Einfluss thermisch und extern induzierter Vortices auf den elektrischen Transport in YBCO-Filmen

Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades des Fachbereichs Physik der Universität Hamburg

> vorgelegt von Sven Skwirblies

aus Hamburg

Hamburg 2013

Gutachter der Dissertation:

Gutachter der Disputation:

Datum der Disputation:

Vorsitzender des Prüfungsausschusses: Vorsitzender des Promotionsausschusses: Dekan der Fakultät: Prof. Dr. Kornelius Nielsch Prof. Dr. Kurt Scharnberg

Prof. Dr. Kornelius Nielsch Prof. Dr. Michael A. Rübhausen.

15.08.2013

Dr. Georg Steinbrück Prof. Dr. Peter H. Hauschildt Prof. Dr. Heinrich Graener

Inhaltsangabe

Diese Arbeit befasst sich mit der Untersuchung der dynamischen Leitfähigkeit und kritischen Stromdichte von supraleitenden 50 nm bis 600 nm dünnen c-achsen orientierten YBCO-Filmen auf MgO-Substrat. Die Untersuchungen erfolgen durch temperatur-, feld-, frequenz- und anregungsamplitudenabhängige Suszeptibilitätsmessungen $\chi(T, H_{dc}, f, H_{ac})$ mittels eines kommerziellen SQUID-Magnetometers.

Hauptthema dieser Arbeit ist die Untersuchung des Einflusses der Vortices auf die supraleitenden Eigenschaften der YBCO-Filme. Aus den linearen frequenzabhängigen Suszeptibilitäten werden die durch Inversion gewonnen Leitwerte G' - iG'' im Nullfeld genutzt, das Verhalten thermisch induzierter Vortices zu charakterisieren. Die dynamischen Leitfähigkeiten werden für alle Filme durch einen kohärenten, frequenzunabhängigen Bereich mit einem 3D-XY Verhalten unterhalb der kritischen Temperatur T_c und durch einen inkohärenten Ginzburg-Landau (GL) ähnlichen Bereich im Temperaturbereich von T_c bis T_0 beschrieben. Der Übergang wird auf das Aufbrechen (blow-out) von Vortex-Ringen bei der blow-out Temperatur T_b zurückgeführt, die probendicken- und frequenzunabhängig bei einer inversen kinetischen Induktanz von $L_k^{-1}(T_b) = 35(5)nH^{-1}$ erfolgt. Dieser universelle Wert setzt sich bis zum höchsten untersuchten Feld von 10 kOe fort.

Im frequenzabhängigen GL-Bereich zeigt sich, dass das Einsetzen der Supraleitung mit der Erzeugung genau eines Vortexkernes gekoppelt ist und sich im Feld fortsetzt. Die große Stabilität dieser Effekte kann durch die Korngrenzen innerhalb der granularen YBCO-Struktur mit einem lokalen kritischen Feld der Körner von $H_g(d_g)$ zurückgeführt werden.

Die kritischen Stromdichten werden mittels einer hier vorgestellten experimentellen Methode aus den Magnetisierungsmessungen bestimmt und zeigen ebenfalls ein 3D-XY Verhalten unterhalb von T_c . Ebenfalls ist durch Anpassung des Tieftemperaturbereichs eine Bestimmung der mean-field Temperatur T_0 möglich. Anhand des Einflusses der Körner wird das Verschwinden des 3D-XY Bereichs und des GL-Bereichs erklärt sowie die zueinander unterschiedlichen Absolutwerte der kritischen Stromdichte $J_c(0)$.

Abstract

This work investigates the dynamic conductivity and the critical current of superconductive 50 *nm* to 600 *nm* c-axes orient thin YBCO-films on MgO-substrat. The investigation is done by temperature, field, frequency and amplitude dependent susceptibility measurements $\chi(T, H_{dc}, f, H_{ac})$ with a commercial SQUID-magnetometer.

The main subject of this work is to investigate the influence of vortices on the superconductive properties of YBCO-films. Therefore frequency dependent magnetization measurements will be done in external zero fields to characterize thermal effects only. The dynamic conductivity, gained out of the magnetization measurements by inversion, can be described for all films by a coherent, frequency dependent 3D-XY area below the critical temperature T_c and an incoherent Ginzburg-Landau (GL) similar area in the temperature range from T_c to T_0 . The crossover between these both areas is identifying by the blow-out of Vortex-loops at the blow-out temperature T_b and shows a film thickness and frequency independent inverse kinetic inductance of $L_k^{-1}(T_b) = 35(5)nH^{-1}$. This universal Value is found up to the highest applied field of 10 kOe.

It shows up that the starting of superconductivity in the frequency dependent GL-area is linked to the creation of exact one vortex-kernel. This behavior applies to higher fields too. The stability of this effect will be explained by the grain borders of the granularly YBCO-structured films with a local critical field $H_s(d_s)$ of the grains.

The critical currents will be extracted out of the magnetization measurements by an here explained experimental method and show the 3D-XY behavior below T_c too. By fitting the deep temperature area of the critical current, the mean-field temperature T_0 could be extracted. The vanishing of the 3D-XY area and the GL-area can be explained by the influence of the grain, also the different absolute values of the critical current $J_c(0)$ between the films.

Inhaltsverzeichnis

In	haltsangabe	i
Ab	bstract	ii
1.	Einleitung	1
2.	Grundlagen zur Supraleitung	3
	 2.1 Gleichgewichts-Supraleitung 2.1.1 Zwei-Flüssigkeiten-Modell 2.1.2 Ginzburg-Landau Modell 2.1.3 Fluktuationen 	3 3 5 10
	 2.2 Nichtgleichgewichts-Supraleitung 2.2.1 Haftzentren für Flusslinien 2.2.2 Vortex-Phasen 	13 14 16
	2.2.3 Bean's Critical State	19 22
3.	Experimentelle Grundlagen	24
	 3.1 Die Filme: YBCO-Filme 3.2 SQUID-Magnetometer 3.2.1 Aufbau 3.2.2 Kalibrierung 	24 26 26 31
	 3.3 Messverfahren	33 34 40
	3.4 Nichtlineare Suszeptibilität: Flux-Creep 3.4 Suszeptibilitätsbestimmung 3.4.1 Linearer Bereich 3.4.2 Tieftemperaturbereich	42 46 46 47

4.	Kri	tische Stromdichte	. 49			
	4.1 4.2	Analyse der nichtlinearen Suszeptibilität	. 49 . 56 58			
		4.2.1 Ginzourg-Landau Anpassung im Tiertemperaturbereien . 4.2.2 Kritische Stromdichte nahe bei T	. 50			
	43	Temperaturabhängigkeit im Magnetfeld	. 57			
	4.4	Magnetfeldabhängigkeit bei tiefen Temperaturen	. 65			
5.	Dyr	namische Leitfähigkeit	. 68			
	5.1	Nukleation von Supraleitung im Nullfeld	. 68			
		5.1.1 Abschirmverhalten:				
		Evidenz für 3D-XY Fluktuationen $(T < T_c)$. 69			
		5.1.2 Zerstörung der 3D-XY Supraleitung: 35 nH ⁻¹ Effekt	. 71			
		5.1.3 Abschirmung im normalleitenden Zustand $(T>T_b)$. 72			
		5.1.4 Dynamik im Ginzburg-Landau Bereich	. 74			
		5.1.5 Mikrowellen Leitfähigkeit im GL-Bereich	. 79			
		5.1.6 Charakteristische T's im Nullfeld	. 81			
	5.2	Einfluss extern induzierter Vortices	. 84			
		5.2.1 Uberblick	. 84			
		5.2.2 $\mathcal{O}G^{"}$ -Analyse, Phasendiagramm	. 86			
		5.2.5 Dynamische Leitlanigkeit, ωG -Analyse $(I > I_b(H)) \dots$. 92			
6.	Dis	kussion	. 98			
7.	Zus	ammenfassung und Ausblick	105			
8.	Anl	nang	107			
9.	Lite	eratur	123			
	Publikationsliste 1 Danksagung 1					

1. Einleitung

Seit der Entdeckung der Hochtemperatursupraleitung 1987 durch Bednorz und Müller [38] erlebte dieser Bereich der Physik einen wahren Boom. Neben der theoretisch interessanten Natur dieser Phänomene, wie dem widerstandsfreien Stromtransport und der Magnetfeldverdrängung aus ihrem Inneren, stehen besonders technische und wirtschaftliche Interessen im Vordergrund. Der Einsatz von Supraleitern in der heutigen Zeit ist sehr vielschichtig. Zum einen erfolgt er im Gleich- bzw. Niederfrequenzstrombereich (z.B. Energieübertragung, 50 *Hz* Netzstrom), zum anderen ist er in der heutigen Kommunikationstechnik im Hochfrequentenbereich z.B. als äußerst schmalbandiger Frequenzfilter im Mikrowellenbereich nicht mehr wegzudenken. Weitere Beispiele sind die Erzeugung von großen Magnetfeldern bei akzeptablem Energieaufwand (Tesla-Magnete) und Stromspeicherung.

Die wichtigsten Vertreter der Hochtemperatursupraleitung (HTSL) sind die Kuprate BiSrCaCuO (BSCCO) und YBa₂Cu₃O₇₋₈ (YBCO). Für die technische Nutzung ist YBCO der Hauptvertreter, da er zum einen einfacher herzustellen ist und sich außerdem leichter in einer stabilen supraleitenden Konfiguration ordnet als BSCCO. Beide zeichnet ein Einsetzen der Supraleitung oberhalb von 77 K, dem Siedepunkt von flüssigem Stickstoff, sowie das Erhalten der Supraleitung auch bei großen Magnetfeldern von 100 Tesla aus (vgl. Erdfeld $0,3 \mu T$). Um die Supraleitung unter diesen extremen Bedingungen aufrecht erhalten zu können, lassen diese Materialien magnetischen Fluss in Form von Flusslinien, sogenannten Vortices, eindringen.

Das Flusslinienverhalten spielt dabei die limitierende und charakterisierende Rolle. Technisch kann ein Supraleiter nur eingesetzt werden, solange die Supraleitung stabil ist, d.h. trotz Feld- und Temperatureinwirkung kann ein supraleitender Strom durch den Supraleiter geschickt werden. Beides, Feld und Temperatur, führt jedoch zu einer Beeinflussung der Flusslinien. Zum einen werden durch das Feld neue Vortices erzeugt, zum anderen die vorhandenen durch die Lorentzkraft des induzierten oder angelegten Stroms bewegt. Abhängig von den Materialeigenschaften können diese Vortices durch Haften an Punktdefekten in der Bewegung eingeschränkt werden und dadurch diese Kraft kompensieren. Durch die hohen möglichen Temperaturen kommt es jedoch zusätzlich zu thermischen Fluktuationen, die sowohl zum Fließen oder Springen dieser Vortices aus ihren Verankerungen führen können. Durch diese Fluktuationen können nahe der kritischen Temperatur im Übergang zum normalleitenden Bereich Vortices erzeugt oder vernichtet werden. Temperatur- bzw. feldgetriebene Bewegung, Erzeugung und Vernichtung der Vortices sorgen für Verluste und haben bis heute einen großtechnischen Einsatz dieser Materialien stark limitiert oder gänzlich verhindert. Ziel dieser Arbeit ist die Aufklärung der Verlustmechanismen in für die technische Nutzung hergestellten YBCO-Filmen von 50 nm bis 600 nm Dicke, die eine granulare Struktur mit elektrisch stark gekoppelten Körnern der Breite d_s aufweisen. Der Einsatzbereich solcher YBCO-Filme erstreckt sich von Mikrowellenanwendungen bei Abwesenheit eines externen Feldes, H = 0, bis hin zu Hochstromanwendungen mit Feldeinfluss, $H \neq 0$.

Die Untersuchung der Filme erfolgt durch berührungslose Suszeptibilitätsmessungen $\chi(T, H_{dc}, H_{ac}, f)$ mittels eines kommerziellen SQUID-Magnetometers. Durch die Untersuchungen der daraus gewonnenen kritischen Stromdichte $J_c(T, H)$ und der dynamischen Leitwerte G' + iG'' sollen Rückschlüsse auf die Verluste, d.h. das Flusslinienverhalten im Bereich der kritischen Übergangstemperatur T_c von Normalzur Supraleitung gewonnen werden. Mögliche Verluste können durch intrinsische, thermodynamische Fluktuationen bei hohen Temperaturen T und großen Feldern H ausgelöst werden. Ein anderer Punkt ist das depinning von Vortices in der granularen Struktur und der damit verbundene Einfluss auf das Gesamtverhalten der Filme.

Dazu wird nach einer Einführung in die Grundlagen der Supraleitung in Kapitel 2 und den experimentellen Voraussetzungen in Kapitel 3 die kritische Stromdichte in Kapitel 4 untersucht. Darauf folgt in Kapitel 5 die Untersuchung der dynamischen Leitfähigkeit. Begonnen wird im Nullfeld (H = 0), um rein thermische Fluktuationen und Effekte untersuchen zu können. Aufbauend darauf erfolgt die Untersuchung der Feldabhängigkeit ($H \neq 0$). Durch die gleichzeitige Existenz von temperaturund feldinduzierten Vortices ist die Vortexdynamik in diesem Bereich wesentlich komplizierter und weniger untersucht als im Nullfeld. Die Ergebnisse der kritischen Stromdichte und der dynamischen Leitfähigkeit werden in Kapitel 6 diskutiert und zusammenfassend in Kapitel 7 dargelegt.

2. Grundlagen zur Supraleitung

Zur Untersuchung der elektrischen Transporteigenschaften von Supraleitern werden im Folgenden die dynamische Leitfähigkeit σ , bzw. der dynamische Leitwert G,

$$\sigma = \sigma' + i\sigma'', \ G = \sigma \cdot d \tag{2.1}$$

und die kritische Stromdichte j_c betrachtet. Die Gliederung erfolgt in Anlehnung an die historische Entwicklung über die in klassischen Supraleitern vorherrschende Gleichgewichts-Supraleitung, der Einführung von Vortices und der heute technisch relevanten Beschreibung für die Nichtgleichgewichts-Supraleitung.

2.1 Gleichgewichts-Supraleitung

Die Gleichgewichts-Supraleitung bestimmt sowohl die meisten klassischen Supraleiter als auch die Supraleitung bei kompensiertem, externem Feld (H = 0) und stellt den reversiblen, linearen Bereich dar. Sie wird hier über die Darstellung des Zwei-Flüssigkeiten-Modells auf Basis des London-Modells, des Ginzburg-Landau-Modells (GL) und seiner Erweiterung beschrieben.

2.1.1 Zwei-Flüssigkeiten-Modell

Zur Beschreibung der Supraleitung lieferten die Gebrüder London eine einfache phänomenologische Theorie [69]. Ausgehend von der Leitfähigkeit bei Metallen (Drude-Modell) nahmen sie einen Supraleiter als idealen Leiter mit verschwindender Streurate: $\tau = 1/\Gamma \rightarrow 0$ und somit einer reinen imaginären Leitfähigkeit σ " an. Beim Anlegen eines elektrischen Feldes werden die Elektronen gleichmäßig beschleunigt, so dass die Bewegungsgleichung lautet:

$$2m_e \frac{d\mathbf{v}_s}{dt} = -e\mathbf{E} \tag{2.2}$$

Daraus erhält man für den Strom $\mathbf{j}_s = -2e\mathbf{v}_s n_s$ der supraleitenden Ladungsträger mit der Dichte n_s die erste Londonsche Gleichung zu

$$\mathbf{E} = \boldsymbol{\mu}_0 \boldsymbol{\lambda}_L^2 \frac{d\mathbf{j}}{dt} \boldsymbol{\sigma}$$
(2.3)

mit der Londonschen Eindringtiefe

$$\lambda_{\rm L} = \sqrt{\frac{m_e}{\mu_0 n_{\rm s} e^2}} \tag{2.4}$$

Betrachtet man Ströme mit einer harmonischen Zeitabhängigkeit, $j \sim \exp(i\omega t)$, so ergibt sich aus Gl. (2.3)

$$\mathbf{E} = \boldsymbol{\sigma}^{"} \mathbf{j} \tag{2.5}$$

mit der Supraleitfähigkeit

$$\sigma" = \frac{1}{\omega\mu_0\lambda_L^2} \tag{2.6}$$

Im Zwei-Flüssigkeiten-Modell wird angenommen, dass unterhalb von T_c nur ein Teil der Ladungsträger n_s zum Suprastrom beiträgt, während der übrige Anteil $n_n = n - n_s$ normalleitend bleibt. Der Anteil der supraleitenden Ladungsträger wird dort mittels des London-Modells, der Anteil der normalleitenden mittels des Drude-Modells beschrieben. So wie sich nun der Gesamtstrom aus beiden Anteilen zusammensetzt, $\mathbf{j} = \mathbf{j}_n + \mathbf{j}_s$ kann auch die Leitfähigkeit durch die Addition beider Terme aus Drudeund London-Modell Gl. (2.6) beschrieben werden zu:

$$\sigma_{-}(\omega) = \sigma_{Drude} + \sigma_{London} = \frac{\sigma_{0}}{1 + i\omega\tau} + \frac{1}{i\omega\mu_{0}\lambda_{L}^{2}}$$
(2.7)

Oberhalb von T_c wirkt nur der Drude-Term und die dynamische Leitfähigkeit ergibt sich zu

$$\sigma_{+}(\omega) = \sigma_{Drude} = \frac{\sigma_{0}}{1 + i\omega\tau} \text{ mit } \sigma_{0} = \frac{ne^{2}\tau}{m_{e}}$$
(2.8)

Nachfolgend ist die normierte dynamische Leitfähigkeit für das Drudemodell gezeigt:



Abb. 2-1: Dynamische Leitfähigkeit, Drude-Modell.

2.1.2 Ginzburg-Landau Modell

Die Ginzburg-Landau (GL) Theorie ist eine phänomenologische Theorie und wird oft auch als makroskopische bzw. quasi-makroskopische Theorie [1] bezeichnet. Sie hat den großen Vorteil, dass sie das supraleitende Verhalten sehr exakt beschreiben kann und mit wenigen, meist messtechnisch zugänglichen Parametern auskommt. Eine ihrer größten Stärken ist, dass sie die Existenz der Typ II Supraleiter vorhersagen konnte. Als Grundlage der Ginzburg-Landau Theorie dient die allgemeine Landau Theorie der Phasenübergänge 2. Ordnung. Wie die Erweiterung der freien Helmholtz Energie Ffür die Magnetisierung beim Phasenübergang eines Ferro- zu einem Paramagneten formuliert sie die freie Energie für den Phasenübergang von Normal- zur Supraleitung mittels eines Ordnungsparameters Ψ . Durch die Entwicklung von Ψ um T_c folgt:

$$F_{s}(\mathbf{r},T) = F_{n}(\mathbf{r},T) + \alpha |\Psi|^{2} + \frac{\beta}{2} |\Psi|^{4} + \frac{1}{2m} |(-i\hbar \nabla - 2e\mathbf{A})\Psi|^{2} + \frac{\mu_{0}\mathbf{H}^{2}}{2} (2.9)$$

Die Indizes s und n bezeichnen den supra- und normalleitenden Zustand. Der Parameter $\alpha \propto (T - T_c)$ ist temperaturabhängig und β eine positive, temperaturunabhängige Konstante. A ist das Vektorpotential des Magnetfeldes.

Zur Bestimmung des Ordnungsparameters Ψ und des Vektorpotentials A wird die freie Energie bezüglich dieser beiden Größen minimiert. Daraus folgen die beiden Ginzburg-Landau Gleichungen:

$$\alpha \Psi + \frac{\beta}{2} |\Psi|^2 \Psi + \frac{1}{2m} (-i\hbar \nabla - 2e\mathbf{A})\Psi = 0$$
(2.10)

$$\mathbf{j} = \nabla \times \mathbf{H} = \frac{e}{m} [\Psi(-i\hbar\nabla - 2e\mathbf{A})\Psi + \text{c.c.}]$$
(2.11)

j ist die Stromdichte im Supraleiter. Als Konsequenz aus diesen beiden Gleichungen folgt zum einen die Kohärenzlänge ξ , die die räumliche Variation des Ordnungsparameters angibt,

$$\xi_{GL}(T) = \frac{\hbar}{\sqrt{2m\alpha(T)}}, \text{ für } T < T_c$$
(2.12)

als auch die Eindringtiefe λ , die das Eindringen des Magnetfeldes in den Supraleiter beschreibt:

$$\lambda_{GL}(T) = \sqrt{\frac{m\beta}{e^2 \mu_0 \alpha(T)}} , \text{ für } T < T_c$$
(2.13)

Das Verhältnis dieser beiden Längen ist:

$$\kappa = \frac{\lambda(T)}{\xi(T)} \tag{2.14}$$

und ist als Ginzburg-Landau Parameter definiert. κ bestimmt das Vorzeichen der

Oberflächenenergie einer Grenzfläche zwischen normal- und supraleitender Phase, ob es sich um einen Typ I oder Typ II Supraleiter handelt. Es gilt:

Typ I Supraleiter
$$<\kappa = \frac{1}{\sqrt{2}} <$$
 Typ II Supraleiter (2.15)

Aufgrund der intrinsischen Eigenschaft der Magnetfeldverdrängung aus dem Inneren eines Supraleiters ($\mathbf{B} = 0$, Meissner-Ochsenfeld-Effekt) würde bei Typ I Supraleitern das Eindringen des Magnetfeldes zu einer Erhöhung der Oberflächenenergie führen. Aus diesem Grund wird ein äußeres Feld vollständig bis zu einem kritischen Feld

$$B_c(T) = \mu_0 H_c(T) = \frac{\Phi_0}{\sqrt{8} \pi \xi(T) \lambda(T)}$$
(2.16)

abgeschirmt. Oberhalb dieses Feldes bricht die Supraleitung sofort zusammen, Abb. 2-2 (a). Die Magnetfeldabhängigkeit kann gut beschrieben werden durch

$$B_c(T) = B_0 \left\{ 1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^2 \right\}$$
(2.17)

mit der zugehörigen Eindringtiefe

$$\lambda(T) = \lambda_0 \left\{ 1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^4 \right\}^{-\frac{1}{2}}$$
(2.18)

die beide aus der Ginzburg-Landau (GL) Theorie hergeleitet werden können. Über die Verknüpfung

$$J_c(T) = \frac{B_c(T)}{\mu_0 \lambda(T)}$$
(2.19)

ergibt sich die kritische Stromdichte dann zu

$$J_{c,GL}(T) = J_0 \left\{ 1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^2 \right\} \left\{ 1 - \left(\frac{T}{T_c}\right)^4 \right\}^{\frac{1}{2}}$$
(2.20)

In Typ II Supraleitern ist hingegen die Oberflächenenergie negativ und der Aufbau einer normal-/supraleitenden Grenzschicht wird oberhalb eines kritischen Feldes

$$B_{c1}(T) = \frac{\Phi_0}{4\pi} \frac{1}{\lambda^2(T)} \ln \kappa$$
(2.21)

günstiger, siehe Abb.. 2-2 (b). Darunter wird das Feld vollständig abgeschirmt und man befindet sich wie beim Typ I Supraleiter im sogenannten Meissner-Zustand. Oberhalb von B_{c1} kann magnetischer Fluss in Form von normalleitenden "Schläuchen" (Vortices) in den Supraleiter eindringen. Das vollständige Zusammenbrechen erfolgt dann erst bei einem oberen kritischen Feld:

$$B_{c2}(T) = \frac{\Phi_0}{2\pi} \frac{1}{\xi^2(T)}$$
(2.22)



Abb. 2-2: (a) zeigt den für Typ I Supraleiter typischen Sprung aus dem supraleitenden Meissner-Zustand (S_M) in den Normalzustand (N) bei H_c . (b) zeigt das Verhalten für Typ II Supraleiter: Beim kritischen Feld H_{c1} geht der Supraleiter vom Meissner-Zustand in einen Zustand mit eindringendem Fluss (Vortex-Linien) über (S_V) . Erst beim kritischen Feld H_{c2} erfolgt der Übergang zum normalleitenden Zustand (N).



Abb.2-3: Phasendiagramm des Typ I (a) und Typ II (b) Supraleiters (S = Supraleitender Zustand, N = Normalleitender Zustand, M = Meissner-Zustand, V = Vortex-Zustand).

Die Vortices lassen jeweils äußeren Fluss in der Größe von einem elementaren Flussquant Φ_0 eindringen:

$$\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2.067 \times 10^{-15} Vs \tag{2.23}$$

Die zunächst durch die phänomenologische GL Theorie eingeführten Parameter α , β können nun unter Zuhilfenahme der nach Bardeen, Cooper und Schrieffer benannten BCS Theorie [66] gelöst werden. In der BCS Theorie wurde die BCS Kohärenzlänge ξ_0 eingeführt.

$$\boldsymbol{\xi}_{0} = 0.18 \frac{\hbar \boldsymbol{\nu}_{F}}{k_{B}} T_{c} \tag{2.24}$$

Diese temperaturunabhängige Länge kann mittels der GL Theorie zu einer temperaturabhängigen Kohärenzlänge erweitert werden. Diese ist abhängig von der freien Weglänge l_e eines Elektrons. Es erfolgt die Unterscheidung in zwei Fälle:

clean limit
$$\xi(T) = 0.74 \, \xi_0 \left(\frac{T_c}{T_c - T} \right)^{\frac{1}{2}}, \, l_e \gg \xi_0$$
 (2.25)

dirty limit
$$\xi(T) = 0.85 \sqrt{\xi_0 l_e} \left(\frac{T_c}{T_c - T}\right)^{\frac{1}{2}}, l_e \ll \xi_0$$
 (2.26)

Analog wird die temperaturabhängige Eindringtiefe der GL in Bezug auf die temperaturunabhängige Londonsche Eindringtiefe, Gl. (2.13), bestimmt zu:

clean limit

$$\lambda(T) = \frac{1}{\sqrt{2}} \lambda_L \left(\frac{T_c}{T_c - T} \right)^{\frac{1}{2}}, \ l_e \gg \xi_0$$
(2.27)

dirty limit
$$\lambda(T) = 0.64 \sqrt{\frac{\xi_0}{l_e}} \left(\frac{T_c}{T_c - T}\right)^{\frac{1}{2}}, l_e \ll \xi_0$$
 (2.28)

Der Vortex eines Typ II Supraleiters wird durch die Eindringtiefe λ und die Kohärenz-länge ξ definiert. Die Eindringtiefe λ ist dabei die Ausdehnung der gesamten Flusslinie und ist ein Maß für den Radius der Zirkulation des supraleitenden Abschirmstroms um den Vortexkern. Die Kohärenzlänge ξ definiert den Radius des Vortex, also den normalleitenden Bereich. Veranschaulicht ist eine Flusslinie mit diesen beiden Parametern in Abb. 2-4.

Für Hochtemperatursupraleiter (Typ II) mit großen Eindringtiefen beginnt eine Überlappung mit benachbarten Flusslinien und eine eindeutige Bestimmung der Flusslinien ist nicht mehr möglich. Hingegen bleibt der Vortexkern weiterhin klar definiert.

Als Erster hatte Abrikosov diese Vortex dominierte Mischphase für Supraleiter vorhergesagt. Die Eigenschaften der Vortices sind bei Typ-II Supraleitern ausschlaggebend für sein Gesamtverhalten. Aufgrund ihrer abstoßenden Eigenschaften ordnen sie sich im Gleichgewichtszustand in einem hexagonalen Gitter an, das nach ihrem Entdecker als Abrikosov-Gitter benannt wird, Abb. 2-5. Sie bilden ein Dreiecksgitter mit der Seitenlänge $(2/\sqrt{3})^{1/2} (\Phi_0/B)^{1/2}$.



Abb. 2-4: Differenzierung von Vortex- und Flusslinie. Die Flusslinie wird über die Eindringtiefe λ charakterisiert. Für extreme Typ II Supraleiter mit großer Eindringtiefe (λ_2, λ_3) verwischt sie und kann nicht mehr eindeutig definiert werden. Die Vortex-Linie, der Kern der Flusslinie, wird über die Kohärenzlänge ξ bestimmt und ist auch für extreme Typ II Supraleiter gut definiert.



Abb. 2-5: Ein Beispiel für die optimale, hexagonale Anordnung der Vortices.

In den oxidischen HTSL-Kupraten sorgt die Schichtstruktur der parallel angeordneten Kupferoxidebenen für die starken Größenunterschiede der charakteristischen Parameter: Eindringtiefe λ , Kohärenzlänge ξ und effektiven Masse *m*. Die oxidischen HTSL sind axialsymmetrisch, d.h. die a-b Achsen sind nahezu identisch, während die Struktur in c-Achsen Richtung abweicht. Das Maß für diese Abweichung wird über den Anisotropiefaktor γ als Verhältnis der effektiven Massen, bzw. bezogen auf die Kohärenzlänge und die Eindringtiefe, bestimmt zu

$$\gamma = \sqrt{\frac{m_c}{m_{ab}}} = \frac{\xi_{ab}}{\xi_c} = \frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}}$$
(2.29)

Für die HTSL-Kuprate gilt dabei: $\boldsymbol{\xi}_{c} < \boldsymbol{\xi}_{ab} \ll \boldsymbol{\lambda}_{ab} < \boldsymbol{\lambda}_{c}$

Der Vortex durch die einzelnen Kupferoxidebenen ist in der Literatur auchals, "Vortex-Dot/ Vortex-Punkt" bzw. "Pancake-Vortex/Pfannkuchen-Vortex" bekannt. Abhängig vom Anisotropiefaktor sind nun diese einzelnen Ebenen stärker oder schwächer miteinander gekoppelt. Diese Kopplungsstärke ist ein Maß für die Materialeigenschaften.

2.1.3 Fluktuationen

Die bisherigen Theorien reichen oft aus, um das Verhalten von Typ I Supraleitern bzw. den Bereich des Meissner-Zustandes zu beschreiben. Zur Beschreibung der Typ II Supraleiter, speziell der extremen HTSL, müssen thermische Fluktuationseffekte mit berücksichtigt werden. Um ein Maß für die thermischen Fluktuationen zu erhalten, wurde die Ginzburgzahl eingeführt [5]:

$$Gi = \frac{1}{2} \left[\frac{k_B T_c \gamma \mu_0}{4\pi \xi_0^3 B_c^2(0)} \right]^2 = 1 - \frac{T^*}{T_c} \approx 10^{-13} \gamma^2 \kappa^3 T_c^2(K)$$
(2.30)

Diese gibt den Wert der reduzierten Temperatur T^* an, bei welcher die Fluktuation (Variation) des Ordnungsparameters gleich seinem Betrag ist, $|\delta \psi| = |\psi|$. Für Typ I Supraleiter liegt der Parameter, nicht zuletzt wegen der niedrigen Temperatur, in der Größenordnung von $\approx 10^{-7}$. D.h. thermische Fluktuationseffekte können in der Regel vernachlässigt werden. Bei Typ II Hochtemperatursupraleitern ergibt sich z.B. für YBCO $Gi \approx 10^{-2}$ (YBCO: $\kappa \approx 100$, $\gamma \approx 6$, $T_c \approx 90K$) [5, 18].

Somit wird klar, dass thermische Fluktuationen einen starken Einfluss auf die Vortices haben und dies zu einer Absenkung verschiedener Phasenübergangslinien führt.

Diese thermischen Vortex-Anregungen können am einfachsten in Abwesenheit eines externen Magnetfeldes beschrieben werden.



Vortex Anregung

Abb. 2-6: Mögliche topologische Anregungen der supraleitenden Phase ohne ein externes magnetisches Feld $(d = Filmdicke, s = CuO-Ebenenabstand, r_p = Pancakeabstand eines V/A-Paars)$

Ausgehend vom tiefen Temperaturbereich beginnen sich innerhalb der Kupferoxid-ebenen Vortex/Antivortex-Paare (V/A), bzw. Pancakes zu bilden. Sie sind mit dem Abstand r_p gekoppelt. Unterhalb der Grenze $r_p = \gamma s$, die sich aus dem Anisotropie-Faktor γ und den Ebenenabstand *s* ergibt, sind sie auf jeweils eine Kupferoxidebene beschränkt, siehe Abb. 2-6 (a).

Mit Zunahme der Fluktuationen vergrößert sich dieser Abstand über den Ebenenabstand hinaus und es entsteht eine Kopplung der V/A-Paare zwischen den Ebenen. Es bilden sich sogenannte Vortex/Antivortex-Ringe, siehe Abb. 2-6 (b). Der Ringradius nimmt mit steigender Temperatur zu und ist auf die Gesamtdicke des Supraleiters limitiert.

Nach Fischer ist die freie Energie F eines Vortexringes mit Radius R gegeben durch [6]

$$F \approx 2\pi R \varepsilon_0 - j \Phi_0 \pi R^2 \tag{2.31}$$

mit der Linienspannung des Vortex

$$\varepsilon_0 = \frac{\Phi_0^2}{4\pi\mu_0\lambda_{GL}^2} \,. \tag{2.32}$$

Die Minimierung von F führt zum kritischen Vortexradius $R_c \approx \varepsilon_0 / J \Phi_0$ und der resultierenden Energiebarriere $\pi \varepsilon_0^2 / j \Phi_0$. Dies liefert für den thermischen Widerstand eines Vortexringes [6]

$$\rho = \frac{E}{j} \sim e^{-j_T/j} \tag{2.33}$$

mit der Stromskala aufgrund thermischer Fluktuationen $j_T = \pi \varepsilon_0^2 / \Phi_0 T$. Abweichend von dem in Kapitel 2.1.2 gewonnenen Ergebnis für die Temperaturabhängigkeit von $\lambda(T)$ und $\xi(T)$ mit einem Koeffizienten von (1/2) im Molekularfeld-Regime, weit entfernt von T_c , liefert die Berücksichtigung der thermischen Fluktuationen nun nahe T_c

$$\xi(T) = \xi(0) \left| 1 - \frac{T}{T_c} \right|^{-\nu_0}$$
(2.34)

für die Kohärenzlänge und

$$\lambda(T) = \lambda(0) \left| 1 - \frac{T}{T_c} \right|^{-\nu_0/2}$$
(2.35)

für die Eindringtiefe. Diese Ergebnisse entsprechen im wesentlichen den Ergebnissen des XY-Modells in diesem Regime nahe T_c mit den kritischen Exponenten des Nullfeldes in 3 Dimensionen $\nu_0 \approx 2/3$ [6].

Die sind daraus ergebenden charakteristischen Temperaturen eines HTSL sind in Abb. 2-7 zusammengefasst. Die Auswirkung der thermischen Fluktuationen auf die Vortexringe sind durch T_{ϕ} skizziert. Z. Tešanović [74] gibt für diesen Mischbereich von Vortexringen und Vortexlinien eine obere Grenze von

$$H_b \approx Gi H_{c_2}^{GL}(0) \tag{2.36}$$

an. und spiegelt die obere Grenze für ein 3D-XY Verhalten wider. Eine Abschätzung für YBCO liefert $H_b \approx 1 - 2T(Gi \approx 10^{-2}, H_{c2}^{GL}(0) \approx 160T)$. Der Verlauf von T_m und T_{ϕ} werden von ihm mit

$$H_m(T) = 2\pi d_m^2 H_{c_2}^{GL}(0) \left(1 - \frac{T}{T_c(0)}\right)^{\frac{4}{3}}$$
(2.37)

und

$$H_{\Phi}(T) = 2\pi \, d_{\Phi^2} \, H_{c_2}^{GL}(0) \left(1 - \frac{T}{T_c(0)}\right)^{\frac{4}{3}}$$
(2.38)

angegeben. Eine Abschätzung liefert $d_m \sim 0, 2 - 0, 3$ und $d_{\Phi} \sim 1$ für $H_{\Phi}(T) \ll H_b$. Für $H_{\Phi} \rightarrow H_b$ läuft $d_{\Phi} \rightarrow d_m$.



Abb. 2-7: Phasendiagramm der charakteristischen Temperaturen für einen Typ II Supraleiter: Das Einsetzten der Supraleitung beginnt bei der mean-field Temperatur T_0 und setzt sich im Feld entlang der oberen, kritischen Temperatur T_{c2} fort. Bei der kritische Temperatur T_c und oberhalb des Meissner-Zustandes bei T_{c1} ist der Bereich des Vortexgitters, welches bei T_m schmilzt (melting). T_{ϕ} spiegelt die Auswirkung der thermischen Fluktuationen wieder und ist nach Z.Tešanović [74] ein Bereich von Vortex-Ringen und Vortex-Linien.

2.2 Nichtgleichgewichts-Supraleitung

Die bisherigen Darstellungen zeigen die Analyse des supraleitenden Zustandes im Gleichgewicht, der in der Regel nur bei sehr kleinen Feldern aufrechterhalten wird. Im realen, technisch relevanten Einsatz wird der Supraleiter immer einem Magnetfeld ausgesetzt sein. Die hervorgerufenen Abschirmströme haben im Magnetfeld jedoch eine Lorentzkraft zur Folge und das Vortexgitter würde sich bewegen, Abb. 2-8. Durch diese Bewegung würde ein elektrisches Feld in Stromrichtung induziert und es ergäbe sich ein linearer Widerstand $\rho > 0$.

Im realen Supraleiter gibt es verschiedene Effekte, die die Flusslinien festhalten und so eine technische Nutzung erst möglich machen.



Abb. 2-8: Der Einfluss eines induzierten oder fließenden Stromes auf die Flusslinien. Aufgrund der Interaktion zwischen Strom und Magnetfeld sind diese der Lorentzkraft ausgesetzt, welche sie aus der Ruhelage bewegt.

2.2.1 Haftzentren für Flusslinien

Haftzentren sind in erster Linie Materialinhomogenitäten, an denen Vortices haften können. Diese Inhomogenitäten sind zum Beispiel Versetzungslinien, Korngrenzen, normalleitende Verunreinigungen, Zwillingsgrenzen, kolumnare Defekte etc. Die Haftkräfte greifen dabei meist am Vortexkern auf einer Längenskala ξ an. Dieses sogenannte Corepinning [70] ist ein komplizierter Prozess, der hier nicht weiter beschrieben werden soll.

Einzelne mikroskopisch kleine Punktdefekte, wie z.B. Sauerstoff-Fehlstellen, können einen Vortex nicht halten. Erst ein kollektives Zusammenwirken mehrerer Punktdefekte kann zu einem Festhalten (pinning) eines Vortex führen.

Beschrieben wird dieses in der Kollektive-Pinning-Theorie von Larkin und Ovchinikov [72]. Wie in Abb. 2-9 gezeigt, ist dabei die Idee, dass der Vortex aus Einzelsegmenten der Länge L_c besteht, wobei jedes Segment sich in eine optimale Position begibt. Die Länge L_c , die als "Collektive-Pinning-Length" bezeichnet wird, ergibt sich durch die Bedingung $E_{elast}(L_c) = E_{pin}(L_c)$. Im Vortexgitter wird dies im Allgemeinen ein Bündel aus Vortexsegmenten sein, das dadurch ausgezeichnet ist, dass innerhalb eines korrelierten Volumens V_c die Gitterordnung erhalten ist, während die langreichweitige Korrelation durch die Punktdefekte zerstört wird.



Abb. 2-9: Schematische Darstellung eines an Punktdefekten haftenden Vortex

Daraus ergibt sich die wichtige Eigenschaft der Elastizität des Flussliniengitters. Ein starres Gitter könnte selbst bei unregelmäßiger Verteilung nicht an Punktdefekten haften, denn die Haftkräfte würden sich über das Gitter summiert aufheben. Aufgrund der Elastizität kann es sich jedoch verformen und ideal an die Defekte anpassen, wodurch die ideale hexagonale Symmetrie verschwindet. Für kleine Auslenkungen kann es als ein elastisches kontinuierliches Medium angesehen werden.

Zur Beschreibung dieser Vortex-Wechselwirkung mit dem Flussliniengitter wird eine stromabhängige Barrierenenergie U(j) eingeführt, die gemäß Anderson [71] gleich der elastischen Energie des hüpfenden Flusslinienbündels ist. Für das kollektive Pinning ergibt sich für $T < T_{irr}$, T_g die Barriere zu:

$$U(j,T,B) = U_c(T,B) \left(\frac{j_c(T,H)}{j}\right)^{\mu} \text{ mit } \mu = \frac{D-2\zeta}{2-\zeta}$$
(2.39)

wobei ζ von der Dimension der Mannigfaltigkeit *D* sowie den Freiheitsgraden der Bewegung *n* abhängt [5]. Es ergibt sich somit eine bei verschwindenden Strömen divergierende Energiebarriere, sprich stabile Supraleitung. Anschaulich resultiert diese aus der Tatsache, dass das Volumen der hüpfenden Bereiche bei verwindender Stromdichte divergiert. Wichtig für den experimentellen Vergleich mit anderen Theorien ist, dass für diese kollektiven Effekte die Barrieren stets mit dem Magnetfeld zunehmen [5].

Für den Exponent μ ergeben sich je nach Temperatur und Magnetfeld unterschiedliche Werte. Einen guten Überblick für unterschiedliche Temperatur- und Magnetfeldbereiche ist bei Blatter *et al.* [5] zu finden. Hier ist nur eine Auswahl der wichtigsten Fälle:

Bei tiefen Temperaturen und kleinen Magnetfeldern erwartet man Einzelvortexhaften im dreidimensionalen Bereich und $\mu = 1/7$; bei höheren Temperaturen und Magnetfeldern $\mu = 3/2$; für das Hüpfen kleiner Bündel und noch höheren Temperaturen und Magnetfeldern, wenn die Bündelgröße viel größer als die London-Eindringtiefe ist, $\mu = 7/9$; für zweidimensionales Haften liegt es im Bereich von $\mu = 8/9$ bis $\mu = 1/2$. Dieses sind nur einige Werte, um die Komplexität zu verdeutlichen.

Unter Berücksichtigung des Pinnings ergibt sich nun, ausgehend von der GL kritischen Stromdichte J_c^{GL} , Gl. (2.20), die dem vollständigen Pinning der Vortices entspricht, die kritische Stromdichte zu

$$J_{c}(T,H) = J_{c}^{GL}(T,H) \left(\frac{\xi}{L_{c}}\right)^{2} < J_{c}^{GL}(0) \text{ mit } L_{c} > \xi.$$
(2.40)

2.2.2 Vortex-Phasen

Wie eben beschrieben sorgen Strom-, Feld- und Temperaturänderungen bei Typ II Supraleitern für eine Bewegung der Vortices und somit für Verluste. Dieses führt zu einer weiteren Unterteilung der zu Beginn gezeigten Mischphase, Abb. 2-3. Wie in Abb. 2-10 zu sehen, lassen sich diese teilweise überschneidenden Effekte in folgende Bereiche aufteilen:



Abb. 2-10: Erweitertes Phasendiagramm für Typ II Supraleiter nach E.H. Brandt [16]. (a) Darstellung in Abhängigkeit von der Temperatur T und dem magnetischen Fluss B. Hervorgehoben sind die "Depinning Lines". (b) Eine Strom-Spannungskennlinie für HTSL, dargestellt als elektrisches Feld E gegen die Stromdichte **j**. Die einzelnen Bereiche werden im Text erläutert.

Flux Flow:

In diesem Bereich finden Verluste statt. Unter Einfluss eines Stromes bewegt sich das Flussliniengitter (Lorentzkraft) und es entstehen Verluste, die ein nahezu ohmsches Verhalten zeigen. Der Flux Flow ist das vorwiegende Verhalten in konventionellen Supraleitern, sobald der kritische Strom überschritten wird $(J > J_c)$. Der Flux Flow Widerstand ist linear in B.

Hysterese

Unterhalb der kritischen Stromdichte $J < J_c$ befindet sich der Supraleiter in einem metastabilen Zustand. Dieses wird deutlich in einer Hysterese der Magnetisierung. Die Auslenkung der Hysterese ist direkt mit dem kritischen Strom verknüpft und wird im Bean-Modell weiter unten gezeigt. Diesen kritischen Strom kann man direkt aus Magnetisierungsmessungen bestimmen.

Flux Creep

Der Temperatureffekt äußert sich vorwiegend als Flux Creep (Flusskriechen). Solange der Strom noch etwas kleiner als der kritische Strom ist, somit noch kein Flux Flow eingesetzt hat, kann es bei höheren Temperaturen dazu kommen, dass einzelne Flusslinien aufgrund von thermischen Fluktuationen beginnen, sich zu bewegen. Dieses ist der Bereich des Flux Creep, dessen Widerstand nichtlinear ist und der stark von der Temperatur abhängt.

TAFF

"<u>Thermally Activated Flux Flow</u>" – Temperatur-Aktiviertes-Fluss-Fließen ist ein Effekt, der nur bei HTSL-Oxiden für $J \ll J_c$ auftritt. Der Effekt ist analog dem des Flux Flows, nur dass er durch die Temperatur verursacht wird.

Depinning Linie

Die Depinning Linie trennt den Bereich des Flux Creeps und des Flux Flows. Sie ist durch thermische Effekte (TAFF) nicht als klare Linie, sondern als Bereich definiert. Bei den HTSL findet hier eine Entkopplung der Kupferoxidebenen statt, so dass die Flusslinienstruktur sich zu Punkt-Vortices auflöst.

Irreversibilitätslinie/Schmelzlinie

Die Irreversibilitätslinie ist erreicht, sobald sich die Vortices durch Überschreiten der Barrierenenergie U_0 aus ihrer Verankerung lösen.

Die Irreversibilitätslinie trennt den Bereich des Vortexgitters von dem der Vortex-Flüssigkeit und wird auch Schmelzlinie genannt. Nach dem Lindemann-Kriterium setzt das Schmelzen eines festen Körpers dann ein, wenn die mittlere quadratische Auslenkung $\langle u^2 \rangle$ der Elemente des Festkörpers einen bestimmten Bruchteil dessen Gitterkonstante erreicht. Im Falle des Supraleiters wäre das Abrikosov-Gitter der Festkörper mit den Vortices als dessen Elemente. So lautet das Lindemann-Kriterium

$$\sqrt{\langle u^2(T_m)\rangle} = c_L \cdot a_0 \tag{2.41}$$

mit der Gitterkonstante $a_0 = \sqrt{\Phi_0/B}$ des Abrikosov-Gitters und der Lindemannzahl $c_L \approx 0.1 - 0.2$ [4]. Aus dem Lindemann-Kriterium $\langle u^2(T_m) \rangle_T = c_L^2 a_v^2$ mit $\langle u^2 \rangle = T/2\sqrt{\pi} \varepsilon_0(T) \cdot a_v$ und der Linenspannung ε_0 aus Gl. (2.32) kann nun die Schmelzlinie des Vortexgitters zu [5]

$$H_m(T) \approx 5.6 c_L^4 \frac{H_{c_2}(0)}{Gi} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{\beta}$$
 (2.42)

bestimmt werden. Für $H_m(T) \ll H_{c_2}(T)$ ergibt sich wegen $\lambda^{-4}(T) \sim (1 - T/T_c)^{1/2 \cdot 4}$ der Exponent für den GL Fall zu $\beta_{GL} = 2$. Liegt $H_m(T)$ nahe bei $H_{c_2}(T)$, so werden Abweichungen von diesem Ergebnis auf Grund der Reduktion des lokalen Ordnungsparameters durch den Überlapp der Vortexkerne erwartet. Somit ist in diesem Bereich $B_m \sim \xi^{-2}$ und das 3D-XY Modell gültig [6]. Mittels Gl. (2.34) ergibt sich dann die modifizierte Schmelzlinie mit $\beta_{xy} = 4/3$.

Wie beim Schmelzen gewöhnlicher Festkörper erwartet man hier einen Phasenübergang erster Ordnung. Simulationsrechungen bestätigen diese Annahme und zeigen einen diskontinuierlichen Übergang in die Vortexflüssigkeit [7][8]. In der flüssigen Vortexphase liegt keine echte Supraleitung vor, obwohl ein endlicher Ordnungsparameter und eine endliche suprafluide Dichte n_s existiert. Ursache sind die normalleitenden Kerne der Vortices, deren Bewegung einen Ohm'schen Widerstand induziert. Auch das feste Vortexgitter hat unter der Wirkung eines Transportstroms einen endlichen linearen Widerstand $\rho(j \rightarrow 0) > 0$ auf Grund der Bewegung des Gitters durch die Wirkung der Lorentzkraft.

Zur Bestimmung der Schmelzlinie gibt es unterschiedliche Möglichkeiten. Zum einen kann sie über Widerstandsmessung bestimmt werden, da der Widerstand innerhalb eines sehr schmalen Temperaturbereiches (10 *mK* bei YBCO-Kristallen) stark abfällt [9][10]. Dieser Widerstandssprung ist von einer Hysterese begleitet, die mittels Feld- und/oder Temperaturvariation innerhalb eines sehr schmalbandigen Bereiches ($\pm 10 \ mT$ bzw. $\pm 10 \ mK$ für YBCO-Kristalle) bestimmt werden kann [11].

Eine andere Möglichkeit besteht in hochpräzisen Magnetisierungsmessungen. So zeigt sich, dass die Magnetisierung hochreiner unverzwillingter Kristalle bei den aus Widerstandsmessungen ermittelten Schmelztemperaturen $T_m(B)$ einen Sprung macht [12].

Da die Vortexdichte der flüssigen Phase größer als die des Vortexgitters und somit bei höheren Magnetfeldern thermodynamisch günstiger ist, bietet sich auch noch an, die Schmelzlinie mittels der latenten Wärme zu messen. Aus $L = T\Delta S$ wurde die Entrophieänderung pro Vortex und supraleitender Schicht zu $\Delta S \approx 0.45 k_B$ bestimmt [13]. Der Wert der latenten Wärme ist in Übereinstimmung mit der Höhe des Sprungs der Magnetisierung ΔM gemäß der Clausius-Clapeyron-Gleichung $L = -T\Delta M\mu_0 dB_m/dT$.

2.2.3 Bean's Critical State

Alle hier aufgezählten Vortexzustände der Mischphase sind über die Barrierenenergie U(j) direkt mit der Stromdichte und ihren Änderungen verbunden. Da die Magnetisierung M eines Supraleiters allein durch Ströme der Dichte j hervorgerufen wird und über

$$M = \frac{1}{2V} \int \mathbf{r} \times \mathbf{j} \, dV \tag{2.43}$$

miteinander verknüpft ist, liegt es nahe, diese messtechnisch einfach zugängliche Größe zur Bestimmung der kritischen Stromdichte zu nutzen und damit Informationen über den irreversiblen Vortexzustand im Inneren des Supraleiters zu erhalten. Diese wurde zuerst von Bean [73] gelöst.

Bean ging davon aus, dass ein Gradient in der lokalen Flussdichte, also dem Eindringen von magnetischem Fluss in die Probe (Flussprofil), nur beständig sein kann, wenn der auf die Vortices wirkende Lorentzkraft eine Haftkraft entgegengestellt ist, die an jedem Ort der Probe entsprechend gleich groß ist. Die Stromdichte ist in diesem Fall maximal, also $J(t) = \pm J_c$ in Abhängigkeit der Flussänderung dH/dt. Der Gradient des Flussprofils ist ein schwierig zu lösendes Nichtgleichgewichtsproblem.

Für den einfachsten Fall einer magnetfeldunabhängigen Stromdichte $J_c = J_c(0)$ ist das resultierende Flussprofil linear und anhand verschiedener Punkte der Hystereseschleifen in Abb. 2-11 gezeigt. Zunächst beginnt der Fluss in die Probe einzudringen. Je größer das Feld, desto tiefer dringt der Fluss in den Supraleiter ein. Erfolgt eine zeitliche Änderung des Magnetfeldes, so beginnt sich der Fluss umzudrehen und die Kurve ändert ihre Richtung. Abweichungen der Magnetisierung aus der Hysterese zwischen positivem und negativem Hystereseast ergeben die irreversible Magnetisierung. Daraus ergibt sich die kritische Stromdichte für die hier relevante Probengeometrie einer dünnen Scheibe nach E.H.Brandt [22, 41] zu

$$\Delta M = M_{+} - M_{-} \Rightarrow M_{irr} = \frac{\Delta M}{2}$$

$$J_{c,\perp} = M_{irr} \left(\frac{r}{3}\right)^{-1} und \ J_{c,\parallel} = M_{irr} \left(\frac{d}{4}\right)^{-1}, H > H_{p} = \frac{J_{c}d}{2}$$
(2.44)

Für diese Arbeit interessant ist hier der transversale Fall $J_{c\perp}$, also dem externen Feld senkrecht zur Probenoberfläche. Gültig ist diese Formel erst bei einem externen Magnetfeld H_p , wo der Fluss die Probe komplett durchdrungen hat Abb. 2-11 (2).

Auf Basis des Bean Modells wurde die Berechnung der kritische Stromdichte z.B. von E.H. Brandt [22] für unterschiedlichste Probengeometrien, Anregungsamplituden und Stromdichteabhängigkeiten nummerisch gelöst. Abb. 2-12 zeigt deutlich den Unterschied zwischen einer konstanten und einer feldabhängigen, kritischen Stromdichte mit dem daraus resultierenden Fish-Tail Effekt.

Neben der Bestimmung der kritischen Stromdichte ist der Bereich der Neukurve interessant. Im Idealfall eines idealen Diamagneten erwartet man eine Ursprungsgerade Abb. 2-11 (1). Die Magnetisierung folgt direkt dem äußeren Feld. Diesen Bereich bezeichnet man als "Linearen Bereich" $(dM/dH = \chi = const)$. Bei den realen Hysteresemessungen ist dieser nur für Neukurven nahe dem Ursprung bei kleinen Feldern gültig. Alle Abweichungen davon werden als "Nichtlinearer Bereich" bezeichnet und sind ein Maß für die Verluste.



Abb. 2-11: Die Beschreibung einer Hystereseschleife im Bean Modell für $J_c = J_c(0)$ mit zugehörigen Flussprofilen an verschiedenen Stellen. Die schattierten Stellen entsprechen den Regionen, in die Fluss eingedrungen ist. (1) Neukurve, (2,7) komplette Flusseindringung, (3,6) Feldumkehrung, (4,5) komplette Flusseindringung invers zu (2,7) [21].



Abb. 2-12: Berechnete Beispiele für Hystereseschleifen mit feldunabhängiger, kritischer Stromdichte $J_c = J_c(0)$ (links) und feldabhängiger Stromdichte $J_c = J_c(B)$ (rechts) mit Hystereseanregungen $H_{ac}(\omega) = h_0 \sin(\omega t)$. Die Schleifen zeigen unterschiedliche Anregungsamplituden h_0 [22].

2.3 Der HTSL YBa₂Cu₃O₇₋₈



Abb. 2-13: Schematische Darstellung YBCO(123) als Isolator $YBa_2Cu_3O_6$ und als Supraleiter $YBa_2Cu_3O_7$ [1]. Die CuO-Ketten dienen dabei als "Ladungsreservoir" für die CuO₂-Ebenen.

Der Hochtemperatursupraleiter (HTSL) YBa₂Cu₃O_{7- δ} (kurz YBCO-123 oder YBCO, Abb. 2-13) fällt in den Bereich der technischen Keramiken.

YBCO (Yttrium – Barium – Kupferoxid) ist eine sogenannte "metallische, Sauerstoff reduzierte… perowskitähnliche… Kupferverbindung" [2], die in der Regel eine tetragonale oder orthorhombische Struktur besitzt. Ebenso wie andere HTSL besitzt YBCO eine Art Schichtstruktur aus Kupferoxidebenen (CuO₂-Ebenen), die die Basis für die Supraleitung liefern. Die Gitterkonstante in a- und b-Richtung, also innerhalb der Kupferoxidebene, ist nahezu identisch, während in c-Richtung, je nach Schichtaufbau, die Gitterkonstante stark variieren kann. Somit tritt bei den HTSL eine (starke) Anisotropie γ in c-Richtung auf.

Je nach Wahl der Zusatzstoffe und Sauerstoffkonzentration kann dieses Schichtsystem von Kupferoxidebenen zu einem Supraleiter werden oder nicht, wie Abb. 2-14 zeigt. Deutlich ist zu erkennen, wie stark sich schon kleinste Sauerstoffänderungen auf die supraleitenden Eigenschaften auswirken. Seine supraleitenden Eigenschaften oberhalb der flüssigen Stickstofftemperatur machen diesen HTSL für industrielle Anwendungen interessant. In Abb. 2-13 ist der strukturelle Unterschied zwischen dem Isolator und Supraleiter und YBCO dargestellt. Erst durch zusätzliche Dotierung mit Sauerstoff bildet YBCO zusätzliche Kupferoxid-Ketten, die als Ladungsträgerreservoir für die Supraleitung dienen.



Abb. 2-14: Variation der kritischen Temperatur in Abhängigkeit der Sauerstoffdotierung von YBa₂Cu₃O_{6+x} [1,18]. Für 0 < x < 0,4 ist YBa₂Cu₃O_{6+x} ein Isolator und für 0,4 < x < 1 ein Supraleiter. Das Maximum liegt bei x = 0,93. Die Daten stammen von Cava et al. (Kreise) [74] und Jorgensen et al. (Dreiecke) [75].

a (<i>nm</i>)	b (<i>nm</i>)	c (<i>nm</i>)	$\lambda_{L}(nm)$	$\xi_{0}(nm)$	κ	$B_{c1}(0)$	$B_{c2}(0)$	γ
0.382	0.389	1.168	140	1.3	100	80 <i>mT</i>	200 T	5-7

Tab. 2-1: Materialparameter von YBa₂Cu₃O_{7-δ}

Die wichtigsten charakteristischen Parameter von YBCO sind in Tab. 2-1 zusammengefasst. Aufgrund des großen B_{c2} und des kleinen B_{c1} nimmt der Vortexzustand einen sehr großen Bereich des Phasendiagramms ein. Wegen des hohen Ginsburg-Landau-Parameters $\kappa \approx 100$, der hohen kritischen Temperatur $T_c \approx 90K$ und nicht zuletzt wegen der Anisotropie $\gamma \simeq 6$, nimmt die Ginsburgzahl in YBCO Größenordungen von $Gi = 10^{-2}$ [5] an. Das bedeutet, dass thermische Fluktuationen sowohl im magnetischen Nullfeld wie auch in hohen Magnetfeldern eine große Rolle spielen.

3. Experimentelle Grundlagen

3.1 Die Filme: YBCO-Filme

In dieser Arbeit wurden Filme der 3. Generation, gerichtete YBCO-Filme, untersucht. Es handelt sich um standardisierte YBCO-Filme der Firma Theva vom Type E (Extremely smooth) mit einer zugesicherten Oberflächenrauhigkeit (rms) von 6-10 *nm* und einem garantierten $T_c > 77K$. Hergestellt wurden diese c-Achsen orientierten YBCO-Filme mittels Aufdampfen auf MgO(001)-Substrat [23]. Die Probendicken betragen 50 *nm*, 100 *nm* und 600 *nm*. Geliefert wurde ein Wafer von 8 *8 *mm*², aus dem quadratische Filme von 2 *2 *mm*² geschnitten wurden.

Die AFM Aufnahmen der Probenoberfläche [47] in Abb. 3-1 zeigen deutlich eine Zunahme der Korngröße mit zunehmender Filmdicke. Während bei den 50 nm und 100 nm dicken Filme die Korngröße d_s mit 160±40 nm bzw. 210±60 nm größer ist als die Filmdicke, ist beim 600 nm dicken Film die Korngröße mit 385±80 nm etwas unterhalb der Filmdicke.

Mittels klassischer 4-Punktmessung wurde der Widerstand der Filme von tiefen Temperaturen bis zur Raumtemperatur gemessen. In Abb. 3-2 ist deutlich die Abweichung vom Ohmschen Gesetz mit Einsetzen der Supraleitung zu erkennen. Gemessen wurden diese Kurven von W. Gil [29]. Die ermittelten T_c sind in Tab. 3-1 mit aufgeführt.

Aufgrund des T_c kann mittels Abb. 2-14 für YBa₂Cu₃O₇₋₈ ein δ von 0, 29 < δ < 0, 22 abgeschätzt werden, was auf einen geringen bis stärkeren Sauerstoffunterschuss hindeutet. Aufgrund $\lambda^{-2} \sim n_s$ bedingt dann eine niedrigere Cooperpaardichte eine Erhöhung der Eindringtiefe λ , was hier speziell für den 100 *nm* Film zutrifft. Weitere Probenparameter sind in Tab. 3-1 zusammengefasst.



2 µm

Abb. 3-1: Vergleich der Probenoberflächenstruktur mittels AFM Aufnahmen [47]. Deutlich zu erkennen ist eine keramische Struktur aus kristallinem Material mit Korngrenzen.



Abb. 3-2: *T_c* Bestimmung mittels 4-Punkt Widerstandsmessungen von W.Gil [29] an den untersuchten YBCO-Filmen.

Film	E50	E100	E600
Dicke (<i>nm</i>)	50 nm	100 <i>nm</i>	600 nm
$d_{g}(nm)$	160(40) nm	210(60) nm	385(80) nm
$T_c(K)$	84,2 <i>K</i>	77,1 <i>K</i>	84,5 <i>K</i>
p-Dotierung	mittel	schwächer	mittel

Tab. 3-1: Probenparameter der untersuchten YBCO-Filme auf MgO(001) der Firma Theva-Dünnschichttechnik [23]

3.2 SQUID-Magnetometer

3.2.1 Aufbau

Durchgeführt wurden alle Messungen an einem kommerziellen SQUID-Magnetometer von Quantum Design (MPMS₂) [19]. Für die Suszeptibilitätsmessungen wurde die Standard-AC-Option genutzt.

SQUID-Magnetometer:

Das SQUID-Magnetometer ist folgendermaßen aufgebaut: In einem Kryostaten befindet sich der komplette Messeinsatz mit Probenraum, Magnet, Messspulen Temperaturregelung. und Der Magnetfeldbereich umfasst $< 10^{-7}$ bis 1 T. Für die Abschirmung externer, dynamischer, elektromagnetischer Felder sorgte ein großer Faradayscher Käfig. Die statischen Felder wurden mittels einer µ-Metall Abschirmung um mindestens -60dB abgeschwächt und die horizontalen Komponenten zusätzlich noch durch den inneren, supraleitenden Magneten kompensiert. Die vertikale Komponente systemeigenen mittels wurde der Entmagnetisierungsoption (quent'schen des Hauptmagneten, Kompensation des per FluxGate gemessenen Restfeldes) auf Werte < 0, 2 mOe reduziert und im Folgenden als Nullfeld bezeichnet.



Abb. 3-3: Die MPMS₂-Messeinheit [19].

Magnetfeld:

Mit Hilfe der eingebauten, normalleitenden Kompensationsspulen des AC-Systems werden kleine Felder erzeugt, während für größere der supraleitende 1 Tesla NbTi-Magnet genutzt wird. Dieser supraleitende Magnet lässt sich in unterschiedlichen Ansteuerungs-Modi betreiben. Der Hysterese-Modus eignet sich gut, um einen schnellen Überblick über die Filme zu bekommen. In diesem Modus ist der Magnet direkt mit der Stromquelle verknüpft, die für die Stabilität verantwortlich ist. Der Nachteil ist, dass dadurch Netz/Stromquellenschwankungen sowie Streu- und Störstrahlung sich direkt durch die Magnetfeldänderungen auf die Probe und die Messergebnisse übertragen. Für eine genaue und exakte Messung ist es unumgänglich, den Magneten im persistierten Modus zu betreiben. D.h. dem Magneten wird über einen sogenannten switch-heater (ein kleines Stück supraleitendes Material, das durch Aufheizen über T_c zum Isolator wird und somit als einfacher Schalter dient) ein Strom aufgeprägt. Danach wird die Heizung des switch-heaters abgeschaltet, wodurch dieser wieder supraleitend wird und die beiden Anschlüsse der Magnetspule überbrückt. Nun wird der Magnet wieder von der Spannungsversorgung entkoppelt und hält ein konstantes Magnetfeld aufgrund der eingeprägten, fließenden Dauerströme.

Da es sich beim Magneten um einen Typ II Supraleiter handelt, treten minimale Verluste auf, die sich durch Relaxation des Magnetfeldes bemerkbar machen. Die Relaxationsrate liegt bei ca. 1 *ppm* pro Stunde [19]. Um die Relaxation zu minimieren und eine möglichst hohe Langzeitstabilität des Magnetfeldes zu erreichen, wird das Magnetfeld im persistierten Modus oszillierend eingeprägt.

Der Magnet selber schwimmt in einem 50 Liter He-Kryostaten und hat bei Tieftemperaturmessungen mit kleinen Feldern eine Standzeit von ca. 1 Woche, entsprechend einem täglichen He-Verbrauch von 5-7%.



Abb. 3-4: Temperaturregelsystem und Probenkammer des MPMS₂

Temperaturregelung:

Die Temperaturregelung erfolgt über einen kontinuierlichen, regel- und heizbaren He-Gasstrom aus dem Kryostaten heraus. Der Probenraum selber kann über eine Heizung zusätzlich erwärmt werden.

Mittels dieser Kombination können Temperaturen relativ zügig eingestellt und über lange Zeit bei geringsten Schwankungen gehalten werden. Die Temperaturstabilität lag bei $T \cdot 0,0002\%$. Das entspricht einer Temperaturstabilität im tiefen Temperaturbereich von 5 $K \pm 0.001 K$, im hauptsächlichen Messbereich von 80 $K \pm 0,024 K$ und bei Raumtemperatur von 300 $K \pm 0,06 K$. Standardmäßig können Temperaturen zwischen 4,28 K (flüssige He-Temperatur) und 350 K eingestellt werden. Die Temperaturen unterhalb von 4,28 K bis hinab zu 1,8 K werden durch Pumpen an einem kleinen He-Reservoir erreicht. Diese tiefen Temperaturen können allerdings nicht kontinuierlich gehalten werden, sondern nur maximal für eine halbe Stunde, bis das Reservoir neu gefüllt werden muss. (Mit neueren Geräten ist inzwischen eine kontinuierliche Messung möglich.) Das Gerät bietet zudem einen optionalen Ofen für Temperaturen von 300 - 800 K, der bei diesen Untersuchungen nicht zum Einsatz kam. Die Temperatur selber ist über ca. 12 Zentimeter stabil. In diesem Bereich findet die eigentliche Messung statt. Die Probe wird über einen langen Stab bis an den Messort gebracht.



Abb. 3-5: Pick-up-Spulensystem des MPMS, als Gradiometer 2. Ordnung gewickelt.

DC-Messmodus:

Bei DC-Messungen wird die Probe zyklisch innerhalb der Messanordnung bewegt und erzeugt in den supraleitenden Messspulen eine Flussänderung, die direkt zum SQUID übertragen und in Spannungswerte umgewandelt wird. Die Messspulen sind als Gradiometer 2. Ordnung gewickelt mit einer doppelwindigen Hauptschleife und je einer gegenläufig gewickelten Schleife in 1,5 *cm* Abstand zur Hauptschleife, Abb. 3-5.

Die Anordnung dieser Messspulen (Pick-up-Spulen) zeichnet sich dadurch aus, dass nur die Flussänderungen der Probe gemessen werden. Äußere Flussänderungen durch den Magneten und externe, magnetische Feldänderungen werden automatisch herausgemittelt. Die Antwortfunktion für diese Spulenanordnung ist bekannt und mathematisch exakt beschrieben. Durch die Messung vieler Datenpunkte innerhalb eines Scans (einmaliges Durchfahren der Probe durch die Pick-up-Spulen) können diese über die Antwortfunktion gefittet werden, wodurch die Empfindlichkeit zusätzlich noch um mindestens eine Größenordnung gesteigert werden kann. Die Empfindlichkeit liegt bei < 10^{-8} emu in DC und < 10^{-9} emu im AC Betrieb. Dieses entspricht emu = erg/G = magnetisches Moment = $10^{-3} J/T = 10^{-3} Am^2$ einer DC Empfindlichkeit von < $10^{-11}Am^2$ bzw. von < $10^{-12}Am^2$ im AC Betrieb.

AC-Messmodus:

Im AC Betrieb werden aufgrund automatischer Untergrundkompensation und 2-Punkt Messung diese hohen Empfindlichkeiten erreicht, die mit einer reinen 1-Punkt AC-Messung ohne Untergrundkompensation nicht erreicht werden. Eine 2-Punkt Messung meint, dass analog der DC Messung die Probe an zwei Positionen innerhalb der Spulen gemessen wird, zum einen in der Hauptschleife und danach unter denselben Bedingungen in einer Nebenschleife. Auch hier ist die mathematische Antwortfunktion bekannt und die gesuchten Größen m' und m'' können direkt bestimmt werden. Eine Messung an noch mehr Punkten, wie es zu Zentrierungszwecken gemacht wird, würde einen zeitlich vernünftigen Messrahmen sprengen. Zur Vermeidung systematischer Fehler durch eventuelle Positionsverschiebungen bei Messzyklen mit unerschiedlichen Feldern wurden möglichst alle Messungen mit derselben Positionierung durchgeführt. Kontrollmessungen zwischen den einzelnen Messungen bestätigten die korrekte Probenposition.

Der Anregungsfrequenzbereich liegt zwischen $0,3 \, mHz$ und $1,3 \, kHz$, die Anregungsamplitude zwischen $0,1 \, mOe$ bis 5,6 Oe. Dabei sind Frequenzen unterhalb 30 mHz nur für punktuelle Messungen sinnvoll, da ein Messpunkt bei $0,3 \, mHz$ mit Untergrundkorrektur, automatischer Messbereichsbestimmung und Mittelung ca. 6-12 Stunden dauert. Daraus erklärt sich die Anforderung an die hohe Temperaturstabilität.

Der Probenhalter:

Rostfreier

Edelstahl-Probenstab

Magnetfreier

Probenstab

Pfropfen

Papierhalter

Probe

Strohhalm

Eine besondere Aufmerksamkeit muss dem Probenhalter gewidmet werden. Jedes Material besitzt in der Regel einen magnetischen Anteil oder magnetische Verunreinigungen. Da das SQUID sehr empfindlich auf kleinste Magnetfelder reagiert, ist die Wahl des Probenhalters von entscheidender Bedeutung für ein gutes Messergebnis. Die Anforderungen für diesen Probenhalter sind recht extrem. Er muss über einen Temperaturbereich von 1,7*K* bis 350*K* mechanisch stabil sein (aufgrund der Probenbewegung), keine dielektrische und magnetische Phasenumwandlung durchlaufen, eine möglichst geringe Längenausdehnung besitzen und sich magnetisch neutral verhalten. Des Weiteren darf die Probe durch eine Befestigung nicht beschädigt werden.

> Bei der Wahl des Probenhalters wurde in erster Linie darauf geachtet, dass er magnetisch möglichst neutral ist. Versuche mit Teflon, Glas, Quarzglas, PVC, PE und Papier wurden angestellt. Als problematisch stellten sich bei den DC-Messungen alle Arten von Kanten und Ecken heraus, die zu einer Verschmierung der Messantwort führten. Auch das Verhältnis von Probenhaltervolumen zu Probenvolumen verdeckte teilweise völlig das Messsignal und ließ keine eindeutige Probenzentrierung zu. Auch durch Messkorrektur mit Probenhalter ohne Probe waren die Ergebnisse für kleine Messsignale recht ungenau. Entscheidend war auch die Probenlage im Magnetfeld. Die c-Achsen-orientierten Filme waren jeweils senkrecht zum Magnetfeld angeordnet. Winkelverkippungen konnten das Messergebnis stark verändern und mussten vermieden werden. Die besten Ergebnisse wurden mittels eines normalen, durchsichtigen Trinkstrohhalms eingeschobenen mit einer Papierhalterung, auf die der Film mit Vakuumfett fixiert wurde, erreicht. Beim Papier musste nur darauf geachtet werden, dass es keine Feuchtigkeit gespeichert hatte und möglichst rein war. Der Trinkstrohhalm durfte keine Farben enthalten, die in der Regel größere magnetische Anteile besitzen (z.B. Cobaltblau). Dieser Probenhalter erfüllte zudem die Bedingung einer geringen Masse bei gleichzeitig guten Befestigungsmöglichkeiten.

Die AC-Messungen waren in der Regel unempfindlicher gegen Störungen als die DC-Messungen, da Kanteneffekte eine kleinere Rolle spielten. Hier war es nur wichtig, dass der Film senkrecht zum Magnetfeld fixiert war und sich nicht ins Feld drehen konnte. Dies konnte einfach durch optische Kontrolle sowie Vergleich mit winkelabhängigen Messungen gewährleistet werden.


3.2.2 Kalibrierung

Die unterschiedlichen Mess- und Regeleinheiten des SQUID-Magnetometers wurden einzeln mit verschiedenen Methoden kalibriert bzw. überprüft. Die magnetische Eichung der Messeinheit wurde getrennt für DC- und AC-Messungen durchgeführt. Für die DC-Messungen wurde das System mittels einer Palladium-Eichprobe kalibriert. Anhand dieser konnte durch Hysteresemessung zum einen der Feldverlauf von $\pm 1 T$ überprüft, als auch das DC-System geeicht werden. Die Eichung des AC-Systems erfolgt mittels GdCl₃-Filmen und wird weiter unten noch ausführlich behandelt. Für die Thermometrie des Systems wurden GdCl₃-6H₂O-Filme und hochreine Kupferwhisker verwendet [20]. Beide zeigten eine exakte Temperatureichung für den tiefen Temperaturbereich <50K. Der für diese Arbeit interessante Temperaturbereich um 80 *K* wurde anhand der bekannten Übergangstemperatur von EuO bei $T_c = 69 K$ überprüft, Abb. 3-7.



Abb. 3-7: Beispiel einer Temperaturkalibration bei der Übergangstemperatur von EuO vom Ferromagnet zum Paramagnet. Analoge Messungen wurden bei tiefen Temperaturen mit dem Paramagneten GdCl₃ durchgeführt.

Zudem wurden bei höheren Temperaturen die Sprungtemperaturen unterschiedlicher HTSL verwendet, um die Temperaturskala zu überprüfen. Es zeigte sich, dass die Temperatur zwischen der maximalen und halben Füllstandshöhe des flüssigen Heliums um $\pm 0, 1 - 0, 2 K$ variierte. Dieser Effekt wurde dadurch umgangen, dass vor jeder Messung neu gefüllt und möglichst oberhalb von 70% Füllstandshöhe gemessen wurde. Bis dorthin konnte dieser Effekt vernachlässigt werden. Teilweise wurden Messungen mit kleinen und großen Temperaturschritten wiederholt, um die Genauigkeit zu überprüfen. Dabei stellte sich heraus, dass die Sprungtemperatur T_c in der Regel übereinstimmte. Bei zu großen T-Schritten mit kurzer Messdauer wichen die Messwerte teilweise leicht ab. Dies konnte darauf zurückgeführt werden, dass die Probe zum einen noch nicht im thermischen Gleichgewicht mit der Probenkammertemperatur war und zum anderen aufgrund

der großen T-Schritte eine zu starke Oszillation der Temperatur erfolgte. Bei großen Temperaturänderungen schwingt das System zur schnelleren und stabileren Regelung zunächst auf einige Kelvin oberhalb bzw. unterhalb der gewählten Temperatur über. Am Probenort können dadurch allerdings ebenfalls leichte Überschwinger der Temperatur auftreten, die bei HTSL in der Nähe von T_c zu undefinierten Zuständen führen können. Um diese Problematik zu umgehen, wurde nahe T_c die Temperaturschrittweite verringert. Dadurch wurden eindeutige, reproduzierbare Ergebnisse erhalten und ein Überschwingen bei der Temperaturregelung vermieden.

Des Weiteren wurde das Amplituden- und Frequenzverhalten des AC-Systems mittels $GdCl_3$ überprüft. Es zeigte sich eine logarithmische Frequenz- und Amplitudenabhängigkeit für Frequenzen > 50 *Hz* und Amplituden > 1 *Oe*, die bei den späteren Messungen korrigiert wurde, Abb. 3-8.

Bei 10 *Hz* wurden die rauschärmsten Ergebnisse bei akzeptablem Messzeitaufwand erzielt. Oberhalb 10 *Hz* verschlechterten Oberwellen der 50 *Hz*-Netzfrequenz das Ergebnis. Unterhalb erhöhte sich die Messzeit für eine Gesamtmessung so sehr, dass teilweise innerhalb einer Messung das flüssige He nachgefüllt werden musste, was den kontinuierlichen Messzyklus unterbrach. Daher wurden die meisten amplitudenabhängigen Messungen bei 10 *Hz* durchgeführt.



Abb. 3-8: Untersuchung zur Systemgenauigkeit und Kalibration der AC-Option des SQUID mittels $GdCl_3$. (a) Zeigt das Untergrundrauschen bei verschiedenen Frequenzen der "außer-Phase" Komponente (χ "). Bei $GdCl_3$ sollte sie Null sein. Alle Abweichungen stellen das Systemrauschen dar. Oberhalb von 50 Hz ist eine deutliche Zunahme des Untergrundrauschens zu erkennen. Bei 10 Hz zeigt sich hingegen ein Rauschminimum. (b) Zeigt die Phasenabweichung bei 10 Hz um die "außer-Phase" Komponente zu Nullen. Diese Abweichungen erweisen sich als systematisch über den gesamten untersuchten Temperaturbereich von 5-75 K.

3.3 Messverfahren

Um für die AC-Messungen der HTSL-Filme die größtmögliche Stabilität und Reproduzierbarkeit zu gewährleisten, wurde nach Möglichkeit der Heliumstand auf den Maximalwert gefüllt, um eventuell auftretende Temperaturschwankungen durch die He-Füllstandshöhe zu minimieren. Das Erdfeld wurde per Entmagnetisierungsoption auf <0,2 mOe kompensiert und mittels des mitgelieferten Flux Gates verifiziert. Spätere Überprüfungen zeigten, dass die Kompensation am Probenort nach mehreren Wochen Messzeit sich maximal um 0,1 mOe verschlechtert hatte. Das statische Magnetfeld wurde durch oszillierendes Einfahren des Magnetfeldes oberhalb von T_c mit anschließender Persistierung im stabilsten Modus betrieben. Erste Messungen erfolgten frühestens nach einer halben Stunde. Die Filme wurden bei einer Temperatur nahe um T_c im optimalen Bereich des Pick-Up-Spulensystems positioniert, so dass eine Positionsverschiebung durch Änderung der Länge des Probenstabs über einen Bereich von 40-50 K ausgeschlossen werden konnte. Bei Messungen über größere Bereiche erfolgte teilweise eine Nachjustierung.

Der Film wurde im angelegten Feld auf 5 *K* gekühlt, Field Cooling (FC). Die Messung der Magnetisierung/Suszeptibilität erfolgte von tiefen zu hohen Temperaturen. Dadurch konnte gewährleistet werden, dass der Temperaturregler die Temperaturtoleranz von $\Delta T = 2 \cdot 10^{-4} \cdot T$ bei kleinen Temperaturschritten (<2*K*) innerhalb einer kurzen Zeit (<5 min) erreichen konnte. Im umgekehrten Fall, der Temperaturregelung von hohen zu tiefen Temperaturen, war die erste Messung erst nach 10-15 Minuten möglich und zeigte eine häufigere Nachregelung des Systems.

Nahe T_c wurden die Temperaturmessabstände verkleinert, um eine möglichst große Auflösung zu erreichen. Nachdem die angefahrene Temperatur sich stabilisiert hatte, wurden alle Messungen mit unterschiedlichen Frequenzen bzw. Amplituden bei dieser Temperatur durchgeführt. Anschließend wurde die nächste Temperatur eingestellt. Zur Kontrolle wurden gleiche Messreihen mehrmals aufgenommen, um eventuelle Temperaturdriften zu berücksichtigen. Es zeigte sich, dass nur bei großen Temperaturschritten und zu großer Temperaturtoleranz in der Regel die erste Messreihe eine leichte Verschiebung aufwies. Durch Verringerung der Temperaturschrittweite und eine Erniedrigung der Temperaturtoleranz sowie viele Mehrfachmessungen mit Mittelung über viele Frequenzzyklen konnte diese Fehlerquelle minimiert werden. Der Untergrund konnte bei den einzelnen Messungen je nach Frequenz und Amplitude auf besser 10⁻⁷ emu bis 10⁻⁹ emu kompensiert werden.

Gemessen wurde neben der DC-Magnetisierung die komplexe AC-Suszeptibilität:

$$\chi_{ac} = \chi' - i\chi'' \tag{3.1}$$

mit der Dispersion χ' als "in-Phase" Anteil und der Absorption χ'' als Maß für die Verluste. In der AC-Suszeptibilität χ spiegelt sich der lineare Bereich dadurch wieder, dass unterhalb einer bestimmten Anregungsamplitude die Messung amplitudenunabhängig wird und nur noch frequenzabhängig ist.

3.3.1 Lineare Suszeptibilität und Leitwerte

Untersucht wurden die Filme im Temperaturbereich von 5 - 90 Kmittels des Standard-SQUID-AC-Systems im Frequenzbereich 30 mHz - 1 kHz im Nullfeld und 1 Hz - 1 kHz im Feld. Im Nullfeld wurden noch ergänzende Messungen im Bereich von 10 kHz - 800 kHz von A.Wriedt [24] gemacht. Zur Bestimmung der linearen AC-Response wurden amplitudenabhängige Messungen in allen externen Feldern und im Nullfeld an allen Filme durchgeführt.

Als Messamplitude für die frequenzabhängigen Messungen wurde $H_{ac} = 1 mOe$ für die Nullfeldmessungen und $H_{ac} = 5 mOe$ für die feldabhängigen Messungen gewählt, wie exemplarisch in Abb. 3-9 anhand des 50 nm Films im Nullfeld gezeigt. Damit ist für alle Felder sichergestellt, dass die Messungen im linearen Bereich erfolgen und nicht durch irreversible Prozesse überlagert werden.

Das Ziel ist, aus der gemessenen magnetischen Suszeptibilität andere physikalische Eigenschaften der HTSL zu bestimmen. Am interessantesten ist dabei der Widerstand des Supraleiters. Im Falle des angelegten magnetischen Wechselfeldes ist dies der dynamische Widerstand bzw. die dynamische Leitfähigkeit.

Klassisch werden Widerstandsmessungen mittels 4-Punkt Messung durchgeführt. Diese Methode hat den Vorteil der direkten Messung des Widerstands. Nachteilig an dieser Methode sind Fehlströme an den Kontaktpunkten. Zudem ist das Anbringen der Kontaktpunkte (Bonding) bei einigen Materialien sehr aufwendig und schwierig, der Werkstoff wird beschädigt und ist für andere Untersuchungen unbrauchbar. Da bei einem Supraleiter der Widerstand unterhalb T_c sehr stark abfällt und gegen Null geht, ist diese Methode für den Bereich unterhalb T_c sehr fehlerhaft.



Abb. 3-9: Bestimmung des Bereiches der linearen und nichtlinearen Responds am Bsp. des 50 nmFilms im Nullfeld bei 10 Hz. Für Anregungsamplituden kleiner 1 mOe befindet sich die Films im linearen Bereich.



Abb. 3-10: Anordnung einer supraleitenden Probe im magnetischen ac-Feld

Über die Messung der magnetischen Suszeptibilität kann der Widerstand indirekt bestimmt werden. Der Vorteil liegt in der zerstörungsfreien, kontaktlosen Messung. Daher ist dieses Verfahren für Qualitätsüberprüfungen im industriellen Herstellungsprozess geeignet. Diese Methode hat im Bereich unterhalb von T_c ihre größte Empfindlichkeit und ist dort weniger fehlerbehaftet als die 4-Punkt Messung. Nachteilig ist, dass die Bestimmung der dynamischen Leitfähigkeit bis auf wenige Probengeometrien nur numerisch lösbar ist.

Clem und Sanchez [15] hatten dies als Erstes für eine dünne Scheibe im Bean-Fall analytisch gelöst. Später hat E.H. Brandt dies für verschiedenste Probengeometrien analytisch und numerisch berechnet [26]. Er lieferte Lösungen für den linearen und den nichtlinearen Bereich [22,25,26,27].

Die hier untersuchten Filme entsprechen den Berechnungen an dünnen Proben $d \ll R$ und sind exemplarisch für die Geometrie einer dünnen Scheibe berechnet. Beim Vergleich mit der exakten Lösung für ein dünnes Quadrat weicht sie weniger als 1% ab, stellt aber den physikalischen Sachverhalt verständlicher dar.

Wie in der Abb. 3-10 zu sehen ist, betrachtet man eine dünne Kreisscheibe mit Radius R und Dicke d in einem senkrecht zur Scheibenoberfläche angelegten AC-Feld. Bedingung für die folgenden Überlegungen ist, dass das AC-Feld den Film in der gesamten Dicke durchdringt. Somit gilt: $|\lambda| \ge d$. Mit $|\lambda| = d$ folgt damit eine untere Grenze für den Realteil der Suszeptibilität. Um die dynamische Suszeptibilität $\chi(\omega) = \mu_0/(2Vh_0)\int \mathbf{r} \times \mathbf{j}(r,\omega)d^3r$ zu ermitteln, muss die Integralgleichung der nichtlokalen Diffusion der ab-Ebenen Stromdichte $\mathbf{J}(r,z) = \mathbf{j}(r) \cdot d$ gelöst werden. Die Integralgleichung folgt aus dem Ampère'schen Gesetz $\nabla \times \mathbf{h} = \mu_0 \mathbf{j}$, wenn dieses in das Induktionsgesetz $\nabla \times \mathbf{e} = -\partial \mathbf{h}/\partial t$ unter Beachtung der Materialgleichung $\mathbf{e} = \rho \cdot \mathbf{j}$ eingesetzt wird. Die Integralgleichung lautet

$$J(r,\omega) = k^2(\omega) \left[\frac{\pi r h_0}{R\mu_0} + \int_0^R Q(r,u) J(u,\omega) du \right], \text{ mit } k^2 = \frac{i\omega R d\mu_0}{2\pi\rho(\omega)}$$
(3.2)

mit dem Integralkern:

$$Q(r,u) = -\frac{1}{r} \int_{0}^{r/u} \left[\frac{K(l)}{1+v} + \frac{E(l)}{1-v} \right] v \, dv \,. \tag{3.3}$$

K(l) und E(l) sind vollständige elliptische Integrale erster Art bzw. zweiter Art. Sie sind definiert durch

$$K(l) = \int_{0}^{\pi/2} (1 - l\sin^{2}\theta)^{-1/2} d\theta$$
 (3.4)

und

$$E(l) = \int_{0}^{\pi/2} (1 - l\sin^{2}\theta)^{1/2} d\theta$$
 (3.5)

mit $l^2 = 4v/(1+v)^2$. Damit kann $J(r,\omega)$ nach Eigenfunktionen $f_n(r)$ des Eigenwertproblems

$$f_n(r) = -\Lambda_n \int_0^R Q(r, u) f_n(u) du$$
(3.6)

entwickelt werden. Dies ergibt die Stromdichte $J(r, \omega) = \sum_{n} a_{n}(\omega) f_{n}(r)$ mit

$$a_{n}(\omega) = \frac{\pi k^{2}}{1 + k^{2}/\Lambda_{n}} \int_{0}^{R} f_{n}(r) r^{2} dr$$
(3.7)

und damit die Suszeptibilität

$$\chi(\omega) = -\frac{\mu_0 k^2}{V h_0} \int_0^R J(r, \omega) r^2 dr$$
(3.8)

Die Eigenwerte sind $\Lambda_n \approx n - 0,12313$ für n = 1,2,3,...∞. Das Ergebnis für $\chi(\omega)$ als unendliche Reihe von Polen erster Ordnung dargestellt werden

$$\chi(\omega) = -k^2 \sum_{n} \frac{c_n / \Lambda_n}{\Lambda_n + k^2}, \text{ mit } c_n = \frac{3\pi^2 \Lambda^2}{8} \left[\int_0^1 f_n(r') r'^2 dr' \right].$$
(3.9)

Die numerische Auswertung von Gl. (3.9) wurde von E.H. Brandt stark vereinfacht, indem er diese Summe unendlich vieler Summanden durch eine endliche Reihe Nnichtäquidistanter Polstellen genähert hat. Dazu diskretisiert man die kontinuierlichen Variablen r und u, worauf das Eigenwertproblem der Diagonalisierung einer $N \times N$ Matrix entspricht, welche gegeben ist durch

$$Q_{i\neq j} = k_j^2 Q(u_i, u_j), Q_{jj} = k_j^2 \ln \frac{0.92363k_j^2}{2\pi u_j}$$
(3.10)

Diese Matrix hat genau N Eigenwerte Λ_n und Eigenfunktionen f_n . Durch Einsetzen erhält man die Amplituden c_n . Die frequenzabhängige Suszeptibilität lautet dann:

$$\chi(\omega) = -\frac{i\omega G(\omega) R\mu_0}{2\pi} \sum_{n=1}^{N} \frac{c_n / \Lambda_n}{\Lambda_n + i\omega G(\omega) R\mu_0 / 2\pi}$$
(3.11)

Sie ist in Abb. 3-11 im Bereich $-0.9994 < \chi' < -0.0001$ und $\chi'' > 0$ mit den Positionen Λ_n und Amplituden c_n für N = 30 dargestellt [30].



Abb. 3-11: Suszeptibilität nach Gl. (3.11) (dünner Film mit $h_0 e^{i\omega t} \perp$ Filmebene)

Die Suszeptibilität Gl. (3.11) ist gegenüber der vollständigen Abschirmung eines langen Zylinders $\chi = -1$ um den Faktor $f_N = 8R/(3\pi d)$ erhöht. Diese Überhöhung kann analog dem bekannten Entmagnetisierungsfaktor $N = 1 - \pi d/R$ einer elliptischen

Probe verstanden werden. Demnach ist die Suszeptibilität um den Wert $f_N = 1/(1 - N)$ erhöht. Für den langen Zylinder ist $N \approx 0$ und die gemessene Suszeptibilität nimmt den Wert -1 an. Für die dünnen Filme ist $N \approx 1$ und die gemessene Suszeptibilität stark überhöht, siehe Abb. 3-12.

Die berechneten Werte waren für die quadratischen Filme niedriger, als aus der Messung bestimmt wurde. Deshalb erfolgt die Berechnung für quadratische Filme über einen effektiven Radius. Dieser entsprach anschaulich der Fläche einer quadratischen Probe abzüglich der Ecken, siehe Abb. 3-12.



Abb. 3-12: Die gemessene Überhöhung der Suszeptibilität von $f_N = 18000$ am Beispiel des 50 nmFilms kann mittels eines effektiven Radius bestimmt werden.

$$f_N = \frac{1}{1 - N} = \frac{8R_{eff}}{3\pi d}, R_{eff} = a_N \sqrt{\frac{1}{\pi} + \frac{1}{32}}$$
(3.12)

Für die in dieser Arbeit untersuchten Filme variiert die Suszeptibilität zwischen -1500 und -18000.

Der Ausdruck Gl. (3.11) dient zur Berechnung des dynamischen Widerstands einer dünnen Scheibe. Ebenso wurden von E.H. Brandt Ausdrücke für die Suszeptibilität für dünne Filme mit quadratischer Fläche berechnet [25]. Während der funktionale Zusammenhang zwischen dem Widerstand und der Suszeptibilität nach Gl. (3.11) bestehen bleibt, anstelle des Radius R wird die halbe Breite a verwendet, ändern sich die Positionen und Amplituden der Polstellen mit der Form der Filme. Bedingt durch die aufwendigere Geometrie der Ecken des Quadrats liegen die Polstellen hier in äquidistanten Abständen vor. Daher sind im Anhang in die Tab. 7-2 N = 90 Werte für die Polstellen Λ_n und Amplituden c_n aufgenommen worden. Diese Werte wurden zur Berechnung der dynamischen Leitfähigkeiten der Filme verwendet. Im interessanten Messbereich um T_c ist immer die Bedingung $|\lambda| \ge d$ erfüllt.

E.H. Brandt hat diese Berechnungen später für ein beliebiges Verhältnis von Dicke d zu Radius r erweitert [27]. Es zeigte sich, dass die Berechnungen der beiden Verfahren von Brandt und Clem für die hier untersuchten dünnen Filme nahezu identische Ergebnisse lieferten.

Die Summe Gl. (3.11) mit den Werten aus Tab. 7-2 wird zur Berechnung der dynamischen Leitfähigkeiten $\sigma(\omega) = 1/\rho(\omega)$ der Filme benutzt. Dazu ist es nötig die Gleichung zu invertieren, d.h. nach $\sigma(\omega)$ als Funktion von $\chi(\omega)$ aufzulösen. Wie in Abb. 3-11 zu erkennen, durchläuft χ " als Funktion von Re(k) und Im(k) ein Maximum, während χ' einen monotonen Verlauf zeigt. Durch letztere Eigenschaft wird die Funktion $\chi(\rho)$ eineindeutig und eine Inversion der beiden Gleichungen möglich. Zu diesem Zweck wurde von G. Nakielski ein FORTRAN Programm geschrieben [30], welches bei Eingabe der Frequenz ω und der Suszeptibilität χ den Widerstand ρ numerisch berechnet. Die Genauigkeit der numerischen Inversion beträgt hinsichtlich eines akzeptablen Rechenaufwandes $\delta \chi \equiv |\chi_{exp} - \chi|/\chi_{exp} \approx 10^{-5}$, wenn die experimentelle Suszeptibilität χ_{exp} mit der nach Gl. (3.11) berechneten Suszeptibilität verglichen wird.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das FORTRAN Programm komplett überarbeitet, auf C++ umgeschrieben und als eigenständiges Programm mit einer Benutzeroberfläche für PC und MAC erstellt. Die Ausgabe der Ergebnisse wurde zudem um die dynamische Leitfähigkeit, Leitwert und Eindringtiefe erweitert. Zur Rückrechnung und Überprüfung der berechneten Daten wurde ein VISUAL BASIC Programm als Makro für Microsoft Excel geschrieben. Dadurch wurde es möglich, unterschiedlichste Leitfähigkeitsmodelle direkt in die zugehörige Suszeptibilität zu übersetzen. Programme für weitere Probenformen wurden in VISUAL BASIC entwickelt, die aber in dieser Arbeit nicht zum Tragen kommen.

Die Vorgehensweise soll anhand des 50 *nm* Films verdeutlicht werden. Ausgangspunkt sind die um Ausreißer bereinigten Suszeptibilitätsmessungen in Abb. 3-13 (a). Diese Messungen wurden mittels der Daten aus Tab. 8-2 und der Gl. (3.11) invertiert und sind in Abb. 3-13 (unten) gezeigt. Zur besseren Veranschaulichung wird die Leitwertdarstellung ωG benutzt.



Abb. 3-13: (a) Nullfeldmessung bei 30 mHz - 1 kHz an des 50 nm Films im linearen Bereich. – (b) Ergebnisse des dynamischen Leitwerts G = G' + iG'' nach der Inversion der gemessenen Suszeptibiliät

3.3.2 Nichtlineare Suszeptibilität: kritische Stromdichte

Eine Grundlage zur Bestimmung der kritischen Stromdichte liefert das einfache Modell von Clem und Sanchez [15]. Es basiert auf dem Bean-Modell mit konstanter kritischer Stromdichte J_c und kann die Suszeptibilitätsänderung rein analytisch in Abhängigkeit der Anregungsamplitude beschreiben. Es untersucht somit den nicht-linearen Bereich und liefert die Basis für die spätere Analyse der kritischen Stromdichte.

Für dieses Modell werden die reversible Magnetisierung und Oberflächenbarrieren vernachlässigt, so dass der Fluss frei ein- bzw. austreten kann. Ihre Berechnungen haben sie für eine dünne Scheibe durchgeführt. E.H. Brandt hatte ihre grundsätzlichen Überlegungen benutzt, um numerische Lösungen für spezielle Fälle zu entwickeln. So zeigte er auch, dass bei dünnen Proben der Querschnitt die ausschlaggebende Größe ist und weniger die Form, Kapitel 3.3.1.

Das Modell von Clem und Sanchez geht von einer Probe mit senkrechter Anordnung aus, Abb. 3-10, und beschreibt die Magnetisierung in z-Achsen Richtung zu:

$$M_z = -\chi_0 H_{ac} S\left(\frac{H_{ac}}{H_0}\right)$$
(3.13)

$$S(x) = \frac{1}{2x} \left(\arccos\left(\frac{1}{\cosh x}\right) + \frac{\sinh x}{\cosh^2 x} \right)$$
(3.14)

Durch Anlegen eines Wechselfeldes $H_{ac}(t) = h_{ac} \sin(\omega t)$ durchläuft dann die Magnetisierung Hystereseschleifen wie im oben erwähnten Bean Modell. Die Abweichung von einer Geraden durch den Ursprung stellen dabei die Verluste dar. Diese können bei Kenntnis der Magnetisierungskurve berechnet werden über:

$$W_{v} = \mu_{0} \int_{0}^{T} H_{ac}(t) \frac{dM_{z}(t)}{dt} dt$$
(3.15)

Für eine Anregungsamplitude von $H_{ac}(t) = h_{ac}\cos(\omega t)$ erhält man dann mittels Fourieranalyse für die Magnetisierung

$$M_{z}(t) = \sum_{n=1}^{\infty} (\chi_{n}' n \cos(n\omega t) + \chi_{n}'' \sin(n\omega t)) h_{0}$$
(3.16)

 $\chi'_{n} = \frac{\omega}{\pi h_{0}} \int_{0}^{T} M_{z}(t) \cos(n\omega t) dt \qquad (3.17)$

und

mit

$$\chi_{n}^{"} = \frac{\omega}{\pi h_0} \int_0^T M_z(t) \sin(n\omega t) dt \qquad (3.18)$$

Mittels unserer Messanordnung ist nur die Messung der fundamentalen Frequenz (n=1) möglich, so dass wir uns bei den weiteren Analysen auf die fundamentale Frequenz (n=1) beschränken. Es gilt dann $\chi' = \chi'_1$ und $\chi'' = \chi''_1$ so dass die Suszeptibilität als komplexe Größe geschrieben werden kann $\chi = \chi' - i\chi''$.



Abb. 3-14: Berechnungen für Scheibe/Quadrat nach Clem und Sanchez für die Hysterese im Bean-Limes. M-Abhängigkeit von der normierten Anregungsamplitude $h = 2H_{ac}/J_c d$ (oben) und die normierte Suszeptibilität χ (unten). Inset: Logarithmischer Imaginärteil, im Folgenden als Masterkurve bezeichnet.

Der Realteil χ' repräsentiert dabei den induktiven, der Imaginärteil χ'' den resistiven Anteil. Verknüpft man nun die Gl. (3.13) und Gl. (3.14) mit Gl. (3.16) und Gl. (3.17) so ergibt sich

$$\chi'_{n} = \frac{2\chi_{0}}{\pi} \int_{0}^{\pi} (1 - \cos\theta) S[(x/2)(1 - \cos\theta)] \cos n\theta d\theta \qquad (3.19)$$

$$\chi_{n}^{*} = \frac{2\chi_{0}}{\pi} \int_{0}^{\pi} \left\{ -S(x) + (1 - \cos\theta)S[(x/2)(1 - \cos\theta)] \right\} \sin n\theta d\theta \quad (3.20)$$

mit den Größen $x = 2h_{ac}/J_c d$ und $\chi_0 = 8R/3\pi d$. Im Weiteren werden wir nur n=1 berücksichtigen (s.o.) und die Darstellungsform der normierten Suszeptibilität χ/χ_0 wählen, um vergleichende Aussagen treffen zu können. Das Ergebnis von Clem und Sanchez, ausgehend vom Bean-Limes, ist in Abb. 3-14 gezeigt und wird im Folgenden als Masterkurve bezeichnet. Die Scheibe stellt die oben dargelegten Berechnungen von Clem und Sanchez dar. Der Unterschied der AC-Response für eine quadratische Probe gegenüber einer Scheibe ist nach Brandt, siehe Kapitel 3.3.1, kleiner als 1% und kann vernachlässigt werden [41]. Die Maxima liegen bei $x_{\text{max}} = 1,942$ mit $\chi''(x_{\text{max}}) = \chi''_{\text{max}} = 0.241\chi_0$ und $\chi'(x_{\text{max}}) = -0.382\chi_0$.

Die Bestimmung der kritischen Stromdichte erfolgt mittels der nichtlinearen AC-Messungen über die Bestimmung der Absorptionsmaxima sowie dem Vergleich mit der Masterkurve und wird im folgenden Kapitel anhand des 50 *nm* Films gezeigt.

3.3.4 Nichtlineare Suszeptibilität: Flux-Creep

Die Masterkurve von Clem und Sanchez ist nun die exakte Berechnung des Bean-Falls, also einer konstanten, magnetfeldunabhängigen Stromdichte $J(B) = const. = J_{c0}$. Dieses ist in der Regel bei tieferen Temperaturen und kleinen Magnetfeldern immer erfüllt. Bei höheren Temperaturen und größeren Magnetfeldern tritt in der Regel ein materialbedingtes Flusskriechen (Flux-Creep) ein (s.o. Kapitel 2.2).

E.H. Brandt hat dieses in verschiedenen Arbeiten für unterschiedliche Geometrien berechnet [78]. Ausgehend von einem nichtlinearen Strom-Spannungsgesetz

$$\mathbf{E}(\mathbf{J}) = E_c \left(\frac{J}{J_c}\right)^n \frac{\mathbf{J}}{J}$$
(3.21)

mit $J = |\mathbf{J}|$ folgt der Bean-Fall für den Limes des Flux-Creep Exponenten $n \to \infty$ mit den oben von Clem und Sanchez berechneten Ergebnissen. Mit $1 \ll n < \infty$ wird der Bereich des Flux-Creeps beschrieben, z.B. durch eine nichtlineare, annährend logarithmische Relaxation von M(t) aufgrund einer nichtlinearen Diffusion von magnetischem Fluss mit einer Strom-Diffusionsabhängigkeit von $D(J) = E(J)/\mu_0 J$. Dabei nimmt das Kriechen mit kleinerem n zu. Der Übergang zu n = 1 entspricht dem eines ohmschen Leiters, mit einer lineare Diffusion und einer exponentiellen Relaxation von M(t). Brandt merkt an, dass für ein generelles n nur die Kombination E_c/J_c^n in Gl. 3.21 eingeht und daher E_c (das Spannungskriterium) und J_c keine unabhängige Bedeutung haben. Für den Bean-Limes $n \to \infty$ hat dagegen nur J_c einen Einfluss, während die Wahl von E_c irrelevant ist. Im entgegengesetzten ohmschen Fall gilt hingegen $E/J = E_c/J_c = \rho$ mit konstantem Widerstand und dem bekannten Diffusionsfluss $D = \rho/\mu_0$ eines ohmschen Leiters. Der Flux-Creep Exponent ist insofern von Bedeutung, da er direkt mit der Aktivierungsenergie für das thermisch aktivierte Depinning $U(J) = U_0 \ln(J_c/J)$ verknüpft ist

$$n = \frac{U_0}{kT} \tag{3.22}$$

Zur Berechnung der nicht-linearen ac-Suszeptibilität $\chi_{\mu} = \chi'_{\mu} - i\chi''_{\mu}$, mit $\mu = 1, 2, 3, ...$ benutzt E.H.Brandt die allgemeine Form

$$\chi_{\mu}(h_0,\omega) = \frac{i}{\pi h_0} \int_0^{-2\pi} m(t) e^{-i\mu\omega t} d(\omega t)$$
(3.23)

für den Flux-Creep Fall. Benutzt wird hier, wie schon bei Clem und Sanches beschrieben, nur die fundamentale Frequenz ($\mu = 1$) Die Bewegungsgleichung für die Stromdichte berechnete er zu

$$\mu_{0}\dot{J}_{j}(t) = \sum_{j} R_{ij} \left[E(J_{i}) - \frac{1}{2}r_{j}\dot{B}_{a} \right]$$
(3.24)

mit dem externen Feld B_a und der reziproken, gewichteten Abstandsmatrix $R_{ij} = (Q_{ij} w_j)^{-1}$, wobei der Integralkern $Q_{ij} = Q(r_i, r_j)$ demjenigen aus Gl. (3.10) entspricht. w_i ist die Gewichtung der Gitterpunkt (z.B. $w_i = ab/N$ für ein equidistantes Gitter). Mittels der sich daraus ergebenen Magnetisierung

$$m(t) = 2\pi \int_0^a dr \ r^2 \int_0^b dy \ J(r, y, t) = 2\pi \sum_{i=1}^N r_i^2 J_i(t) w_i$$
(3.25)

kann dann die Suszeptibiliät durch Gl. (3.23) bestimmt werden. *a* ist dabei die halbe Breite, *b* die halbe Filmdicke. Eine ausführlichere Darstellung, auch für andere Probengeometrien, findet sich in den Arbeiten von E.H. Brandt [22, 79]. Die Ergebnisse der Berechnung sind in Abbildung 3.15 zu sehen.



Abb. 3-15: Berechnung von unterschiedlichen Flux-Creep Exponenten n für eine dünne Scheibe/Quadrat nach E.H.Brandt [78]



Abb. 3-16: Die Maxima von $\chi''(n)$ und $H_d(n)$ für unterschiedlichen Flux-Creep Exponenten n einer dünne Scheibe/Quadrat nach E.H.Brandt [78]. Die durchgezogenen Linien sind die empirisch ermittelten Funktionen bezogen auf die Maxima des Bean Falls $(n \to \infty)$. Ähnliche Berechnungen für den Zylinder und Disk Fall wurden von Chen und Pardo veröffentlicht[84].

Entscheidend für die weitere Analyse ist weniger die Form für die unterschiedliche Exponenten n, als die unterschiedlichen Werte für das Maximum. Für die unterschiedlichen Werte von $\chi''_{\max}(n)$ und $H_d(\chi''_{\max}(n))$ in Abhängigkeit des Flux-Creep-Exponenten n, dargestellt in Abbildung 3-16 ergeben sich die empirischen Funktionen:

$$\frac{\chi''_{max}(n)}{\chi_{max, bean}} = 2 - \exp(-0, 16 \cdot \left(\frac{1}{n}\right)^{0.39}) + \frac{1.6}{n}$$
(3.26)

$$\frac{H_{max}(n)}{H_{max, bean}} = \exp(-0, 583 \cdot \left(\frac{1}{n}\right)^{0.53}) - \frac{1}{n}$$
(3.27)

Die ermittelten Werte für eine "dünne" Scheibe weichen nur wenig für die von Chen und Pardo [84] ermittelten Werte für eine Scheibe ab.

Mit diesen Funktionen steht nun ein einfaches Hilfsmittel zur Verfügung, mit der anhand der Höhe des χ "-Maximums sowohl die genaue H_d -Lage als auch den Flux-Creep Exponent *n* bestimmt werden kann. Dadurch können zusätzliche Informationen besonders im Bereich nahe T_c und bei großen, externen Feldern gewonnen werden.

Als letzter Punkt bleibt die Abhängigkeit der kritische Stromdichte vom angelegten Feld zu klären. Bisher wurde der Bean-Fall mit $J(B) = const. = J_{c0}$ ausführliche behandelt. Zur Frage, wie sich das Verhalten für $J(B) \neq const. = J_c(B)$ verändert, haben Shantsev et. al. Berechnungen durchgeführt [80]. Wie in Abbildung 3-17 zu sehen, ist die Steigung der Neukurvendarstellung für kleine Anregungsamplituden unabhängig vom verwendeten Modell, $\chi^{"} \propto x^2$ für $x \ll 1$. Somit können die bisherige Ergebnisse des Bean-Models gerade bei kleinen Anregungsamplituden gut zur Anpassung an die Messdaten in $\chi^{"}$ genutzt werden. Diese ist besonders für die Messdaten bei tiefen Temperaturen wichtig, da dort in der Regel keine Messwerte mehr über das Maximum in $\chi^{"}$ vorliegen.



Abb. 3-17: Reduzierte Flusseindringtiefe, 1 - R/a gegen das angelegt Feld B_a . Alle drei unterschiedlichen Modelle zeigen ein quadratisches, asymptotisches Verhalten bei niedrigen Feldern [80].

3.4 Suszeptibilitätsbestimmung

3.4.1 Linearer Bereich

Die in Kapitel 3.3.1, Abb. 3-9 gezeigt Darstellung ist gut geeignet um die Anregungsamplitude für den linearen Bereich festzulegen. Für die genau Analyse mittels Inversion reicht sie jedoch nicht aus. Allerdings kann die exakte lineare Suszeptibilität sehr gut aus den nichtlinearen Messungen durch Temperaturschnitte bestimmt werden. Auch diese Bestimmung erfolgt direkt an den Messdaten und ergibt für jede gemessene Temperatur ein magnetisches Moment $m_L(T) = m'_L(T) + i m''_L(T)$, dass in Anlehnung an die Londonsche Eindringtiefe mit dem Index L' versehen wurde. Ausgenutzt wird das Verhalten, dass für Anregungsamplituden $H_{ac} \rightarrow 0 Oe$ nur noch ein konstanter, bzw linearer Teil der Response verbleibt. Die Extrapolation auf $H_{ac} = 0 Oe$ liefert $m'_L(T)$, wie es in Abb. 3-18 für den 50 nm Films bei $H_0 = 10 Oe$ gezeigt ist. Auch dieses Verfahren ist bei allen Filmen und Feldern eindeutig anwendbar und liefert gerade im Tieftemperaturbereich eine lineare Response mit sehr hoher Genauigkeit, wodurch die Leitwertbestimmung mittels Inversion für diesen Bereich überhaupt erst möglich wird.



Abb. 3-18: Grundlage zur Bestimmung der linearen normierten Suszeptibilität $\chi'/\chi_0 = m'_L/m_0$ aus den amplitudenabhängigen AC-Messwerten des magnetischen Moments m[EMU/Oe]am Beispiel des 50 nm Films bei $H_0 = 10 Oe$. Das Inset zeigt die logarithmische Darstellung, in der das Plateau-Verhalten ebenfalls für die höheren Temperaturen bei kleinen Anregungsamplituden H_{ac} sichtbar ist.

3.4.2 Tieftemperaturbereich

Die bisherigen Analysegrundlagen beziehen sich vorwiegend auf den Temperaturbereich um und bei T_c . Die Basis für diese Analysen liegt jedoch bei tiefen Temperaturen mit der genauen Bestimmung der normierten Suszeptibilität χ/χ_0 . Die Umrechnung der Messgröße des magnetischen Moments *m* ist neben den Eichparametern hauptsächlich durch das Probenvolumen bestimmt. Eine Varianz von 1% hat bei der Inversion nach Kapitel 3.3.1 für die Leitwerte nahe T_c keinen großen Einfluss. Für tiefe Temperatur, wo χ' gegen -1 geht, wirken sich schon kleinste Änderung extrem stark auf die Leitwertberechnung aus.

Um die Ungenauigkeit der Probenvarianz zu umgehen, wurden folgende Annahmen genutzt, um die normierte Suszeptibilität zu bestimmen:

- Bei tiefen Temperaturen sollten alle AC-Messwert bei einem externen Feld unabhängig von den hier verwendeten Anregungsamplituden sein, also $\chi'(H_0, H_{ac}, T) = \chi'(H_0, T)$ und $\chi'' = 0$ gelten. Dadurch können auch die höheren, genaueren Anregungsamplituden zur Bestimmung hinzugezogen werden.
- Ebenso sollten alle AC-Messwerte bei einem externen Feld unabhängig von den hier verwendeten Frequenzen sein, also $\chi'(H_0, f, T) = \chi'(H_0, T)$ und $\chi'' = 0$ gelten,
- Der tiefe Temperaturbereich sollte sich bei den hier verwendeten Filmen durch das GL-Verhalten beschreiben lassen. Dieses Verhalten sollte sich für Temperaturen $T \ll T_c$ in einem linearen Verhalten der Suszeptibilität auf einer inversen, reduzierten Temperaturskala $1/(1 T/T_0)^{\gamma}$ widerspiegelt. Für γ wurden hier $\gamma = 3/2$ gewählt, wodurch im folgenden Kapitel auch die kritische Stromdichte bei tiefen Temperaturen beschrieben wird. Andere Werte für $1 \le \gamma \le 2$ sind je nach Annahme mögliche, jedoch war mit $\gamma = 3/2$ die beste Anpassung über einen großen Temperaturbereich und alle Filme hinweg möglich.

Mit diesen Annahmen erfolgt eine wesentlich genauere Bestimmung der normierten Suszeptibilität, Abb. 3-19, als es mit einer reinen Volumenbestimmung möglich ist.



Abb. 3-19: Berechnung der normierten Suszeptibilität $\chi'/\chi_0 = m/m_0$ aus den AC-Messwerten des magnetischen Moments m [emu/Oe] am Beispiel des 50 nm Films bei allen Felder. Das Inset zeigt die nach Kap. 3.4.2 aus den Messungen bestimmten linearen Messwerte. Die Extrapolation liefert des jeweilige m_0 zur Suszeptibilitätseichung.

Der Wert für T = 0K auf der reduzierten Temperaturskala entspricht hier dem Wert 1. Da für die dünnen Filme gegenüber einem langen Zylinder mit $\chi = -1$ die Suszeptibilität erhöht ist, vgl. Abb. 3-12, wird für T = 0K nie der Wert der idealen Abschirmung erreicht werden. Zur genauen Bestimmung wird daher der auf Null extrapolierte Wert des magnetischen Moments m_0 verwendet.

Die im Inset in Abb. 3-19 gezeigten zugehörigen Werte der linearen Response liefern ein feldabhängiges $m_0 \rightarrow m_0(H)$. Die Variationen bei unterschiedlichen Feldern sind keinesfalls Messfehler, sondern spiegeln die zugehörigen Punkte auf der Hysterese/ Neukurve beim entsprechenden Feld H wider, vgl. auch Abb. 2-12. Diese genaue Bestimmung von m_0 ermöglicht nun die Anwendung des Inversionverfahrens nach E.H. Brandt auch bei tieferen Temperaturen.

4. Kritische Stromdichte

Als erster Schritt wird die Methode zur Bestimmung der kritischen Stromdichten vorgestellt. Darauf folgen die Analysen der Nullfeld- und Feldabhängigkeit von J_c .

4.1 Analyse der nichtlinearen Suszeptibilität

Nach Kapitel 3.3.2 erfolgt die Bestimmung der kritischen Stromdichten direkt aus den nichtlinearen Suszeptibilitätsmessungen. Zunächst werden die Lagen T_{peak} der Maxima des Absorptionspeaks in χ " für die verschiedenen Anregungsamplituden H_{ac} bestimmt, Abb. 4-1. Die direkte Bestimmung der Absorptionsmaxima ist aufgrund der Messapparatur auf die maximale Anregungsamplitude von 5,6 *Oe* beschränkt, was am Beispiel des 50 *nm* Films einem Temperaturbereich von ca. 5 *K* unterhalb von T_c entspricht. Diese Darstellung erlaubt eine erste Abschätzung für T_c anhand des Einsetzens der Absorption und liefert $T_c \approx 84, 6 K$.

Trotz dieser messtechnischen Limitierung wird es über das hier vorgestellte Analyseverfahren möglich, Informationen über den gesamten Temperaturbereich zu erhalten. Vorraussetzung dafür ist zum einen die in Kapitel 3.3.2 vorgestellte Analyse von Clem und Sanchez [15] und zum anderen, dass man sich bei der Messung innerhalb des Bean-Limes befindet.



Abb. 4-1: *oben: Bestimmung von* T_{peak} *aus dem Maximum der nichtlinearen Absorption* $x^{"}(H_{ac}, T, H_{0}, f = 10 \text{ Hz})$. Die Pfeile zeigen auf $T_{peak}(H_{ac})$.



Abb. 4-2: Bestimmung der kritischen Stromdichte im Nullfeld aus der nichtlinearen Absorption über (a) Temperaturschnitte mit Masterkurven-Anpassung und (b) Normierung

Die generelle Vorgehensweise ist in Abb. 4-2 anhand des 50 *nm* Films im Nullfeld gezeigt. Zunächst erfolgen Temperaturschnitte in χ " und werden als χ " (H_{ac}) aufgetragen, Abb. 4-2 (a). Dies geschah mit allen gemessenen Temperaturen und ist hier zur besseren Übersicht auf wenige Temperaturen beschränkt. Für jede Temperatur wird durch die bestmögliche Anpassung der Masterkurve das Maximalfeld H_p bestimmt. Mit diesem Ergebnis wird jede Temperatur auf $H_p(T)$ normiert, Abb. 4-2 (b). Die Messwerte liegen bis zu hohen Temperaturen sehr gut auf der Masterkurve. Dadurch gewinnt man drei Ergebnisse für den 50 *nm* Film:

- 1.) Bis 84,75 *K* ist die Masterkurve im Nullfeld gültig, d.h. die Berechnung der kritischen Stromdichte kann durch die Analyse von Clem und Sanchez erfolgen.
- 2.) Im Bereich um 85 *K* beginnen Abweichungen von der Masterkurve aufzutreten. Bei kleinen Anregungsamplituden findet der Übergang zum linearen Bereich statt, was sich durch die Abweichungen von der Masterkurve bei niedrigen $H_{ac}/H_p(T) < 1$ zeigt. Für Werte > 1, also größere Anregungsamplituden, befindet man sich wieder auf der Masterkurve. Die auftretende Überhöhung des Maximums der Messkurven zeigt zudem deutlich, dass dynamische Prozesse beginnen eine Rolle zu spielen. Eine Anaylse mittels Clem und Sanchez ist nicht mehr eindeutig möglich.
- 3.) Ab 85,2 *K* ist keine Anaylse nach Clem und Sanchez mehr möglich. Effekte wie Relaxation, Flux Flow und Flux Creep bestimmen diesen Bereich. Einziger Anhaltspunkt bleibt nur das Maximum der Messkurve. Dieser Bereich kann als Vorläufer der Supraleitung (precursor) beschrieben werden, in dem eine Mischung von Supra- und Normalleitung existiert.

Wichtig ist der 1. Punkt: die Gültigkeit der Masterkurve und damit des Bean-Modells. Durch diesen Punkt ist es erst zulässig, $H_p(T) > 5,6 Oe$ über das Maximum der Masterkurvenanpassung zu bestimmen. Verdeutlicht wird diese in Abb. 4-2 (a) für die Temperaturen 80 K, 75 K und 70 K, wo die Anpassung nur noch in einem sehr kleinen Teil der Beankurve erfolgt. Die Kurvenanpassung erfolgt immer von hohen Anregungsamplituden aus, also von rechts nach links.

Alle so ermittelten H_p für den 50 *nm* Film sind in Abb. 4-5 dargestellt. Sie ergänzen perfekt die vorhandenen H_p bis zu tiefen Temperaturen. Die Fehler ergeben sich aus dem Bereich, in dem eine Skalierung von H_p möglich ist.



Abb. 4-3: Das resultierende $H_{ac}(T_p)$ im nichtlinearen Bereich für das Nullfeld, bestimmt über das Maximum der Masterkurvenanpassung aus der direkten χ " Messung.

Die kritische Stromdichte wird aus H_p analog den Überlegungen zu Bean, Kapitel 2.2.2, und mittels der Berechnungen von Clem und Sanchez (s.o.) gewonnen. Das Absorptionsmaximum $\chi''(T_p)$ entspricht der maximal kritischen Stromdichte $J_c(T, H)$ multipliziert mit der halber Dicke und ergibt eine zugehörige Anregungsamplitude von

$$H_d = J_c \left(\frac{d}{2}\right) \tag{4.1}$$

Beim genauen Vergleich mit der berechneten Masterkurve muss noch der Faktor $x = H_{ac}/H_d = 1.942 \cdot H_{ac}/H_p$ berücksichtigt werden [42], der sich aus der Lage des Maximums ergibt, s.o. Inset in Abb. 3-14. Zur Umrechnung ergibt sich nun die Formel:

$$J_c = \frac{H_p}{1.942 \cdot d/2} \approx \frac{H_p}{d} \tag{4.2}$$

Um die Ergebnisse und die Gültigkeit dieses Verfahrens zu prüfen, sollen sie mit den Ergebnissen der kritischen Stromdichte verglichen werden, die durch die irreversible Magnetisierung nach Kapitel 2.2.2, Gl. (2.44), aus den Hysteresemessungen bestimmt wurden. Exemplarisch wird dieses anhand der temperaturabhängigen Hysteresekurven des 50 *nm* Films gezeigt, Abb. 4-4.

Deutlich zu erkennen ist, dass sich das Signal-Rausch-Verhältnis mit steigender Temperatur stark verschlechtert, d.h. die Bestimmung der kritischen Stromdichte über die irreversible Magnetisierung ist eher für tiefe Temperaturen geeignet. Die daraus folgende irreversible Magnetisierung ist in Abb. 4-5 aufgetragen. Die kritischen Stromdichten wurden daraus aus Magnetfeld-Schnitten (H = const) bestimmt.

Ein Vergleich der Hysteresemessungen mit Abb. 2-12 legt nahe, dass es sich bei diesen Filmen um eine magnetfeldabhängige Stromdichte $J_c = J_c(H)$ handelt. Daher wurde die kritische Stromdichte aus der irreversiblen Magnetisierung auch mittels des Kim-Anderson Modells [71] über

$$J_{c}(H) = \frac{J_{c}(0)}{1 + (|H|/H_{1})^{\gamma}}, \, \gamma_{KA} = 1$$
(4.3)

bestimmt. Dieses Modell wurde mittels des Parameters γ erweitert. Es zeigte sich bei den Untersuchungen, dass sich mit $\gamma = 2/3$ eine wesentlich besser Übereinstimmung aller Messdaten bei allen Temperaturen mit Schwerpunkt im Bereich der Flanken ergab. Diese Anpassungen sind als durchgezogene Linien in Abb. 4-5 sichtbar. Alle so gewonnenen Ergebnisse der kritischen Stromdichte sind für das Nullfeld und $H = 1 \, kOe$ in Abbilldung 4-6 aufgetragen.



Abb. 4-4: Temperaturabhängige Hysteresekurven des 50 nm Films.



Abb. 4-5: Irreversible Magnetisierung (logarithmisch) des 50 nm Films. Die durchgezogenen Linien sind die Kim-Anderson Anpassungen [71] nach Gl. (4.3).



Abb. 4-6: Vergleich der kritischen Stromdichte J_c , bestimmt aus H_p (geschlossene Symbole) bei f = 10 Hz und aus der irreversiblen Magnetisierungskurve der Hysteresemessung (offene Symbole) für den 50 nm Film

Es zeigt sich, dass die direkt aus der irreversiblen Magnetisierung gewonnen kritischen Stromdichten kleiner sind als diejenigen aus der nichtlinearen Analyse. Zum einen ist dieses auf Relaxation aufgrund der Messverzögerung von 1-2 Minuten bei der Hysterese-Messung zurückzuführen. Zum anderen sind Abweichungen der gemessenen kritischen Stromdichte gegenüber der realen gerade bei kleinen Feldern bekannt [81] und können nur mittels Modellrechnung berücksichtigt werden.

Die genauere Bestimmung mittels Modellberechnung nach Gl. (4.3) zeigt hingegen eine sehr gute Übereinstimmung mit der nichtlinearen Analyse. Gerade im Tieftemperaturbereich ist dieses damit als Referenz für die Gültigkeit der Tieftemperaturanalyse der nichtlinearen Messungen zu sehen. Abweichungen treten erst bei hohen Temperaturen nahe T_c auf. Die Ursache dafür liegt im zunehmenden Flusskriechen für $T \rightarrow T_c$. Fluktuationen und Vortexbewegungen nahe T_c sorgen für einen Zerfall der Abschirmströme. Diese Relaxation wirkt sich stärker auf die frequenzunabhängige Hysteresemessung $(f \rightarrow 0)$ als auf die AC-Messung aus. Bei der AC-Messung hat das Flusskriechen aufgrund der permanenten Anregung weniger Effekt. Daraus folgt, dass die Werte für die frequenzunabhängige Hysteresemessung nahe T_c niedriger als die der f = 10 Hz Messung sind. Fazit:

Die Verifikation mittels Hysteresemessung und direkter T_p Bestimmung zeigen, dass bei bekannter Masterkurve mittels des hier vorgestellten Analyseverfahrens die kritische Stromdichte über den gesamten Feld- und Temperaturbereich inklusive des Flux-Creep bestimmen werden kann. Der große Vorteil ist, dass für die Anpassung an die Masterkurve die direkten Messdaten benutzt werden können und selbst eine Auswertung stark verrauschter bzw. kleiner Messsignale möglich ist. Fehler in der Volumen- oder Massenbestimmung wirken sich <u>nicht</u> auf das Ergebnis aus und bieten somit einen großen Vorteil gegenüber den anderen Verfahren. Im Weiteren wird daher dieses Verfahren zur Bestimmung der kritischen Stromdichte genutzt.

4.2 Kritische Stromdichte im Nullfeld

Mittels des in Kapitel 4.1 vorgestellten Verfahrens wurden nun die kritischen Stromdichten aus den Messungen der H_{ac} -Variationen zur Bestimmung der Linearität gewonnen. Begonnen wird zunächst mit der Analyse im Nullfeld. Abbildung 4-7 zeigt den Vergleich mit der Masterkurve von Clem und Sanchez, Gl. (3.19) + (3.20), für das Nullfeld bei einer Frequenz von f = 10 Hz. Bei allen Filmen zeigt sich für $T \leq T_c$ eine gute Übereinstimmung mit der Masterkurve, so dass das Verfahren zur Bestimmung der kritischen Stromdichte anwendbar ist. Auffälligstes Merkmal ist die Peakhöhe. Während beim 50 *nm* und 100 *nm* Film die Übereinstimmung mit der Theorie sehr gut ist, ist das Maximum beim 600 *nm* Film um den Faktor 1,1 erhöht. Bei einer Skalierung auf den Maximalwert stimmen die Werte jedoch sehr gut mit der Masterkurve überein. Diese Überhöhung könnte auf eine granulare Verunreinigung in c-Richung zurückzuführen sein, da beim 600 *nm* Film die Korngröße kleiner als die Probendicke ist, $d_s \leq d$, Tab. 3-1.

Die Ergebnisse für $H_{ac}(T)$ wurden unter Verwendung von Gl. (4.1) und Gl. (2.19) + (2.18) mittels des Potenzgesetzansatzes:

$$H_{ac}(T) = J_c(0)d\left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{\gamma}$$
(4.4)

gefittet. Für γ können Variationen von 1-3 auftreten [82]. Ein Spezialfall dieser allgemeinen Form ist das Ginzburg-Landau Verhalten mit $\gamma_{GL} = 3/2$ bei tiefen Temperaturen und der Depairing Stromdichte für die Cooper-Paare [82, 83]

$$J_{c}^{GL}(0) = \frac{\Phi_{0}}{3\sqrt{3}\pi\mu_{0}\xi(0)\lambda^{2}(0)}$$
(4.5)

als kritische Stromdichte. Sie kann nur bei vollständigem Pinning der Vortices erreicht werden. Bei Berücksichtigung des Pinnings, wie in Kapitel 2.2.1 gezeigt, kommt als zusätzlicher Faktor $(\xi/L_c)^2$ hinzu. Mit abnehmender Anzahl der Pinningzentren wird die kritische Stromdichte geschwächt, Gl. (2.40).

Der Exponent $\gamma_{GL} = 3/2$ ergibt sich aus der Temperaturabhängigkeit der GL Theorie von $\xi(T) \propto \lambda(T) \propto (1 - T/T_c)^{-1/2}$ für die temperaturabhängige der frei Weglänge eines Elektrons, Gl. (2.25-28), und folgt so mittels $J_c^{GL} \propto 1/\xi\lambda^2 \propto (1 - T/T_c)^{3/2}$ aus dem Vergleich von Gl. (4.4). Dieser Wert ist ebenfalls von É. A. Pashitaskiĭ [82] an einem 50 *nm* YBCO-Film bei 1 *kHz* gefunden worden. Nach seiner Theorie ist die Lage des Übergangs von $\gamma = 3/2$ nach $\gamma = 2$ für $T \rightarrow T_c$ von der Größe der Klein-Winkel-Grenzen zwischen den Körnern ab. D.h. das alle hier verwendeten Filme hochgradig orientiert sind und nur eine minimale Verkippung der Körner aufweisen.



Abb. 4-7: Darstellung der Amplitudenabhängigkeit der nichtlinearen Absorption zwischen tiefen Temperaturen und T_c^{3D} mit der Anpassung an die Masterkurve von Clem und Sanchez (durchgezogene Linie) aus Kapitel 3.3.2.



4.2.1 Ginzburg-Landau Anpassung im Tieftemperaturbereich

Abb. 4-8: Anpassung der GL-depairing Stromdichte für alle Filme im Nullfeld. Die durchgezogenen Linien sind Fits mit Gl. (4.4) von tiefen Temperaturen und vorgegebenem $\gamma = 2/3$. Das Inset zeigt den Vergleich mit BCS nach Gl. (2.20), gestrichelte Linien, welche ungeeignet zur Beschreibung der HTSL-Filme bei tiefen Temperaturen ist.

Bei der Auftragung von $J_c^{1/\gamma}$ gegenüber T in Abb. 4-8 wurde der GL-Fall mit vorgegebenem $\gamma_{GL} = 3/2$ für den gesamten Temperaturbereich untersucht und $T_{c,GL}$ und J_c bestimmt. Mit gängigen Werten für YBCO vom $\lambda(0) = 150 nm$ und $\xi(0) = 1, 2 nm, J_{c0}^{GL}(0) \approx 3, 7 \cdot 10^8 A/cm^2$, kann die Pinninglänge L_c und somit die Anzahl der Pinningzentren abgeschätzt werden, Tab. 4-1. Aus Abb. 4-8 ergibt sich, dass die kritischen Stromdichten der Filme mit $d < d_g$ nahe bei der theoretischen Stromdichte $J_c^{GL}(0)$ liegen. Die kritische Stromdichte des 600 nm Films hingegen ist gegenüber den anderen Filmen um den Faktor 2 reduziert. Dieses schwächere Pinning sorgt für ein stärkeres Kriechen der Vortices und kann die Ursache für die Überhöhung gegenüber der Masterkurve in Abb. 4-7 sein.

<i>d</i> [<i>nm</i>]	$T_{c,GL}[K]$	$H_{ac}(0)[Oe]$	$J_{c}(0)[10^{6} A/cm^{2}]$	$\overline{\xi}[nm]$	$L_c[nm]$	d_{g}/L_{c} [-]
50	86,3(4)	321	54(3)	1,0(1)	3,16	51(1)
100	77,5(3)	629	52(3)	1,0(1)	3,19	66(1)
600	84,3(4)	1456	20(3)	1,7(1)	5,18	74(1)

Tab. 4-1: Ergebnisse zur kritischen Stromdichte im Nullfeld von allen Filme für die GL-Anpassung mit vorgegebenem $\gamma_{GL} = 3/2$. Die mittlere Anzahl der Pinningzentren pro Korn(Grain)-Durchmesser liegt bei $d_s/L_c = 64(9)$. Die Abschätzung der mittlere Kohärenzlänge $\overline{\xi}$ wird im nächsten Kapitel 4.2.2 dargestellt.

4.2.2 Kritische Stromdichte nahe bei T_c



Abb. 4-9: Vergleich der normierten kritischen Stromdichte im Nullfeld mit den Anpassungen nach Gl. (5.4) nahe T_c. Beste Anpassung für alle Proben mit gleichem γ von $\gamma = 1,4(2)$

d [nm]	$T_{c,XY}[K]$	$H_{ac}(0)[Oe]$	$J_{c}(0)[10^{6} A/cm^{2}]$	$\overline{\xi}[nm]$	$L_c[nm]$	d_g/L_c [-]
50	84,4(3)	434	73(2)	0,9(1)	2,71	59(1)
100	77,1(2)	554	45(2)	1,1(1)	3,38	62(1)
600	84,1(4)	1300	18(3)	1,8(2)	5,47	70(1)

Tab. 4-2: Ergebnisse zur kritischen Stromdichte im Nullfeld von allen Filme mit gleicher γ Anpassung ($\gamma = 1, 4(2)$) bei höheren Temperaturen in der Nähe von T_c aus Abb. 4-9.

In Abb. 4-9 liegt der Schwerpunkt der Anpassung auf dem Temperaturbereich nahe T_c . Es wurde der Exponent γ unter Berücksichtigung aller Proben so lange variiert, dass Geraden entstehen und daraus resultierend die kritische Temperatur T_c (H = 0) bestimmt. Die Fit-Ergebnisse sind in Tab. 4-2 zusammengefasst. Es ergibt sich ein filmdickenunabhängiger Wert von $\gamma = 1,4(2)$ und entspricht mit $\gamma = 2\nu$ der Vorhersage des 3D-XY Modells mit $\nu = 0,67(1)$ [6]. Die mittlere Anzahl der Pinningzentren pro Korndurchmesser ist unabhängig von der Probendicke und liefert, wie schon bei der GL-Anpassung aus Kap. 4.2.1, einen Wert von $d_g/L_c = 64(4)$. Dieses ist ein Hinweis darauf, dass die Filmqualität stark von der Gesamtanzahl der Körner pro Film abhängt. Die mit $\gamma = 1,4$ gefundenen Temperaturvariationen sind konsistent mit [6]

$$J_{c}(T) \approx \frac{k_{B}T_{c}}{\phi_{0}\xi_{ab}(T)\xi_{c}(T)}$$

$$(4.6)$$

d.h. dem Vergleich mit BCS. Diese Abschätzung ergibt sich für $T \to T_c$ aus der Abschätzung der Arbeit der maximal möglichen supraleitenden Stromdichte J_c auf eine Vortex-Ring-Fluktuation des 3D-XY-Bereichs ϕ_0 mit einem Querschnitt von $\xi_c \times \xi_{ab}$ und der supraleitenden Bindungsenergie $k_B T_c$ [6]. Aus der Amplitude von $J_c(0)$ kann eine mittlere Kohärenzlänge $\overline{\xi} = (\xi_{ab}\xi_c)^{1/2} \equiv \xi_{ab}/\gamma^{1/2}$ bestimmt werden. Mit zunehmender Dicke *d* wächst $\overline{\xi}$ von 0,9 auf 1,8 *nm*.

Die Überhöhung von J_c nahe T_c , besonders deutlich anhand des 100 nm Films in Abb. 4-9 zu sehen, ist ein Effekt der endlichen Frequenz hervorgerufen durch die langsame Dynamik der Vortexfluktuationen und sollte für $\omega \to 0$ verschwinden und der kritischen Stromdichte im Gleichgewicht entsprechen.

Aus Abb. 4.8 und 4.9 und den Ergebnissen in Tab. 4.1 und 4.2 wird deutlich, dass eine Beschreibung durch Ginzburg-Landau mit $\gamma_{GL} = 3/2$ und dem 3D-XY Modell mit $\gamma = 1,4$ nahe beieinander liegt und nicht aus der kritischen Stromdichte allein eindeutig zugeordnet werden kann. Für $T \rightarrow 0$ liefert die GL-Anpassung eine bessere Übereinstimmung besonders für $J_c(T = 0)$, für $T \rightarrow T_c$ deckt die 3D-XY Anpassung einen größeren Temperaturbereich für alle Proben ab und ist dort zu bevorzugen. Die kritischen Temperaturen $T_{c,XY}$ und $T_{c,GL}$ liegen in diesem Bereich trotz unterschiedlicher Exponenten γ nahe beieinander, wobei immer $T_{c,GL} > T_{c,XY}$ gilt. Da $T_{c,GL}$ immer oberhalb aller gemessen Wert liegt, kann $T_{c,GL}$ somit als die mean-field Temperatur T_0 betrachtet werden.

Die Ergebnisse der kritischen Stromdichte von $J_c(T = 0)$ werden im nächsten Abschnitt zusammen mit den feldabhängigen Ergebnissen diskutiert.

4.3 Temperaturabhängigkeit im Magnetfeld

Zur Untersuchung von $J_c(H)$ wurden H_{ac} -abhängige Messungen bei den Feldstärken 10 *Oe*, 100 *Oe*, 1 *kOe* und 10 *kOe* durchgeführt und die kritische Stromdichte wie in Kap. 4.2 bestimmt. In Abb. 4-10 ist dieses anhand des 50 *nm* Films für alle Felder gezeigt. Die Daten für die 100 *nm* und 600 *nm* Filme sind im Anhang in Abb. 8-13 und Abb. 8-14 zu finden.



Abb. 4-10: Skalendarstellung der nichtlinearen Absorption des 50 nm Films im Feld für $T < T_c(H)$ sowie der Vergleich mit der Anpassung an das theoretische Ergebnis von Clem und Sanchez (Masterkurve, durchgezogene Linie)

Alle Filme zeigen für Temperaturen unterhalb von $T_c(H)$ ein eindeutiges Verhalten, womit die Voraussetzung für die weitere Analyse der Stromdichte mittels der theoretischen Ergebnisse von Clem und Sanchez gegeben ist. Bei einigen Feldern, wie z.B. beim 100 *nm* Film bei $H_0 = 10 Oe$ und $H_0 = 100 Oe$ und beim 600 *nm* Film bei allen Feldern, tritt eine Überhöhung um den Faktor 1,06 bis 1,1 zur theoretischen Kurve auf. Diese Überhöhungen, die schon für den 600 *nm* Film im Nullfeld gefunden wurde, stimmt bei Skalierung auf den Maximalwert mit dem theoretischen Ergebnis sehr gut überein und ist auf das schwächere Pinning zurückzuführen.

Nachdem die Voraussetzungen für die Anwendbarkeit dieser experimentellen Methode im Feld erfüllt sind, wurden die aus diesen Peakanalysen bestimmten kritischen Stromdichten mit Hilfe des aus der Proportionalitätsbeziehung in Gl. (4.4) resultierenden allgemeinen Zusammenhanges

$$J_{c}(T,H) = J_{c}(0,H) \left(1 - \frac{T}{T_{c}(H)}\right)^{\gamma}$$
(4.7)

untersucht. Zunächst wird der kritische Exponent mit dem besten im Nullfeld gefundenen Wert von $\gamma_{XY} = 1, 4(2)$ konstant gehalten und nur die Temperatur variiert. Die Amplitude der kritischen Stromdichte $J_c(0,H)$ bei T = 0 konnte direkt mittels der Anpassung von Gl. (4.7) bestimmt werden, Tab. 4-3. In Abb. 4-11 sind die Anpassungen für alle Filme als $J_c^{1/\gamma}$ gegenüber T aufgetragen. Die ermittelten Temperaturen sind vergleichend mit den später im Kapitel 5 aus dem Abschirmverhalten $\omega G^{"}$ gewonnenen $T_c^{dyn}(H)$ in Tab. 4-4 gegenüber gestellt und zeigen eine gute Übereinstimmung der kritischen Temperaturen für alle Felder. Die aus den linearen Messungen gewonnenen kritischen Temperaturen für alle Felder. Die ebenfalls auf dem 3D-XY Modell. In Abb. 4-11 wurde zudem für einen späteren Vergleich die in Kapitel 5 definierte blow-out Temperatur $T_b(H)$ eingetragen.

Film	Film 50 nm		600 nm	
H [Oe]	$J_{c}^{xy}(0,H)[10^{6} A/cm^{2}]$	$J_c^{xy}(0,H)[10^6 A/cm^2]$	$J_{c}^{xy}(0,H)[10^{6} A/cm^{2}]$	
0	70,10	47,92	15,11	
10	65,05	46,94	16,43	
100	57,54	32,76	13,22	
1 k	28,02	16,14	9,06	
10 k	8,76	8,07	2,83	

Tab. 4-3: Ergebnisse der feldabhängige kritische Stromdichten nach Gl. 4.7 mit vorgegebenem $\gamma_{xy} = 1,4(2)$ und Anpassung nahe T_c .



Abb. 4-11: Kritische Stromdichten im Feld nahe bei $T_c(H)$ mit Anpassungen an Gl. (4.7) mit vorgegebenem $\gamma_{xy} = 1,4$ und resultierenden T_c . T_b blow-out Temperatur aus Kap. 5.

Film	50 nm		100 <i>nm</i>		600 nm	
H[Oe]	$T_c^{dyn}(H)[K]$	$T_c^{J_c}(H)[K]$	$T_c^{dyn}(H)[K]$	$T_c^{J_c}(H)[K]$	$T_c^{dyn}(H)[K]$	$T_c^{J_c}(H)[K]$
0	84,2	84,4 (2)	77,1	77,1 (2)	84,55	84,1 (3)
10	83,95	84,1 (2)	76,65	76,6 (4)	83,95	83,8 (2)
100	83,5	83,6 (2)	76,1	76,0 (2)	83,2	82,9 (4)
1 k	82	82,2 (2)	74,9	74,6 (4)	81,4	81,2 (4)
10 k	78,2	77,9 (3)	71,4	71,2 (4)	77,5	77,1 (7)

Tab. 4-4: Vergleich der ermittelten feldabhängigen kritischen Temperaturen aus den dynamischen Leitfähigkeits- (Kap.5) und Stromdichteanalysen

Am ausgeprägtesten zeigt sich der 3D-XY Bereich beim dünnen 50 *nm* Film. Mit zunehmender Filmdicke wird der 3D-XY Bereich etwas schmaler, was beim 100 *nm* und 600 *nm* Film besonders bei höheren Feldern H > 100 Oe gut zu erkennen ist. Eine mögliche Erklärung für $J_c^{exp} > J_c^{XY}$ bei größeren Feldern und tieferen Temperaturen ist, dass die Vortexring-Fluktuationen durch die Zunahme feldinduzierter Vortices unterdrückt werden.

Die bei allen Filmen zu beobachtende Überhöhung von $J_c^{exp}(T,H) > J_c^{XY}(T,H)$ für Werte nahe bei $T_c(H)$ ist auf den Fluxcreep-Effekt der endlichen Frequenz zurückzuführen.

Aufgrund der Abweichungen von J_c^{exp} zu J_c^{XY} spiegelt die Bestimmung von $J_{c,xy}(0,H)$ in Gl. (4.7) mit $\gamma_{XY} = 1,4$ das reale Tieftemperaturverhalten nicht eindeutig wieder, wie anhand des Vergleichs von Tab. 4-1 zu Tab. 4-2 bzw. Tab. 4-3 sichtbar wird. Dazu ist die Anpassung im tiefen Temperaturbereich notwendig.

Mit dem im Nullfeld verwendeten Wert GL-Wert von $\gamma_{GL} = 3/2$ liefert eine Anpassung der kritischen Temperatur nahe T_c ähnliche Werte für die kritische Temperatur, $T_{c,XY}(H) \approx T_{c,GL}(H)$, allerdings ebenfalls mit den Abweichungen von J_c^{exp} zu J_c^{XY} bei tiefen Temperaturen. Eine Anpassung von tiefen Temperaturen mit $\gamma_{GL} = 3/2$ ist nur für Felder $H < 100 \ Oe$ möglich, die keine signifikanten Abweichungen vom Nullfeld zeigen, und ist daher für eine genau Bestimmung für alle $J_c(0,H)$ ungeeignet.

4.4 Magnetfeldabhängigkeit bei tiefen Temperaturen

Um die kritischen Stromdichten $J_c(0,H)$ möglichst genau bestimmen zu können, wurde Gl. (4.7) genutzt. Da mittels eines festen Exponenten γ keine Beschreibung für alle Felder bei tiefen Temperaturen möglich ist, wurde Gl. (4.7) mit einem feldabhängigen Exponenten zu

$$J_{c}(T,H) = J_{c0}(H) \left(1 - \frac{T}{T_{0}(H)}\right)^{\gamma(H)}, T \to 0$$
(4.8)

erweitert. Wie schon im Nullfeld wurde die Auftragung $J_c^{1/\gamma(H)}$ gegenüber T gewählt und $T_0(H)$, $\gamma(H)$ und $J_{c0}(H)$ mittels oben beschriebener Geradenanpassung bestimmt. Unterschiedlich ist hier nur, dass die Anpassungen von tiefen Temperaturen erfolgt, wo mögliche Fluxcreep-Effekte minimal sind. Diese Art der Anpassung spiegelt so eine maximale obere Grenze für $J_c(T,H)$ wieder. Alle Messwerte, besonders bei hohen Temperaturen und nahe $T_c(H)$, sollten darunter liegen.

Die Ergebnisse sind in Abb. 4-12 gezeigt. Zur besseren Übersicht wurden die 1 kOe und 10 kOe Messungen jeweils um den angegebenen Faktor angehoben. In Tab. 4-5 sind die Ergebnisse der Anpassungen aufgelistet. Zum Vergleich sind den onset-Temperaturen $T_0(H)$ aus der kritischen Stromdichte die der dynamischen Leitfähigkeitsanalyse aus Kapitel 5 gegenübergestellt. Wie schon für die kritischen Temperaturen $T_{c,XY}(H)$ findet sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen der dynamischen Leitfähigkeits- und der kritischen Stromdichteuntersuchung.

	50 nm			100 nm			600 nm		
H[Oe]	$T_0^{dyn}(H)[K]$	$T_0^{J_c}(H)[K]$	$\gamma(H)$	$T_0^{dyn}(H)[K]$	$T_0^{J_c}(H)[K]$	$\gamma(H)$	$T_0^{dyn}(H)[K]$	$T_0^{J_c}(H)[K]$	$\gamma(H)$
0	86,3	86,4(2)	1,44	79,23	79,1(2)	1,6	86,3	86,3(1)	1,64
10	86	86,2(2)	1,44	78,85	78,8(2)	1,6	86,2	86,2(1)	1,64
100	85,6	85,8(3)	1,45	78,3	78,3(2)	1,6	85,95	85,8(2)	1,64
1 k	84,8	84,9(3)	1,76	77,5	77,2(4)	1,8	85,3	85,1(3)	1,96
10 k	82,7	82,8(5)	2,3	75,3	75,3(4)	2,4	83	82,5(6)	2,12

Tab. 4-5: Ergebnisse der Anpassungen nach Gl.(4.7) und Vergleich der onset-Temperaturen $T_0(H)$ mit denjenigen aus der dynamischen Leitfähigkeitsanalyse



Abb. 4-12: Feldabhängige normierte kritische Stromdichte mit Geradenanpassung des Exponenten $\gamma(H)$ und der Bestimmung von $J_{c0}(H)$ und $T_{c0}(H)$ mit Anpassung im tiefen Temperaturbereich.
Die aus Abb. 4-12 ermittelten kritischen Stromdichten $J_{c0}(H)$ sind in Abb. 4-13 dargestellt. Auffälligstes Ergebnis ist, dass das Nullfeldverhalten sich bis zu einem Feldbereich von 100 Oe < H < 1 kOe fortsetzt und danach abfällt. Dieses Verhalten spiegelt sich ebenfalls in den Exponenten $\gamma(H)$ wieder, die bis dorthin im Bereich der GL-Wertes von $\gamma_{GL} = 3/2$ liegen. Dieser Feldbereich bewegt sich in der Größenordnung des unteren kritischen Feldes H_{c1} einer Bulk-YBCO Probe, z.B. eines YBCO-Kristalls. Aufgrund der granularen Struktur und der Dicke der Filme ist dort ein unteres kritisches Feld für die Gesamtprobe zu vernachlässigen. Dieses liefert aber einen Hinweis auf die Ursache des Abfalls und wird in einem kritischen Feld

$$H_g(d_g) = \frac{\phi_0}{d_g^2} \tag{4.9}$$

der Körner (g=grain) vermutet. Bestimmt wird dieses Feld einzig und allein durch den direkt messbaren mittleren Korndurchmesser, s. Kap. 3.1, Tab. 3-1. Diese kritischen Felder H_g sind in Abb. 4-13 eingetragen und spiegeln sehr gut den Beginn des Abfalles der kritischen Stromdichte wider.



Abb. 4-13: Ergebnisse der Fitparameter für die kritische Stromdichte nach Gl. (4.8) sowie die kritischen Felder der Körner H_s der entsprechenden Filme.

5. Dynamische Leitfähigkeit

Begonnen wird mit der Untersuchung der Filme im Nullfeld. Aufgrund der Abwesenheit externer Felder wird hier der Übergang der Supraleitung zur Normalleitung durch thermisch induzierte Vortex-Fluktuationen bestimmt. Danach wird versucht, den Einfluss durch äußere Felder induzierte Vortices eines Vorzeichens auf das Einsetzen von Supraleitung besser zu verstehen.

5.1 Nukleation von Supraleitung im Nullfeld

Die Untersuchungen erfolgten im abgeschirmten Erdfeld. Durch das Kurzschließen des Hauptmagneten, die -60dB µ-Metall Abschirmung und Kompensationsspulen, konnte das Restfeld auf $<0,2 \ mOe$ kompensiert werden. Dies entspricht einigen zehn Flussquanten $\phi_0 = h/2e$ in der $2 \times 2 \ mm^2$ großen Filmebene. Damit ist bei dieser Messung die Beeinflussung des Filmes durch statische Magnetfelder nahezu ausgeschlossen. Zudem wurde das gesamte SQUID innerhalb eines Faradayschen Käfigs betrieben, um externe elektromagnetische Störungen so minimal wie möglich zu halten und dadurch das Signal-Rausch-Verhältnis zu verbessern, siehe Kapitel 3.2.

Die Messungen erfolgten in zwei unterschiedlichen Abschnitten. Zuerst wurde wie in Kapitel 3.3.1 beschrieben eine Suszeptibilitätsmessung $\chi(H_{ac})$ mit Variation der Amplitude des Anregungsfeldes $H_{ac}(t) = H_{ac}\cos(\omega t)$ bei f = 10 Hz durchgeführt und die Messamplitude des linearen Bereichs für die frequenzabhängige Suszeptibilitätsmessung $\chi(f)$ bestimmt. Die Überprüfung der Linearität mittels Amplituden-Variation ergab als Grenze zwischen linearem und nichtlinearem Bereich eine maximale Anregungsamplitude von $H_{ac} \approx 5 mOe$, dieses sogar für alle Felder (siehe z.B. Abb. 3-9 für den 50 nm Film). Für die hochauflösenden Messungen der Frequenzabhängigkeit im Nullfeld wurde eine Anregungsamplitude von 1 mOe gewählt. Alle übrigen Messungen erfolgten bei 5 mOe.



Abb. 5-1: Suszeptibilitätsmessdaten des 100 nm Films im Nullfeld. Ergänzend sind die Daten für 100 kHz eingetragen, die am selben Film von A. Wriedt [77] gemessen wurden.

In Abb. 5-1 sind typische Messkurven für frequenzabhängige Suszeptibilitätsmessungen $\chi(T, f = const)$ mit $H_{ac} = 1 mOe$ gezeigt. Wie in Kapitel 3.3.1 wurde aus den gemessenen Suszeptibilitäten mit Hilfe des Inversionsprogramms die lineare dynamische Leitfähigkeit $\sigma = \sigma' + i\sigma''$ für dünne Quadrate bestimmt, Abb. 5-2 und 5-3. Für einen besseren Vergleich der Filme und zur Übersichtlichkeit der Ergebnisse wurde die Darstellung $\omega G [nH^{-1}]$ mit der Frequenz $\omega = 2\pi f$ und dem komplexen Leitwert $G = \sigma \cdot d$ gewählt.

5.1.1 Abschirmverhalten: Evidenz für 3D-XY Fluktuationen (T<T_c)

Die Ergebnisse für die Abschirmkomponente $\omega G''(\omega, T)$ bei f = 1 kHz für alle Filme sind in Abb. 5-2 dargestellt. Bei tiefen Temperaturen werden keine Verluste beobachtet, $\omega G' = 0$, so dass der dynamische Leitwert dem eines reinen Induktors entspricht, d.h. $G''(\omega, T) = (\omega L_k(T))^{-1}$ gemessen wird. Diese sogenannte kinetische Induktanz eines supraleitenden Films [28] $L_k(T)$ ist durch dessen effektive Eindringtiefe $2\lambda^2(T)/d$ gegeben:

$$\omega G''(\omega,T) = L_k^{-1}(T) = \frac{d}{\mu_0 \lambda^2(T)}$$
(5.1)

und ist so direkt mit der kritischen Stromdichte J_c^{GL} aus Kap. 4.2 verknüpft, Gl. (4.4) und Gl. (4.5).



Abb. 5-2: Temperaturabhängigkeit der Abschirmkomponente der Leitfähigkeit gemessen bei $\omega/2\pi = 1$ kHz im Nullfeld. Gefittet wurde mittels des Potenzgesetzes $\omega G'' \sim (T_c - T)^{\nu}$. Die kritischen Exponenten ν , Tab. 4-1, liegen nahe bei den Vorhersagen [6, 17,31-35] des 3D-XY Modells mit $\nu = 0.67(1)$.

Abbildung 5-2 zeigt, dass $L_k^{-1}(T)$ gut durch ein Potenzgesetz für die Eindringtiefe $\lambda^{-2} \sim (T_c - T)^{\nu}$ beschrieben wird, wie es für den supraleitenden Ordnungsparameter erwartet wird [17,31]. Für den Exponenten ν ergeben sich für alle Filme Werte von $0.69 \leq \nu \leq 0.71$. Diese Werte stimmen sehr gut mit dem aus Monte-Carlo Simulationen berechneten Wert von $\nu = 0.67$ für das dreidimensionale 3D-XY Modell der statistischen Mechanik überein, das für $T \rightarrow T_c$ die Schwächung der langreichweitigen Phasenkohärenz durch Vortexring-Fluktuationen in ungeladenen Supraleitern, wie flüssigem Helium und auch in den extremen Typ II-Supraleitern wie YBCO [6, 31-35], beschreibt. Die Parameter der Anpassungen, d.h. die 3D kritische Temperatur T_c , der Exponent ν und die Amplitude $\omega G''(T = 0)$ sind in Tab. 5-1 zu finden. Da $\omega G'(T < T_c) = 0$ für diesen 3D-XY Bereich gilt, kann Gl. (5.1) für Temperaturen $T_b < T_c$ verallgemeinert werden zu:

$$\omega G''(0,T) = L_{k,XY}^{-1}(T) = \frac{d}{\mu_0 \lambda_{XY}^{2}(0)} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{\nu}, T < T_b$$
(5.2)

Film	$T_c[K]$	ν	$L_{k,XY}^{-1}(0)[nH^{-1}]$	$\lambda_{XY}(0)[nm]$	$oldsymbol{\lambda}_{\scriptscriptstyle XY}(0)/d_{\scriptscriptstyle g}$
50 nm	84,2	0,69(2)	975	202,01	1,26
100 <i>nm</i>	77,12	0,71(1)	1250	257,52	1,23
600 nm	84,55	0,71(1)	2110	475,7	1,24

Tab. 5-1: Ergebnisse der Anpassungen von $\omega G''(T)$ an das 3D-XY-Modell für die Supraleitung bei H = 0. Die Berechnung der Eindringtiefe liefert bezogen auf die Korngröße einen probendickenunabhängigen Wert von $\lambda_{xy}(0)/d_s = 1,25(1)$.

5.1.2 Zerstörung der 3D-XY Supraleitung: 35 nH⁻¹ Effekt

In Abb. 5-2 wird sichtbar, dass die Verallgemeinerung der Gl. (5.2) nur bis zu Temperaturen T_b Gültigkeit besitzt. Oberhalb von T_b treten Abweichungen in $\omega G''$ auf und zerstören die 3D-XY Supraleitung. Deutlich zu erkennen ist, dass sich bei der Übergangstemperatur T_b für alle Filme ein "universeller" Wert von

$$\omega G''(0,T_b) = 35(5)nH^{-1} \tag{5.3}$$

ergibt. Der Abstand $\Delta T_{cb} = T_c - T_b$ verringert sich mit zunehmender Filmdicke immer mehr. Zur Interpretation dieser "universellen" Eigenschaft wird die Phasenkohärenzlänge $\xi_c(T)$ benutzt, welche die Ausdehnung der Vortex-Loops im 3D-XY-Modell beschreibt. Für einen anisotropen Supraleiter besteht zwischen der c-Achsen Kohärenzlänge ξ_c und der Eindringtiefe λ_{ab}^2 entlang der ab-Ebene der Zusammenhang $\xi_c = C\lambda_{ab}^2(T)/\Lambda_T$ [6, 37]. Dabei definiert $\Lambda_T \equiv \phi_0/4\pi\mu_0 k_B T$ die thermische Länge. Aus der Ginzburg- Landau (GL) Theorie folgt als Abschätzung für die Konstante $C = 4\pi$, wobei für die Annahme von Fluktuationen Abweichungen von diesem Wert erwartet werden [6]. Mit gängigen Werten für YBCO, $\lambda_{ab}(0) = 140 nm$, $\xi_c(0) = 0.3 nm$ und $\Lambda_T = 235\mu m$ findet man einen realistischeren Wert von C = 4. Gleichung (5.2) mit dem universellen Wert aus Gl. (5.3) liefert eine Abschätzung für die Phasenkohärenzlänge bei T_b :

$$\frac{\xi_c(T_b)}{d} = \frac{CL_k(T_b)}{\mu_0 \Lambda_{T_b}} \simeq 0.4$$
(5.4)

Dieser Wert führt zu der Annahme, dass bei T_b die Supraleitung durch einen blow-out von Vortex-Loops mit einer Ausdehnung in c-Richtung von 0, 4d zerstört wird. Ähnliche Werte von 0,3 und 1 wurden durch Messungen an 4He-Filmen bzw. durch Monte-Carlo Simulationen des 3D-XY Modells gewonnen [37]. Der Übergang zur Normalleitung scheint durch die Vergrößerung der Vortex-Ringe und ihrem Aufbrechen (blow-out) in Vortex-Antivortex-Linien bei T_c bestimmt zu sein, wenn die Kohärenzlänge $\xi_c(T)$ die Größe des Systems erreicht, wie es zuerst von Onsager für suprafluides Helium [36] vorgeschlagen wurde. Schneider [37] vermutete vor kurzem, dass ein blow-out unterhalb von T_c gerade in dünnen YBCO-Filmen, die nur einige Einheitszellen dick sind, auftritt. Dieses geschah dort, wo die Vortex-Schleifengröße, d.h. die Phasenkohärenzlänge ξ_c etwa die Filmdicke erreicht, $\xi_c(T_b) \leq d$. Er betrachtete diesen dicke-kontrollierten blow-out bei $T_{b}(d) < T_{c}$ als eine Kosterlitz-Thouless (KT)-artige Auflösung der kritischen Schleifen in Vortex-Antivortex (V/A)-Linien, die den gesamten Film durchziehen. Der Verlust der Phasenkohärenz in den sehr dünnen $(d \ll \xi_c(T))$ supraleitenden Filmen wird häufig mit dem thermisch getriebenen Auflösen (Unbinding) der größten V/A-Paare in 2D begrenzt [43, 44, 45]. In diesem herkömmlichen KT-Szenario entsteht die Auflösung aus der starken Verbreitung von kleinen V/A-Paaren, die das (logarithmische) bindende Potential abschirmen.

5.1.3 Abschirmung im normalleitenden Zustand (T>T_b)

Nachdem in Kapitel 5.1.1 für $T < T_b$ die Evidenz für das 3D-XY Modell gezeigt wurde und die Temperatur T_b mit dem Aufbrechen von Vortex-Loops assoziiert wurde, wird nun der Bereich $T > T_b$ untersucht. Dazu werden wieder nach Kapitel 3.3.1 aus den Suszeptibilitätsmessdaten durch Inversion die komplexen Leitwerte bestimmt. Exemplarisch ist dies in Abb. 5-3 anhand des 100 *nm* Films dargestellt. Die zugehörigen Messwerte wurden in Abb. 5-1 gezeigt.



Abb. 5-3: Temperaturabhängigkeit der Abschirm- und Verlustkomponente des Leitwerts oberhalb von T_c des 100 nm Films im Nullfeld [24]. Die Linien sind Punktverbindungslinien zur besseren Kenntlichkeit. Ergänzend sind die Daten für 10 kHz, 100 kHz und 800 kHz eingetragen, die am selben Film von A. Wriedt gemessen wurden.

Deutlich zu erkennen ist, dass die supraleitende Abschirmung, d.h. G' = 0 nur noch bei höheren Frequenzen und tieferen T's vorhanden ist und $\omega G''$ bis dorthin durch ein GL-typisches Temperaturverhalten, welches aus dem Verschwinden des GL-Ordnungsparameters folgt, bei $T = T_0$ beschrieben werden kann:

$$\lim_{\omega \to \infty} \left[\omega G_{GL} "(\omega, T) \right] = L_{k, GL}^{-1}(T)$$
$$= \frac{d}{\mu_0 \lambda_{GL}^2(0)} \left(1 - \frac{T}{T_0} \right), \qquad T_b < T \le T_0$$
(5.5)

Diese GL-artige T-Abhängigkeit [39, 48-51] tritt bei allen untersuchten Filmen auf und wird für $T > T_b$ bei hohen Frequenzen ($\omega \tau \gg 1$) erreicht, siehe Kapitel 4.1.4. Zur Unterscheidung von $L_{k,XY}$ wurde die inverse kinetische Induktanz für diesen Bereich mit $L_{k,GL}^{-1}$ bezeichnet. In Tab. 5-2 sind die Parameter der Anpassungen für die GL-(Molekularfeld) Übergangstemperatur T_0 und die Amplitude $\omega G''_{GL}(T = 0)$ gelistet. Ein Vergleich mit der kritischen 3D Temperatur T_c zeigt, dass der Abstand $\Delta T_{0c} = T_0 - T_c$ mit $\Delta T_{0c} \approx 2K$ unabhängig von d zu sein scheint. Die Werte für die GL-Eindringtiefe liegen über denen aus der BCS-Theorie bestimmten, $\lambda_{GL}(T = 0) > \lambda_{BCS} \gtrsim 140 \text{ nm}$. Das Verhältnis der Eindringtiefe zur Korngröße liefert hier eine größere Variation von $\lambda_{GL}(0)/d_g = 1,29(7)$ als im XY-Bereich, wo er mit $\lambda_{GL}(0)/d_g = 1,25(1)$ recht eindeutig ist. Wichtig ist jedoch das Ergebnis, dass sich der Korndurchmesser direkt auf die Eindringtiefe auswirkt.

Die Abweichungen von $\omega G''$ von Gl. (5.5) in Abb. 5-3 bei Temperaturen nahe T_0 sind verbunden mit dem Auftreten von Verlusten G' > 0 aufgrund endlicher Frequenzen $\omega < \infty$ und werden im nächsten Abschnitt untersucht.

Film	$T_0[K]$	$\Delta T_{0c}[K]$	$L_{k,GL}^{-1}(0)[nH^{-1}]$	$\lambda_{GL}(0)[nm]$	$\lambda_{\scriptscriptstyle GL}(0)/d_{\scriptscriptstyle g}$
50 nm	86,3	2,1	1104,64	189,79	1,19
100 <i>nm</i>	79,23	2,11	982,45	284,6	1,36
600 nm	86,1	1,55	1812,3	513,28	1,33

Tab. 5-2: Ergebnisse der Anpassungen von $\omega G^{"}(T)$ an das GL-Modell für die Supraleitung bei H = 0. Die Berechnung der Eindringtiefe bezogen auf die Korngröße liefert $\lambda_{GL}(0)/d_s = 1,29(7)$.

5.1.4 Dynamik im Ginzburg-Landau Bereich

Zur weiteren Analyse der Frequenzunabhängigkeit werden zunächst im Bereich $T > T_c$ die Verluste $\omega G'$ anhand der Temperatur T_{ω} des Maximums von G' untersucht. Wie am 100 *nm* Film in Abb. 5-3 sichtbar ist, sinkt die GL-Abschirmung in der Umgebung von T_{ω} von $L_{k,GL}^{-1}(T)$ auf 0 ab. Die Temperatur T_{ω} steigt mit zunehmendem ω an. Zur Beschreibung dieses dynamischen Übergangs vom Ohmschen zum abschirmenden Verhalten wird die Phasenrelaxationszeit $\tau(T)$ eingeführt und ein Ansatz der Form

$$\omega G_{GL}(\omega, T) = L_{k, GL}^{-1}(T) S(\omega \tau(T))$$
(5.6)

gewählt. Zur Bestimmung der dynamischen Skalenfunktion $S(\omega \tau(T))$ wurden folgende Überlegungen angestellt: Weit oberhalb von T_c kann man unkorrelierte Fluktuationen mit einer "Drude"-Dynamik der Form

$$S_{D}(\omega\tau) = \frac{\omega\tau}{1+i\omega\tau}$$
(5.7)

erwarten [52]. Dieses entspricht der Landau-Khalathnikov Dynamik für ungeladene Supraflüssigkeiten [53]. In Abb. 5-3 ist exemplarisch der beste Fit für $S_D(\omega\tau)$ eingezeichnet. Deutlich ist zu erkennen, dass diese "Drude"-Dynamik nicht befolgt wird.

Für eine 2D-Vortex/Antivortex Dynamik werden verschiedene Skalenfunktionen in der Literatur vorgeschlagen [6,43,44,52]. Es zeigt sich [24, 55], dass die besten Übereinstimmungen der Skalenfunktion S = S' + iS'' mit der Form

$$S''(\omega\tau) = \frac{1}{1 + (\omega\tau)^{-\alpha}}$$
(5.8)

mit $\alpha \leq 1$ und der zugehörigen Kramer-Kronig Transformierten S' erreicht werden können.

Damit kann nun die Phasen-Relaxationszeit $\tau(T)$ genauer untersucht werden. Die Peaklage bei T_{ω} wird unabhängig vom Modell direkt aus der Messung gewonnen. Mittels der Gl. (5.6) und Gl. (5.8) folgt die Phasen-Relaxationszeit bei T_{ω} direkt aus:

$$\omega\tau(T_{\omega}) = 1 \tag{5.9}$$

Wir [24] nehmen an, dass $\tau(T)$ durch Bildung von thermischen V/A-Fluktuationen mit einer Arrhenius-förmigen Wahrscheinlichkeit

$$\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{U}{T}\right), \quad \tau(\infty) \equiv \lim_{T \to \infty} [\tau(T)] = \tau_0 \tag{5.10}$$

bestimmt ist. Hierin sind U(T) die Bildungsenergie für ein V/A Paar und $\tau(\infty)$ eine mikroskopischen Nukleationszeit $\tau_0 = \tau(U(T) = 0)$. Aus Gl. (5.9) folgt damit für die inverse peak-Temperatur:

$$\frac{1}{T_{\omega}} = \frac{1}{U} (\ln \tau_0^{-1} - \ln \omega)$$
 (5.11)

Diese aus dem Arrhenius-Gesetz folgende Analyse der T_{ω} 's ist in Abb. 5-4 für alle Filme gezeigt. Die aus der Steigung der jeweiligen Gerade ermittelten Werte für $U(T_{\omega})$ und τ_0^{-1} sind unphysikalisch groß. Daher machen wir einen GL-basierter Ansatz einer temperaturabhängigen Barriere

$$U(T) = U_0 \left(1 - \frac{T}{T_0} \right) = E_c \left(T \right) = E_c \left(1 - \frac{T}{T_0} \right), \quad T_b < T \le T_0$$

$$\sim \tau(T) = \tau_0 \exp\left(-\frac{U_0}{T_0}\right) \exp\left(\frac{U_0}{T}\right), \quad \tau(\infty) \equiv \lim_{T \to \infty} [\tau(T)] = \tau_0 \exp\left(-\frac{U_0}{T_0}\right) \quad (5.12)$$

mit der Nukleationsenergie E_c eines Vortex-Kerns. Dieser Ansatz erklärt die hohe Achsenabschnitts-Frequenz $\tau^{-1}(\infty) = \tau_0^{-1} \exp(U_0/T_0)$ und ermöglicht die Bestimmung der physikalisch sinnvollen Arrhenius-Sprungfrequenz bzw. -Zeit:



$$\tau_0 = \tau(\infty) \exp\left(\frac{U_0}{T_0}\right) \tag{5.13}$$

Abb. 5-4: Arrhenius-Analyse der peak Temperatur T_{ω} von $\omega G'(T_{\omega})$. Die Steigung definiert die Aktivierungsenergie U(T = 0), die in Abb. 5-5 aufgetragen ist.

Die so aus Abb. 5-4 ermittelten U(0) und τ_0 sind in Tab. 5-3 zusammengefasst. Zur weiteren Analyse sind in Abb. 4-5 die aus den Steigungen gewonnenen Barrieren U(T = 0), aus Abb. 5-4, gegen die kinetische Induktanz der GL-Supraflüssigkeit $L_{k,GL}^{-1}(0) = \omega G_{GL}^{"}(\infty, 0)$ bei T = 0 aufgetragen. Zum Vergleich ist die Nukleationsenergie zur Entstehung eines einzelnen Vortex-Kerns eingezeichnet. Diese ergibt sich nach GL zu [44, 45]:

$$E_{c}(T) = \frac{\phi_{0}^{2}}{4L_{k,GL}(T)}$$
(5.14)



Abb. 5-5: Aktivierungsenergie der Phasen-Relaxationszeit $\tau(0)$ gegenüber der inversen kinetischen Leitfähigkeit $L_{k,GL}^{-1}(0)$ im abgeschirmten Nullfeld. Zur Ergänzung sind Literaturdaten hinzugefügt, die den Hauptbeitrag der Vortexenergie E_c zu U(0) verdeutlichen.

Film	50 nm	100 nm	600 nm
U(0)[K]	150809	106023	156213
$\tau_0[s]$	3,20.10-9	2,11.10-7	1,68.10-9

Tab. 5-3: Ergebnisse aller Filme im Nullfeld für die Barriere U(T = 0) und Phasen-Relaxationszeit $\tau(\infty)$ aus Abb. 5-4

Dieser Vergleich spricht dafür, dass die Barriere U(0) durch die Bildung von Vortexscheinen logarithmischen Kernen (E_c) bestimmt ist. Daher die V/A-Wechselwirkungsenergien, die die wesentlichen Bestandteile des KT-Übergangs sind, in dieser inkohärenten Phase unterdrückt. Diese Korrelation zwischen U(0) und E_c wird durch Daten aus der Literatur weiter gestützt. Die Ergebnisse für ein und zwei Einheitszellen dicke Filme bei niedrigem L_k^{-1} sind vermutlich durch Pinning vergrößert. In guter Übereinstimmung mit Gl. (5.10) zeigt $\tau(T)$ keine KT-ähnliche Singularität [39, 43, 44], obwohl die Werte von $L_k^{-1}(T_{\omega})$ für die unterschiedlichen Frequenzen nahe beim "universellen" Wert des KT-Übergangs von $\omega G''(T_{KT}(d)) = 2/\mu_0 \Lambda_{T_{\omega}} \approx 7 (nH)^{-1} (\text{mit } \Lambda_T = 0, 23 nm) \text{ liegen.}$

Es stellt sich die Frage, woher dieses KT-ähnliche Verhalten von $\omega G''(\omega, T_{\omega})$ kommt, wenn doch die V/A-Interaktion eher unwichtig ist. Um diese Frage zu beantworten, bestimmt man zunächst mittels $\omega \tau(T_{\omega}) = 1$, Gl. (5.9) die Barriere zu $U(T_{\omega}) = k_B T_{\omega} \ln[1/\omega\tau(\infty)]$. Um eine Verbindung zu den Messdaten zu erreichen, nutzt man die in Abb. 5-5 gefundenen Ergebnisse der Verbindung zu E_c . Mit Gl. (5.14) kann über die oben gemachte Annahme $U(T) \simeq E_c(T)$, Gl. (5.12) folgender Zusammenhang hergestellt werden:

$$\omega G''(\omega, T_{\omega}) \simeq L_{k, GL}^{-1}(T_{\omega}) = \frac{2}{\mu_0 \Lambda_{T_{\omega}}} \cdot \frac{1}{2\pi} \ln\left(\frac{1}{\omega \tau_0}\right)$$
(5.15)

Dies entspricht jedoch dem KT-Wert modifiziert mit einem Faktor $\log(\omega)$. Mittels des Zusammenhangs nach Gl. (5.11) und τ_0 nach Gl. (5.13) bestimmt aus Abb. 5-4 erhält man z.B. $\ln[1/\omega\tau_0]/2\pi = 1,2(1)$ bei $\omega/2\pi = 1 \, kHz$. Damit ergibt sich der oben angewandte Wert:

$$\omega G''(\omega, T_{\omega}) \approx \frac{2}{\mu_0 \Lambda_T}$$
(5.16)

Dieser Zusammenhang wurde in einer qualitativeren Form von Rogers *et al.* [39] genutzt, um das Verhalten von $G(\omega)$ anhand von stark pinnenden Pancake-Vortices in Einschicht Bi-2212 Filmen zu untersuchen. Interessant ist, wie in Abb. 5-5 zu sehen, dass die von Corson *et al.* [50] mittels Skalenanalyse von $\sigma(\omega)$ bestimmte Barriere an 50 *nm* dicken, epitaxialen Bi-2212 Filmen ebenfalls nahe bei E_c liegt. In ihrer Veröffentlichung zeigen sie ihre Prüfung der Zwischenebenen-Dynamik von V/A Pancakes für $\omega/2\pi \ge 0.1$ *THz* und verbinden ähnliche Phänomene, wie in dieser Arbeit gezeigt, mit der KT-Bindung.

Für die untersuchten Filme legen die bisherigen Überlegungen für den Bereich oberhalb von T_c nahe, dass die Phaseninkohärenz, d.h. der normleitende Zustand unterhalb von der GL-Temperatur T_0 , von der Nukleation von ungebundenen V/A-Linien herrührt. Diese beginnen sich bei $T = T_b$ zu Vortex-Ringen zusammenzubinden. Eine Bestätigung für eine stabförmige Bewegung von Vortices wurde schon

früher durch Flux-Noise Messungen an beiden Seiten von dünnen YBCO und Bi-2212 Platten gefunden [56]. Mit diesem Hintergrund kann man die Amplitude des Arrhenius-Gesetzes $\tau(\infty)$ mit der Diffusionszeit eines Vortex mit der Länge d über die GL-Kohärenzlänge ξ_{GL}^2/D assoziieren. Mittels der Bardeen-Stephen Näherung für D folgt $\tau(\infty) \approx 2\Lambda_{T_0} d\mu_0 / \rho_n \approx 1, 3 \times 10^{-10} s$ für d = 100 nm, was im Bereich der experimentellen Daten liegt, siehe Tab. 4-3.

Ein thermisch aktiviertes Verhalten wurde ebenfalls in der Literatur [67,68] an dünnen YBCO-Filmen im Nullfeld beobachtet. Die DC-Leitfähigkeit $G'(0,T) \sim \tau$ liefert für d=100 nm bzw. d=375 nm Barrieren von $U(0) = 10^5 K$ [67] und $U(0) = 3,2 \times 10^5 K$ [68]. Diese großen Werte stimmen sehr gut mit den hier beobachteten überein. Für die Abweichungen $U(0) \ge E_c(0)$ sind möglicherweise Pinning und V/A-Interaktionen verantwortlich, Abb. 5-5.

Das hier beobachtete Arrhenius-artige Verhalten von T_{ω} für niedrige Frequenzen wurde unter anderem auch von Ö. Festin *et al.* [28,49] an 20 *nm* und 50 *nm* dicken YBCO-Filmen auf SrTiO₃ (STO) gefunden. Sie untersuchten $5 \times 5 \, nm^2$ große Filme in Feldern von $H_0 = 2,5 \, mOe - 1 \, Oe$ bei Anregungsfrequenzen von 170 *mHz* - 17 *kHz*. Der lineare Bereich wurde von ihnen über das Fourier-Spektrum der magnetischen Antwort einer $f = 5,1 \, Hz$ AC-Messung bestimmt. Daraus ergaben sich lineare Anregungsamplituden von $0,5 \, mOe$ im Nullfeld und $1 - 3 \, mOe$ bei einem externen Feld von $H_0 = 1 \, Oe$. Für beide Filme bestimmten sie ebenfalls die inverse kinetische Induktanz $L_{kct}^{-1}(T) \propto (T_0 - T)$ und die mean-field Übergangstemperatur T_0 . Ihr Messbereich war allerdings auf den Bereich um die Absorptionsmaxima auf einen kleinen Temperaturbereich beschränkt, so dass ein Vergleich mit eventuellen 3D-XY Ergebnissen nicht möglich ist. Wie in Abb. 5-6 zu sehen, wurde von ihnen ebenso ein frequenzunabhängiger GL-Bereich beobachtet, der sich in unserem Vortex Modell beschreiben lässt.



Abb. 5-6: *AC-Leitfähigkeit* ωG gegen die Temperatur von Ö.Festin et al. [28] für 50 nm YBCO-Filme auf STO

5.1.5 Mikrowellen Leitfähigkeit im GL-Bereich

Zur weiteren Überprüfung des Vortexnukleations-Modells wurden von A. Wriedt zunächst die Messungen auf den Frequenzbereich f = 1 kHz - 800 kHz, später von D. Görlitz und D. Dölling auf den GHz-Bereich [46] ausgedehnt. Somit steht für diese Filme der gesamte Bereich von f = 30 mHz - 21, 3 GHz zur Verfügung. Diese Frequenzmessungen über 12 (!) Größenordnungen hinweg zeigen als Erweiterung von Abb. 5-3 in Abb. 5-7 folgendes Verhalten der Temperaturen T_{ω} der Leitfähigkeitsmaxima. Die gestrichelte Linie stellt das oben vorgestellte V/A-Modell dar, das für den niedrigeren Frequenzbereich sowohl in Lage und Höhe der Maxima sehr gut übereinstimmt. Abweichungen treten erst im Mikrowellengebiet (einschließlich der hier nicht gezeigten 31.3 GHz-Daten [46]) auf. Diese Abweichungen motivieren die Beschreibung durch ein alternatives Modell über die Annahme einer T_0 -Verbreiterung.

In Abb. 5-8 wurde dazu die Arrhenius-Analyse aus Abb. 5-4 um die Ergebnisse der hochfrequenten Messungen erweitert. Für Frequenzen $\omega/2\pi < 1MHz$ ist deutlich das schon gezeigte Arrhenius-Verhalten zu erkennen, was eindeutig an die Erzeugung von V/A-Kernen gekoppelt ist. Im Mikrowellenbereich tritt allerdings eine Peak-Verschiebung zu höheren Temperaturen auf. Damit zeigt sich, dass die für den tiefen Temperaturbereich gültige Beschreibung über V/A-Fluktuationen im Mikrowellenbereich nicht mehr anwendbar ist. Argumente gegen eine V/A-Fluktuation von HTSL wurden schon von H.K. Olsson et al. für die Leitfähigkeit im Mikrowellenbereich gefunden [61].



Abb. 5-7: Leitfähigkeitspeak des 50 nm Films zwischen T_{GL} und T_c . [46]



Abb. 5-8: Arrhenius-Darstellung der peak-Temperatur T_{ω} für 50 nm und 100 nm. Die gestrichelte Linie stellt das 2D-Vortex Modell dar, Gl. (4.13) [24], die durchgezogene Linie das T_{GL} -Verbreiterungsmodell [46].

Ihren Hinweisen folgend wurde für die onset-Temperatur T_0 eine Gauss-artige Verteilung $P(t_0)$ um die GL-Temperatur T_{GL} herum angenommen. Mit $t_0 = T_0/T_{GL}$ lautet die Annahme:

$$P(t_0) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \,\delta t_0} \exp\left[-\frac{(t_0 - 1)^2}{2 \,\delta t_0^2}\right]$$
(5.17)

Mit der Annahme eines effektiven Mediums [61-63] und $t \equiv T/T_0$ folgt die dynamische Leitfähigkeit zu:

$$\frac{1}{\sigma(\omega,T)} = \int_{0}^{T/T_{GL}} \frac{P(t_0)}{\sigma_D^+(\omega,t)} dt + \int_{T/T_{GL}}^{\infty} \frac{P(t_0)}{\sigma_D^-(\omega,t) + \sigma_D(\omega,t)} dt.$$
(5.18)

 $\sigma_{GL}(\omega, t) = \sigma_{GL}(\omega, 0)(1 - t)$ stellt den Beitrag der GL-Supraflüssigkeit dar. σ_D^+ und σ_D^- sind kleine Drude-Beiträge über und unterhalb von T_0 . Die Berechnung [64] mit kleinen Verteilungen von $\delta t_0 = 0,0022$ für 50 nm und $\delta t_0 = 0,004$ für 100 nm führte zu einer sehr guten Beschreibung der peak-Position, Abb. 4-7. Die auftretenden Abweichungen der Peakhöhe können möglicherweise auf die Form der Verteilungsfunktion Gl. (5.17) zurückgeführt werden.



5.1.6 Charakteristische T's im Nullfeld

Abb. 5-9: Zuordnung der unterschiedlichen Temperaturdefinitionen anhand der Messdaten des 50 nm Films für f = 1kHz mit der Ginzburg-Landau (GL)-Temperatur T_0 (mean-field), der peak-Temperatur T_{ω} , der kritischen Temperatur T_c und der Vortex/ Antivortex blow-out Temperatur T^* als Übergangstemperatur zwischen dem 3D-XY und dem GL-Verhalten [24, 46]

Die bisherigen im Nullfeld gewonnenen Ergebnisse sind am Beispiel des 50 nm Films in Abb. 5-9 zusammengefasst. Unterhalb von T_c befolgt $\sigma'' \sim (T_c - T)^{0.69}$ in guter Näherung das 3D-XY kritische Verhalten. Beginnend mit der Temperatur T_b , die als V/A blow-out Temperatur charakterisiert werden konnte, ist ein Übergang in ein inkohärentes GL-Verhalten zu beobachten. Bei T_b wurde ein frequenz- und dickenunabhängiger Wert der inversen kinetischen Induktanz von $L_k^{-1} \approx 35 nH^{-1}$ gefunden, der universell für das Nullfeld zu sein scheint. Das inkohärente GL-Verhalten lässt sich bis in die Nähe der frequenzabhängigen peak-Temperatur T_{ω} fortführen. Durch Extrapolation des GL-Verhaltens unter Einbeziehung aller gemessenen Frequenzen gelangt man zur GL-onset-Temperatur T_0 (mean-field).



Abb. 5-10: Mögliche topologische Anregungen der supraleitenden Phase bei Abwesenheit eines externen Feldes mit Zunahme der Temperatur $(d = Filmdicke, s = CuO-Ebenenabstand, r_p = Pancakeabstand eines V/A-Paares)$

Um sich ein Bild der Vortexeigenschaften zu den unterschiedlichen Temperaturen machen zu können, wurden in Abb. 5-10 die unterschiedlichen möglichen Vortexzustände und temperaturabhängigen Anregungen untersucht und auf einer Temperaturachse aufgetragen. Von tiefen Temperaturen her ergibt sich für die Zerstörung von Supraleitung von YBCO-Filmen im Nullfeld so folgendes Bild:

Zunächst bilden sich unkorrelierte V/A-Paare innerhalb der Kupferoxidebenen aus. Mit zunehmender Temperatur steigen sowohl die Anzahl der V/A-Paare als auch ihre Größe r_p . Wird dieser Abstand größer als der CuO-Ebenenabstand, so kann eine Kopplung zwischen den Ebenen stattfinden und es bilden sich Vortexringe aus. Der Ringradius nimmt mit steigender Temperatur zu und ist durch die Gesamtdicke *d* des Supraleiters limitiert. Oberhalb einer Temperatur T_b (break-/blow-out-Temperatur) überschreitet der Ring-Radius die Gesamtfilmdicke und die V/A-Ringe brechen zu V/A-Linien auf, dem Loop blowout. In Abb. 5-11 ist der Vortex-Blowout bei T_c gezeigt, wie er in der Arbeit von Tešanović [74] dargestellt ist. Er untersucht in seiner Arbeit unter anderem das Aufbrechen von V/A-Ringen unterhalb von T_c , wie es auch hier bei $T_b < T_c$ angenommen wurde.

Oberhalb der kritischen Temperatur T_c beginnen sich diese Linien, aber auch kleinere Ringe aufgrund der starken, thermischen Bewegung in einzelne Pancakes aufzulösen, d.h. die Phasenkohärenz wird immer geringer und verschwindet bei Erreichen der mean-field Temperatur T_0 . Oberhalb von T_0 verbleiben Bereiche mit endlicher Cooper-Paar Dichte (blau in Abb. 5-10), die mit steigender Temperatur schrumpfen. Man spricht in diesem Fall von lokaler Supraleitung. Dieser Bereich ist mittels dieser Messmethode nicht direkt zugänglich und in dieser Arbeit nicht weiter untersucht worden.



Abb. 5-11: Vereinfachte Darstellung des Vortex-Blowouts bei T_c im Nullfeld [74]

Bei den hier untersuchten Frequenzen ω wurden unterhalb von T_b keine Verluste gemessen, $G'(T < T_b, \omega) = 0$. Mit zunehmender Frequenz, d.h. kleineren Beobachtungszeiten, erscheinen die Vortices stärker gekoppelt, so dass für $\omega \tau(1) > 1$, d.h. $T < T_{\omega}$, die GL-Abschirmung $\omega G''(T) \sim (T_0 - T)$ deutlich wird, Abb. 5-4 und 5-8. Für die hier gemessenen Frequenzen < 1MHz wird das GL-Verhalten von $\omega G''$ immer unterhalb der peak-Temperatur T_{ω} beobachtet. Dieses beobachtete Verhalten deckt sich mit den Ergebnissen anderer Gruppen, wie z.B. den in der Abb. 5-6 gezeigten von Ö. Festin [28]. Bei höheren Frequenzen scheint sich die Dynamik zu ändern und eine Beschreibung mittels des T_{GL} -Verbreiterungsmodells [46] angebrachter zu sein. Die Details bei $T \rightarrow T_0$ sind noch unklar.

5.2 Einfluss extern induzierter Vortices

5.2.1 Überblick

Nachdem die dynamische Leitfähigkeit im Nullfeld und ihre Hauptparameter analysiert wurden, wird nun der Einfluss durch externe magnetfeldinduzierte Vortices auf das Einsetzen von Supraleitung in den Filmen untersucht. Dazu wurden lineare Suszeptibilitätsmessungen bei Magnetfeldern von 1 *Oe*, 10 *Oe*, 100 *Oe*, 1 *kOe* und 10 *kOe* mit Frequenzen von f = 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz bei einer Anregungsamplitude von 5 mOe durchgeführt. Die höhere Anregungsamplitude wurde gewählt, um ein besseres Signal-Rausch-Verhältnis zu erzielen und so die Messzeiten weiter zu verkürzen. Bei allen Feldern und Filmen war dennoch die Unabhängigkeit der magnetischen Antworten von der Anregungsamplitude gewährleistet. Höhere Anregungsamplituden bewirkten bei gleicher Peaklage zunächst eine minimale Verbreiterung des Absorptionspeak. Oberhalb von 10 mOe erfolgte auch eine Peakverschiebung. Da auch hier (wie bei H = 0) die Peaklage im Vordergrund steht, wurde die Zahl der Frequenzen auf vier beschränkt.

Die Untersuchungen in den oben angeführten Feldern erfolgten in Anlehnung an die Nullfeldmessungen. Als erster Schritt wurde geprüft, ob das im Nullfeld gefundene 3D-XY-Verhalten und das inkohärente GL-Verhalten auch bei $H \neq 0$ auftritt, d.h. ob ein Übergang von inkohärenter zu kohärenter Supraleitung erfolgt.

Zur Verdeutlichung der Frequenzabhängigkeit sind in Abb. 5-12 exemplarisch die komplexe Suszeptibilitäten und dynamische Leitwerte für zwei Felder gezeigt. Anschaulich ist zu sehen, dass sich das im Nullfeld gefundene Verhalten sowohl bei mittleren Feldern von H = 10 Oe als auch bei hohen von H = 1 kOe wiederfindet. Klar ist eine frequenzunabhängige Abschirmung unterhalb der Temperatur T_b zu erkennen, bei der ωG " den vom Nullfeld her bekannten Wert von $35 \pm 5 nH$ annimmt. In der Abwesenheit von Verlusten (G' = 0) ist ein guter Fit an das 3D-XY Potenzgesetz $\omega G''(\omega = 0, T < T_b) \sim (T_c - T)^{0.69}$ möglich und definiert so die kritische Temperatur $T_c(H)$. Gleichzeitig wird eine Absenkung von T_c mit dem Feld deutlich. Auch das in Kapitel 5.1 untersuchte inkohärente GL-Verhalten $\omega G''(\infty,T) \sim (T_0(H)-T)$ ist bei hohen Feldern wiederzufinden. Der damit verbundene "universelle Wert" der inversen kinetischen Induktanz bei der Vortexring-blow-out-Temperatur T_b von $\omega G''(\infty, T_b) = (35 \pm 5)nH^{-1}$ scheint so zumindest bis zu 1 *kOe* unabhängig von der Feldstärke zu sein. Das in Abb. 5-12 anhand des 50 nm Films gezeigte Verhalten findet sich bei allen Filmen 50 nm, 100 nm und 600 nm unter Einbeziehung aller Frequenzen. Beispielsweise für d = 600 nm, Abb. 5-13, im maximalen hier erreichten Feld von 10 kOe und wird im Folgenden detailliert untersucht.



Abb. 5-12: Vorgehensweise zur Bestimmung des dynamischen Leitwertes und der Temperaturen $T_c(H)$, $T_0(H)$ und $T_b(H)$ aus $\omega G''$ sowie $T_{\omega}(H)$ aus $\omega G'$ am Beispiel externer Magnetfelder von H = 10 Oe und H = 1 kOe am 50 nm Film. Von oben nach unten: Suszeptibilitätsmessdaten, invertierte Leitwerte



Abb. 5-13: Beispiel der Bestimmung am 600 nm Film für ein großes, externes Magnetfelder von 10 kOe. Die Bestimmung von $T_b(H)$ und $T_0(H)$ wird erst unter Einbeziehung <u>aller</u> gemessen Frequenzen eindeutig.

5.2.2 *wG*["]-Analyse, Phasendiagramm

Die kritische Temperatur T_c wurde mittels des Potenzgesetzansatzes bestimmt, der schon im Nullfeld zur Beschreibung des 3D-XY Bereichs diente. Erweitert um die Feldabhängigkeit lautet Gl. (5.2) für das 3D-XY Verhalten:

$$\omega G''(\omega = 0, T, H) = L_{kxy}^{-1}(T, H)$$

= $\omega G''(0, H) \left(1 - \frac{T}{T_c(H)}\right)^{\nu}, \quad T < T_b(H)$ (5.19)

Für den Exponenten ν wurden als Fitstartparameter die Werte des Nullfeldes gewählt. Die Ergebnisse sind in Abb. 5-14 für den 50 *nm* Film für alle Felder gezeigt. Es zeigt sich, dass die Daten sehr gut durch Gl. (5.19) angepasst werden können. Die Anpassungen für die 100 *nm* und 600 *nm* Filme in Abb. 4-15 ergeben ebenfalls zum Nullfeld vergleichbare Exponenten von $0.69 \le \nu \le 0.71$, siehe Tab. 5-4, d.h. dass $\nu(H) \simeq \nu$ feldunabhängig ist und das 3D-XY Verhalten ebenfalls im Feld zu beobachten ist.

Für Felder $H_0 < 100 \ Oe$ werden wie im Nullfeld unterhalb von $T_c(H)$ keine Verluste beobachtet, $\omega G' = 0$. Zwischen 0,1 *kOe* und 1 *kOe* treten auch Verluste unterhalb von $T_c(H)$ im Bereich von $T_b(H) < T < T_c(H)$ auf, wie in Abb. 5-14 deutlich sichtbar ist. Die Struktur der Verluste äußert sich in einer $\omega G'$ -Peakverbreiterung sowie einem zweiten Maximum oder Plateau bei $T_c(H)$. Diese Verbreiterung ist vermutlich auf einen Mischzustand Φ von Vortex-Loops und -Lines zurückzuführen, wie es von Z. Tešanović [74] vorgeschlagen wird.

Besonders deutlich wird das Auftreten der Verluste unterhalb $T_c(H)$ mit zunehmender Filmdicke, wie es in Abb. 5-15 für d = 100 nm und 600 nm zu erkennen ist. Damit verbunden zeigen sich Abweichungen des 3D-XY Verhaltens, wie es am ausgeprägtesten beim 600 nm Film im größten gemessenen Feld von 10 kOe auftritt. Bevor daher die Analyse der gefitteten kritischen Temperatur $T_c(H)$ und der Leitwertamplituden $\omega G''(0, H)$ vorgenommen wird, soll an diesem maximal hier erreichten Feld die Gültigkeit der 3D-XY Anpassung gezeigt werden. Zum Vergleich sind für die Felder 1 kOe und 10 kOe Anpassungen mit $\nu = \nu_{GL} = 1$ eingetragen, die einem GL-Verhalten entsprechen würden. Im Rahmen der Messfehler ist eine Anpassung für $T < T_b(H)$ dort zwar möglich, zeigen aber um $T_b(H)$ ebenfalls Abweichungen.

In Abb. 5-14 und 5-15 wurden nur Ergebnisse für die 1 *kHz* Messungen gezeigt. Die Anpassungen an Gl. (5.19) erfolgten aber wie in Abb. 5-12 und Abb. 5-13 gezeigt unter Einbeziehung aller gemessen Frequenzen des jeweiligen Feldes. Die Basis für die Gl. (5.19) liegt in der Annahme $\omega = 0$, also der Untersuchung der Induktanz im



Abb. 5-14: Links: Komplexe Suszeptibilität des 50 nm Films für 1 kHz in verschiedenen Feldern. Rechts: Zugehörige feldabhängige Temperaturveränderung der Leitfähigkeit gemessen bei $\omega/2\pi = 1$ kHz. Gefittet wurde die Abschirmkomponente mittels des Potenzgesetzes $\omega G \sim (T_e(H) - T)^{\nu}$. Der kritische Exponent ν ist feldunabhängig und entspricht der Vorhersage des 3D-XY Modells mit $\nu = 0.67(1)$ [24].



Abb. 5-15: Feldabhängige Temperaturveränderung der Leitfähigkeit gemessen bei $\omega/2\pi = 1 kHz$ für 100 nm und 600 nm

statischen Fall. Somit liegen niedrigere Frequenzen näher am statischen Fall als höhere. Im inkohärenten Bereich oberhalb von $T_c(H)$ ist dieses hingegen genau umgekehrt. Die Lagen von $T_b(H)$ und $T_c(H)$ am 600 nm Film in Abb. 5-15 ergeben sich daher unter Einbeziehung aller Frequenzen, wie es eingangs in Abb. 5-13 exemplarisch für $H = 10 \ kOe$ gezeigt wurde. Für Frequenzen $f < 100 \ Hz$ besteht dort eine sehr gute Übereinstimmung für den 3D-XY Bereich. Abweichungen treten erst bei höheren Frequenzen auf.

Die Ursache für die Abweichungen bei höheren Frequenzen ist vermutlich in der Vortexdichte der feldinduzierten Vortices zu suchen. Bildlich gesprochen wird durch sie aufgrund der höheren Dichte mit zunehmendem Feld die Bewegungsfreiheit der thermisch induzierten Vortices deutlich eingeschränkt. D.h. das Vortex-System folgt langsamen Änderungen leichter als schnelleren. Dieser Effekt würde das System gegenüber höherfrequenten Änderungen stabiler machen und somit eine höhere dynamische Leitfähigkeit zulassen, was, wie in Abb. 5-13 beobachtet, $\omega G''(1 \, kHz) > \omega G''(10 \, Hz)$ bedeuten würde. Ein weiterer Punkt ist die Linearität in diesem Bereich, die für 10 Hz eindeutig im Bereich von 5-10 mOe lag. Bei größeren externen Magnetfeldern treten bei höheren Frequenzen möglicherweise schon nichtlineare Effekte auf. Dieser Punkt soll später, nachdem der inkohärente Bereich der Supraleitung oberhalb von $T_c(H)$ untersucht wurde, weiter betrachtet werden.

Um die gewonnen Ergebnisse des 3D-XY Bereichs der unterschiedlichen Filme miteinander vergleichen zu können, wurden die feldabhängigen kritischen Temperaturen der unterschiedlichen Filme auf ihre jeweilige kritische Temperatur des Nullfeldes normiert und in Abb. 5-16 gegen das jeweilige Feld aufgetragen. In dieser doppellogarithmischen Darstellung ergaben sich Geraden, die mittels des Ansatzes

$$H_{c}(T) = H_{c}(0) \left(1 - \frac{T}{T_{c}(0)}\right)^{\beta}$$
(5.20)

angepasst wurden. Als Ergebnis zeigen sich Exponenten von $\beta = 2,1(1), 2,5(2)$ und 2,8(2) für die 50 *nm*, 100 *nm* und 600 *nm* Filme, siehe Tab. 5-4. Die Werte für die kritischen Felder zeigen eine inverse Dickenabhängigkeit, $H_c(0,d) \sim 1/d$. Der generelle Abfall von T_c mit Zunahme des externen Magnetfeldes ist das erwartete Verhalten, das sich aus der Magnetfeldabhängigkeit der Gitterkonstante $a_0 = \sqrt{\Phi_0/B}$ des Abrikosov-Gitters ergibt, Gl. (2.42). Dadurch verkleinert sich der Abstand der einzelnen Vortices zueinander und thermische Fluktuationen können das Gitter schon bei niedrigeren Temperaturen schmelzen lassen. Zum Vergleich der Ergebnisse wurden in Abb. 5-16 noch die Schmelzlinien H_m , Gl (2.42), sowohl für das GL-Modell (H_m^{GL}) mit dem Exponenten $\beta_{GL} = 2$ als auch für das 3D-XY Modell eingezeichnet. Letztere stellt die quasi-universelle Schmelzlinie für sehr reine und unverzwillingte YBCO



Abb. 5-16: Feldabhängigkeit der kritischen Temperatur

d [nm]	<i>ν</i> [−]	$L_{k,XY}^{-1}(0)[nH^{-1}]$	$L_{k_{XY}}^{-1}(T_b)[nH^{-1}]$	$H_c(0)[10^6 Oe]$
50	0,71(1)	920	38(2)	3,12(10)
100	0,71(1)	1250	31(3)	6,40(18)
600	0,69(1)	2000	42(2)	8,85(25)

Tab. 5-4: Kritischer Exponent der 3D-XY Anpassung über alle Felder hinweg und der Phasengrenze Gl. (5.19) und Gl. (5.20) sowie der zur Normierung genutzte $L_{kxy}^{-1}(0)$ Wert.

Kristalle dar und ist aus Widerstandsmessungen mit $H \parallel c$ durch [9, 10]

$$H_m^{Kristall}(T) \approx 100T \cdot \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^{4/3}$$
(5.21)

gegeben. Des Weiteren sind die 3D-XY relevanten Schmelzlinie H_m , Gl. (2.37), und H_{ϕ} , Gl. (3.28), nach Z. Tešanović eingetragen. Der Übergang von H_{ϕ} zu H_m ist durch einen gestrichelten Pfeil dargestellt.

Die beste Übereinstimmung mit der Schmelzlinie, Gl. (2.42), ist mit dem Exponenten von $\beta_{GL} = 2$ für den 50 *nm* Film erfüllt und liefert für die Lindemannzahl $c_{L} \approx 0, 15$ in Übereinstimmung mit den Literaturdaten. Oberhalb von H_{g} bewegen sich die kritischen Temperaturen im Bereich der 3D-XY Schmelzlinie, Gl. (2.37). Folglich gilt für diesen Feldbereich $T_{c}(H) \approx T_{m}(H)$, was mit der in Abb. 5-15 gemachten Bestimmung von T_{m} anhand des Einsetzens der Verluste gut übereinstimmt.



Abb. 5-17: *a)* Auf den Nullfeldwert normierte Abschirmung (inverse kinetische Induktanz) der 3D-XY Anpassung aller Filme. *b)* Absenkung der blow-out-Temperatur $T_b(H)$ gegenüber der kritischen 3D-XY Temperatur $T_c(H)$. Das kritische Feld der Körner $H_g = \Phi_0/d_g^2$ liegt in beiden Fällen im Bereich des Crossovers von $10^2 - 10^3$ Oe.

In Abb. 5-17 ist die *H*-Abhängigkeit der kinetischen Induktanz auf den Nullfeldwert normiert sowie die relative $T_b(H)$ Entwicklung für die drei Filme dargestellt. Deutlich zu erkennen ist eine Änderung der Feldabhängigkeit im Bereich von H_g , so dass sich das kritische Feld der Körner auch hier widerspiegelt. Die Amplituden der kinetischen Induktanz aller Filme entsprechen bis zu einem externen Magnetfeld $H_0 \approx 100 \, Oe$ denjenigen des Nullfeldes. In der Umgebung von H_g erfolgt ein steiler Abfall. Eine lineare Extrapolation führt zu einem Verschwinden der Leitfähigkeit bei H = 110 (30) kOe. Unter Berücksichtigung der granularen Struktur der Filme, Abb. 5-18, lassen sich folgende Schlussfolgerungen ziehen:

- $H < H_s$ Der intergranulare Bereich wird mit Josephson-Vortexkernen gefüllt. Die thermischen Vortex-Fluktuationen in den Körnern werden davon nicht wesentlich beeinflusst.
- $H = H_s$ Sättigung der Korngrenzen mit extern induzierten Vortices.
- $H > H_g$ Abrikosov-Vortices dringen in die Körner ein und schwächen den supraleitenden Ordnungsparameter. Somit nimmt $n_s(H)$ ab, Abb. 5-17. Wegen $n_s(H) \sim \lambda^{-2}(H) \sim \omega G''$ nimmt $\xi_c(H,T) \sim \lambda^2(H)$ [24] zu und erreicht bereits bei tieferer Temperatur das blow-out-Kriterium der YBCO-Filme, $\xi = 0, 4 d$. Für den d = 50 nm Film scheint diese Bedingung wegen $L_k^{-1}(T_b, H) = d/\mu_0 \lambda_{ab}^2(T_b) = 38 nH^{-1}$, Abb. 5-14, für das blow-out-Kriterium Gl. (4.4), $\xi_c(T_b) = 0, 4 d$ erhalten zu bleiben und erklärt die Abstandsvergrößerung von $T_c(H) - T_b(H)$ mit Feldzunahme, Abb. 5-17(b). $L_k^{-1}(T_b)$ scheint bei den 100 nm und 600 nm Filmen jedoch vergrößert, Abb. 5-15, d.h.

$$\frac{\xi(T_b(H))}{d} < 0, 4. \tag{5.22}$$



Abb. 5-18: Auswirkung der durch das externe Feld H induzierten Vortices (blau) auf das Abschirmverhalten des Films. Bis zum kritischen Feld H_s der Körner (grau) verteilen sich die Vortices entlang der Korngrenzen (weißer Bereich). Oberhalb davon beginnen die Vortices (rot) in die Körner einzudringen und schwächen die supraleitende Abschirmung.

5.2.3 Dynamische Leitfähigkeit; $\omega G'$ -Analyse ($T > T_b(H)$)

Als nächster Schritt wird der Bereich der inkohärenten Supraleitung oberhalb von T_b bis hinauf zum onset T_0 untersucht. Wie schon im Nullfeld wurde für alle feldabhängigen Messungen ωG im inkohärenten GL-Bereich gemessen und die charakteristischen Temperaturen T_0 , T_c , T_{ω} als Funktion von H bestimmt, Abb. 5-12 und 5-13. Dieses war auch bei hohen Feldern und dickeren Filme unter Einbeziehung aller gemessenen Frequenzen möglich, wie es eingangs in Abb. 5-13 für 600 nm bei 10 kOe gezeigt wurde. Zur Beschreibung des inkohärenten GL-Bereichs wurde die im Nullfeld verwendete Gl. (5.5) erweitert auf die Feldabhängigkeit und lautet:

$$\omega G''(\omega = \infty, T, H) = L_{k_{GL}^{-1}}(T, H)$$

= $\frac{d}{\mu_0 \lambda_{GL}^2(0, H)} \left(1 - \frac{T}{T_0(H)}\right), T_b(H) < T \le T_0(H)$ (5.23)

Die weitere Untersuchung des inkohärenten GL-Bereichs erfolgt in Anlehnung an die Methoden des 3D-XY Bereichs in Kapitel 5.2.1. So wurde die Temperaturabhängigkeit des GL-Übergangs $T_{c_2}(H)$ mittels des Ansatzes

$$H_0(T) = H_0(0) \left(1 - \frac{T}{T_0}\right)^{\beta_0}$$
(5.24)

analysiert und ist in Abb. 5-19 in doppellogarithmischer Darstellung mit der Anpassung für vorgegebenes T_0 gezeigt, Tab. 5-5..



Abb. 5-19: Absenkung der onset-Temperatur $T_0(H)$ gegenüber der onset-Temperatur T_0 im Nullfeld

d [nm]	$oldsymbol{eta}_{0}[-]$	$H_0(0)[10^6Oe]$	$\xi_0(nm)$
50	2,74	59,6	0,24
100	2,76	33,6	0,31
600	1,97	6,0	0,74

Tab. 5-5: Parameter des GL-inkohärenten Bereichs für $\omega \rightarrow \infty$, d.h. $T_b < T < T_0$

Im Vergleich mit GL fällt sofort der überhöhte Exponent $\beta_0 \gg \beta_{GL} = 1$ auf. Zur Verdeutlichung ist in Abb. 5-19 das obere kritische Feld $H_{c_2}(T) \approx 120 T (1 - T/T_c)$ [18], Gl. (2.22), eingetragen. $H_0(0)$ sollte nach GL, Gl. (2.22) und (2.26), den mean-field Parameter

$$H_{c_2}(T) = \frac{\phi_0}{2\pi\xi_{ab}^{2}(0)} \left(1 - \frac{T}{T_0}\right)$$
(5.25)

mit der Kohärenzlänge $\xi_{ab}(0)$ verknüpfen und liefert eine mittlere Kohärenzlänge von $\overline{\xi}_0(0) = 0,43(21) nm$. Damit liegt $\xi_0 \ll \xi_{ab} = 1,2 nm$ unterhalb der GL-Kohärenzlänge und bedingt damit auch die niedrigere onset-Temperatur $T_0(H) < T_{c_2}(H)$. Dieses Verhalten ist auf den Effekt der Vortex-Fluktuationen zurückzuführen, die bei GL nicht berücksichtigt werden.

Da die Werte der Exponenten im gleichen Wertebereich liegen wie die Exponenten des 3D-XY Bereichs für die kritische Temperaturabhängigkeit, siehe Tab. 5-4, ist in Abb. 5-20 die relative Abstandsänderung zu T_c in der Form $(1 - T_c(H)/T_0(H))$ dargestellt. Die langsamere Absenkung von T_0 für den 600 *nm* dicken Film wird sofort deutlich. Das bedeutet, dass der Bereich der Fluktuationen bei dickeren Filme stark vergrößert ist. Zusätzlich wurden die kritischen Felder der Körner H_s eingetragen, die sich auch in diesem Temperaturbereich auswirken.



Abb. 5-20: Vergleich der relativen, feldabhängigen Abstandsänderung $T_0(H) - T_c(H)$



Abb. 5-21: Feldabhängigkeit der kinetischen Induktanz im inkohärenten GL-Bereich normiert auf $L_{k,GL}^{-1}$ des jeweiligen Films im Nullfeld

Diese dickenabhängige Vergrößerung des Fluktuationsbereichs wird besonders deutlich, wenn man die Amplituden $L_{k,GL}^{-1}$ des inkohärenten Bereichs mit hinzuzieht, Abb. 5-21. Sie spiegelt ebenfalls diese Dickenabhängigkeit wider, die im Vergleich zum 3D-XY Bereich in Abb. 4-17 (a) nicht auftritt. D.h. die Dynamik im inkohärenten GL-Bereich wird stärker durch extern induzierte Vortices beeinflusst als im kohärenten XY-Bereich. Die eingetragen kritischen Felder der Körner H_g zeigen hier ebenfalls eine gute Übereinstimmung für die Abweichung vom Nullfeld-Verhalten. Im Gegensatz zum 3D-XY Bereich scheint jedoch eine zusätzliche Beeinflussung proportional zur Filmdicke hinzuzukommen. Bei großen Feldern ist ebenfalls, wie schon im 3D-XY Bereich, eine Dominanz der extern induzierten Vortices und ein Verschwinden der Leitfähigkeit $\omega G''(0, H) = 0$ zwischen 100 kOe und 250 kOe zu beobachten.

Um die Dynamik der Fluktuationen im Feld zu untersuchen, wurde zunächst die Temperatur $T_{\omega}(H)$ des Maximums der frequenzabhängigen Leitfähigkeit von $\omega G'$ bestimmt. Exemplarisch für zwei Felder wurde dies in Kap. 5.2.1 in Abb. 5-12 anhand des 50 nm Films gezeigt. Die Ergebnisse der Arrhenius-Analyse aller Filme und Felder sind in Abb. 5-22 gezeigt. Deutlich spiegelt sich die frequenzabhängige Abstandsverschiebung der Maxima in $\omega G'$ mit zunehmendem Feld wieder. Die Abstandsvergrößerung mit zunehmendem Feld weist auf ein Absinken der Aktivierungsenergie U(H) hin und kann über die Arrhenius-Analyse mittels der Steigung in Abb. 5-22 direkt aus den Messdaten ermittelt werden, wie es im Nullfeld anhand von Abb. 5-4 und Gl. (5.10) gezeigt wurde. Im Feld wird die Gl. (5.10) erweitert zu:

$$\tau(T,H) = \tau_0(H) \exp\left(\frac{U(T,H)}{T}\right).$$
(5.26)



Abb. 5-22: Arrhenius-Analyse der peak-Temperatur T_{ω} von $\omega G'(T_{\omega}.H)$. Die Steigung definiert die Aktivierungsenergie U(T = 0, H).



Abb. 5-23: Auf $T \rightarrow 0$ extrapolierte Aktivierungsenergie der Phasen-Relaxationszeit für fünf verschiedene Magnetfelder und für H = 0,2 mOe (offene Symbole) gegenüber der inversen kinetischen Induktanz $L_{k,GL}^{-1}(0,H)$. Zum Vergleich ist die zur Nukleation einzelner Vortices notwendige Energie E_c aufgetragen.

In Abb. 5-23 sind die ermittelten Energiebarrieren U(0, H) wieder in Abhängigkeit von der inversen kinetischen Induktanz des feldabhängigen inkohärenten GL-Bereichs aus Abb. 5-21 aufgetragen. Der Verlauf der Messdaten weist darauf hin, dass die Feldabhängigkeit der Barriere U(0, H) mit zunehmendem Feld nur noch durch die Nukleationsenergie einzelner Vortex-Kerne (E_c) bestimmt wird. Eine Vermutung ist, dass thermische Anti-Vortices gegenüber den feldinduzierten Vortices in den Korngrenzen aus energetischen Gründen bevorzugt werden. Dadurch ist die mit zunehmender Filmdicke stärkere Kopplung in Abb. 5-23 zu verstehen, da die thermischen Anti-Vortices auf einer größeren Länge d mit den feldinduzierten Vortices koppeln können. D.h. ist $U = E_c$ bei $H < H_s$, existiert nur 1 Vortex, wie es vorwiegend beim 600 nm Film der Fall ist. Für $U = 2E_c$ bei $H < H_s$ besteht in den dünnen Filmen ein Trend zu V/A-Fluktuationen.



Abb. 5-24: Phasen-Relaxationsrate $\tau(\infty, H)$ gegenüber dem externen Magnetfeld

Die aus den Arrhenius-Analysen gewonnenen Amplituden $\tau^{-1}(\infty, H)$ der Phasen-Relaxationszeiten liefern wieder über die Relation

$$\tau_0(H) = \tau(\infty, H) \exp\left(\frac{U(0, H)}{T_0(H)}\right).$$
(5.27)

 $\tau_0(H)$, die in Abb. 5-24 gegen das externe Magnetfeld aufgetragen ist. Die Geradenanpassung im Feldbereich zeigen eine ~ H^{-1} Abhängigkeit, so dass sich über

$$\tau_0 = D_v \, a_v^2 \sim H^{-1} \tag{5.28}$$

eine Vortexdiffusion von $D_v = (48 nm)^2 10^3 s^{-1} \approx 2, 3 \cdot 10^{-8} cm^2/s$ ergibt. a_v ist dabei der Vortexabstand. In einem hochleitfähigen Medium ist die Flussdiffusion durch $D_{\phi} = \rho/\mu_0$ gegeben. Daraus kann die Leitfähigkeit über $\sigma = 1/\rho$ bestimmt werden. Für diesen inkohärenten GL-Bereich ergibt sich so eine Leitfähigkeit von $\sigma > 10^{15} S/cm$, was einem sehr hohen Anteil supraleitender Ladungsträger n_s in diesem Bereich entspricht, Gl. (2.6), und die starke Kopplung der Körner verdeutlicht.

6. Diskussion

Die Ergebnisse der Untersuchungen von kritischer Stromdichte und dynamischer Leitfähigkeit lassen sich anhand der unterschiedlichen Bereiche des Phasendiagramms aus Kap. 2.1.3, Abb. 2-7, von Z. Tešanović [74] erklären. In Abb. 6-1 sind die für diese Arbeit wichtigen Größen eingetragen und das Vortexverhalten der unterschiedlichen Bereiche dargestellt. Das Phasendiagramm lässt sich grob in drei Bereiche aufteilen: kohärente Supraleitung (blau), Übergang bzw. Mischbereich (grün), inkohärente Supraleitung (gelb). Eine weitere Unterschiedung erfolgt durch das Nullfeld und die Feldabhängigkeit.

Der Bereich der kohärenten Supraleitung (Abb. 6-1, blau), in dem sich mit einzelne Vortexkerne Temperaturzunahme zu Ringen zusammenschließen, Abb. 6-1(d), ist experimentell besonders klar durch das im Feld beobachtbare Abrikosov-Gitter identifizierbar, Abb. 6-1(a). Dieser Bereich läßt sich sehr gut über die kritische Stromdichte J_{c.GL}und den frequenzunabhängigen Bereich der dynamischem Leitfähigkeit ωG " bestimmen. Beide sind direkt über die inverse kinetische Induktanz $L_k^{-1}(T,H) \sim \lambda_{GL}^{-2}(T,H)$ miteinander verbunden. Bis zum Feld H_k zeigt sich dabei keine signifikante Änderung der kritischen Stromdichte, Abb. 4-13, und der kritischen Temperaturvariation. Die Temperaturvariation liefert verglichen mit der Schmelzlinie, Abb. 4-16, eine Lindemannzahl von $c_L \approx 0, 15$ für den 50 nm Film und stimmt sehr gut mit den Literaturdaten überein [4]. Des Weiteren lässt sich bei $T < T_b(H)$ in beiden Größen ein 3D-XY Verhalten finden, das für $H > H_g$ langsam verschwindet. Deutlich wird dieses anhand der Verkleinerung des Bereichs der 3D-XY Anpassung sowohl in der kritischen Stromdichte, Abb. 4-11, als auch in der dynamischen Leitfähigkeit, Abb. 5-14 und 5-15. Am ausgeprägtesten ist dieses beim hier größten gemessenen Feld von 10 kOe. Das beobachtete Verschwinden des 3D-XY Bereichs ist konsistent mit der oben gemachten Abschätzung von Gl. (2.36) und liefert $H_{xy} < 15 \text{ kOe}$. Die aus Abb. 5-17(a) gewonnene lineare Abschätzung der experimentellen Daten liefert eine Grenze von 80 - 150 kOe. Berücksichtigt man allerdings Abb. 5-17(b) und definiert das Verschwinden das 3D-XY Bereichs mit dem Verschwinden von $T_{b}(H)$, so lieferte eine lineare Abschätzung durch Abb. 5-17(b) einen niedrigeren Wert von $20 - 40 \ kOe$. Damit bewegt sich dieser Wert im Rahmen von H_{xy} . Z. Tešanović [74] verweist in seiner Arbeit auf andere Quellen, die $H_{xy} \leq 80 \ kOe$ bzw. 140 kOe und größer angeben. Aufgrund des 3D-XY Verhaltens konnte durch Anpassung die kritische Temperatur $T_c(H)$ eindeutig bestimmt werden.



Abb. 6-1: Phasendiagramm nach Z. Tešanović [74]. Seine Bezeichnungen der einzeln Punkte und Bereiche wurde durch die Parameter dieser Arbeit ersetzt und erweitert. (Abb. a-e) Beispiele für das Verhalten der thermisch induzierten Vortices (rot) im Nullfeld und unter Einfluss extern induzierter Vortices (blau).

Der Übergangsbereich (Abb. 6-1, grün) befindet sich im Bereich der blow-out-Temperatur $T_b(H)$, wo bei $\xi_c(T_b) \simeq 0, 4d$, Gl. (5.4), ein Aufbrechen der Vortices stattfindet. Das Aufbrechen der Vortices konnte bei allen Filmen für die meisten Felder eindeutig aus der dynamischen Leitfähigkeit identifiziert werden und lieferte einen unabhängigen Wert von $L_k^{-1}(T_b) = 37(8) nH^{-1}$. Dieser Wert ist konsistent mit der Abweichung der kritischen Stromdichte von der 3D-XY Anpassung in Abb. 4-11. Einhergehend mit dem beginnenden Verschwinden des 3D-XY Bereichs für $H \gg H_s$ ist auch die eindeutige Bestimmung von $T_b(H)$ schwieriger, Abb. 5-15. Hinzu kommen noch mögliche Auswirkungen von Verlusten, $\omega G'(T_b, H) \neq 0$, in diesem Bereich, die im Rahmen des Messfehlers nicht mehr eindeutig aufgelöst werden konnten. Besonders deutlich ist dieses in Abb. 5-13 anhand des 600 nm Films zu sehen. Für diesen feldabhängigen Bereich, in dem viele Effekte zusammenspielen, hat Z. Tešanović die Auswirkung sowohl thermischer als auch magnetischer Wechselwirkungen und Fluktuationen auf die Vortex-Ringe untersucht, s.o. Kap. 2.1.3. Wie in Abb. 6-1(b) zu sehen, kann das Vorhandensein extern induzierter Vortices zu einer Stabilisierung bzw. Vergrößerung der Vortex-Ringe führen und den Zeitpunkt des blow-outs weiter hinausschieben. Z. Tešanović führt zu diesem Zweck eine Übergangslinie $T_{\phi}(H)$ zwischen $T_c(H)$ und $T_m(H)$ ein mit einer Korrelationslänge $\xi_{\Phi} > \xi$. Seine Annahme beruht auf dem Pinning der Vortex-Ringe durch die extern induzierten Vortices. Die homogen verteilten, extern induzierten Vortices stellen somit im linearen Bereich ein Art "Pinning-Gitter" für die Fluktuationen dar, die die Vortex-Ringe vor einem vorzeitigen Aufbrechen oder Verschieben im Feld bewahren.

Neben einer direkten thermischen und magnetischen Wechselwirkung der Vortex-Ringe mit den extern induzierten Vortices gibt es noch andere Möglichkeiten, die eine direkte Auswirkung auf das Verhalten von $T_b(H)$ haben. So sprechen die Ergebnisse der Nullfelduntersuchung der Filme im Mikrowellenbereich dafür, dass es eine kleine T_c-Verteilung der Körner gibt, Kap. 5.1.5. Dieser Effekt ist sehr klein und spiegelt sich dort im frequenzabhängigen Bereich wider. Unter Annahme einer T_c Verteilung ergibt sich mit Feldzunahme eine T_c -Verteilungsverbreiterung und damit verbunden eine uneindeutigere $T_b(H)$ -Bestimmung. Eine Veränderung der T_c Verteilung mit zunehmendem Feld ist aber auch über die Korngröße denkbar. Durch die Variation von d_s ergeben sich unterschiedliche kritische Felder H_s der Körner. Dadurch können Vortices in die Körner eindringen und ein unterschiedliches $T_c(H)$ Verhalten für Feldern $H > H_g(d_g)$ erzeugen. Für diesen Effekt spricht der direkte Vergleich zwischen dem 50 nm und dem 600 nm Film. Während der 50 nm Film auch großflächig eine sehr homogene Struktur aufweist, zeigt der 600 nm Film mehr Unregelmäßigkeiten im Korndurchmesser, gut zu sehen im Vergleich der 10*10 µm großen AFM Aufnahmen in Abb. 6-2. Mit obiger Annahme müsste dann $T_b(H)$ beim 50 nm Film bei größeren Feldern klarer definiert sein als beim 600 nm Film, was eindeutig in Abb. 5-14 und 5-15 zu erkennen ist.



Abb. 6-2: Vergleich der Probenoberflächenstruktur mittels AFM Aufnahmen [47] mit einer Scanfläche von 10*10 µm. Deutlich ist die stärkere Korngrößenvariation des 600 nm Films zu erkennen.

Dass den Eigenschaften der granularen Struktur der Filme eine besondere Bedeutung zukommt, wird auch über den Vergleich der kritischen Stromdichte der einzelnen Filme in Abb. 5-13 deutlich. So weichen z.B. zwischen dem 50 nm und 600 nm Film nur die Korngröße d_g und die Filmdicke d signifikant ab, in ihrer kritischen Stromdichte unterscheiden sie sich allerdings um den Faktor 2. Da die kritische Stromdichte des 100 nm Films trotz unterschiedlicher kritischer Temperatur T_c der kritischen Stromdichte des 50 nm Films entspricht, wird vermutet, dass bei Filmen mit

$$d > d_g \tag{6.1}$$

eine starke Veränderung der kritischen Parameter einhergeht. Aufbauend auf den eben gemachten Überlegungen des Einflusses der Körner auf die Filmeigenschaften wäre eine Mehrlagigkeit der Körner eine Variante, wie sie exemplarisch in Abb. 6-3 gezeigt ist. Unterschieden werden dabei zwei Fälle: $d < d_g$ und $d > d_g$.



Abb. 6-3: Einfluss der Kornverteilung (grau) auf die extern induzierten Vortices (blau). Mehrlagensysteme führen zu einer Schwächung (rot) von H_g durch Vortex-Eindringung in die Körner.

Für den Fall $d < d_s$ entspricht das Verhalten dem in Abb. 5-18 dargestellten, d.h. bis zu einem Feld H_s halten sich die Vortices zwischen den Körnern auf und dringen erst oberhalb diesem in sie ein. Im Falle $d > d_s$ werden die vorzugsweise entlang der Feldrichtung ausgerichteten Vortices aufgrund der Mehrlagigkeit stark verbogen, um den Film zu durchdringen. Das führt zu zusätzlichen Spannungsfeldern (rote Kreise in Abb. 6-3), wodurch die Vortices schon bei kleineren Feldstärken in die Körner eindringen würden. Das wäre aufgrund von $L_k \sim \lambda_{GL}^{-2}$ mit einer Schwächung der Supraleitung verbunden. Als mögliche Bestätigung dieser Idee wird vor allem der oben angeführte Unterschied in der kritischen Stromdichte um den Faktor 2 bei der 600 *nm* Probe gesehen. Unter der Annahme, dass die Höhe der Körner maximal ihrer Breite entspricht, ergibt sich mit den Werten von d_s aus Tab. 3-1 eindeutig eine einlagige Struktur für den 50 nm und 100 nm Film. Beim 600 nm Film würde diese Annahme zu einer zweilagigen Struktur führen und damit die Absenkung der kritischen Stromdichte erklären.

Die Analysen haben zudem gezeigt, dass im Nullfeld die Eindringtiefe mit dem Korndurchmesser korreliert ist und sich somit einfach durch $\lambda_{XY}(0) = 1,25 \cdot d_s$ bestimmen lässt, Kap. 5.1.1. Dadurch ergibt sich eine sehr einfache Möglichkeit, das Eindringtiefenverhalten eines Filmes rein optisch zu bestimmen. Ebenso konnte gezeigt werden, dass die mittlere Anzahl der Pinningzentren pro Korndurchmesser bei $d_g/L_c = 64(4)$ liegt, Kap. 4.1.2. Somit führen große Körner zu einer Schwächung der Filmeigenschaften aufgrund geringeren Pinnings.

Als Letztes gibt es den frequenzabhängigen Bereich der inkohärenten Supraleitung (Abb. 6-1, gelb). Im Vergleich zum Übergangsbereich, der durch die Vortex-Ringe bestimmt wird, spielen in diesem Bereich die Vortex-Fluktuationen die Hauptrolle. Wie in Abb. 5-24 gezeigt wurde, wird die Dynamik in diesem Bereich durch die Nukleationsenergie zur Erzeugung eines einzelnen Vortex-Kerns bestimmt. Auffällig
ist, dass die inverse kinetische Induktanz mit Feldzunahme nur noch teilweise durch H_g beeinflusst wird, wie es in Abb. 5-21 deutlich wird. Für den 50 nm Film ist das Verhalten von L_k^{-1} ähnlich dem im 3D-XY Bereich gefundenen, Abb. 5-17(a), wo es für alle Filme nahezu identisch ist. Abweichend dazu ist mit zunehmender Filmdicke im inkohärenten Bereich, Abb. 5-21, ein vorzeitiger Abfall zu beobachten, der besonders beim 600 nm Film zutage tritt. Eine Erklärung dafür besteht ebenfalls in der in Gl. (6.1) gemachten Annahme des Korngrößen-/Filmdickenverhältnisses. Die oben angenommene Mehrlagigkeit für den 600 nm Film würde sich dann besonders stark im Bereich der Fluktuationen unter Feldeinfluss auswirken, Abb. 6-3. Das Eindringen in die Körner würde die Supraleitung abschwächen. Für den 50 nm Film dürfte kein gravierender Unterschied auftreten, beim 100 nm Film frühestens nahe H_g , was sehr gut mit dem beobachteten Verhalten in Abb. 5-21 übereinstimmt.

Verbunden mit diesen Merkmalen zeigt sich auch die Eindeutigkeit der onset-Temperatur T_0 , die bis zum kritischen Feld der Körner H_g eindeutig bestimmt wurde. Sie wurde durch eine GL-Anpassung zwischen T_b und T_{ω} aus den Ergebnissen der dynamischen Leitfähigkeit bestimmt, Abb. 5-14 und 5-15. Allerdings verkleinerte sich der Anpassungsbereich mit zunehmender Probendicke, wie es besonders gut beim 600 *nm* Film sichtbar ist, Abb. 5-13 und 5-15. Verbunden ist dieses mit der gleichzeitigen Zunahme der Verluste, die ebenfalls mit der Probendicke zunehmen. Auch hier weicht der 600 *nm* Film von den dünneren Filmen ab. Diese Zunahme der Verluste könnten als eine weitere Evidenz für die obige Idee eines Mehrlagensystems gesehen werden.

Die so gewonnenen T_0 wurden ebenfalls über eine Geradenanpassung der kritischen Stromdichte im tiefen Temperaturbereich ermittelt und stimmten sehr gut mit den Ergebnissen der dynamischen Bestimmung überein, Abb. 4-12, Tab. 4-4. Die Exponenten der Anpassung liegen bis zu H_g in der Nähe des Nullfeldexponenten für die GL-depairing Stromdichte, $\gamma_{GL} = 3/2$, steigen danach jedoch an. Dass der Vergleich der onset-Temperatur T_0 aus zwei unterschiedlichen Verfahren legitim ist, ergibt sich aus Abb. 6-1.

Im tiefen Temperaturbereich, $T \ll T_b(H), T_m(H)$, befindet sich das System in einem stabilen Zustand und entspricht dem mean-field Verhalten mit eventuellen probenbedingten Effekten und Abweichungen. Dieser Bereich kann am besten über die kritische Stromdichte erfasst werden. Durch eine Extrapolation aus dem tiefen Temperaturbereich heraus sollte sich dann die theoretisch maximal mögliche Stromdichte ergeben, die bei Abwesenheit aller weiteren Effekte möglich wäre mit einem Einsetzen bei T_0 . Bei hohen Temperaturen nahe T_0 liegen die Messwerte durch Fluktuation etc. immer unterhalb dieser Anpassungen. Die Bestimmung von T_0 aus der dynamischen Leitfähigkeit extrapoliert diesen Wert aus der klar definierten Frequenzabhängigkeit von T_{ω} , nähert sich also über die Fluktuationen $T_0(H)$ an, Abb. 6-1. Daraus kann gefolgert werden, dass für die technische Nutzung von supraleitenden Filmen nicht nur die Filmdicke, sondern vor allem die Struktur des Films von entscheidender Bedeutung ist. Je dicker der Film, um so näher liegt die blow-out-Temperatur T_b bei der kritischen Temperatur T_c und desto größter sind die dynamischen Leitfähigkeiten. Je kleiner die Körner sind, desto höhere Stromdichten $J_c(0)$ sind möglich. Entscheidend ist die Bedingung:

$$d_s > d \tag{6.2}$$

Damit ist sichergestellt, dass die Filme einlagig sind und die extern induzierten Vortices nur an den Korngrenzen festgehalten werden, aber bis H_g kein zusätzlicher Verlust durch Eindringen in die Körner entsteht.

Aus diesen Ergebnissen lässt sich eine Methode zur einfachen und schnellen zerstörungsfreien Probencharakterisierung ableiten:

Aus den Linearitätsmessungen mittels Amplitudenvariation H_{ac} bei fester Frequenz f = const kann direkt die kritische Stromdichte mittels der theoretischen Bean-Anpassung nach Clem und Sanchez bis zu tiefen Temperaturen bestimmt werden, Kapitel 4.1. Durch eine 3D-XY Anpassung bei hohen und eine GL-Anpassung bei tiefen Temperaturen können T_c und T_0 bestimmt werden.

 H_s bzw. d_s kann über AFM-Aufnahmen ermittelt werden oder ebenfalls umgekehrt aus diesen Diagrammen über die Abweichung vom Nullfeldverhalten bestimmt werden. Aus diesen Parametern kann sofort eine Abschätzung der Eindringtiefe λ_{XY} und der Pinninglänge L_c getroffen werden.

Für die frequenzabhängigen Untersuchungen im inkohärenten Bereich ergibt sich die Messamplitude aus den jeweiligen Linearitätsmessungen. Die Temperaturen T_c und T_0 können jeweils verifiziert bzw. bei umgekehrter Vorgehensweise genau bestimmt werden. Über den gefundenen Zusammenhang zwischen der Energiebarriere und der Erzeugung genau eines Vortex bei T_{ω} kann sofort eine Aussage über die Güte der Barriere gegeben werden.

7. Zusammenfassung und Ausblick

Mithilfe eines kommerziellen SQUID-Magnetometers wurden die statischen und dynamischen Magnetisierungen von 50 nm bis 600 nm dicken YBCO-Filmen im niederfrequenten Bereich von f = 30 mHz - 800 kHz im Nullfeld bis zu externen Magnetfeldern von 10 kOe bestimmt. Zur Untersuchung der elektrischen Transporteigenschaften wurden daraus zum einen die lineare dynamische Leitfähigkeit mittels eines etablierten Inversionsverfahrens berechnet, zum anderen die kritische Stromdichte durch ein im Rahmen dieser Arbeit entwickeltes Verfahren bestimmt.

Im Nullfeld wurde für alle Filme sowohl bei der dynamischen Leitfähigkeit als auch in der kritischen Stromdichte ein eindeutiges, frequenzunabhängiges 3D Vortex-Verhalten gefunden. Der Exponent der Temperaturabhängigkeit lag mit v = 0,7(1) sehr gut im Rahmen des XY-Modells von $v_{xy} = 2/3$ und wurde bis zu den höchsten gemessenen Feldern verifiziert. Dadurch konnte die kritische Temperatur für den kohärenten supraleitenden Bereich für alle Felder eindeutig bestimmt werden. Durch den Einfluss der extern induzierten Vortices und den damit verbundenen Druck auf das Vortexgitter sank sowohl die kritische Stromdichte als auch die kritische Temperatur ab und der 3D-XY Bereich verkleinerte sich. Die aus der Absenkung der kritischen Stromdichte, bzw. der dynamischen Leitfähigkeit linear extrapolierte Obergrenze für die Existenz eines 3D-XY Bereichs konnte mit dem vollständigen Verschwinden von 3D-Vortexringen in Verbindung gebracht werden [74]. Die Filme entsprachen dabei bis zu einem kritischen Feld der Körner H_g , das in der Größenordung des unteren kritischen Feldes $H_{cl, YBCO} \approx 800 Oe$ für eine bulk-Probe liegt, dem Nullfeldverhalten.

Der große Einfluss von Vortexringen auf die supraleitenden Eigenschaften wurde ebenfalls im Nullfeld festgestellt, indem der Übergang bei einer Temperatur T_b zwischen kohärenter und inkohärenter Supraleitung eindeutig mit dem blow-out von Vortexringen identifiziert wurde. Dieser Punkt spiegelte sich als probendicken-, frequenz- und feldunabhängiger Wert bei einer inversen, kinetischen Induktanz von $L_k^{-1} = 37(7) nH^{-1}$ wider. Für die große Stabilität dieses Wertes im Feld wurde als mögliche Ursache eine Art durch die externen Vortices erzeugtes Pinnen oder Kopplung an diese vermutet, was sowohl durch die Einführung einer zusätzlichen supraleitenden Phase [74] als auch durch die granulare Struktur des Filmes erklärt werden kann. Bei Temperaturen oberhalb von T_b konnte der inkohärente Bereich der Supraleitung eindeutig mit einem linearen Ginzburg-Landau-Verhalten und einem vollständigen Verschwinden bei der mean-field Temperatur T_0 gezeigt werden. Dieser Bereich zeigte eine starke Frequenzabhängigkeit und war mit Frequenzzunahme immer ausgeprägter. Unter Feldeinfluss konnte er bei allen Feldern, sowohl bei der dynamischen Leitfähigkeit als auch der kritischen Stromstärke, verifiziert werden. Dieser Bereich wird sehr stark durch thermische Fluktuationen bestimmt und das Einsetzen der Supraleitung konnte mit der benötigten Erzeugungsenergie für genau einen einzelnen Vortex bei der Temperatur T_{ω} , dem frequenzabhängigen Absorptionsmaximum der dynamischen Leitfähigkeit, in Verbindung gebracht werden. Dieses Verhalten setzte sich im Feld fort und war in Übereinstimmung mit den aus der kritischen Stromdichte ermittelten Temperaturen T_{ω} und T_0 . Durch die extern induzierten Vortices wurde das frequenzabhängige Verhalten noch weiter verstärkt.

Als ein Hauptparameter auf die supraleitenden Eigenschaften wurde die einlagige, granulare Struktur vermutet. Filme mit genau einer Kornlagendicke zeigten dabei die größten Stromdichten und stabilsten Eigenschaften bis zum kritischen Feld der Einzelkörner. Daraus ergab sich die für den Herstellungsprozess wichtige Bedingung: $d < d_s$, dass die Filmdicke kleiner als die Dicke der granularen Körner sein sollte, um möglichst stabile Eigenschaften bei hohen Stromdichten zu erhalten. Zudem konnte die Eindringtiefe direkt mit der Korngröße korreliert werden, so dass diese mittels optischer Überprüfung bestimmt werden kann.

Zusammenhang schnelles einfaches diesem ergab sich ein und In SO Filmcharakterisierungsverfahren, das wenigen es erlaubt, mit Messungen zerstörungsfrei alle charakteristischen Parameter zu bestimmen.

Offen bleibt dabei die Frage nach der tatsächlichen Kornverteilung innerhalb der Proben, da z.B. eine optische Überprüfung mittels AFM in der Probenhöhe aufwendig ist. Untersuchungen an speziell hergestellten mehrlagigen Proben könnten diese Frage beantworten.

8. Anhang

Im Anhang finden sich die Messungen und Auswertungen für den linearen und nichtlinearen Bereich der 50 nm, 100 nm und 600 nm Filme.

Film	50 nm			100 nm			600 nm		
Feld	$T_{0}(K)$	$T_{c}(K)$	$T_{b}(K)$	$T_{0}(K)$	$T_{c}(K)$	$T_{b}(K)$	$T_{0}(K)$	$T_{c}(K)$	$T_{b}(K)$
Nullfeld	86,3	84,2	83,2	79,23	77,12	76,6	86,3	84,55	84,25
1 Oe	86,18	84,12	83,12	79,1	76,95	76,4	86,27	84,28	83,97
10 Oe	86	83,95	82,9	78,85	76,65	76,15	86,2	83,95	83,55
100 Oe	85,6	83,5	82,4	78,3	76,1	75,58	85,95	83,2	82,8
1 <i>kOe</i>	84,8	82	80,8	77,5	75,2	74,45	85,3	81,4	81
10 kOe	82,7	78,2	74,9	75,3	71,4	70,1	83	77,5	76,2
Feld	$L_{k2D}^{-1}(0)$	$L_{k3D}^{-1}(0)$	$L_{kb}^{-1}(T_b)$	$L_{k2D}^{-1}(0)$	$L_{k3D}^{-1}(0)$	$L_{kb}^{-1}(T_b)$	$L_{k2D}^{-1}(0)$	$L_{k3D}^{-1}(0)$	$L_{kb}^{-1}(T_b)$
Nullfeld	1105	920	39,68	982	1250	32,612	1812	2000	43,05
1 Oe	1138	930	40	981	1100	33,48	1605	2100	42,78
10 Oe	1118	900	40,3	986	1200	33,75	1465	1850	45,05
100 Oe	1130	900	42,24	900	1100	31,28	1203	1860	44,1
1 <i>kOe</i>	840	780	39,6	643	650	25,315	853	1700	43
10 kOe	430	380	40,56	407	470	28,08	523	700	42,84

Tab. 8-1: Ergebnisse für die Ginzburg-Landau (GL)-Temperatur T_0 (mean-field), die kritische Temperatur T_c und die Vortex/Antivortex - blow-out Temperatur T_b , sowie für die inverse kinetische Induktanz für alle Filme in allen Feldern

n	Λ_n	C_n	n	Λ_n	\mathcal{C}_n	n	Λ_n	\mathcal{C}_n
1	0.814288	0.568783	31	8.957874	0.000790	61	14.64524	0.022852
2	1.699509	0.242456	32	9.281568	0.000310	62	14.66974	0.000151
3	2.199175	0.012193	33	9.377184	0.000135	63	14.70270	0.002011
4	2.668748	0.134541	34	9.640182	0.032401	64	14.82965	0.000483
5	3.003029	0.012190	35	9.699981	0.000145	65	15.02410	0.000191
6	3.656677	0.093948	36	9.730052	0.002824	66	15.64748	0.009253
7	3.900171	0.008187	37	9.924078	0.000662	67	15.64881	0.013161
8	4.381215	0.001849	38	9.999519	0.000134	68	15.70127	0.001928
9	4.649513	0.070437	39	10.21727	0.000349	69	15.81991	0.000483
10	4.840094	0.005933	40	10.64033	0.029621	70	16.00179	0.000196
11	5.022531	0.000687	41	10.72102	0.002437	71	16.65240	0.022161
12	5.231341	0.001536	42	10.77653	0.000151	72	16.70156	0.001940
13	5.645412	0.056399	43	10.89723	0.000628	73	16.81235	0.000461
14	5.776656	0.000259	44	11.05802	0.000106	74	16.98312	0.000193
15	5.802986	0.005567	45	11.16312	0.000253	75	17.65885	0.022560
16	6.128820	0.001226	46	11.64087	0.027383	76	17.70418	0.002015
17	6.436091	0.000172	47	11.71427	0.002277	77	17.80720	0.000331
18	6.643183	0.047994	48	11.87498	0.000547	78	17.81166	0.000142
19	6.774994	0.004054	49	11.93669	0.000119	79	17.83224	0.000105
20	7.055039	0.000976	50	12.11894	0.000229	80	17.96817	0.000175
21	7.182206	0.000376	51	12.44122	0.000127	81	18.67067	0.024446
22	7.464892	0.000325	52	12.64179	0.025512	82	18.71191	0.002376
23	7.641460	0.041104	53	12.70894	0.002092	83	18.80961	0.000610
24	7.755402	0.003362	54	12.85744	0.000599	84	18.95941	0.000219
25	7.850193	0.000157	55	13.08197	0.000219	85	19.70724	0.033878
26	8.001462	0.001102	56	13.64325	0.024101	86	19.71793	0.000181
27	8.362118	0.000313	57	13.70501	0.001957	87	19.74098	0.004753
28	8.640615	0.036301	58	13.74532	0.000125	88	19.82781	0.000974
29	8.740852	0.002952	59	13.84220	0.000538	89	19.96659	0.000333
30	8.826418	0.000307	60	14.05054	0.000198	90	20.15669	0.000183

Tab. 8-2: Position der Polstellen Λ_n und der Werte der Amplituden c_n für die Suszeptibilität, Gl. (3.11), eines dünnen Quadrats



Abb. 8-1: Feld- und frequenzabhängige AC-Suszeptibilität ded 50 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe



Abb. 8-2: Feld- und frequenzabhängige AC-Leitfähigkeit des 50 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe. Bestimmt wurde die dynamische Leitfähigkeit mittels Inversion nach Berechnungen von E.H. Brandt [22,25,26,27,30].



Abb. 8-3: Feld- und frequenzabhängiger AC-Leitwert des 50 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe. Bestimmt wurde die dynamische Leitfähigkeit mittels Inversion nach Berechnungen von E.H. Brandt [22,25,26,27,30].



Abb. 8-4: Feldabhängige Ergebnisse des 50 nm YBCO-Films bei 10 Hz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe. Vergleich der Suszeptibiliät, der Leitfähigkeit und des Leitwerts. Ergebnisse des 3D-XY Modells



Abb. 8-5: Feld- und frequenzabhängige AC-Suszeptibilität des 100 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe



Abb. 8-6: Feld- und frequenzabhängige AC-Leitfähigkeit des 100 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe. Bestimmt wurde die dynamische Leitfähigkeit mittels Inversion nach Berechnungen von E.H. Brandt [22,25,26,27,30].



Abb. 8-7: Feld- und frequenzabhängiger AC-Leitwert des 100 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5mOe. Bestimmt wurde die dynamische Leitfähigkeit mittels Inversion nach Berechnungen von E.H. Brandt [22,25,26,27,30].



Abb. 8-8: Feldabhängige Ergebnisse des 100 nm YBCO-Films bei 10 Hz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe. Vergleich der Suszeptibiliät, der Leitfähigkeit und des Leitwerts. Ergebnisse des 3D-XY Modells



Abb. 8-9: Feld- und frequenzabhängige AC-Suszeptibilität des 600 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe



Abb. 8-10: Feld- und frequenzabhängige AC-Leitfähigkeit des 600 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe. Bestimmt wurde die dynamische Leitfähigkeit mittels Inversion nach Berechnungen von E.H. Brandt [22,25,26,27,30].



Abb. 8-11: Feld- und frequenzabhängiger AC-Leitwert des 600 nm YBCO-Films bei 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz und 1 kHz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe. Bestimmt wurde die dynamische Leitfähigkeit mittels Inversion nach Berechnungen von E.H. Brandt [22,25,26,27,30].



Abb. 8-12: Feldabhängige Ergebnisse des 600 nm YBCO-Films bei 10 Hz mit externen Feldern von Nullfeld, 1 Oe, 10 Oe, 100 Oe, 1 kOe und 10 kOe mit einer Anregungsamplitude von 5 mOe. Vergleich der Suszeptibiliät, der Leitfähigkeit und des Leitwerts. Ergebnisse des 3D-XY Modells



Abb. 8-13: H_{peak} im Feld für die Filmdicke von 100 nm sowie der Vergleich mit dem Bean-Limes



Abb. 8-14: H_{peak} im Feld für die Filmdicke von 600 nm sowie der Vergleich mit dem Bean-Limes

9. Literatur

- [1] M.Cyrot, Rep. Prog. Phys. **36**, 103 (1973)
- [2] J.G.Bednorz, K.A.Müller, Z. Phys. B 64, 189 (1986)
- [3] Ch.P.Poole Jr, H.A.Farach, R.J.Creswick, "Superconductivity", Academic Press, San Diego, London (1995)
- [4] S.Ryu, A.Kapitulnik und S.Doniach, Phys.Rev.Lett. 71, 4245 (1993)
- [5] G.Blatter, M.V.Feigel'man, V.B.Geshkenbein, A.I.Larkin und V.M.Vinokur, Rev.Mod.Phys. 66, 1125 (1994)
- [6] D.S.Fisher, M.P.A.Fisher und D.A.Huse, Phys.Rev.**B** 43, 130 (1991)
- [7] R.Sasik und D.Stoud, Phys.Rev.Lett. 72, 2462 (1994)
- [8] R.Sasik und D.Stoud, Phys.Rev.Lett. 75, 2582 (1995)
- [9] W.K.Kwok, S.Fleshler, U.Welp, V.M.Vinokur, J.Downey, G.W.Crabtree und M.M.Miller, Phys.Rev.Let. **69**, 3370 (1992)
- [10] M.Charalambous, J.Chaussy und P.Lejay, Phys.Rev. B 45, 5091 (1992)
- [11] H.Safar, P.L.Gammel, D.A.Huse, D.J.Bishop, W.C.Lee, J.Giapintzakis und D.M.Ginsberg, Phys.Rev.Lett. 70, 3800 (1993)
- [12] U.Welp, J.A.Fendrich, W.K.Kwok, G.W.Crabtree und B.W.Veal, Phys.Rev.Lett. 76, 4809 (1996)
- [13] A.Schilling, R.A.Fisher, N.E.Phillips, U.Welp, D.Dasgupta, W.K.Kwok und G.W.Crabtree, Nature **382**, 791 (1996)
- [14] M.Baumann, Dissertation, "Übergang von stabiler zu marginal stabiler Supraleitung im Hochtemperatursupraleiter YBa₂Cu₃O₇₋₈", Uni-Hamburg (1997)
- [15] J.R.Clem und A.Sanchez, Phys.Rev.**B 50**, 9355 (1994)
- [16] E.H.Brandt, Physica C 195, 1 (1992)
- [17] T.Schneider & J.M.Singer, Phase Transition Approach to High Temperature Superconductivity, Imperial College Press (2000), ISBN 1-86094-241-5
- [18] K.Fossheim and A.Sudbø, Superconductivity: Physics and Applications, J.Wiley & Sons, Ltd, (2004), ISBN 0-470-84452-3
- [19] Quantum Design, Produktinformation: System & Options, Magnetic Proporty Measurement Systems (MPMS), (2001)
- [20] T. Rossmy, S. Skwirblies und J. Kötzler, Rev. Sci. Instruments 71, 583 (2000)
- [21] Y.Yeshurun, A.P.Malozemoff und A.Shaulov, Rev.Mod.Phys. 68, 911 (1996)
- [22] E.H.Brandt, Phys.Rev.**B 58**, 6506 (1998)
- [23] Theva, Filmespezifikationen, www.theva.de
- [24] J.Kötzler, D.Görlitz, S.Skwirblies, A.Wriedt, Phys.Rev.Lett. 87, 127005 (2001)
 + Phys. Rev. Lett. 88, 159902 (2002)

- [25] E.H.Brandt, Phys.Rev.**B 50**, 13833 (1994)
- [26] E.H.Brandt, Phys.Rev.Lett. 74, 3025 (1995)
- [27] E.H.Brandt, Phys.Rev.**B 54**, 4246 (1996)
- [28] Ö.Festin, P.Svedlindh, F.Rönnung, D.Winkler, Phys.Rev. B 70, 024511 (2004)
- [29] W.Gil, unveröffentlicht (2002)
- [30] G.Nakielski, Dissertation: "Untersuchung des elektrischen ac-Widerstandes zur Entstehung stabiler Supraleitung in YBa₂Cu₃O_{7-δ}", (1997)
- [31] V. J. Emery und S. A. Kivelson, Natur (London) 374, 434 (1995)
- [32] E.W. Carlson et al., Phys. Rev. Lett. 83, 612 (1999)
- [33] G. A. Williams, Physica (Amsterdam) 194B-196B, 1415 (1994); Phys. Rev. Lett. 82, 1201 (1999);
- [34] B. Chattopadhyay und S. R. Shenoy, Phys. Rev. Lett. 72, 400 (1994)
- [35] A. K. Nguyen und A. Sudbø, Phys. Rev. B 60, 15 307 (1999)
- [36] L. Onsager, Nuovo Cimento Suppl. 6, 249 (1949); R. P. Feynman, in Progress in Low Temperature Physics, edited by C. J. Gorter (North-Holland, Amsterdam, 1955), in Vol. 1, p. 17
- [37] T. Schneider, Physica (Amsterdam) **195C**, 82 (1992)
- [38] J.G.Bednorz und K.A.Müller, Z.Phys. B 64, 189 (1986)
- [39] C.T.Rogers, K.E.Myers, J.N.Eckstein und I.Bozovic, Phys. Rev. Lett. 69, 160 (1992)
- [40] Ö.Festin, P.Svedlindh, B.H.Kim, P.Minnhagen, R.Chakalov und Z.Ivanov, Phys. Rev. Lett. 83, 5567 (1999)
- [41] E.H.Brandt, Rep. Prog. Phys. 58, 1465 (1995)
- [42] W.Widder, L.Bauernfeind, H.F.Braun, H.Burkhardt, D.Rainer, M.Bauer und H.Kinder, Phys.Rev.**B 55**, 1254 (1997)
- [43] B. I. Halperin und D. R. Nelson, J. Low Temp. Phys. 36, 599 (1979)
- [44] P.Minnhagen, in *Models and Phenomenology for Conventional and High-Temperature Superconductors*, Proceedings of the International School of Physics "Enrico Fermi", Course CXXXVI (IOS Press, Amsterdam, 1998)
- [45] B.J.Kim und P.Minnhagen, Phys. Rev. Lett. 69, 160 (1992)
- [46] D. Görlitz, D. Dölling, S. Skwirblies und J. Kötzler, "Precursors to Superconductivity in YBa₂Cu₃O₇₋₈ Films: Transition Broadening vs Thermal Fluctuations", CP850, Low Temperature Physics: 24th International Conference on Low Temperature Physics, AIP 0-7354-0347-3 (2006)
- [47] V. Hagen und R. Wiesendanger, unveröffentlicht (2002)
- [48] A. Fiory et al., Phys. Rev. Lett. 61, 1419 (1988)
- [49] M. Björnander et al., Physica (Amsterdam) 272C, 326 (1996)
- [50] J. Corson et al., Natur (London) **398**, 221 (1999)
- [51] V. A. Gasparov et al., Physica (Amsterdam) 284B-288B, 1021 (2000)
- [52] M. Capezzali, H. Beck und S. Shenoy, Phys. Rev. Lett. 78, 523 (1997)
- [53] G. A. Williams, Phys. Rev. Lett. 71, 392 (1993)
- [54] K. Medvedyeva, B.J. Kim und P. Minnhagen, Phys. Rev. Lett. 89, 149703 (2002)

- [55] J. Kötzler, D.Görlitz, S. Skwirblies und A. Wriedt, Phys. Rev. Lett. 89,149704 (2002)
- [56] T.S. Lee *et al.*, Phys. Rev. Lett. **74**, 2796 (1995)
- [57] E.H.Brandt, Phys. Rev. **B** 49, 9024 (1994)
- [58] E.H.Brandt, Phys. Rev. **B** 50, 4034 (1994)
- [59] C.Stodte, Diplomarbeit am IaP, Hamburg, Okt. 1996, "Resonante Bestimmung der dynamischen Leitfähigkeit dünner $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$ -Filme nahe T_c zwischen 0.45 und 2 GHz"
- [60] S.Senoussi, M.Oussena und S.Hadjoudi, J.Appl. Phys. 63, 4176 (1988)
- [61] H.K.Olsson und R.H.Koch. Phys.Rev.Lett. 68, 2406 (1992)
- [62] A.A.Golubov et al., Physica C 213, 139 (1993)
- [63] J.R.Waldram et al, Pys.Rev.**B 60**, 1349 (1999)
- [64] D. Görlitz und J.Kötzler, unpublished
- [65] Ch. Kittel, "Einführung in die Festkörperphysik", R. Oldenbourg Verlag, (1991), ISBN 3-486-22018-7
- [66] J.Bardeen, L.N.Cooper und J.R.Schrieffer, Phys. Rev. 106, 162 (1957); 108, 1175 (1957)
- [67] S.A.L.Foulds et al., Phys. Rev. B 55, 9098 (1997)
- [68] H.Kinder et al., Physica (Amsterdam) 282C-287C, 107 (1997)
- [69] F.London, *Superfluids* Bd. 1, Dover, New York (1950)
- [70] E.H.Brandt, Phys. Rep.Prog.Phys 58, 1472 (1995)
- [71] P.W. Anderson, Phys. Rev. Lett, 9, 309 (1962), P.W. Anderson und Y.B. Kim, Rev. Mod. Phys. 36, 39 (1964)
- [72] A.I.Larkin und Yu.N.Ovchinnikov, J. Low. Temp. Phys. 73, 109 (1979)
- [73] C.P.Bean, Rev. Mod. Phys. 36, 39 (1964)
- [74] Z.Tešanović, Phys. Rev. B 59, 6449 (1999)
- [75] R.J.Cava, A.W.Hewat, E.A.Hewat, B.Batlogg, M.Marezio, K.M.Rabe, J.J.Krajewski, W.F.Peck und L.W.Rupp, Physica C 165, 419 (1990)
- [76] J.D.Jorgensen, B.W.Veal, A.P.Paulikas, L.J.Nowicki, G.W.Crabtree, H.Claus, und W.K.Kwok, Phys. Rev. B 41, 1863 (1990)
- [77] Diplomarbeit A.Wriedt
- [78] E.H.Brandt, Phys. Rev. **B 55**, 14513 (1997)
- [79] E.H.Brandt, Phys. Rev. **B 58**, 6523 (1998)
- [80] D.V.Shantsev, Y.M.Galperin and T.H.Johansen, Phys. Rev. B 60, 13112 (1999)
- [81] D.V.Shantsev, Y.M.Galperin and T.H. Johansen, Phsy. Rev. B 61, 9699 (2000)
- [82] E.A.Pashitskii, Low. Temp. Phys. 27, 96 (2001)
- [83] M. Tinkham, Introduction to Superconductivity McGRAW-Hill, (1996)
- [84] D.-X. Chen and E.Pardo, Phys.Rev.Lett. 88, 222505 (2006)

Publikationsliste

- H. Jin, S. Skwirblies, J. Kötzler: "Growth and characterization of BiSCCO 2212 whiskers from melts containing various La contents" J. Crystal Growth 207, 154 (1999)
- T. Rossmy, S. Skwirblies and J. Kötzler: "Contact-free determination of ultralow resistances of micronsized whiskers" Rev. Sci. Instruments 71, 583 (2000)
- H. Jin, S. Skwirblies and J. Kötzler: "Paramagnetism and conductivity in nanostructured Bi-Sr-Ca-Cu-O" Supercond. Sci. Technol. 13, 964 (2000)
- I. Skorvanek, S. Skwirblies, J. Kötzler: "Magnetic hardening and spin-glass phenomena in nanocrystalline FeNbB at low temperatures" Phys. Rev. B 64, 184437 (2001)
- J. Kötzler, D.Görlitz, S. Skwirblies and A. Wriedt: "Loss of Superconducting Phase Coherence in YBa2Cu3O7 Films :Vortex-loop Unbinding and Kosterlitz-Thouless Phenomena." Phys. Rev. Lett. 87, 127005 (2001) + Phys. Rev. Lett. 88, 159902 (2002)
- J. Kötzler, D.Görlitz, S. Skwirblies and A. Wriedt: "Reply to: Comment on , Loss of Superconducting Phase Coherence in YBa2Cu3O7 Films :Vortex-loop Unbinding and Kosterlitz-Thouless Phenomena' by K.Medvedyeva, B. J. Kim, and P. Minnhagen" Phys. Rev. Lett. 89,149704 (2002)
- D. Görlitz and D. Dölling and S. Skwirblies and J. Kötzler "Precursors to Superconductivity in YBa₂Cu₃O_{7-δ} Films: Transition Broadening vs Thermal Fluctuations", CP850, Low Temperature Physics: 24th International Conference on Low Temperature Physics, AIP 0-7354-0347-3 (2006)

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die mich bei der Anfertigung dieser Arbeit unterstützt haben.

Mein besonderer Dank gilt:

- Herrn Prof. Dr. K. Nielsch für die Möglichkeit, diese Arbeit zu einem realen Abschluss zu bringen und für seine Hilfe, mir wieder die wesentlichen Punkte vor Augen zu führen.
- Herrn Prof. Dr. J. Kötzler für die Möglichkeit, diese Arbeit durchführen zu können, für die interessante Aufgabenstellung sowie meine langjährige Betreuung.
- Herrn Prof. Dr. K. Scharnberg für seine Unterstützung zum Thema der Supraleitung und die klärenden Gespräche.
- Herrn Dr. D. Görlitz für die EDV- und experimentelle Unterstützung, sowie seine aufbauenden Worte.
- Herrn Dr. E.H. Brandt (Stuttgart) für die vielfältige Unterstützung im Zusammenhang mit der Elektrodynamik supraleitender Filme, ihrer Berechnung sowie für einige hilfreiche Tipps zur programmtechnischen Umsetzung.
- Herrn Dipl. Ing. R. Meißner für seine vielfältige technische Unterstützung am Experiment.
- Herrn Dr. R. Semerad (THEVA Dünnschichttechnik GmbH, Eching-Dietersheim) für die Bereitstellung der YBCO-Filme.
- Den vielen (internationalen) Mitgliedern der Gruppe Supraleitung und Magnetismus, die ich während meiner Zeit kennenlernen durfte, für ihre Unterstützung und die gute und hilfsbereite Zusammenarbeit.
- Meinen Eltern, meiner Familie und meinen Freunden für ihre vielfältige Unterstützung, ihre Geduld und ihr Verständnis für die wenige Zeit, die ich für sie hatte.
- Dem Schöpfer all dieser Dinge der Natur und des Lebens, die wir hoffentlich eines Tages verstehen, achten und in seinem Sinne in Frieden und Weisheit zum Nutzen aller Wesen einsetzen werden ...