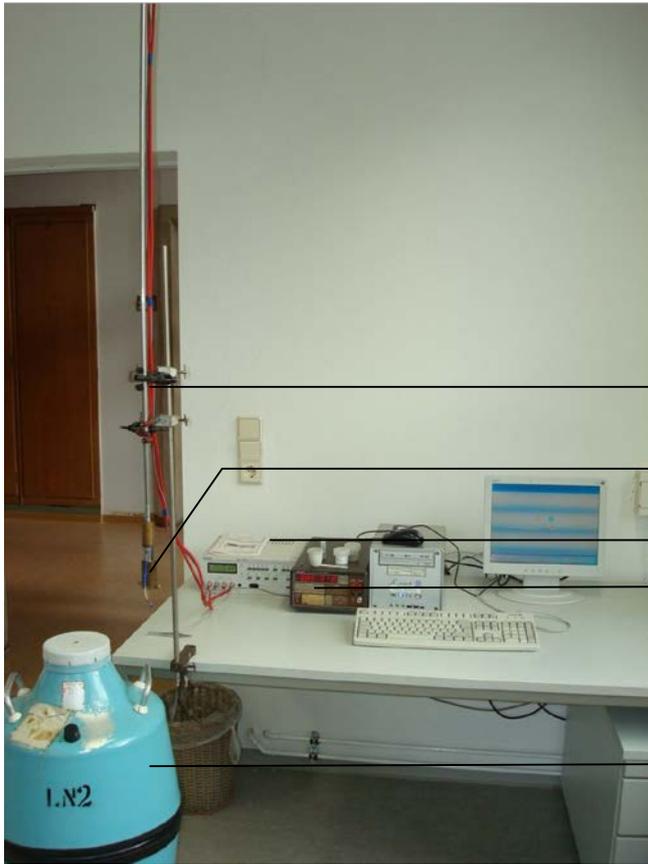
Außenzylinder

Heizdraht

Kupferspule

Pt-Thermometer

## Versuchsaufbau Messplatz 3



Messstab

Probenhalter

Grundig RLC-Meter 2000

Keithley 195A Digital  
Multimeter

LN<sub>2</sub>-Kanne



Probenhalter mit Kupferspule