



# Magnetooptische Materialien und magnetooptische Untersuchungen an Supraleitern

Habilitationsschrift von

Dr. Andreas Heinrich

Augsburg, den 29.03.2006



*Für Anna-Maria*



# Inhaltsverzeichnis

<b>I</b>	<b>Magnetooptische Materialien</b>	<b>17</b>
<b>1</b>	<b>Einführung</b>	<b>19</b>
1.1	Der Faraday Effekt . . . . .	21
1.1.1	Phänomenologische Beschreibung . . . . .	21
1.1.2	Mikroskopische Beschreibung . . . . .	27
<b>2</b>	<b>Magnetooptisch aktive Granate</b>	<b>29</b>
2.1	Allgemeine Eigenschaften . . . . .	30
2.1.1	Strukturelle Eigenschaften . . . . .	30
2.1.2	Magnetische und optische Eigenschaften . . . . .	35
2.2	Substituierte Granate . . . . .	36
2.3	Deposition von Granatfilmen . . . . .	40
<b>3</b>	<b>Wachstum magnetooptisch aktiver Granate</b>	<b>43</b>
3.1	$(LuBi)_3(FeGa)_5O_{12}$ . . . . .	47
3.1.1	Stand der Forschung . . . . .	47
3.1.2	Deposition und Charakterisierung . . . . .	49
3.1.3	Wachstumsuntersuchungen . . . . .	54
3.2	$Bi_3Fe_5O_{12}$ . . . . .	57
3.2.1	Stand der Forschung . . . . .	57
3.2.2	Deposition und Charakterisierung . . . . .	57
3.2.3	Wachstumsuntersuchungen . . . . .	64
3.3	Integration von $Bi_3Fe_5O_{12}$ . . . . .	75
3.3.1	Allgemeine Bemerkungen . . . . .	75
3.3.2	Deposition und Charakterisierung . . . . .	75
<b>4</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>85</b>

<b>II</b>	<b>Magnetooptische Untersuchungen</b>	<b>91</b>
<b>5</b>	<b>Einführung</b>	<b>93</b>
5.1	Der Supraleiter $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ . . . . .	95
5.2	Der Supraleiter $MgB_2$ . . . . .	97
5.2.1	Strukturelle Eigenschaften . . . . .	97
5.2.2	Ausgewählte physikalische Eigenschaften . . . . .	98
<b>6</b>	<b>Deposition von <math>MgB_2</math>-Filmen</b>	<b>103</b>
6.1	Wachstum von $MgB_2$ . . . . .	103
6.2	Substrate für $MgB_2$ . . . . .	107
6.3	Präparationstechniken für $MgB_2$ -Filme . . . . .	109
6.4	Laserablation von $MgB_2$ . . . . .	115
6.4.1	Targetherstellung . . . . .	115
6.4.2	Das Plasma . . . . .	115
6.4.3	Standard Laserablation von $MgB_2$ . . . . .	120
6.4.4	Laserablation von $MgB_2$ mit Abschattung . . . . .	120
6.4.5	Laserablation von $MgB_2$ mit Probenkammer . . . . .	122
<b>7</b>	<b>Untersuchungen an Supraleitern</b>	<b>127</b>
7.1	Flusseindringen in Supraleiter . . . . .	128
7.1.1	Der kritische Zustand . . . . .	129
7.1.2	Selbstorganisierte kritische Systeme . . . . .	131
7.1.3	Flusslawinen in Supraleitern . . . . .	136
7.2	Experimenteller Aufbau . . . . .	138
7.3	Optimierte magnetooptische Aufnahmen . . . . .	141
7.4	$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ . . . . .	147
7.4.1	Feldeindringen im externen Feld . . . . .	147
7.4.2	Einfluss eines Hochfrequenzfeldes . . . . .	150
7.5	$MgB_2$ . . . . .	169
7.5.1	Feldeindringen im externen Feld . . . . .	169
7.5.2	Einfluss eines Hochfrequenzfeldes . . . . .	184
7.5.3	Einfluss von akustischen Oberflächenwellen . . . . .	189
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>211</b>
<b>III</b>	<b>Anhang</b>	<b>215</b>
<b>9</b>	<b>Danksagung</b>	<b>217</b>

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Prinzipskizze eines optischen Isolators. . . . .	20
1.2	Schematische Zeichnung von diamagnetischen und paramagnetischen Übergängen. . . . .	28
2.1	Granatstruktur: a) vorkommende Polyeder; b) Anordnung der Tetraeder und Dodekaeder; c) Anordnung der Tetraeder und Oktaeder; d) Anordnung der Oktaeder und Dodekaeder. . . .	31
2.2	Anordnung der Atome in der Einheitszelle des <i>YIG</i> . . . . .	33
2.3	Einfluss des Ionenradius auf die Gitterkonstante. . . . .	37
2.4	Laserablationsanlage zur Deposition von Granaten. . . . .	41
3.1	Schematischer Aufbau zur Faraday Messung. . . . .	44
3.2	Einfluss des Substrates auf die Faraday Rotation. . . . .	45
3.3	Gemessenes und simuliertes RBS-Spektrum einer <i>LBIG</i> Schicht auf <i>Si</i> . . . . .	50
3.4	Röntgendiffraktogramme von bei verschiedenen Temperaturen gewachsenen <i>LBIG</i> -Schichten auf (100) <i>GGG</i> -Substraten: 650°C (a), 685°C (b), 740°C (c), 760°C (d), 765°C (e) und 800°C (f). . . . .	51
3.5	Abhängigkeit der Gitterkonstante vom <i>Bi</i> Gehalt in der Probe. . . . .	52
3.6	Hochauflösende $\Theta/2\Theta$ Messung einer <i>LBIG</i> Probe auf (100) <i>GGG</i> . In den Insets sind die Rocking-Kurven des (008)-Reflexes von Schicht und Substrat dargestellt. . . . .	53
3.7	RHEED-Aufnahme des Substrates (a) und des <i>LBIG</i> -Filmes (b) bei Raumtemperatur. . . . .	54
3.8	a) und b): TEM -Aufnahmen der <i>LBIG</i> -Schicht; c) Beugungsbild. . . . .	55
3.9	Pulverdiffraktogramm der oxidischen Targets: a) <i>Fe</i> überstöchiometrisch; b) stöchiometrisch; c) <i>Bi</i> überstöchiometrisch. Angegeben sind die (hkl) Reflexe von $Bi_2Fe_4O_9$ ; #: $BiO_2$ oder weitere $Bi_xFe_yO_z$ Phase. . . . .	58

3.10	RBS-Spektrum einer Probe bei Ablation von einem oxidischen Target (a) und vom metallischen Target (b). . . . .	59
3.11	Röntgenspektren von bei verschiedenen Temperaturen hergestellten <i>BIG</i> Filmen: a) 500°C, b) 525°C, c) 550°C, d) 575°C, e) 600°C. . . . .	60
3.12	Degradation der Targets aufgrund einer 10minütigen (a) und b)) bzw. 30minütigen (c) und d)) Ablation. . . . .	61
3.13	Faraday Drehung von <i>BIG</i> : Einfluss der Wellenlänge (a), der Depositionstemperatur (b) und Laserenergie (c). . . . .	62
3.14	RHEED Aufnahmen und schematische Zeichnungen der Oberfläche: a) vor der Ablation; b) nach wenigen Pulsen c) und d) nach fortgeschrittener Deposition. . . . .	65
3.15	a) Schematische Darstellung der Schildposition; b) BSE Aufnahme von <i>BIG</i> auf (100) <i>GGG</i> ; c) SE Aufnahme zu Abbildung b); d) Pyramiden; e) bevorzugte Wachstumsrichtung; f) Projektion der Pole. . . . .	67
3.16	Wachstum von <i>BIG</i> auf (111) <i>GGG</i> : a) BSE Aufnahme; b) schematische Skizze der dreiseitigen Pyramide; c) stereographische Projektion der Pole; d) AFM Aufnahme; e) Höhenprofil einer Pyramide entlang einer Seitenfläche und einer Kante. . . . .	69
3.17	Wachstum von <i>BIG</i> auf (110) <i>SGGG</i> : a) BSE - Aufnahme; b) SE Aufnahme zu a); c) aneinander grenzende Inseln d) schematische Skizze der Insel; e) stereographische Projektion der Pole. . . . .	70
3.18	TEM-Aufnahme eines <i>BIG</i> -Filmes auf <i>GGG</i> : a) kompletter Schichtquerschnitt; b) Korngrenze; c) Substratinterface. . . . .	72
3.19	<i>BIG</i> Film auf (100) <i>GGG</i> : a) Beugungsbild; b) stereographische Projektion der Pole; c) Querschnitts TEM Aufnahme ; d) schematische Zeichnung des Pyramidenstumpfes. . . . .	73
3.20	Pulverdiffraktogramm des <i>YIG</i> Targets. Es sind nur Reflexe des <i>YIG</i> zu erkennen. . . . .	76
3.21	Röntgenspektrum eines auf <i>SiO<sub>2</sub></i> abgeschiedenen <i>YIG</i> Filmes nach dem Annealen. . . . .	77
3.22	RBS Spektrum einer bei 1100°C (a) bzw. 1150°C (b) getemperten Probe. . . . .	78
3.23	Verlauf des <i>Y/Fe</i> Verhältnisses mit der Temperatur. . . . .	79
3.24	Röntgenspektren einer Probe vor und nach der <i>BIG</i> Beschichtung, sowie die Differenz beider Messungen. . . . .	80
3.25	RBS Spektrum einer Probe vor und nach der <i>BIG</i> Beschichtung (Teilbereich des gesamten Spektrums). . . . .	80



3.26	Faraday Drehwinkel für $YIG/SiO_2$ ; $BIG/YIG/SiO_2$ ; $YIG/GGG$ ; $BIG/YIG/GGG$ als Funktion der Flussdichte. . . . .	82
5.1	Struktur von $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ . . . . .	95
5.2	Struktur von $MgB_2$ : a) Blickrichtung entlang der ab-Ebene; b) Blickrichtung entlang der c-Achse. . . . .	98
6.1	Temperatur-Zusammensetzung Phasendiagramm für das $Mg$ - $B$ System bei einem Druck von $1atm$ (a), $1Torr$ (b), $1mTorr$ (c) (aus [113]). . . . .	105
6.2	Druck-Temperatur Phasendiagramm für ein $Mg:B$ Verhältnis von $\geq \frac{1}{2}$ . Die Koexistenz von gasförmigen $Mg$ mit $MgB_2$ repräsentiert den thermodynamisch stabilen Bereich für die Deposition (aus [113]). . . . .	106
6.3	Optische Spektren des Plasmas bei $p = 10^{-6}mbar$ (a) und $p = 10^{-1}mbar$ (b). . . . .	117
6.4	Integrals über alle Linien in Abhängigkeit von der Laserenergie. . . . .	119
6.5	Abhängigkeit des Verhältnisses $\frac{MgII}{MgI}$ von der Laserenergie. . . . .	119
6.6	Abhängigkeit der kritischen Temperatur vom Magnetfeld für $MgB_2$ -Filme im Standardverfahren. . . . .	121
6.7	Abhängigkeit der kritischen Temperatur vom Magnetfeld im Schattenbereich. . . . .	121
6.8	Verwendete Probenkammer für die optimierte Schichtdeposition. . . . .	122
6.9	Abhängigkeit der kritischen Temperatur vom Magnetfeld für in der Probenkammer hergestellte $MgB_2$ -Filme. . . . .	123
6.10	Oberes kritisches Feld in Abhängigkeit von der reduzierten Temperatur. . . . .	124
7.1	Bean Modell: a) Verteilung der Flussschläuche in einem Supraleiter, sowie sich ergebendes inneres Feld (blau) und Strom (rot); b) Profil des inneren Feldes für steigendes (1-4) bzw. fallendes (5-8) externes Feld. . . . .	130
7.2	Prinzipieller Aufbau für die magnetooptische Untersuchung von Supraleitern. . . . .	139
7.3	Messaufbau für die magnetooptische Untersuchung von Supraleitern. . . . .	139
7.4	Intensität nach dem Analysator in Abhängigkeit vom Rotationswinkel $\alpha$ . . . . .	142
7.5	Magnetooptische Aufnahmen für unterschiedliche Stellungen des Analysators: a) $\alpha = -3^\circ$ ; b) $\alpha = 0^\circ$ ; c) $\alpha = 3^\circ$ . . . . .	143

7.6	Ergebnisbild nach Bildaufbereitung. Die rote Linie zeigt die Lage des Höhenprofils. . . . .	143
7.7	Höhenprofil entsprechend der roten Linie in Abbildung 7.6, sowie die korrelierten Magnetfeldwerte. . . . .	144
7.8	Flusseindringen in YBCO für $40mT$ (a); $50mT$ (b); $60mT$ (c); $0mT$ nach $60mT$ (d); sowie Form des YBCO Streifens (e) und Strombahnen im Supraleiter (f). . . . .	148
7.9	Intensitätsprofil entlang der in Abbildung 7.8c) gezeigten roten Linie. . . . .	149
7.10	Aktives Bauelement: YBCO Streifen mit Kontaktierung (a), sowie Spule zur Einspeisung der Hochfrequenz (b). . . . .	151
7.11	Schematischer Aufbau für die magnetooptischen Untersuchungen von YBCO in einem hochfrequenten Feld. . . . .	151
7.12	Typischerweise gemessener Strom- und Spannungsverlauf bei einem HF induzierten Schaltvorgang. . . . .	152
7.13	Schematische Zeichnung der Spulenpositionen bzgl. des YBCO Streifens. . . . .	154
7.14	Gemessene Schaltzeiten für die in Abbildung 7.13 angegebenen Positionen. . . . .	154
7.15	Magnetooptische Aufnahme des YBCO Streifens bei $6mT$ (a) bzw. $10mT$ (b). . . . .	155
7.16	Halbwellenaufgelöste magnetooptische Untersuchungen von YBCO ( $f = 1kHz$ , $I_{vor} = 20A$ ). . . . .	157
7.17	Vergrößerung zu den halbwellenaufgelösten magnetooptischen Untersuchungen von YBCO. . . . .	158
7.18	Stromverteilung um einen Defekt: a) zylindrischer Defekt; b) Film; c) Addition der Ströme; d) doppelte Parabelstruktur. . . . .	159
7.19	Einfluss des Vorstroms: a) $200mA$ ohne HF; b) $200mA$ und zusätzlicher HF Puls ( $100ms$ , $1kHz$ ), c) Stromerhöhung auf $220mA$ (ohne HF) nach b); d) $220mA$ und zusätzlicher HF Puls; e) Stromerhöhung $240mA$ nach d); f) $240mA$ und zusätzlicher HF Puls. . . . .	162
7.20	Abhängigkeit der Spannung am Supraleiter vom anliegenden Strom beim Übergang in die Normalleitung. . . . .	163
7.21	Form des eingedrungenen Feldes: rein externes Feld (links) bzw. externes Feld überlagert mit HF induziertem Feld (rechts). . . . .	165
7.22	Einfluss verschiedener Frequenzen auf das Eindringverhalten. . . . .	166
7.23	Magnetooptische Aufnahme einer $MgB_2$ Probe in einem externen Feld von $0.3mT$ . . . . .	170
7.24	Magnetooptische Aufnahme eines Kratzers bei a) $0.3mT$ ; b) $0.7mT$ ; c) $1.0mT$ und d) $1.6mT$ . . . . .	170

7.25	Magnetooptische Aufnahme der gesamten Probe bei a) $1.6mT$ ; b) $2.2mT$ ; c) $4.1mT$ und d) $10.3mT$ . . . . .	172
7.26	Bildung von Dendriten in $MgB_2$ bei verschiedenen Feldern. . . . .	174
7.27	Bildung von Dendriten in $MgB_2$ bei verschiedenen Temperaturen: $3.5K$ (a), $6K$ (b) und $9K$ (c). Mit steigender Temperatur nimmt die Zahl der Verzweigungen zu. . . . .	175
7.28	Bildung von Dendriten in $MgB_2$ bei verschiedenen Feldern: $10mT$ (a), $20mT$ (b) bzw. $16mT$ nach $20mT$ (c). . . . .	177
7.29	Abhängigkeit des Schwellenfelds von der Temperatur. . . . .	179
7.30	Bildung von Dendriten in $MgB_2$ zu verschiedenen Zeitpunkten bzw. verschiedenen Feldern: a) $x+0ms$ ; b) $x+20ms$ ; c) $x+400ms$ . . . . .	181
7.31	Zeitpunkt des Auftretens der einzelnen Dendriten. . . . .	183
7.32	Verteilungsfunktion der Länge der Dendriten (Rampe des externen Feldes: $0.075mT/s$ ). . . . .	183
7.33	Feldeindringen bei unterschiedlichen Frequenzen und Pulslängen für das große Substrat. . . . .	185
7.34	Feldeindringen bei unterschiedlichen Frequenzen und Pulslängen für das kleine Substrat. . . . .	186
7.35	Halbwellenaufgelöste Untersuchung der Dendritenbildung. . . . .	187
7.36	Schematische Darstellung der Rayleigh Wellen an der Oberfläche des Substrates. . . . .	190
7.37	Experimenteller Aufbau für die Untersuchungen von $MgB_2$ mit SAW. . . . .	194
7.38	Typisches Probendesign: Zu erkennen sind der supraleitende Streifen, sowie sechs IDT. . . . .	195
7.39	Temperaturabhängigkeit der SAW Amplitude für verschiedene Magnetfelder. . . . .	196
7.40	Relative Dämpfung der SAW. . . . .	197
7.41	a) Probenanordnung; b) Aufnahme ohne SAW; c) Aufnahme mit SAW; d) Differenzbild c)-b). . . . .	198
7.42	Einfluss der SAW Leistung auf das Eindringen des magnetischen Flusses eines $2.5ms$ Pulses ( $10K$ , $30mT$ ): a) $17dBm$ ; b) $21dBm$ ; c) $25dBm$ ; d) $29dBm$ ; sowie Einfluss der Pulsweite ( $10K$ , $30mT$ , $36dBm$ ): e) $30\mu s$ ; f) $100\mu s$ ; g) $350\mu s$ ; h) $1ms$ . . . . .	200
7.43	An der $Pt$ -Brücke gemessene Temperaturerhöhung für verschiedene Leistungen (a) und unterschiedliche Pulslängen (Wiederholung jede Sekunde) (b). . . . .	201
7.44	Differenzbilder zum Flusseindringen a) $5ms$ SAW Puls, b) $10ms$ SAW Puls, c) Temperaturerhöhung $\Delta T = 1.0K$ . . . . .	202
7.45	Unterbrochene Bahn: a) Schema; Differenzbild in der Flussstruktur für $19dBm$ (b) und $26dBm$ (c) SAW Puls. . . . .	203

7.46	Magnetooptische Aufnahme von $MgB_2$ bei $5K$ : ohne SAW (a); mit SAW (b). . . . .	205
7.47	Magnetooptische Aufnahme von $MgB_2$ bei $5K$ : SAW induzier- te Dendriten (a); Feld induzierte Dendriten (ohne zusätzliche SAW Pulse) (b). . . . .	205
7.48	Reiner Temperaturhub von $5.6K$ . . . . .	206
7.49	Unterbrochene Supraleiterbahn: a) schematische Zeichnung; b) induzierte Dendriten. . . . .	207
7.50	Pulsweitenvariation: a) $50\mu s$ ; b) $75\mu s$ ; c) $100\mu s$ ; d) $120\mu s$ ; e) $200\mu s$ mit anschließender Felderhöhung von $15mT$ auf $19mT$ (nur e). . . . .	208
7.51	Anzahl der SAW und Feld induzierten Dendriten bei schritt- weiser Erhöhung des Feldes um $0.4mT$ mit dazwischenliegen- den SAW Pulsen unterschiedlicher Länge (gleiche Leistung). . .	210

# Tabellenverzeichnis

2.1	Positionen der Ionen in der Granatstruktur $YIG$ (aus [21]). . .	33
2.2	Interatomare Abstände der nächsten Nachbarn im $YIG$ . . . .	34
2.3	Interatomare Winkel im $YIG$ . . . . .	34
2.4	Ordnungszahl, Ionenradius, Faraday Drehung und Gitterkonstante für unterschiedliche Substitutionen von $Y$ im $YIG$ (aus [20]). . . . .	38
3.1	Eigenschaften von $Lu_2Bi_1Fe_{4.1}Ga_{0.9}O_{12}$ (aus [36]). . . . .	47
3.2	Einwaage für die Targets. . . . .	57
3.3	Faraday Drehung bei $40mT$ . . . . .	82
5.1	Anisotropie von $YBCO$ . . . . .	96
6.1	Verwendete Substrate für die $MgB_2$ Abscheidung. . . . .	107
6.2	Berechnete und experimentell beobachtete Reaktionen von $Mg$ mit verschiedenen Substraten. . . . .	108
6.3	Überblick über die verschiedenen Methoden (PLD: Laserablation; MS: Magnetron Sputtern; HPCVD: Hybrid Physical Chemical Vapor Deposition; EV: Elektronenstrahl Verdampfer; SP: Screen Printing) zur Herstellung von $MgB_2$ . . . . .	113
6.4	Supraleitende Eigenschaften der mit unterschiedlichen Methoden hergestellten $MgB_2$ Filme. . . . .	126
7.1	Eigenschaften von selbst organisierten kritischen Systemen allgemein und am Beispiel eines Sandhügels bzw. Supraleiters. .	135



## **Vorbemerkungen:**

Bei der vorliegenden Arbeit handelt es sich um eine Habilitationsschrift, die nach dem neuen Bayerischen Hochschulgesetz an der Universität Augsburg, Lehrstuhl für Experimentalphysik IV, durchgeführt wurde.

Als Mentoren fungierten hierbei Prof. Dr. Bernd Stritzker (Lehrstuhl für Experimentalphysik IV, Universität Augsburg), Prof. Dr. Achim Wixforth (Lehrstuhl für Experimentalphysik I, Universität Augsburg) und Prof. Dr. Christoph Buchal (ISG, Forschungszentrum Jülich).

Die Arbeit ist in zwei Hauptteile untergliedert. Teil I befasst sich mit magneto-optischen Materialien und ihrer Deposition. Im zweiten Teil wird auf die mit Hilfe der magneto-optischen Materialien durchgeführten Untersuchungen an Supraleitern eingegangen. Im Einzelnen werden in den jeweiligen Teilen sowohl die eigenständig durchgeführten Arbeiten, als auch die gewonnenen Ergebnisse der betreuten Werkstudenten, Diplomanden und Doktoranden, die in der Danksagung näher angeführt sind, diskutiert. Sofern auf Ergebnisse anderer Gruppen eingegangen wird, ist dies an der entsprechenden Stelle mit einer Referenz vermerkt.





**Teil I**

**Magnetooptische Materialien**



# Kapitel 1

## Einführung

Magnetooptisch aktive Materialien zeichnen sich durch die Eigenschaft aus, dass sie die Polarisationssebene von Licht drehen. Die Drehung der Polarisationssebene kann dabei bei der Reflexion des Lichts (Kerr Effekt) oder bei der Transmission durch das magnetooptisch aktive Material (Faraday Effekt) stattfinden.

Ein hohes Anwendungspotenzial für magnetooptisch aktive Kristalle lässt sich z.B. in der optischen Kommunikation über Glasfaserkabel finden [1]. In solchen kommt es u.a. an Spleisstellen zwischen Kabel und Verstärker zu unerwünschten Reflexionen des übertragenen Signals. Abhilfe bietet hier ein optischer Isolator, basierend auf dem Faraday Effekt. Ein solcher besteht dabei aus einem magnetooptisch aktiven Material zwischen zwei Polarisatoren (vgl. Abb. 1.1). Zunächst wird dabei das Licht im ersten Polarisator polarisiert. Bei der Transmission durch den magnetooptisch aktiven Kristall erfolgt eine Drehung der Polarisationsrichtung um  $+45^\circ$ . Der an den Kristall anschließende zweite Polarisator ist gegenüber dem ersten um  $+45^\circ$  verdreht. Das Licht kann diesen also in gewünschter Transmissionsrichtung ungehindert passieren. Ein zurück reflektierter Strahl trifft jedoch zunächst auf Polarisator 2 und wird beim Durchlaufen des magnetooptisch aktiven Materials trotz inverser Ausbreitungsrichtung in dieselbe Richtung um  $+45^\circ$  gedreht. Die Polarisationsrichtung des Lichts ist somit senkrecht zur Stellung des Polarisators 1. Folglich wird es an diesem ausgelöscht.

Solch makroskopisch optische Bauelemente versucht man wie in der Mikroelektronik auf einem einzigen Chip zu integrieren (integrierte Optik). Hier werden, z.B. zur Informationsübertragung über Wellenleiter, Halbleiterlaser als Lichtquelle genutzt, die vor reflektiertem Licht geschützt werden müssen, da sie ansonsten instabil werden. Dazu sind optische Isolatoren in Form

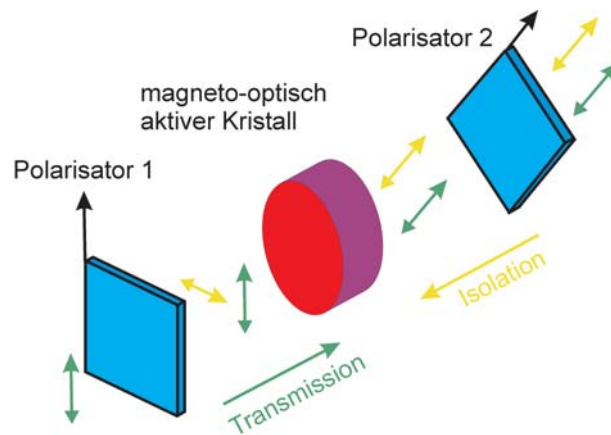


Abbildung 1.1: Prinzipskizze eines optischen Isolators.

von Filmen aus magnetooptisch aktivem Material erforderlich, welche mittels Dünnschichttechnik z.B. auf  $Si$  oder  $SiO_2$  aufgebracht werden müssen. Dies ist der Grundgedanke des ersten Teils der vorliegenden Arbeit.

Im Folgenden wird das Wachstum von magnetooptisch aktiven Granatfilmen behandelt. Da diese den Faraday Effekt zeigen, soll zunächst darauf detailliert eingegangen werden. Im zweiten Kapitel werden dann die strukturellen, magnetischen und optischen Eigenschaften von magnetooptisch aktiven Granatmaterialien vorgestellt und auf mögliche Depositionsmethoden eingegangen. Das Wachstum der hier untersuchten ferrimagnetischen Granate wird in Kapitel 3 diskutiert. Letztlich folgt in Kapitel 4 noch eine Zusammenfassung der Ergebnisse.

## 1.1 Der Faraday Effekt

Vor über 150 Jahren entdeckte Faraday, dass es bei der Transmission von linear polarisiertem Licht durch Quarzglas in einem extern angelegten Magnetfeld zu einer Drehung der Polarisationssebene kommt [2]. Im folgenden soll dieser nach Faraday bezeichnete Effekt sowohl phänomenologisch, als auch mikroskopisch beschrieben werden [3–7].

### 1.1.1 Phänomenologische Beschreibung

Breitet sich linear polarisiertes Licht in einem magnetooptisch aktiven Material parallel zu einer gegebenen Magnetisierung  $\vec{M}$  aus, so zeigt sich eine Faraday Drehung der Polarisationssebene des transmittierten Lichts um den Winkel  $\Theta$ . Die Drehrichtung hängt dabei lediglich von der Richtung der Magnetisierung und nicht von der Ausbreitungsrichtung der Welle ab. Es gilt:

$$\Theta(\omega) = V(\omega)Bd, \quad (1.1)$$

wobei  $d$  die Dicke der Probe,  $B$  die Flussdichte und  $V(\omega)$  eine vom Material und von der Frequenz des Lichts abhängige Konstante, die sog. Verdetkonstante, ist.

Diesen sogenannten Faraday Effekt nutzt man in unterschiedlichsten Bauteilen, wie optischen Isolatoren oder Sensoren zur optischen Beobachtung von Magnetfeldverteilungen. Dabei wird aus Anwendersicht eine möglichst hohe Faraday Drehung bzw. eine möglichst hohe Verdetkonstante angestrebt. Sie beträgt z.B. für  $SiO_2$   $3.25 \times 10^{-7} \frac{\circ}{\mu m \cdot mT}$ <sup>1</sup>. Im Vergleich dazu liegt sie bei den hier untersuchten Granatstrukturen um ca. fünf Größenordnungen höher.

### Allgemeiner Formalismus

Wie kann die beobachtete Faraday Drehung beschrieben werden? Allgemein ist die Ausbreitung von Licht in einem anisotropen Kristall durch die Maxwell Gleichungen und durch Materialgleichungen, welche durch makroskopische Eigenschaften wie den Dielektrizitätstensor gegeben sind, bestimmt. Allgemein gilt:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \underline{\epsilon}(\omega) \vec{E}. \quad (1.2)$$

Dabei ist  $\vec{D}$  die dielektrische Verschiebung,  $\underline{\epsilon}(\omega)$  der Dielektrizitätstensor,  $\epsilon_0$  die Influenzkonstante in Vakuum und  $\vec{E}$  der elektrische Feldvektor des Lichts.

---

<sup>1</sup>Dieser Wert bezieht sich auf eine verwendete Wellenlänge von  $\lambda = 546nm$ .

Betrachtet man eine kubische Struktur mit einer Magnetisierung  $\vec{M}$  in  $z$ -Richtung, so gilt für den Dielektrizitätstensor:

$$\underline{\epsilon}(\vec{M}, \omega) = \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} & \epsilon_{xy} & 0 \\ -\epsilon_{xy} & \epsilon_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{zz} \end{pmatrix}. \quad (1.3)$$

In Gleichung 1.3 können alle Komponenten komplex sein, d.h. es gilt  $\epsilon_{ij} = \epsilon'_{ij} + i\epsilon''_{ij}$ . Außerdem hängen sie von der Magnetisierung  $\vec{M}$  ab und genügen der Onsager Relation:

$$\epsilon_{ij}(-\vec{M}, \omega) = \epsilon_{ji}(\vec{M}, \omega). \quad (1.4)$$

Die Onsager Beziehung gibt dabei an, dass die diagonalen Komponenten des Dielektrizitätstensors eine gerade Funktion von  $\vec{M}$  bzw. die nicht diagonalen Elemente eine ungerade Funktion von  $\vec{M}$  sind.

Des weiteren nutzt man die Maxwell Gleichungen, welche gegeben sind durch:

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\mu_0 \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (1.5)$$

und

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \epsilon_0 \underline{\epsilon} \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}. \quad (1.6)$$

Dabei soll eine ebene Welle der Form

$$\vec{E} = \vec{E}_0 e^{-i(\omega t - \vec{k}\vec{r})} \quad (1.7)$$

$$\vec{H} = \vec{H}_0 e^{-i(\omega t - \vec{k}\vec{r})} \quad (1.8)$$

betrachtet werden, wobei  $\omega$  die Frequenz und  $\vec{k}$  der Wellenvektor ist. Nutzt man außerdem die Beziehungen

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = i\vec{k} \times \vec{E} \quad (1.9)$$

und

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = i\vec{k} \times \vec{H} \quad (1.10)$$

sowie

$$\frac{\partial \vec{E}}{\partial t} = -i\omega \vec{E} \quad (1.11)$$

und

$$\frac{\partial \vec{H}}{\partial t} = -i\omega \vec{H} \quad (1.12)$$

können die Gleichungen 1.5 und 1.6 umgeschrieben werden zu:

$$\vec{k} \times \vec{E} = \omega \mu_0 \vec{H} \quad (1.13)$$

und

$$\vec{k} \times \vec{H} = -\omega \epsilon_0 \underline{\epsilon} \vec{E}. \quad (1.14)$$

Durch Zusammenfassen von Gleichung 1.13 und 1.14 kann  $\vec{H}$  eliminiert werden:

$$\vec{k} \times (\vec{k} \times \vec{E}) = -\omega^2 \mu_0 \epsilon_0 \underline{\epsilon} \vec{E}. \quad (1.15)$$

Nutzt man noch die Vektoridentität

$$\vec{k} \times (\vec{k} \times \vec{E}) = \vec{k}(\vec{k} \cdot \vec{E}) - k^2 \vec{E}, \quad (1.16)$$

so ergibt sich

$$\vec{k}(\vec{k} \cdot \vec{E}) - k^2 \vec{E} + \epsilon_0 \mu_0 \omega^2 \underline{\epsilon} \vec{E} = 0. \quad (1.17)$$

Gleichung 1.17 kann man unter der Annahme, dass

$$k_0^2 = \epsilon_0 \mu_0 \omega^2 \quad (1.18)$$

ist, umschreiben zu

$$\vec{k}(\vec{k} \cdot \vec{E}) - k^2 \vec{E} + k_0^2 \underline{\epsilon} \vec{E} = 0. \quad (1.19)$$

Division durch  $k_0^2$  und Ersetzen mit

$$\vec{N} = \frac{\vec{k}}{k_0}, \quad (1.20)$$

ergibt:

$$\frac{\vec{N}}{k_0}(\vec{k} \cdot \vec{E}) - N^2 \vec{E} + \underline{\epsilon} \vec{E} = 0. \quad (1.21)$$

Berücksichtigt man letztlich noch, dass  $\vec{k}$  senkrecht zu  $\vec{E}$  steht, gilt nach Vorzeichenumkehr:

$$N^2 \vec{E} - \underline{\epsilon} \vec{E} = 0 \quad (1.22)$$

bzw. in Matrix Schreibweise:

$$\begin{pmatrix} N^2 - \epsilon_{xx} & -\epsilon_{xy} & 0 \\ \epsilon_{xy} & N^2 - \epsilon_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & N^2 - \epsilon_{zz} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{pmatrix} = 0. \quad (1.23)$$

Nimmt man an, dass  $\vec{N}$  parallel zu  $\vec{M}$  steht, d.h. das Licht breitet sich in  $z$ -Richtung aus, dann ist  $\vec{N} = (0, 0, N)$ . Entsprechend ist  $E_z = 0$  und Gleichung 1.23 wird zu:

$$\begin{pmatrix} N^2 - \epsilon_{xx} & -\epsilon_{xy} \\ \epsilon_{xy} & N^2 - \epsilon_{xx} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix} = 0 \quad (1.24)$$

bzw.:

$$(N^2 - \epsilon_{xx})E_x - \epsilon_{xy}E_y = 0 \quad (1.25)$$

$$\epsilon_{xy}E_x + (N^2 - \epsilon_{xx})E_y = 0. \quad (1.26)$$

Dieses Gleichungssystem kann gelöst werden. Es ergibt sich:

$$N_{\pm}^2 = \epsilon_{xx} \pm i\epsilon_{xy} \quad (1.27)$$

und

$$E_y = \pm iE_x. \quad (1.28)$$

Löst man Gleichung 1.27 nach  $\epsilon_{xy}$  auf und setzt das Ergebnis in Gleichung 1.25 ein, so erhält man unter Berücksichtigung von Gleichung 1.28 für die dielektrische Verschiebung:

$$D_+ = \epsilon_0 N_+^2 (E_x + iE_y) \quad (1.29)$$

bzw.

$$D_- = \epsilon_0 N_-^2 (E_x - iE_y). \quad (1.30)$$

Dieses Ergebnis kann dahingehend interpretiert werden, dass sich rechts bzw. links zirkular polarisiertes Licht mit den unterschiedlichen komplexen Komponenten  $N_+$  bzw.  $N_-$  ergibt.

### Übertragung auf den Faraday Effekt

Allgemein kann man linear polarisiertes Licht, das sich in  $z$ -Richtung bewegt, als zwei zirkular polarisierte Wellen mit gleicher Amplitude auffassen. Wie in Gleichung 1.27 gezeigt, propagieren diese beiden zirkular polarisierten Wellen in einem magnetooptisch aktiven Material allgemein mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten. Nach Transmission durch die Dicke  $d$  des Materials zeigt sich somit eine Phasendifferenz zwischen den beiden zirkular polarisierten Wellen. Diese ist gegeben durch:

$$\phi = \frac{\omega d}{c} \cdot \text{Re}(N_+ - N_-). \quad (1.31)$$

Dabei beschreibt  $c$  die Lichtgeschwindigkeit in Vakuum und  $\text{Re}(N_+)$  bzw.  $\text{Re}(N_-)$  sind die Brechungsindizes für die beiden zirkular polarisierten Wellen.



Treten die beiden Strahlen am Ende der Probe aus, können sie zu einer linear polarisierten Welle überlagert werden. Aufgrund der Phasendifferenz ist dabei die Polarisationssebene um den Winkel  $\Theta$  gedreht:

$$\Theta_F(\omega) = \frac{\omega}{2c} \cdot \operatorname{Re}(N_+ - N_-). \quad (1.32)$$

Werden die beiden zirkular polarisierten Wellen im magnetooptisch aktiven Medium unterschiedlich gedämpft, so ändern sich neben der Dicke  $d$  auch ihre relativen Amplituden. Damit ergibt sich bei der Kombination der beiden zirkular polarisierten Wellen am Ende der Probe nicht mehr linear polarisiertes Licht, sondern elliptisch polarisiertes. Die Elliptizität des transmittierten Lichts  $\eta_F(\omega)$  ist definiert als:

$$\eta_F(\omega) = -\frac{\omega}{2c} \cdot \operatorname{Im}(N_+ - N_-). \quad (1.33)$$

Dabei beschreiben  $\operatorname{Im}(N_+)$  und  $\operatorname{Im}(N_-)$  die Extinktionskoeffizienten für zwei zirkular polarisierte Wellen. Die Elliptizität  $\eta_F(\omega)$  entspricht dem Verhältnis aus kleinerer und größerer Halbachse der Ellipse und steht im direkten Zusammenhang mit dem magnetischen zirkularen Dichroismus. Dieser ist dabei definiert als Differenz zwischen den Absorptionskoeffizienten des rechts und links zirkular polarisierten Lichts:

$$\Delta\alpha(\omega) = \alpha_+(\omega) - \alpha_-(\omega) = -\frac{4\eta_F(\omega)}{d}. \quad (1.34)$$

Im allgemeinsten Fall wird also das transmittierte Licht elliptisch polarisiert, wobei die Elliptizität durch Gleichung 1.33 ausgedrückt wird. Außerdem drehen sich die beiden Halbachsen um einen Winkel, der durch Gleichung 1.32 gegeben ist.

Um nun letztlich noch die Gleichungen 1.32 und 1.33 mit den Komponenten des dielektrischen Tensors auszudrücken wird folgendes definiert:

$$N_+ = n_+ + ik_+ \quad (1.35)$$

$$N_- = n_- + ik_- \quad (1.36)$$

$$\Delta n = \operatorname{Re}(N_+ - N_-) = n_+ - n_- \quad (1.37)$$

$$\Delta k = \operatorname{Im}(N_+ - N_-) = k_+ - k_- \quad (1.38)$$

$$n = \frac{n_+ + n_-}{2} \quad (1.39)$$

$$k = \frac{k_+ + k_-}{2} \quad (1.40)$$

$$\epsilon_{ij} = \epsilon'_{ij} + i\epsilon''_{ij}, \quad (1.41)$$

woraus sich ergibt [8]:

$$\epsilon'_{xx} = n^2 - k^2 \quad (1.42)$$

$$\epsilon''_{xx} = 2nk \quad (1.43)$$

$$\epsilon'_{xy} = n\Delta k + k\Delta n \quad (1.44)$$

$$\epsilon''_{xy} = k\Delta k - n\Delta n. \quad (1.45)$$

Somit wird 1.32 und 1.33 geschrieben als:

$$\Theta_F(\omega) = \frac{\omega}{2c} \cdot \frac{k\epsilon'_{xy} - n\epsilon''_{xy}}{n^2 + k^2} \quad (1.46)$$

$$\eta_F(\omega) = -\frac{\omega}{2c} \cdot \frac{n\epsilon'_{xy} + k\epsilon''_{xy}}{n^2 + k^2}. \quad (1.47)$$

Für ein transparentes Material kann man  $k = 0$  annähern. Es folgt aus 1.46 und 1.47:

$$\Theta_F(\omega) = -\frac{\omega}{2c} \cdot \frac{\epsilon''_{xy}}{n} \quad (1.48)$$

$$\eta_F(\omega) = -\frac{\omega}{2c} \cdot \frac{\epsilon'_{xy}}{n}. \quad (1.49)$$

Dies bedeutet also, dass die Faraday Drehung  $\Theta_F$  und die Faraday Elliptizität  $\eta_F$  proportional zum Imaginärteil bzw. zum Realteil der nichtdiagonalen Komponenten des dielektrischen Tensors  $\underline{\epsilon}$  sind.

### 1.1.2 Mikroskopische Beschreibung

Für eine mikroskopische Beschreibung des Faraday Effektes gilt es, den experimentell bestimmten Dielektrizitätstensor mit quantenmechanischen Berechnungen bzw. Modellen zu vergleichen.

Bei den hier betrachteten Selten-Erd Eisengranaten ( $Y_3Fe_5O_{12}$  oder auch  $Bi_3Fe_5O_{12}$ ) werden die magnetooptischen Effekte im sichtbaren Licht durch elektrische Dipolübergänge im sichtbaren und ultravioletten Bereich bedingt [7]. Dabei absorbiert das  $Fe^{3+}$  Ion deutlich stärker als das Selten-Erd Ion und dominiert somit die optischen und magnetooptischen Eigenschaften [9, 10].

In der Regel geht man bei den aufgestellten Modellen von einem einfachen ionischen Cluster aus. Zugrunde gelegt werden die Übergänge innerhalb der tetraedrischen und oktaedrischen  $Fe - O$  Komplexe. So wurden z.B. im Falle von  $Y_3Fe_5O_{12}$  zwanzig Übergänge angenommen, um das gemessene Spektrum des Dielektrizitätstensors  $\epsilon(\omega)$  zwischen  $450nm$  und  $750nm$  zu erklären [11]. Dennoch kann der Einfluss der Selten-Erd Ionen nicht vernachlässigt werden. So zeigt sich bei der Dotierung von  $Y_3Fe_5O_{12}$  mit  $Bi$  ( $Y_{3-x}Bi_xFe_5O_{12}$ ) eine Zunahme der Faraday Drehung. Die Faraday Drehung kann jedoch nicht durch Übergänge innerhalb des Wismuts alleine bedingt sein [12]. Vielmehr verstärkt die Dotierung Übergänge, welche bereits im undotierten Eisengranat vorhanden sind [13, 14]. Aus diesem Grund wurde z.B. eine Beeinflussung der Sauerstoff 2p und Eisen 3d-Orbitale durch die Wismut 6p-Orbitale vorgeschlagen [12, 13, 15–17].

Wie kann nun ein elektrischer Dipolübergang einen magnetooptischen Effekt bedingen? Dazu geht man davon aus, dass links und rechts zirkular polarisierte Photonen ein magnetisches Moment  $\mu = \pm 1$  in die Richtung der Wellenausbreitung besitzen. Außerdem gilt die Auswahlregel für die Orientierungsquantenzahl  $m$  für links bzw. rechts polarisiertes Licht:  $\Delta m = \pm 1$ . Betrachtet man die Spin-Bahn-Aufspaltung eines  $P$ -Terms, wie er in Abbildung 1.2 dargestellt ist [15], so unterscheidet man prinzipiell zwischen diamagnetischen und paramagnetischen Übergängen. Entsprechend den Auswahlregeln können Übergänge zwischen den einzelnen Niveaus stattfinden. Die Aufspaltung der Niveaus ist hierbei z.B. durch Elektron-Elektron-Wechselwirkungen, Spin-Bahn-Kopplung, Kristall-Feld Aufspaltung, Austauschwechselwirkung oder den Zeeman Effekt bedingt [5].

Der magnetooptische Effekt folgt nun aus einer unterschiedlichen Polarisierbarkeit bzw. unterschiedlichen Übergangswahrscheinlichkeiten des Materials für links bzw. rechts zirkular polarisierte Wellen [5]. Für die diamagnetische Dispersion ergibt sich die unterschiedliche Polarisierbarkeit aus der Aufspaltung des angeregten Zustandes um  $2\Delta$ . Dagegen wird im Falle der para-

magnetischen Dispersion der Unterschied in der Polarisierbarkeit auf eine unterschiedliche Besetzung des Grundzustandes zurückgeführt.

Ob wirklich eine strikte Trennung in paramagnetische und diamagnetische Übergänge zulässig ist, bleibt umstritten [13]. Dennoch wird meist davon ausgegangen. Nach diesem Modell ist die erhöhte Faraday Drehung in *Bi* dotierten  $Y_3Fe_5O_{12}$  durch zwei bis vier diamagnetische Übergänge bedingt [16–18]. Bei dem vollständig substituierten Granat  $Bi_3Fe_5O_{12}$  wird sogar davon ausgegangen, dass nur noch ein diamagnetischer Übergang für den Faraday Effekt verantwortlich ist [19].

Nachdem nun der Faraday Effekt sowohl mikroskopisch, als auch phänomenologisch beschrieben worden ist, sollen im nächsten Kapitel die hier verwendeten magnetooptisch aktiven Granate näher vorgestellt werden.

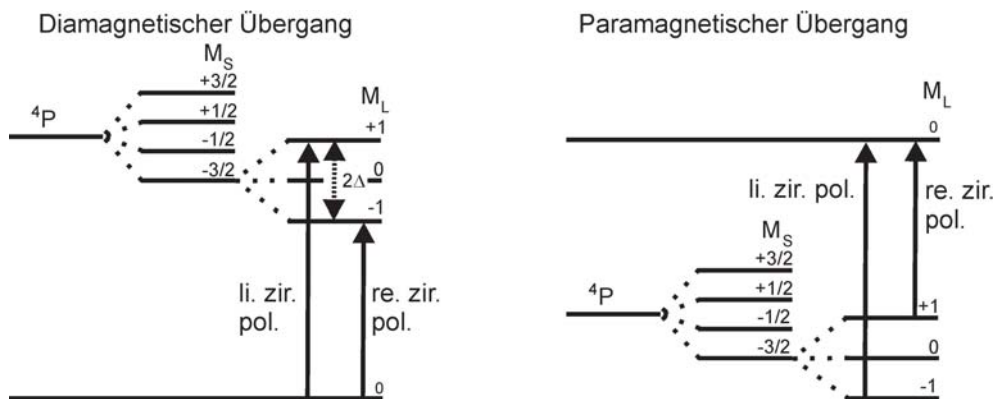


Abbildung 1.2: Schematische Zeichnung von diamagnetischen und paramagnetischen Übergängen.

# Kapitel 2

## Magnetooptisch aktive Granate

Während der letzten Jahrzehnte wurde eine breite Klasse der Materialien dahingehend untersucht, ob sie einen magnetooptischen Effekt zeigen. Dabei kann man prinzipiell zwei Gruppen unterscheiden [5]:

Zur ersten Gruppe gehören Metalle und Legierungen, welche nur für Dicken  $< 100\text{nm}$  transparent sind (z.B.  $Fe$ ,  $Co$ ,  $Ni$ ,  $FePt$ ,  $FePd$ ,  $CoPt$ ,  $MnBi$ ,  $CrTe$ ,  $PtMnSb$ ,  $CeSb$ ,  $U(Sb, Te)$ , usw.).

Für diese Materialien ist der Kerr Effekt, also die Drehung der Polarisationsrichtung aufgrund der Reflexion des Lichts an der Oberfläche, der wichtigste magnetooptische Effekt. Die Selten-Erd Übergangsmetallegierungen sind dabei die bekanntesten Vertreter, da sie z.B. als magnetooptische Disks eine breite Anwendung finden.

Der zweiten Gruppe gehören Materialien wie

- Dielektrika (Orthoferrite, Manganate (z.B.  $(LaSr)MnO_3$ ), Spinel Ferrite, (z.B.  $CoFe_2O_4$ ), Ba-Hexaferrite (z.B.  $BaFe_{12}O_{19}$ ), Chrom Trihalide,  $EuO$ ,  $EuS$ ,  $EuTe$ ,  $EuSe$ , ferritische Borate (z.B.  $FeBO_3$ ), ferritische Fluoride (z.B.  $FeF_3$ ) etc.)
- halb magnetische Halbleiter ( $Zn_{1-x}Mn_xTe$ ,  $Cd_{1-x}Mn_xS$ ,  $GaAs(Mn)$ ,  $CdP_2(Mn)$ , usw.)
- Multilagensysteme ( $NdDyTbFeCo/NdTbFeCo/NdDyTbFeCo$  etc.)
- sowie die ferrimagnetischen Granate an.

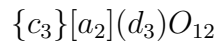
Speziell die ferrimagnetischen Granate zeichnen sich durch ihre hohe Faraday Drehung bei Raumtemperatur aus. Aus diesem Grund sind sie Gegenstand dieser Arbeit und werden im Folgenden näher betrachtet.

## 2.1 Allgemeine Eigenschaften

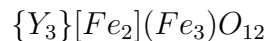
Eine ausführliche Darstellung zu magnetooptisch aktiven Granaten ist in [5, 6, 8, 20] zu finden. Die in diesem Kapitel getroffenen Aussagen sind diesen Literaturstellen entnommen. Außerdem sind, soweit nicht anders vermerkt, sämtliche in diesem Kapitel angeführten Tabellen der Referenz [20] entnommen.

### 2.1.1 Strukturelle Eigenschaften

Die Granate werden der Raumgruppe  $Ia\bar{3}d(O_h^{10})$  (Nr. 230; kubisch raumzentriertes Bravais Gitter) zugeordnet. Ihre allgemeine Formelschreibweise lautet:



Von dieser kann die Schreibweise der hier untersuchten ferrimagnetischen Granate abgeleitet werden. Ihr prominentester Vertreter ist  $Y_3Fe_5O_{12}$  (*YIG*), der im Folgenden betrachtet werden soll. Für diesen gilt:



Zu beachten sind hierbei die unterschiedlichen Klammern. Diese stehen für die unterschiedlichen Koordinationen des Sauerstoffs:

- $\{c\}$ : 8 fache Koordination
- $[a]$ : 6 fache Koordination
- $(d)$ : 4 fache Koordination

Die zu c,a bzw. d gehörigen Kationen befinden sich dabei im Zentrum des jeweiligen, durch die Sauerstoffionen aufgespannten Polyeders:

- $Y$ : 8 fache Koordination: Dodekaeder (bzw. gestörter Kubus)
- $Fe$ : 6 fache Koordination: Oktaeder
- $Fe$ : 4 fache Koordination: Tetraeder

In Abbildung 2.1a) sind die vorkommenden Polyeder schematisch dargestellt. Im Zentrum des Dodekaeders (Abb. aI) befindet sich das von acht Sauerstoffionen umgebene Yttrium. Die Eisen Ionen sind innerhalb der Oktaeder (aII) bzw. Tetraeder (aIII) zu finden und von sechs bzw. vier Sauerstoffionen umgeben.

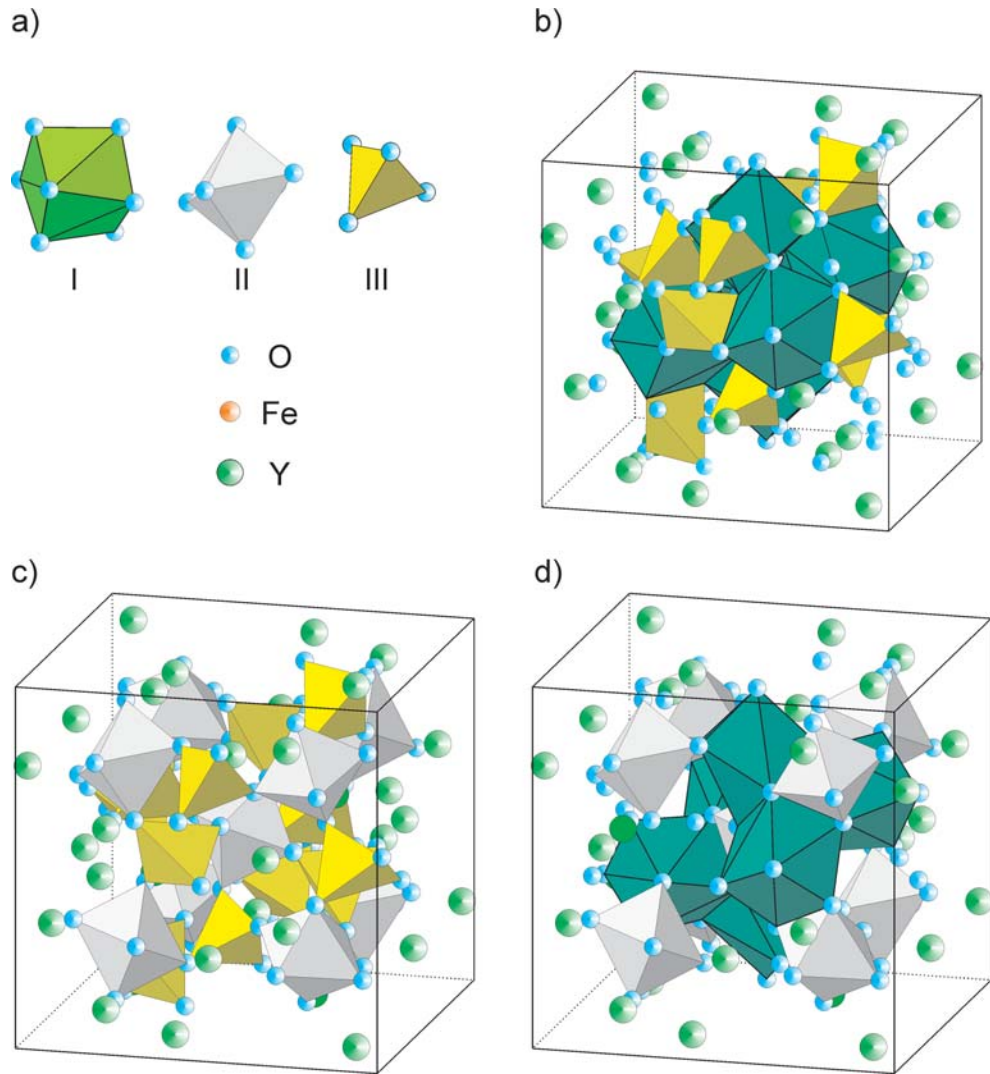


Abbildung 2.1: Granatstruktur: a) vorkommende Polyeder; b) Anordnung der Tetraeder und Dodekaeder; c) Anordnung der Tetraeder und Oktaeder; d) Anordnung der Oktaeder und Dodekaeder.

Als nächstes soll die Anordnung der einzelnen Polyeder in der Einheitszelle betrachtet werden. Dies ist schematisch in Abbildung 2.1b), c) und d) zu sehen. Um die Übersichtlichkeit zu wahren, wurden dabei die Eisenionen aus der Abbildung entfernt. Außerdem werden pro Abbildung jeweils nur zwei Polyeder dargestellt. Zusammengefasst zeigt sich, dass

- zwei Kanten der Tetraeder mit zwei Kanten von benachbarten Dodekaedern
- sechs Kanten des Oktaeders mit sechs Dodekaederkanten
- bei jedem Dodekaeder zwei Kanten mit einem Tetraeder und vier Kanten mit einem anderen Dodekaeder
- keine Kanten des Tetraeders mit Kanten des Oktaeders

zusammenfallen.

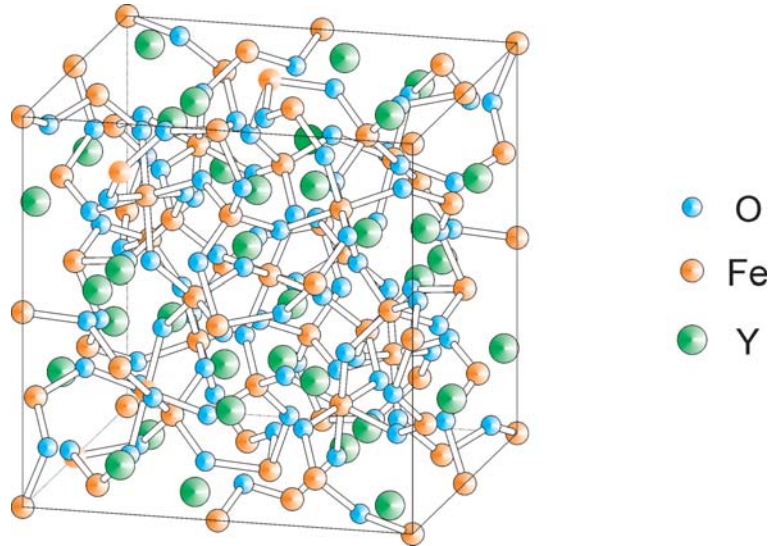
Betrachtet man den Aufbau aus Sicht der Sauerstoffionen, dann hat jedes  $O^{2-}$ -Ion vier nächste Nachbarn: zwei auf den {c}-Plätzen und jeweils einen auf einem [a] bzw. (d) Platz. Damit gehört jedes Sauerstoffion zu zwei Dodekaedern, einem Oktaeder und einem Tetraeder.

Die Anordnung der Atome in der Einheitszelle ist in Abbildung 2.2 gezeigt. Die Positionen der einzelnen Ionen sind dabei in Tabelle 2.1 zusammengefasst. Außerdem werden noch in Tabelle 2.2 die Abstände zwischen den nächsten Nachbarn bzw. in Tabelle 2.3 die interatomaren Winkel angegeben.

Abschließend gilt es noch anzumerken, dass der ferrimagnetische *YIG* nicht exakt der Raumgruppe  $Ia\bar{3}d(O_h^{10})$  zugeordnet werden kann. Dies ist eine Folge der in diesem Material auftretenden spontanen Magnetisierung. Dennoch stellt diese Raumgruppe für die meisten Untersuchungen eine ausreichende Näherung dar.

Auf die magnetischen und die optischen Eigenschaften von *YIG* wird im nächsten Abschnitt eingegangen.



Abbildung 2.2: Anordnung der Atome in der Einheitszelle des *YIG*.

	<i>Y</i>	<i>Fe</i>	<i>Fe</i>	<i>O</i>
Oxidationsstufe	+3	+3	+3	-2
Raumgruppenposition	24c	16a	24d	96h
x-Koordinate	0	0	0	-0.0274
y-Koordinate	$\frac{1}{4}$	0	$\frac{1}{4}$	0.0572
z-Koordinate	$\frac{1}{8}$	0	$\frac{3}{8}$	0.1495

Tabelle 2.1: Positionen der Ionen in der Granatstruktur *YIG* (aus [21]).

Ion	Nachbar	Anzahl	Abstand [ $\text{\AA}$ ]
$O^{2-}$	$Y^{3+}$	2	2.357
			2.436
	$Fe^{3+}$ [a]	1	2.017
		$Fe^{3+}$ (d)	1
	$O^{2-}$	9	$2 \times 2.692$
			2.837
		$2 \times 3.005$	
		2.789	
		2.976	
		$2 \times 3.146$	
$Y^{3+}$	$Fe^{3+}$ [a]	4	3.46
	$Fe^{3+}$ (d)	6	$2 \times 3.09$
			$4 \times 3.79$
	$O^{2-}$	8	$4 \times 2.357$
		$4 \times 2.436$	
$Fe^{3+}$ [a]	$Y^{3+}$	2	3.46
	$Fe^{3+}$ (d)	6	3.46
		$O^{2-}$	6
$Fe^{3+}$ (d)	$Y^{3+}$	6	$2 \times 3.09$
			$4 \times 3.79$
	$Fe^{3+}$ [a]	4	3.46
		$O^{2-}$	4

Tabelle 2.2: Interatomare Abstände der nächsten Nachbarn im *YIG*.

Konfiguration	Winkel
$Fe^{3+}$ [a] - $O^{2-}$ - $Fe^{3+}$ (d)	125.9°
$Fe^{3+}$ [a] - $O^{2-}$ - $Y^{3+}$ (Abstand $Y^{3+}$ - $O^{2-}$ : 2.436 )	101.5°
$Fe^{3+}$ [a] - $O^{2-}$ - $Y^{3+}$ (Abstand $Y^{3+}$ - $O^{2-}$ : 2.357 )	104.3°
$Fe^{3+}$ (d) - $O^{2-}$ - $Y^{3+}$ (Abstand $Y^{3+}$ - $O^{2-}$ : 2.436 )	123.0°
$Fe^{3+}$ (d) - $O^{2-}$ - $Y^{3+}$ (Abstand $Y^{3+}$ - $O^{2-}$ : 2.357 )	93.5°
$Y^{3+}$ - $O^{2-}$ - $Y^{3+}$	104.5°
$Fe^{3+}$ [a] - $O^{2-}$ - $Fe^{3+}$ [a]	147.2°
$Fe^{3+}$ (d) - $O^{2-}$ - $Fe^{3+}$ (d)	86.6°
$Fe^{3+}$ (d) - $O^{2-}$ - $Fe^{3+}$ (d)	78.8°
$Fe^{3+}$ (d) - $O^{2-}$ - $Fe^{3+}$ (d)	74.7°
$Fe^{3+}$ (d) - $O^{2-}$ - $Fe^{3+}$ (d)	74.6°

Tabelle 2.3: Interatomare Winkel im *YIG*.

### 2.1.2 Magnetische und optische Eigenschaften

Der im *YIG* vorliegende Ferrimagnetismus mit einer Curie Temperatur von ca.  $530K$  beruht im wesentlichen auf einem Superaustausch zwischen den zwei verschiedenen Typen von  $Fe^{3+}$  Ionen in den entsprechenden Polyedern. Der Superaustausch wird dabei über die Sauerstoffionen vermittelt. Diese Wechselwirkung bedingt eine antiparallele Ordnung der magnetischen Momente im oktaedrischen und tetraedrischen Untergitter. Es zeigt sich aber auch ein Superaustausch innerhalb eines Untergitters, der jedoch um eine Größenordnung kleiner ist.

Baut man statt dem  $Y^{3+}$  ein magnetisches Ion in das Zentrum des Dodekaeders ein, so kann zusätzlich noch ein drittes Untergitter aufgebaut werden. Die gesamte Sättigungsmagnetisierung ergibt sich dann zu:

$$M_s = M_a + M_d + M_c \quad (2.1)$$

Eine ausführlichere Beschreibung zu den magnetischen Eigenschaften ist in [20] zu finden.

Bei den optischen Eigenschaften gilt es zu bemerken, dass *YIG* zwar eine hohe Faraday Drehung zeigt, doch aus Anwendersicht ist auch die Absorption des Lichts bei der Transmission durch das Material entscheidend. Aus diesem Grund wird der magnetooptische Qualitätsfaktor  $Q$  definiert als:

$$Q = 2 \frac{|Drehwinkel|}{Absorption} = 2 \frac{\Theta_F}{\alpha} \quad (2.2)$$

Betrachtet man das Absorptionsverhalten von *YIG*, so zeigt sich, dass die Absorption im sichtbaren Bereich stark ansteigt. Damit ergibt sich zwar für *YIG* im infraroten Bereich ein sehr guter Qualitätsfaktor von  $Q > 1000 \frac{\circ}{dB}$ . Allerdings nimmt dieser auf unter  $1 \frac{\circ}{dB}$  im sichtbaren Bereich ab.

Durch eine Dotierung des *YIG* kann der Absorptionskoeffizient im sichtbaren Bereich deutlich verbessert werden. Ein Überblick, welchen Einfluss Dotierungen auf die physikalischen und strukturellen Eigenschaften haben, wird im nächsten Kapitel gegeben.

## 2.2 Substituierte Granate

Bis jetzt wurde lediglich  $Y_3Fe_5O_{12}$  betrachtet, da es sich hier um den prominentesten Vertreter der ferrimagnetischen Eisengranate handelt. Dieser weist aber nicht für alle Anwendungen optimale Eigenschaften auf. Aus diesem Grund gibt es eine Vielfalt von (bzgl. *YIG*) substituierten Systemen. Die Substitution hat dabei z.B. die Aufgabe, die Gitterkonstante anzupassen (z.B. Substitution von *Y*), die Sättigungsmagnetisierung oder die Curie-Temperatur zu verändern (Substitution von *Fe*), die Faraday Drehung bei einer bestimmten Wellenlänge zu erhöhen und /oder den Absorptionskoeffizienten zu senken, usw. Es gilt also für die gestellten Anforderungen die entsprechenden Substituenten auszuwählen.

Innerhalb der Granatstruktur kann eine Substitution sowohl der Kationen, als auch des Sauerstoffs (z.B. durch Fluor) durchgeführt werden. Im folgenden wird sich jedoch auf die Beschreibung der Kationen Substitution beschränkt. Wesentlich ist, dass eine Ladungskompensation erfolgt. Wird z.B. das dreiwertige  $Fe^{3+}$  substituiert, so muss das ersetzende Ion ebenfalls dreiwertig sein (z.B.  $Ga^{3+}$  oder  $In^{3+}$ ). Soll ein höherwertiges Ion eingesetzt werden (z.B.  $Sn^{4+}$  oder  $V^{5+}$ ), so ist dies nur in Kombination mit einem niederwertigen Ion (z.B.  $Ca^{2+}$ ) möglich. Wird dies nicht berücksichtigt, bilden sich im Material im Falle der Substitution mit höherwertigen Ionen  $Fe^{2+}$  Ionen bzw.  $Fe^{4+}$  Ionen, wenn mit niederwertigen Ionen substituiert wird. Zu beachten gilt es hierbei, dass sich oft auch eine Verteilung der Substituenten auf die verschiedenen Kationenplätze zeigt. Bevorzugt ist eine Verteilung zwischen den Tetraeder- und Oktaeder- bzw. zwischen den Dodekaeder- und Oktaederplätzen zu finden.

Vernachlässigt man die Koordination bzgl. Sauerstoff und die elektronische Konfiguration der Substituenten, so zeigt sich, dass

- die größten Ionen ( $r = 1.29 - 0.96 \text{ \AA}$ ) auf Dodekaeder Plätzen (z.B.  $Mn^{2+}$ ,  $Lu^{3+}$ ,  $Yb^{3+}$ ,  $Tb^{3+}$ ,  $Gd^{3+}$ ,  $Eu^{3+}$ ,  $Sm^{3+}$ ,  $Th^{4+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Nd^{3+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$ ,  $Ce^{3+}$ ,  $La^{3+}$ , ...)
- mittlere Ionen ( $r = 0.83 - 0.53 \text{ \AA}$ ) auf Oktaeder Plätzen (z.B.  $Mn^{4+}$ ,  $Te^{6+}$ ,  $Ti^{4+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Sb^{5+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Ir^{4+}$ ,  $Mn^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Ru^{3+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Zr^{4+}$ ,  $Sc^{3+}$ ,  $In^{3+}$ ,  $Mn^{2+}$ , ...) und
- kleine Ionen ( $r = 0.47 - 0.26 \text{ \AA}$ ) auf Tetraeder Plätzen (z.B.  $B^{3+}$ ,  $Si^{4+}$ ,  $Be^{2+}$ ,  $V^{5+}$ ,  $Ge^{4+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Ga^{3+}$ ,  $Fe^{4+}$ ,  $Fe^{2+}$ , ...)

bevorzugt zu finden sind.

Nach dieser Regel wäre nur die Ionengröße für die Koordinationszahl (8, 6, oder 4) gegenüber Sauerstoff verantwortlich. Dies ist sicherlich eine zu starke Vereinfachung, dennoch trifft für viele Systeme diese Einteilung zu.

Wie wirken sich nun unterschiedliche Substituenten auf die Gitterkonstante des Granaten aus? Dazu ist exemplarisch in Abbildung 2.3 die Substitution von  $Y$  durch andere Selten-Erd (Rare Earth /  $RE$ ) Ionen in  $Y_3Fe_5O_{12}$  gezeigt. Aufgetragen ist hierbei die Gitterkonstante des  $RE - Fe_5O_{12}$  in Abhängigkeit vom Ionenradius der substituierenden Ionen. Die Ionenradien wurden dabei [22] entnommen. Gemäß Vegards Regel zeigt sich ein linearer Zusammenhang zwischen der Gitterkonstante des Granaten und dem Ionenradius. Anzumerken gilt es hierbei, dass im thermodynamischen Gleichgewicht nur Kristalle mit einer maximalen Gitterkonstante von  $a = 12.540\text{\AA}$  ( $Sm_3Fe_5O_{12}$ ) gebildet werden konnten. Um z.B. Filme mit höheren Gitterkonstanten herzustellen, sind Nicht-Gleichgewichtsprozesse wie Laserablation notwendig. Eine andere Möglichkeit ist, das  $Fe^{3+}$  Ion auf den oktaedrischen Plätzen durch ein Ion mit einem größeren Ionenradius zu ersetzen.

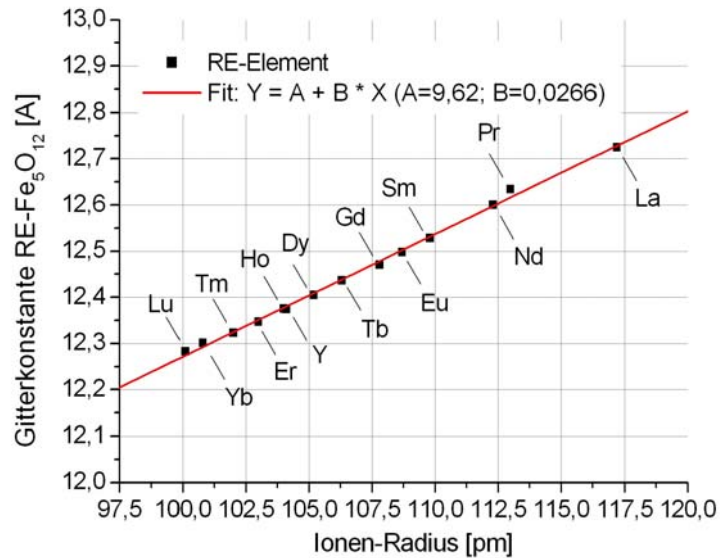


Abbildung 2.3: Einfluss des Ionenradius auf die Gitterkonstante.

Neben der gezeigten strukturellen Beeinflussung durch die Substitution ist aber auch eine deutliche Veränderung in den magnetooptischen Eigenschaften zu finden. Dies soll durch Tabelle 2.4 veranschaulicht werden. In dieser sind die Ordnungszahl, der Ionenradius, die gemessene Faraday Drehung bei  $1.06\mu m^1$ , sowie die Gitterkonstante angeführt. Es zeigt sich, dass die Faraday Drehung sehr starken Schwankungen unterworfen ist, d.h. dass jeder Substituent für eine Beschreibung des Effekts für sich betrachtet werden muss<sup>2</sup>.

Element	OZ	$r_{Ion}$ [Å]	$\Theta_F$ [ $\frac{\circ}{cm}$ ]	$a$ [Å]
Pr	59	113	-1730?	12.634
Nd	60	112.3	-840?	12.601
Sm	62	109.8	15	12.529
Eu	63	108.7	167	12.498
Gd	64	107.8	65	12.471
Tb	65	106.3	535	12.437
Dy	66	105.2	310	12.405
Ho	67	104.1	135	12.375
Er	68	103	120	12.347
Tm	69	102	115	12.323
Yb	70	100.8	12	12.302
Lu	71	100.1	200?	12.283

Tabelle 2.4: Ordnungszahl, Ionenradius, Faraday Drehung und Gitterkonstante für unterschiedliche Substitutionen von  $Y$  im  $YIG$  (aus [20]).

Ein anomaler Effekt bei der Faraday Drehung zeigt sich bei einer Substitution von  $Y$  durch  $Bi$ . Da dieser Substituent in der vorliegenden Arbeit verwendet wurde, soll darauf besonders eingegangen werden.

Der Einbau von  $Bi^{3+}$  vergrößert zunächst einmal die Einheitszelle. Außerdem verändert es die magnetischen Eigenschaften des Eisengranaten. Mit der größeren Einheitszelle geht eine Verringerung der magnetischen Momente pro Einheitsvolumen einher. Des weiteren steigt im Vergleich zu undotiertem  $YIG$  die Sättigungsmagnetisierung an. Ebenso nimmt die Curie Temperatur zu. Für die beiden zuletzt genannten Effekte werden zwei Gründe angeführt.

<sup>1</sup>Die mit ? gekennzeichneten Werte geben dabei die aus nicht voll substituierten Verbindungen geschätzte Werte für die komplette Substitution an.

<sup>2</sup>Dies bedeutet, dass für jeden Substituenten seine Elektronenkonfiguration bzw. der Überlapp seiner Wellenfunktion mit der des  $Fe$  bzw.  $O$ -Ions eigenständig zu betrachten ist.

Einerseits bedingen die strukturellen Veränderungen neue Bindungswinkel zwischen den Eisenionen, die über die Sauerstoffionen in Wechselwirkung stehen. Diese Wechselwirkung ist maximal, wenn alle Ionen in einer Linie stehen. Andererseits kommt es zu einer Überlappung der Wellenfunktionen der *Bi*-Ionen und *O*-Ionen, wodurch auch die Spin-Bahn Wechselwirkung der Eisenionen beeinflusst wird.

Die Faraday Drehung zeigt für *Bi* dotierten *YIG* eine Umkehrung des Vorzeichens im sichtbaren Bereich. Außerdem ist die Faraday Drehung bei  $370\text{nm}$  gegenüber reinem *YIG* um ca. eine Größenordnung erhöht. Dies wird auf eine verstärkte Spin-Bahn Wechselwirkung aufgrund eines sich ausbildenden Molekülorbitals zwischen den 3d Orbitalen im Eisen bzw. den 2p Orbitalen im Sauerstoff und den 6p Orbitalen von *Bi* zurückgeführt.

Die magnetooptischen Eigenschaften, d.h. die Faraday Drehung, steigt linear mit der Konzentration an *Bi*. Aus Sicht des Anwenders ist damit eine maximale *Bi* Konzentration, d.h. komplett substituierter *YIG* ( $\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$  / *BIG*) wünschenswert. Da aber der Radius von *Bi* mit  $r = 117\text{pm}$  deutlich oberhalb des als maximal thermodynamisch stabil formbar gesehenen  $\text{Sm}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$  liegt, ist eine Herstellung nur mit Nicht-Gleichgewichtsprozessen wie Laserablation möglich.

Abschließend sei noch angemerkt, dass *BIG* im Gegensatz zu *YIG* nicht nur eine höhere Faraday Drehung zeigt, sondern auch eine geringere Absorption des Lichts aufweist. Damit ist der oben definierte magnetooptische Qualitätsfaktor in *BIG* deutlich höher als in *YIG*, wodurch es für die Anwendung wesentlich attraktiver ist.

Es stellt sich nun die Frage, wie solche unterschiedlich dotierten Systeme hergestellt werden können. Darauf wird im nächsten Kapitel eingegangen.

## 2.3 Deposition von Granatfilmen

Die beiden wichtigsten Methoden, die bei der Deposition von magnetooptisch aktiven Filmen zum Einsatz kommen, ist die Flüssig-Phasen-Epitaxie [23–25] und die Laserablation. Beide Verfahren sind mit den für sie charakteristischen Vor- und Nachteilen behaftet.

Die Flüssigphasenepitaxie besteht z.B. durch eine hohe Wachstumsrate auf großen Substraten. Allerdings findet die Deposition im thermodynamischen Gleichgewicht statt. Damit ist das Wachstum von thermodynamisch nicht stabilen Verbindungen (z.B. voll substituiertes  $Bi_3Fe_5O_{12}$ ) nicht möglich.

Im Gegensatz dazu ist die Ablation von Materialien mit einem Laser ein Nicht-Gleichgewichts Prozess. Dies bedeutet, dass Materialien unabhängig von ihrem Dampfdruck mit einer hohen kinetischen Energie auf ein Substrat übertragen werden können. Allerdings weist die Laserablation bei einer Deposition auf großen Flächen eine deutlich reduzierte effektive Wachstumsrate auf.

In der vorliegenden Arbeit wurde das Verfahren der Laserablation angewendet, so dass im Folgenden lediglich darauf detailliert eingegangen wird.

Allgemein wird bei der Laserablation der Strahl eines Lasers im Vakuum auf ein Target fokussiert, wodurch das Material innerhalb kürzester Zeit so stark angeregt wird, dass es in Form einer Plasmawolke ablatiert wird. Die Plasmawolke bewegt sich dabei senkrecht zur Targetoberfläche in Richtung eines geheizten Substrates. Bei optimalen Prozessbedingungen kann so ein stöchiometrischer Übertrag des Targetmaterials auf das Substrat erfolgen und ein epitaktisches Wachstum stattfinden [26].

Abbildung 2.4 zeigt die schematische Zeichnung einer Laserablationsanlage, wie sie für die Deposition der magnetooptisch aktiven Filme eingesetzt wurde. Das Licht des Excimerlasers (LPX 305, Lambda Physics,  $248nm$ , gepulst:  $1-50Hz$ , Pulsdauer  $20ns$ ) passiert zunächst eine langbrennweitige Linse, um eine bessere Parallelisierung des Strahls zu ermöglichen. Im weiteren Strahlengang folgt eine Blende, die die äußeren, meist in der Energie inhomogenen, Bereiche des Lichtbündels abschneidet. Über ein Linsensystem wird die Blende auf das Target im Vakuumsystem optisch abgebildet.

Die Probe befindet sich auf einem Heizer, dessen Temperatur max.  $800^\circ C$  betragen kann. Außerdem ist es möglich, einen definierten Sauerstoff Hintergrundgasdruck einzustellen, der direkten Einfluss auf die Stöchiometrie des an der Probe ankommenden Materials hat [27].



Für einen Depositionsvorgang können Parameter wie Laserenergie, Pulsfrequenz, Substrattemperatur, Hintergrundgasdruck, etc. variiert werden, um die optimalen Wachstumsbedingungen zu bestimmen.

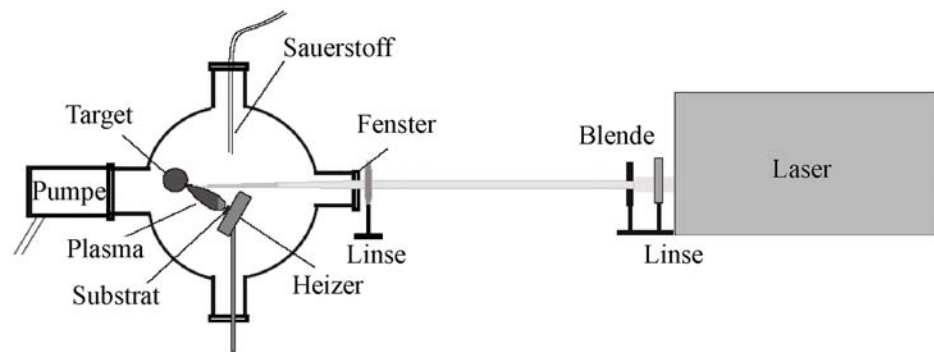


Abbildung 2.4: Laserablationsanlage zur Deposition von Granaten.

Mit Hilfe der gepulsten Laserablation wurden magnetooptisch aktive Filme wie  $Bi_3Fe_5O_{12}$ ,  $Lu_{2.05}Bi_{0.95}Fe_{3.8}Ga_{1.2}O_{12}$  und  $Y_3Fe_5O_{12}$  auf unterschiedliche Substrate deponiert. Auf die detaillierten Untersuchungen zum Wachstum und zu physikalischen bzw. strukturellen Eigenschaften der Filme wird im folgenden Kapitel eingegangen.



# Kapitel 3

## Wachstum magnetooptisch aktiver Granate

In diesem Kapitel wird das Wachstum magnetooptisch aktiver Materialien diskutiert. Auf eine Beschreibung der gängigen Analysemethoden wie Elektronenmikroskopie, AFM, RHEED, Röntgendiffraktometrie, Rutherford-Rückstreu-Spektroskopie etc. wird hier verzichtet, da diese ausführlich in Standardwerken behandelt werden.

Neben den strukturellen Eigenschaften wurde auch die Faraday Drehung der Materialien bestimmt. Dies geschah mit Hilfe eines magnetooptischen Aufbaus, der schematisch in Abbildung 3.1 gezeigt ist. Dabei dient eine Quecksilber-Dampflampe als Lichtquelle. Im Anschluss an einen Kondensator durchstrahlt das Licht zunächst einen Filter, über den die gewünschte Wellenlänge ausgewählt werden kann (300-800nm, in 50nm Schritten). Nach Polarisation im Polarisator und Reflexion an einem um  $45^\circ$  geneigten halbdurchlässigen Spiegel (Smith Reflektor) wird der Lichtstrahl auf die Probe fokussiert. Diese liegt auf einem Spiegel und befindet sich innerhalb einer Spule, mit welcher ein Feld von bis zu  $100mT$  erzeugt werden kann. Da sowohl die magnetooptisch aktive Schicht, als auch das Substrat transparent sind, wird der Lichtstrahl am Spiegel reflektiert. Das Licht durchquert den Smith Reflektor erneut, ehe es den Analysator passiert. Die Orientierung von diesem bzgl. des Polarisators kann über einen Schrittmotor gesteuert werden. Letztlich wird das Bild von einer CCD Kamera aufgenommen und die resultierende Intensität mit einem PC ausgewertet.

Für die transmittierte Intensität  $I$  gilt die Beziehung:

$$I = L \sin^2(\alpha + \Theta) \simeq L(\alpha + \Theta)^2 \quad (3.1)$$

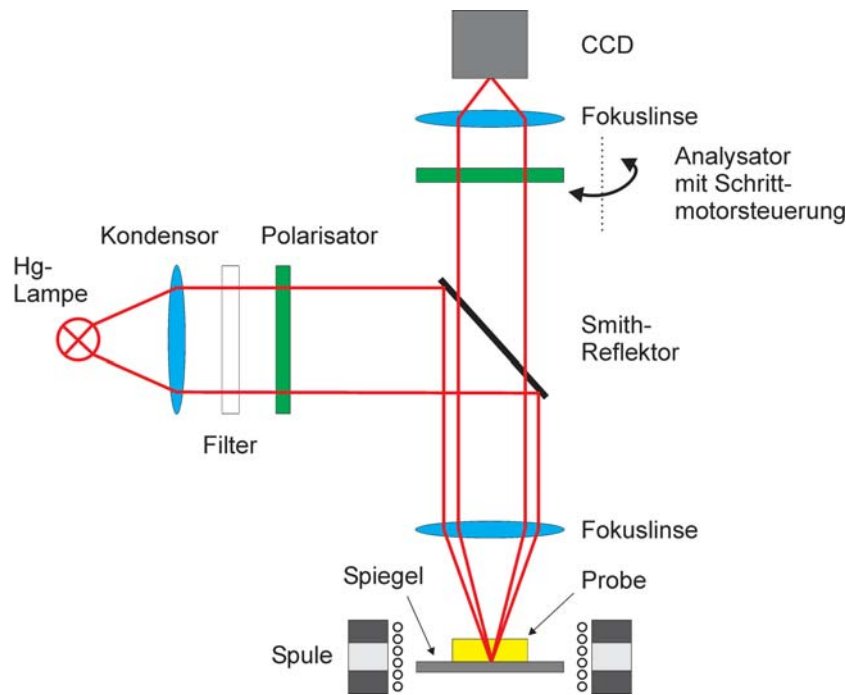


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau zur Faraday Messung.

Dabei ist  $L$  die gemessene Intensität,  $\Theta$  die durch die Probe bedingte Drehung und  $(90^\circ - \alpha)$  der Winkel zwischen Polarisator und Analysator, der mittels Schrittmotor verändert wird.

Aufgrund des in Gleichung 3.1 gegebenen Zusammenhangs zeigt sich bei einer Auftragung der Intensität in Abhängigkeit von  $(90^\circ - \alpha)$  eine Parabel. Für die Messung werden bei einem bestimmten Magnetfeld durch Rotation des Analysators um  $\alpha$  die Intensitätswerte bestimmt, über einen Algorithmus eine Parabel angenähert und der Scheitelpunkt berechnet. Die Differenz von anliegendem Feld und Nullfeld im Abszissenwert des Scheitelpunktes der Parabel entspricht dann der Faraday Drehung der Probe für dieses Feld.

Da es mit diesem Aufbau nicht möglich war, ausreichend hohe Magnetfelder zu erzeugen, um die Faraday Rotation in der Sättigung zu messen, wurde zum Vergleich der Proben der Wert bei  $40\text{mT}$  herangezogen. Außerdem erfolgte zusätzlich eine Normierung auf eine Schichtdicke von  $1\mu\text{m}$ . Somit tragen alle in der Arbeit vorkommenden Angaben zur Faraday Drehung die Einheit  $[\frac{^\circ}{\mu\text{m}}]$  und beziehen sich auf ein Magnetfeld von  $40\text{mT}$ .

Von der auf diese Weise bestimmten Faraday Drehung muss allerdings noch der Einfluss des optischen Aufbaus<sup>1</sup> und des Substrates ( $Gd_3Ga_5O_{12}$  - GGG), das selbst magnetooptisch aktiv ist, abgezogen werden.

In Abbildung 3.2 ist eine entsprechende Messung in Abhängigkeit von der Wellenlänge für (100) bzw. (111) orientiertes GGG gezeigt. Angegeben wurde dabei der absolute Drehwinkel des Substrates ohne eine Normierung auf Schichtdicke, um den Einfluss klarer herauszustellen. Die Werte sind alle negativ und unterscheiden sich für die beiden Substratorientierungen nur minimal. Normiert man die Werte auf eine Substratdicke von  $1\mu m$ , so liegen diese z.B. für  $450nm$  bei ca.  $-0.3 \times 10^{-3} \frac{\circ}{\mu m}$ .

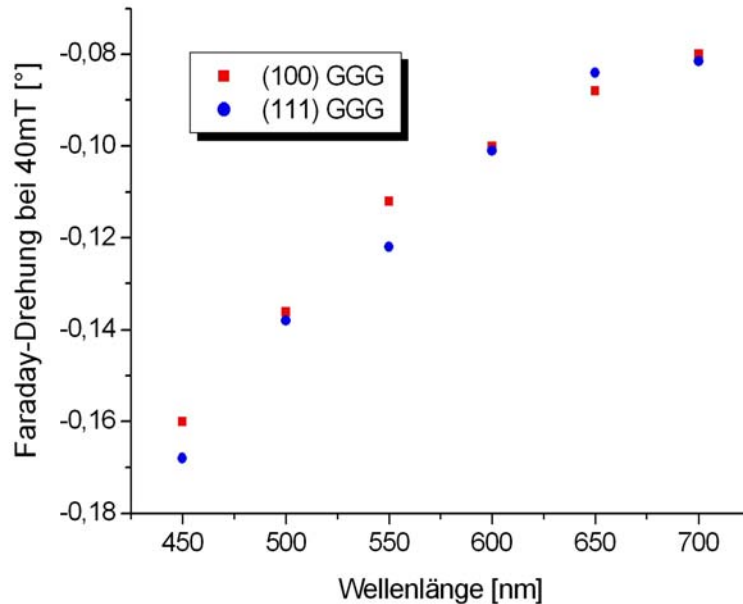


Abbildung 3.2: Einfluss des Substrates auf die Faraday Rotation.

Im folgenden soll auf die mit Laserablation hergestellten magnetooptisch aktiven Schichten ( $Bi_3Fe_5O_{12}$ ,  $Lu_{2.05}Bi_{0.95}Fe_{3.8}Ga_{1.2}O_{12}$  und  $Y_3Fe_5O_{12}$ ) eingegangen werden. Das Ziel der Untersuchungen war zunächst, das Wachstum des Materials mit der geringsten Gitterfehlanspassung zu dem verwend-

<sup>1</sup>Eine Faraday Drehung entsteht z.B. in nicht komplett spannungsfreien optischen Komponenten (auch ohne äußeres Magnetfeld).

ten  $Gd_3Ga_5O_{12}$  Substrat ( $Lu_{2.05}Bi_{0.95}Fe_{3.8}Ga_{1.2}O_{12}$ ) zu betrachten (Kapitel 3.1). Im zweiten Schritt galt es dann das Wachstum von  $Bi_3Fe_5O_{12}$  zu studieren (Kapitel 3.2). Dieses weist zwar einen deutlich höheren Gittermisfit auf, zeigt aber auch eine wesentlich höhere Faraday Drehung. Letztlich sollte  $Bi_3Fe_5O_{12}$  noch auf  $SiO_2$  integriert werden. Dazu war ein  $Y_3Fe_5O_{12}$  Puffer notwendig (Kapitel 3.3).

### 3.1 $(LuBi)_3(FeGa)_5O_{12}$

#### 3.1.1 Stand der Forschung

In der Literatur finden sich nur wenig *Lu* dotierte Granate [28–34]. Entsprechend gering ist auch die Anzahl der Veröffentlichungen einer Kombination von *Bi*, *Lu* und *Ga* dotierten Eisengranaten (*LBIG*) [35–42].

Die Substitutionen in  $(Lu, Bi)_3(Fe, Ga)_5O_{12}$  haben dabei folgende Auswirkungen:

- *Lu* ermöglicht einen größeren Anteil an *Bi* im Film, da es im Vergleich zu *Y* einen kleineren Ionenradius aufweist. Dies ist wesentlich, wenn ein Verfahren wie Flüssigphasen Epitaxie angewendet wird und das Material im thermodynamischen Gleichgewicht wächst (vgl. Kap. 2.2).
- *Bi* trägt zur Erhöhung der absoluten Faraday Drehung bei.
- *Ga* bewirkt eine Reduzierung der Sättigungsmagnetisierung und eine Erhöhung der Faraday Drehung pro Feld ( $\frac{\Theta_F}{B}$ ) [42].

In der Literatur war ein Schwerpunkt der Untersuchungen an diesem Material die magnetischen und optischen Eigenschaften. Typische Werte für mit Flüssigphasen Epitaxie hergestellte  $Lu_2Bi_1Fe_{4.1}Ga_{0.9}O_{12}$  Filme sind in Tabelle 3.1 angeführt [36]. Im Gegensatz zu reinem *YIG* zeigt sich eine etwas reduzierte Curie Temperatur, eine Faraday Rotation mit umgekehrtem Vorzeichen, wie es für *Bi*-dotierte Systeme erwartet wird, und eine geringere Absorption. Entsprechend ist der magnetooptische Qualitätsfaktor für *LBIG* höher.

Untersuchungen von anderen Gruppen konzentrierten sich auch auf die ma-

Parameter	Wert
Gitterparameter [Å]	12.387
Sättigungsmagnetisierung ( $4\pi M_s$ ) [mT]	41
Curie Temperatur [K]	442
Brechungsindex (bei 633nm)	2.352
Absorptionskoeffizient (bei 633nm) [ $cm^{-1}$ ]	$3.8 \times 10^2$
Faraday Drehung in Sättigung (bei 633nm) [ $\frac{\circ}{cm}$ ]	$8.3 \times 10^3$
Qualitätsfaktor	43

Tabelle 3.1: Eigenschaften von  $Lu_2Bi_1Fe_{4.1}Ga_{0.9}O_{12}$  (aus [36]).

netische Anisotropie [38, 42]. Diese besagt, dass ausgezeichnete, energetisch begünstigte Richtungen für die Magnetisierung vorliegen. Sie ist ein entscheidender Parameter für die magnetooptische Sensorik. Dazu können bezüglich ihrer Magnetisierung die Eisengranate in zwei Klassen eingeteilt werden. Zur einen gehören diejenigen, deren leichte Achse der Magnetisierung senkrecht zum Substrat steht (out-of-plane). Bei den anderen liegt die leichte Achse parallel zum Substrat (in-plane). Im Falle der Ersteren limitieren die Domänenwände die Ortsauflösung bei der magnetooptischen Sensorik auf 10-30  $\mu\text{m}$ . Filme mit einer magnetischen in-plane Anisotropie ermöglichen die Detektion von magnetischem Fluss mit einer Auflösung von unter  $1\mu\text{m}$  (siehe Teil II). Es ist jedoch schwierig, einen komplett in-plane magnetisierten Film zu synthetisieren, da die wachstumsinduzierte und die kristalline magnetische Anisotropie senkrechte magnetische Domänen erzeugen. So weisen direkt nach der Herstellung die *LBIG* Filme eine wachstumsinduzierte senkrechte magnetische Anisotropie auf. Durch einen Annealing Schritt bei  $930^\circ\text{C}$  ist es jedoch möglich, die senkrechte Anisotropie dauerhaft in eine in-plane Anisotropie umzuwandeln [38, 42].

Des Weiteren wurden *LBIG* Filme verwendet, um Wellenleiter zu strukturieren [35], die Mobilität der Domänenwände zu untersuchen [37, 39] oder die Elemente des Dielektrizitätstensors (vgl. Formel 1.3) zu bestimmen [40].

Genaue Wachstumsstudien sind, soweit dem Autor bekannt, an diesem Material nicht durchgeführt worden. Im Gegensatz zu  $\text{Bi}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$  ( $a_{\text{BIG}} = 12.62\text{\AA}$ ) zeigt *LBIG* ( $a_{\text{LBIG}} = 12.39\text{\AA}$ ) eine ideale Gitteranpassung zu den typischerweise verwendeten  $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$  ( $a_{\text{GGG}} = 12.38\text{\AA}$ ) Substraten, was optimale Wachstumsbedingungen ermöglichen sollte.

Auf das Wachstum von  $\text{Lu}_{2.05}\text{Bi}_{0.95}\text{Fe}_{3.8}\text{Ga}_{1.2}\text{O}_{12}$  mittels Laserablation und deren Charakterisierung wird im folgenden Abschnitt eingegangen.



### 3.1.2 Deposition und Charakterisierung

#### Depositionsparameter

Für die Deposition wurde der in Abbildung 2.3 skizzierte Aufbau der Laserablationsanlage verwendet. Die Energiedichte am Target<sup>2</sup> betrug ca.  $4 \frac{J}{cm^2}$ , wobei bei einer Wiederholrate von  $25Hz$  ablatiert wurde. Um später RBS-Analysen zu ermöglichen, sind simultan  $Gd_3Ga_5O_{12}$  (GGG) und  $Si$  Substrate mit einer Substratgröße von jeweils  $5x5mm^2$  beschichtet worden<sup>3</sup>.

Die Temperatur wurde im Bereich von  $650^\circ C$  bis  $800^\circ C$  variiert. Dabei erfolgte die Temperaturmessung durch ein Thermoelement im Heizerblock. Die reale Temperatur der Substrate lag um ca.  $50^\circ C$  niedriger als die gemessene Heizertemperatur.

Während der Ablation ist der Sauerstoff-Hintergrundgasdruck konstant bei  $0.1mbar$  gehalten worden. Nach Abschluss der Deposition wurde dieser auf  $1bar$  erhöht und die Probe abgekühlt.

#### Charakterisierung

Um die Stöchiometrie der Proben zu erfassen, wurde Rutherford-Rückstreu-Spektroskopie (RBS) durchgeführt. Da die RBS Auswertung für Filme auf GGG Substrate aufgrund der vielen schweren Elemente im Substrat und Film erschwert ist, sind dazu die Depositionen auf  $Si$  herangezogen worden.

Ein typisches Ergebnis ist in Abbildung 3.3 zu sehen. Der grau hinterlegte Bereich entspricht dabei dem gemessenen Spektrum. Durch das Annähern der einzelnen Elementkurven an das Spektrum lässt sich die Stöchiometrie des Films bestimmen (hier:  $Lu_{2.8}Bi_{0.68}Fe_{3.4}Ga_{0.98}O_{12.18}$ ). Im Vergleich zur Idealstöchiometrie des Targets zeigt sich in diesem Fall ein leichtes Defizit an  $Bi$ . Betrachtet man zusätzlich die Abbildung genauer, so ist zu erkennen, dass die Simulation (gestrichelte Linie) im Bereich von  $Lu$  bzw.  $Bi$  von den Messwerten abweicht. Dies deutet auf eine leichte Abweichung der Stöchiometrie innerhalb des Films hin. Daraus und aufgrund der Abweichungen der gesamten Stöchiometrie des Films von der ursprünglichen Targetzusammensetzung kann rückgeschlossen werden, dass eine leichte Targetdegradation während des Ablationsprozesses stattfand (siehe dazu auch Kap. 3.2).

Die kristallinen Eigenschaften der Proben wurden mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie (XRD) bestimmt (Siemens D5000;  $Cu_{K\alpha}$  Linie). Abbildung

---

<sup>2</sup>Das von der Fa. HiTec-Materials hergestellte Target wies eine Stöchiometrie von  $Lu_{2.05}Bi_{0.95}Fe_{3.8}Ga_{1.2}O_{12}$  auf.

<sup>3</sup>In einem Ablationsvorgang konnten bis zu vier Substrate gleichzeitig beschichtet werden.

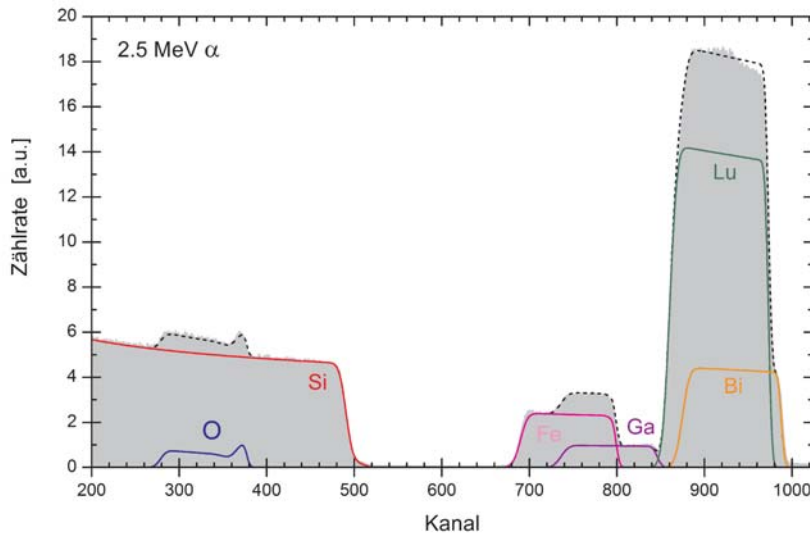


Abbildung 3.3: Gemessenes und simuliertes RBS-Spektrum einer *LBIG* Schicht auf *Si*.

3.4 zeigt entsprechende  $\Theta/2\Theta$ -Messungen für *LBIG* Proben auf (100) *GGG*, die bei einer Temperatur von  $650^\circ\text{C}$  (a),  $685^\circ\text{C}$  (b),  $740^\circ\text{C}$  (c),  $760^\circ\text{C}$  (d),  $765^\circ\text{C}$  (e) und  $800^\circ\text{C}$  (f) deponiert worden sind. Für jede Probe werden die Reflexe in der Umgebung des Substratreflexes gezeigt. Wie in der Abbildung zu sehen ist, sind erst bei einer Heizertemperatur von  $685^\circ\text{C}$  Anzeichen eines beginnenden *LBIG* Wachstums zu erkennen. Für höhere Temperaturen zeigen sich deutlich ausgeprägte *LBIG* Reflexe (Abb. c)-f)). Fehlorientierungen sind nicht zu verzeichnen, was durch Polfiguren bestätigt wurde.

Betrachtet man in Abb. f) den (008) *LBIG* Reflex genauer, so findet man eine Aufspaltung in mehrere Peaks, die nicht alleine mit den in der Röntgenstrahlung enthaltenen Linien  $\text{Cu}_{K\alpha 1}$  und  $\text{Cu}_{K\alpha 2}$  erklärt werden können. Zwei, durch Polfiguren bestätigte, *LBIG* Reflexe bei unterschiedlichen  $2\Theta$  Werten bedeutet, dass hier *LBIG* mit zwei verschiedenen Gitterparametern vorliegt. Wie ist das möglich? Die Ursache liegt darin, dass während der Deposition einmalig das Target verschoben worden ist und damit von verschiedenen Bereichen des Targets ablatiert wurde, um eine ausreichende Wachstumsrate

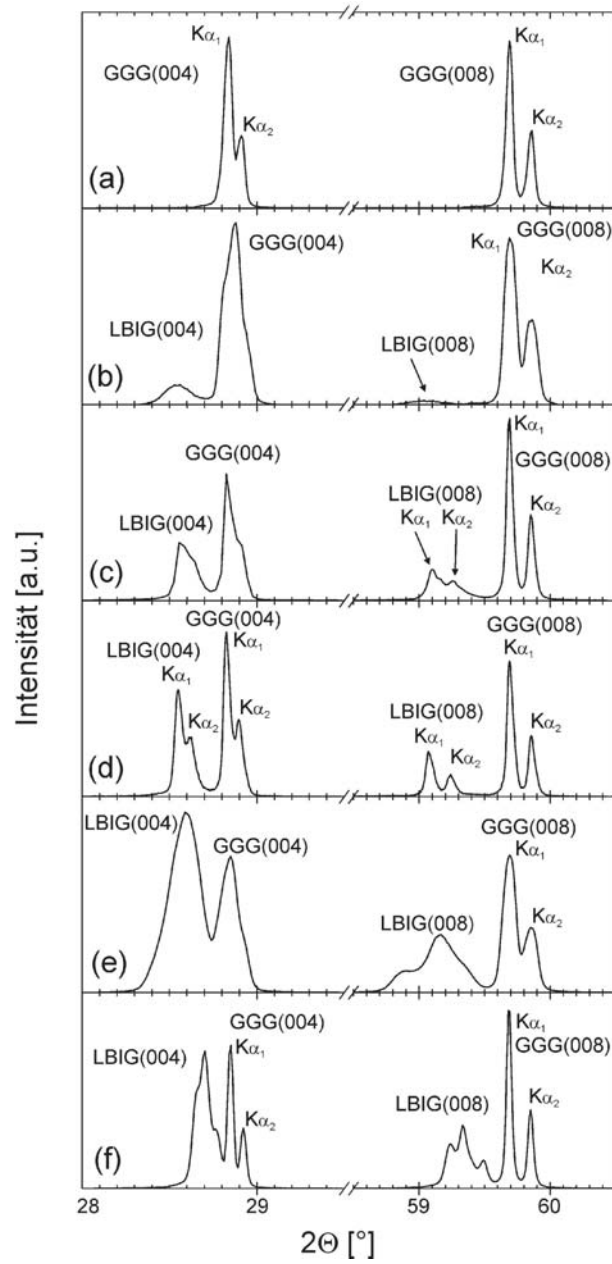


Abbildung 3.4: Röntgendiffraktogramme von bei verschiedenen Temperaturen gewachsenen *LBIG* -Schichten auf (100) *GGG*-Substraten:  $650^\circ\text{C}$  (a),  $685^\circ\text{C}$  (b),  $740^\circ\text{C}$  (c),  $760^\circ\text{C}$  (d),  $765^\circ\text{C}$  (e) und  $800^\circ\text{C}$  (f).

und somit Dicke des Films zu gewährleisten. Unterschiedliche Targetbereiche weisen oftmals leicht unterschiedliche Stöchiometrien auf, besonders dann, wenn von diesen Bereichen bereits einmal ablatiert worden ist. Meist kommt es dann zu einem reduzierten Übertrag an  $Bi$ . Dadurch nimmt der  $Bi$  Anteil im Film ab, bzw. der des kleineren  $Lu$  zu. Entsprechend verändert sich die Gitterkonstante.

Damit diese Annahme bestätigt werden konnte, wurde der über RBS bestimmte Formel-Anteil an  $Bi$  für verschiedene Schichten in Relation zur jeweils gemessenen Gitterkonstante aufgetragen (siehe Abb. 3.5). Es zeigt sich, dass der Gitterparameter  $a$  sensitiv vom  $Bi$  Gehalt abhängt. Dabei steigt  $a$  -gemäß Vegards Regel- mit zunehmendem  $Bi$  Anteil. Dies ist ein wesentliches Ergebnis. Durch die sequentielle Ablation von Bereichen, die einen immer größeren Anteil an  $Bi$  aufweisen, kann in-situ langsam die Gitterkonstante des Films vergrößert werden. Dies erleichtert das anschließende Wachstum von Materialien mit großem Gittermisfit zum  $GGG$  Substrat (z.B.  $Bi_3Fe_5O_{12}$ ).

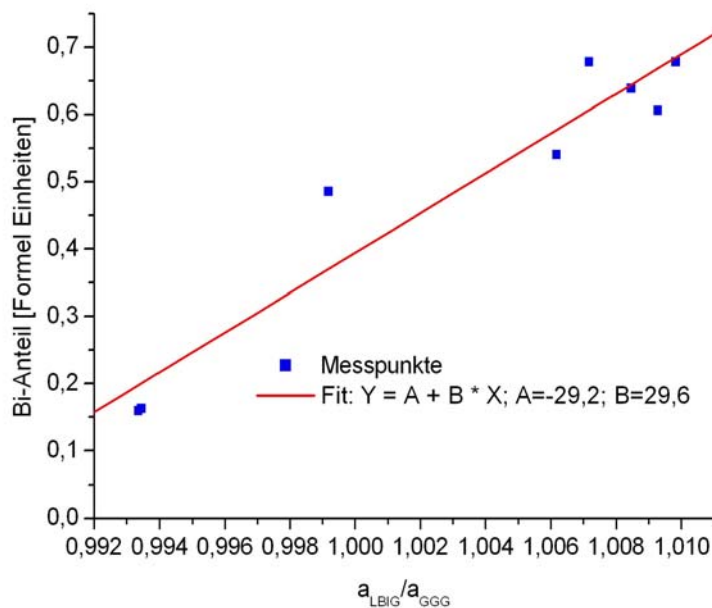


Abbildung 3.5: Abhängigkeit der Gitterkonstante vom  $Bi$  Gehalt in der Probe.

In Abbildung 3.6 sind hochauflösende Röntgenuntersuchungen eines *LBIG* Films auf (100) *GGG* (Depositionstemperatur  $740^\circ\text{C}$ ) bei Raumtemperatur gezeigt. Danach ergibt sich für den (008) *GGG* Substratreflex ein  $2\Theta$  Wert von  $59.691^\circ$  mit einer Halbwertsbreite von  $23''$ . Dies entspricht einem Gitterparameter von  $a_{GGG} = 12.38\text{\AA}$ . Der darauf deponierte *LBIG* Film zeigt den (008) Reflex bei  $2\Theta = 59.134^\circ$  mit einer Halbwertsbreite von  $0.13^\circ$ . Daraus lässt sich in diesem Fall ein Gitterparameter von  $a_{LBIG} = 12.49\text{\AA}$  berechnen. Außerdem sind in dieser Abbildung Insets mit den jeweiligen Rockingkurven des (008) Reflexes von Substrat und Film eingetragen. Danach liegt die Halbwertsbreite des Films bei  $11''$  bzw. die des Substrates bei  $17''$ . Ein unbeschichtetes Substrat weist in der Rockingkurve eine Halbwertsbreite von  $12''$  auf. Dies demonstriert deutlich den Einfluss des deponierten Filmes auf das Substrat.

Um das Wachstum genauer zu betrachten, wurden sowohl RHEED, als auch TEM Untersuchungen durchgeführt. Darauf wird im nächsten Kapitel eingegangen.

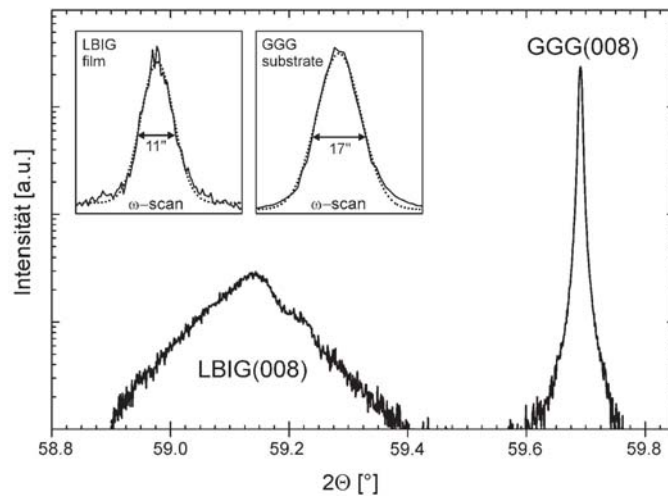


Abbildung 3.6: Hochauflösende  $\Theta/2\Theta$  Messung einer *LBIG* Probe auf (100) *GGG*. In den Insets sind die Rocking-Kurven des (008)-Reflexes von Schicht und Substrat dargestellt.

### 3.1.3 Wachstumsuntersuchungen

Zunächst soll die RHEED-Aufnahme eines (100) *GGG* Substrates mit der Aufnahme einer auf *GGG* abgeschiedenen *LBIG* Schicht bei Raumtemperatur verglichen werden (siehe Abb. 3.7). Eine direkte in-situ Untersuchung des Wachstums von *LBIG* ist mit dem vorhandenen Aufbau aufgrund der für dieses Material erforderlichen hohen Temperaturen nicht möglich.

Die Aufnahmen sind sehr ähnlich. In beiden zeigen sich Lauekreise, d.h. auch im Falle des *LBIG*-Filmes wurde der RHEED Strahl an einer glatten Oberfläche reflektiert. Dies weist auf ein Lage-für-Lage Wachstum hin. Vergleicht man die Radien der Lauekreise, so erscheinen diese für den Fall des beschichteten Substrates geringfügig kürzer, was durch eine entsprechend größere Gitterkonstante erklärt werden kann. Außerdem zeigen sich die gleichen Beugungsreflexe für beide Aufnahmen, was auf eine gute epitaktische Beziehung zwischen *LBIG*-Film und *GGG* Substrat hin weist.

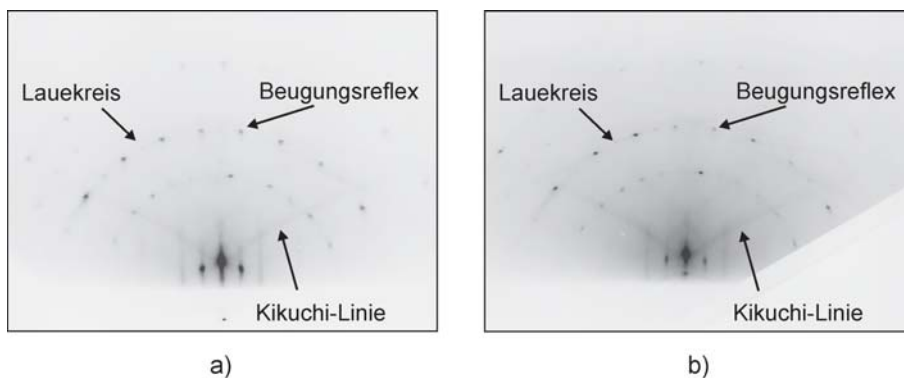


Abbildung 3.7: RHEED-Aufnahme des Substrates (a) und des *LBIG*-Filmes (b) bei Raumtemperatur.

Anhand von TEM Aufnahmen kann die epitaktische Beziehung zwischen Film und Substrat eindeutig nachgewiesen werden. Dazu sind in Abbildung 3.8a) und b) zwei TEM Querschnittsaufnahmen bei unterschiedlichen Vergrößerungen gezeigt. Nach Abbildung a) kann die Probendicke zu etwa  $300\text{nm}$  abgeschätzt werden. Allgemein zeigt sich ein glatter Film ohne starke Defekte. Betrachtet man das Grenzfläche Film/Substrat genauer (Aufnahme b), so zeigt sich ein defektfreies, epitaktisches Aufwachsen des Films. Diese sehr gute epitaktische Beziehung kann auch anhand von TEM-Beugungsbildern

bestätigt werden (siehe Abb. c1). Da der Elektronenstrahl während der Aufnahme sowohl das Substrat, als auch die Schicht durchstrahlt, ist das erhaltene Beugungsbild eine Überlagerung von beiden. Die Aufnahme zeigt jedoch nur Reflexe eines Gitters, d.h. Film und Substratgitter stimmen überein. In der Vergrößerung c2) sind zusätzlich die Reflexe indiziert. Nach dieser Indizierung kann angenommen werden, dass das Beugungsbild aufgrund einer Durchstrahlung der kubischen Zelle in Richtung der  $[110]$  Achse entstand.

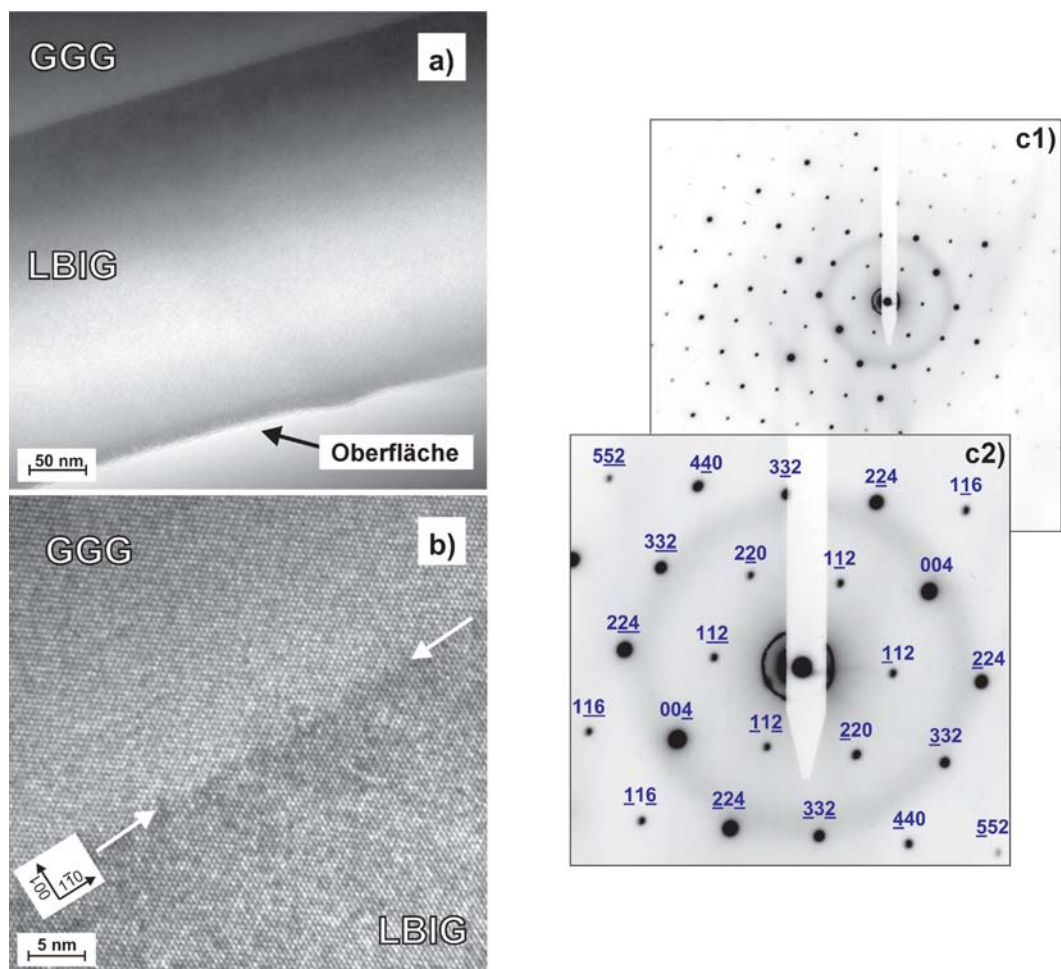


Abbildung 3.8: a) und b): TEM -Aufnahmen der *LBIG*-Schicht; c) Beugungsbild.

Für *LBIG* zeigt sich also aufgrund des geringen Gittermisfits und der angepassten Ionenradien in der Einheitszelle eine sehr gute Epitaxie auf den verwendeten *GGG* Substraten. Anders verhält es sich im Falle von  $Bi_3Fe_5O_{12}$ . Auf die Ablation und das Wachstum dieser Schichten soll im nächsten Kapitel eingegangen werden.



## 3.2 $Bi_3Fe_5O_{12}$

### 3.2.1 Stand der Forschung

Starkes Interesse an  $Bi_3Fe_5O_{12}$  (*BIG*) Filmen besteht aufgrund der im Vergleich zu *YIG* erhöhten Faraday Drehung im sichtbaren Bereich. Da allerdings *Bi* einen relativ großen Ionenradius aufweist, wächst diese Verbindung nicht mehr im thermodynamischen Gleichgewicht. Aus diesem Grund wird in der Literatur nur von Verfahren wie reaktivem Ionensputtern oder Laserablation berichtet. Dabei werden Filme im wesentlichen bezüglich ihrer optischen, magnetischen und magnetooptischen Eigenschaften untersucht [43–63]. In dieser Arbeit steht das Wachstum im Vordergrund, welches in den folgenden Abschnitten betrachtet werden soll.

### 3.2.2 Deposition und Charakterisierung

#### Targetherstellung

Für die Deposition der Schichten mittels Laserablation stand kein kommerzielles Target zu Verfügung. Aus diesem Grund wurden diese in Eigenregie hergestellt. Als Ausgangsmaterialien sind entweder oxidische Pulver ( $Bi_2O_3$  und  $Fe_2O_3$ ) oder metallische Pulver (*Bi* und *Fe*) in den in Tabelle 3.2 angeführten Verhältnissen miteinander vermengt und bei einer Last von bis zu 5t gepresst worden. Zusätzlich wurden die oxidischen Targets bei 800°C bei normaler Atmosphäre für 6 Stunden gesintert.

oxidisches Target	$Bi_2O_3$	$Fe_2O_3$	<i>Bi/Fe</i> Verhältnis
<i>Fe</i> -überstöchiometrisch	34.96g	21.96g	0.546
stöchiometrisch	139.83g	79.66g	0.602
<i>Bi</i> -überstöchiometrisch	29.94g	15.40g	0.666
metallisches Target	<i>Bi</i>	<i>Fe</i>	<i>Bi/Fe</i> Verhältnis
stöchiometrisch	62.694g	27.925g	0.600

Tabelle 3.2: Einwaage für die Targets.

Eine Analyse der oxidischen Targets mit dem Pulverdiffraktometer ergab (siehe Abb. 3.9), dass beim Sintern zwei verschiedene Phasen entstanden sind. Zum einen eine im Vergleich zu *BIG* *Bi*-defizitäre  $Bi_2Fe_4O_9$  Verbindung, deren (hkl) Reflexe in den Abbildungen indiziert sind. Zum anderen eine mit # gekennzeichnete weitere Phase ( $BiO_2$  oder  $Bi_xFe_yO_z$ ).

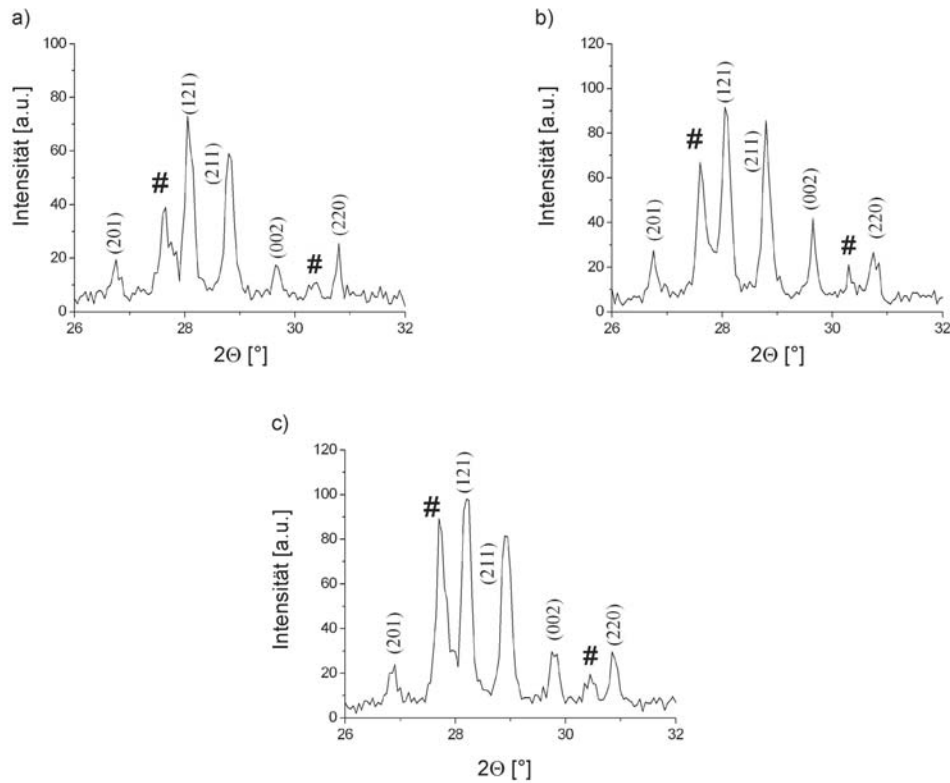


Abbildung 3.9: Pulverdiffraktogramm der oxidischen Targets: a)  $Fe$  überstöchiometrisch; b) stöchiometrisch; c)  $Bi$  überstöchiometrisch. Angegeben sind die (hkl) Reflexe von  $Bi_2Fe_4O_9$ ; #:  $BiO_2$  oder weitere  $Bi_xFe_yO_z$  Phase.

## Depositionsparameter

Für die Deposition der Schichten wurde ebenfalls der im vorangegangenen Kapitel beschriebene Aufbau verwendet. Die einzelnen Beschichtungen sind bei Temperaturen von  $500^\circ C - 600^\circ C$ , Sauerstoffdrücken von  $4 \times 10^{-3}$  bis  $7 \times 10^{-2} mbar$ , Energiedichten von  $2 - 5 \frac{J}{cm^2}$  und Wiederholraten von  $1-50 Hz$  durchgeführt worden. Auf die gewonnenen Ergebnisse wird nun im einzelnen eingegangen.

## Charakterisierung

Die Zusammensetzung der Schichten wurde wieder mit Hilfe von RBS bestimmt. Dabei zeigten sich Schwankungen in den Stöchiometrien der einzelnen Proben. Dies wird auf die unterschiedlichen Depositionsparameter bzw. auf die Targetbeschaffenheit zurückgeführt. So zeigt sich z.B. bei einer Erhöhung des Sauerstoff Hintergrundgasdruckes ein Anstieg des  $\frac{Bi}{Fe}$  Verhältnisses von 0.43 bei  $p_{O_2} = 4 \times 10^{-3} mbar$  auf 0.96 bei  $p_{O_2} = 7 \times 10^{-2} mbar$ . Dies lässt sich auf eine Beeinflussung der Plasmakeule durch das Hintergrundgas zurückführen.

Es spielte dabei auch die Targetbeschaffenheit eine Rolle. In Abbildung 3.10 ist dazu ein RBS-Spektrum einer von einem oxidischen Target (a) bzw. vom metallischen Target (b) ablatierten Probe gezeigt. Auffällig ist hier das  $Bi$  Signal. Im Falle des metallischen Targets ist ein waagerechter Verlauf zu sehen, wie es für eine, bzgl. der Schichtdicke, homogene Konzentration an  $Bi$  erwartet wird. Hingegen im Falle der oxidischen Targets, die sich alle ähnlich verhielten, zeigt sich für niedrige Energien bzw. Kanalnummern ein Peak im  $Bi$  Anteil. Dies bedeutet, dass im Bereich der Film / Substratgrenze mehr  $Bi$  vorhanden ist, als an der Oberfläche. Während der Ablation hat sich also der Anteil an  $Bi$  reduziert. Bevor darauf im Detail eingegangen wird, soll zunächst noch die Kristallinität der Schichten betrachtet werden.

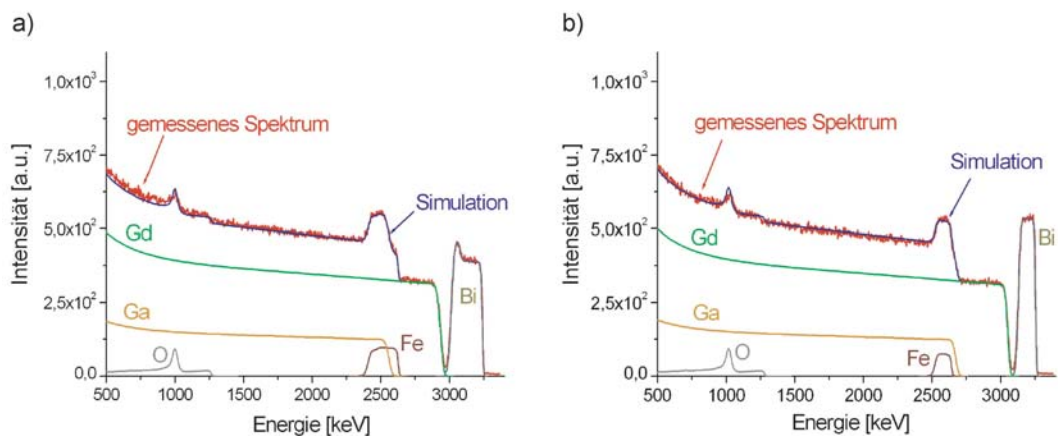


Abbildung 3.10: RBS-Spektrum einer Probe bei Ablation von einem oxidischen Target (a) und vom metallischen Target (b).

Um die kristalline Struktur zu optimieren, wurden Ablationen bei verschiedenen Temperaturen durchgeführt<sup>4</sup>. Die gemessenen XRD-Spektren im Bereich des (400) Substratpeaks sind in Abbildung 3.11 zusammengefasst. Danach zeigt sich bei einer Heizertemperatur von  $500^{\circ}\text{C}$  neben dem (400) *GGG* und (400) *BIG* Peak eine Fremdphase. Diese konnte mit Hilfe von Polfiguren der Verbindung  $\text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$  (*BFO*) zugeordnet werden. Für höhere Temperaturen sind lediglich *BIG* und *GGG* Reflexe zu finden. Bei einer Deposition oberhalb von  $600^{\circ}\text{C}$  konnte keine *BIG* Phase mehr identifiziert werden.

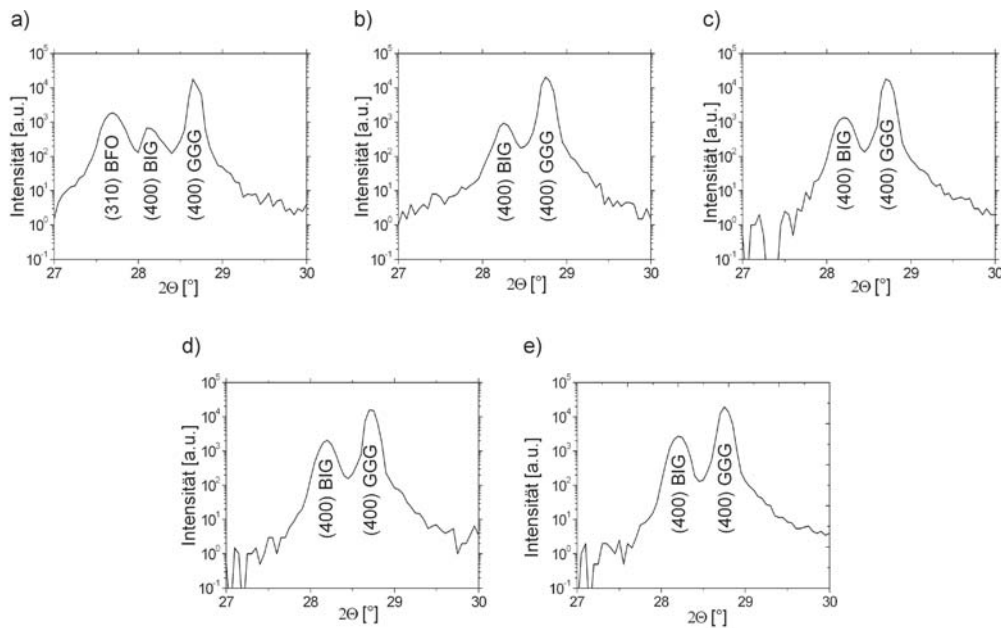


Abbildung 3.11: Röntgenspektren von bei verschiedenen Temperaturen hergestellten *BIG* Filmen: a)  $500^{\circ}\text{C}$ , b)  $525^{\circ}\text{C}$ , c)  $550^{\circ}\text{C}$ , d)  $575^{\circ}\text{C}$ , e)  $600^{\circ}\text{C}$ .

Des Weiteren zeigte sich auch bei Temperaturen oberhalb von  $500^{\circ}\text{C}$  eine *BFO* Phase, wenn von einem neu präparierten bzw. abgeschliffenen Target ablatiert wurde. Dies weist auf einen direkten Zusammenhang zwischen Targetbeschaffenheit und dem Auftreten der *BFO* Phase hin.

Um dies zu untersuchen, wurden REM Aufnahmen eines Targets nach 10 minütiger Ablation und nach einer Ablation von 30 Minuten durchgeführt

<sup>4</sup>In den folgenden Untersuchungen wurden ausschließlich die oxidischen Targets verwendet.

(Abbildung 3.12b) und d). Zusätzlich wurden die während dieser Ablationen hergestellten Schichten im Röntgendiffraktometer vermessen (Abb. a): 10min. bzw. c): 30min.). Die XRD Spektren ergaben, dass der Film nach der kurzen Ablationszeit einen starken (310) BFO Reflex aufweist. Betrachtet man die REM Aufnahme (Abb. b): BSE-Modus), so findet man an der Targetoberfläche die Ausbildung von Kegeln. Diese erscheinen dabei an der Spitze und in Teilbereichen des Mantels dunkelgrau. Der restliche Bereich ist hellgrau. Mittels EDX konnte den dunkelgrauen Gebieten ein stark erhöhter Anteil an  $Fe$ , bzw. den hellgrauen Bereichen ein stark erhöhter Anteil an  $Bi$  zugeordnet werden. Bereits diese Aufnahme vermittelt den Eindruck, dass für  $Fe$  eine höhere Ablationsschwelle vorliegt, als für  $Bi$ . Dies bedeutet, dass in den ersten Minuten der Ablation vermehrt  $Bi$  aus dem Target abgebaut wird.

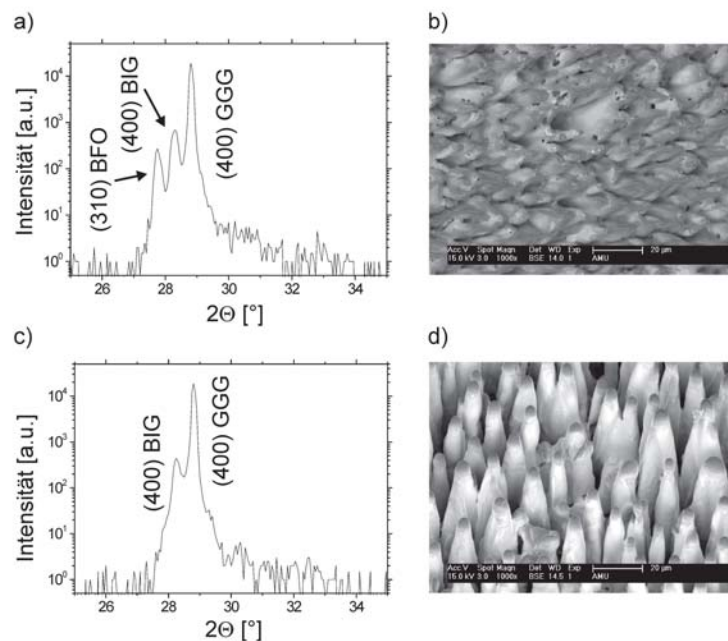


Abbildung 3.12: Degradation der Targets aufgrund einer 10minütigen (a) und b)) bzw. 30minütigen (c) und d)) Ablation.

Vergleicht man dazu das XRD Spektrum (c) für den Film nach 30 Minuten Ablation, so tritt keine  $BFO$  Phase mehr auf. Das REM Bild (d) zeigt eine

deutlich ausgeprägte Kegelstruktur am Target. Dabei weisen die Kegelspitzen mehr Eisen auf und wirken als Schutzschild für die darunter liegenden *Bi* reicheren Regionen. Somit wird der Übertrag von *Bi* auf das Substrat reduziert und die *Bi* reiche *BFO* Phase unterbunden.

Dieses Modell erklärt auch den in den RBS Messungen gefundenen Peak im *Bi* Signal zu Beginn der Ablation.

Neben den strukturellen Eigenschaften galt es auch, die Faraday Drehung der Filme zu bestimmen. Dazu sind in Abbildung 3.13a) gemessene Drehwinkel bei unterschiedlichen Wellenlängen gezeigt. Die Faraday Drehung ist hierbei in absoluten Werten angegeben. Im Vergleich zu *YIG* würden sie ein negatives Vorzeichen tragen.

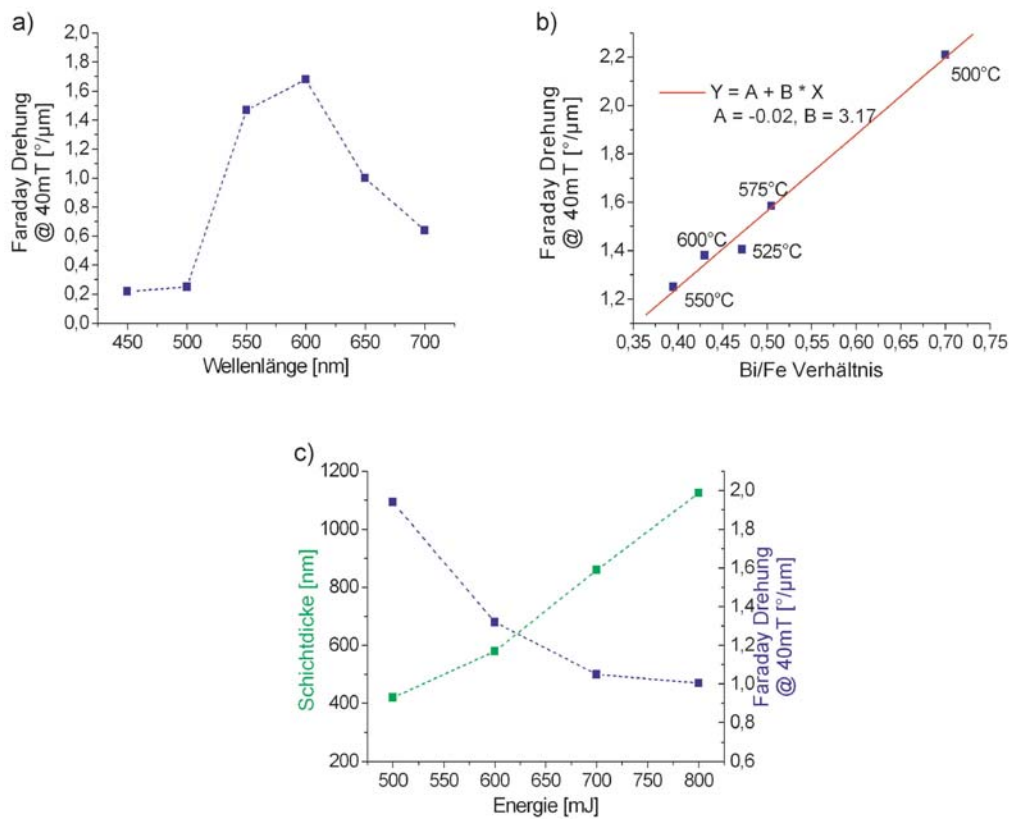


Abbildung 3.13: Faraday Drehung von *BIG*: Einfluss der Wellenlänge (a), der Depositionstemperatur (b) und Laserenergie (c).

Das Spektrum selbst erweckt den Eindruck einer maximalen Drehung bei  $600nm$ . Vergleicht man diese Werte mit denen aus der Literatur, die bei einem kontinuierlichen Spektrum aufgenommen worden sind (z.B. [57]), so ist dort das Maximum höher und liegt zwischen  $550nm$  und  $600nm$ <sup>5</sup>. Ein solches ist im Fall von *YIG* im sichtbaren Bereich nicht zu finden. Dadurch ist -im Vergleich zu *YIG*- der Qualitätsfaktor von *BIG* bei diesen Wellenlängen deutlich erhöht.

Für den Vergleich mit *LBIG* wird der in Tabelle 3.1 angegebene Wert für die in Sättigung gemessene Drehung herangezogen. Die Sättigung ist für *BIG* bei dem hier maximal erreichbaren Feld von  $100mT$  noch nicht erreicht. Dennoch weist *BIG* bei  $600nm$  bereits bei  $100mT$  eine Faraday Drehung von  $41 \times 10^3 \frac{\circ}{cm}$  auf. Im Vergleich dazu zeigt *LBIG* eine Drehung von  $8.3 \times 10^3 \frac{\circ}{cm}$  in Sättigung (bei  $633nm$ ).

Entscheidenden Einfluss auf die Faraday Drehung hat also die *Bi* Konzentration im Film. Dies demonstriert auch Abbildung 3.13b). Aufgetragen ist der Drehwinkel bei  $600nm$  gegenüber dem  $\frac{Bi}{Fe}$  Verhältnis.

Die Abbildung zeigt, dass die Faraday Drehung linear mit der *Bi* Konzentration zunimmt. Des weiteren sind in die Abbildung die jeweiligen Depositionstemperaturen eingetragen. Hierbei ergeben sich keinerlei Korrelationen. Entscheidend für die Faraday Drehung ist also im wesentlichen die *Bi*-Konzentration.

Zum Abschluss soll noch der Frage nachgegangen werden, welchen Einfluss die Schichtdicke auf die Faraday Drehung hat. Dies ist wesentlich, da für eine Anwendung der Materialien als Feldsensoren eine möglichst hohe Sensitivität, d.h. ein möglichst hoher Drehwinkel bzw. möglichst große Schichtdicke, angestrebt wird. Um dabei die reine Depositionszeit zu begrenzen (ca. 1 Stunde), wird statt der Pulszahl die Energie des Lasers erhöht.

Abbildung 3.13c) zeigt die Schichtdicke und die Faraday Drehung (bei  $600nm$ ) von *BIG* Filmen, die bei unterschiedlichen Laserenergien hergestellt wurden. Eine zunehmende Laserenergie resultiert bei gleicher gesamt Pulszahl aufgrund des höheren Materialübertrages ( $0.07\text{\AA}/\text{Puls}$  bei  $500mJ$  bzw.  $0.19\text{\AA}/\text{Puls}$  bei  $800mJ$ ) in einer steigenden Schichtdicke. Geht man von einem gleichmäßigen Wachstum aus, so würde man für alle Energien eine konstante Faraday Drehung pro Schichtdicke erwarten. Der Verlauf der Drehung in Abbildung c) zeigt jedoch, dass diese mit zunehmender Laserenergie bzw. Schichtdicke abnimmt ( $1.94 \frac{\circ}{\mu m}$  bei  $500mJ$  bzw.  $1.01 \frac{\circ}{\mu m}$  bei  $800mJ$ ).

---

<sup>5</sup>Eine Messung der Faraday Drehung bei einer Wellenlänge zwischen  $550nm$  und  $600nm$  ist mit dem in dieser Arbeit benutzten Messaufbau nicht möglich.

Als Ursache kann hierfür angenommen werden, dass der mit steigender Laserenergie zunehmende Materialübertrag sich negativ auf das Wachstum der *BIG* Phase auswirkt. Dies könnte umgangen werden, wenn die Wiederholrate der Pulse herabgesetzt wird, was allerdings die Beschichtungszeit verlängert. Einen Ausweg mag hier der sog. "Puls-Intervall" Modus bringen. Danach wird z.B. alle 500 Pulse eine kurze Pause im Sekundenbereich eingelegt, so dass die Materialien an der Oberfläche genug Zeit haben, sich zu arrangieren.

Wie sich nun genau das Wachstum von *BIG* gestaltet, soll im nächsten Kapitel betrachtet werden.

### 3.2.3 Wachstumsuntersuchungen

#### RHEED Untersuchungen

Wie im Falle von *LBIG* wurde das Schichtwachstum mit Hilfe von RHEED analysiert. Die Depositionstemperatur von *BIG* liegt jedoch um ca.  $100^{\circ}\text{C}$  unterhalb der von *LBIG*. Dadurch war es möglich, auch während der Ablation das RHEED System einzusetzen und das Wachstum zu beobachten.

Typischerweise erhaltene Aufnahmen sind in Abbildung 3.14 gezeigt. Zusätzlich werden zu den RHEED Bildern schematische Skizzen der Probenoberfläche gegeben.

Vor der Deposition sind die bereits erwähnten Laue-Ringe des Substrates zu erkennen (Abb. 3.14a). Die Elektronenstrahlen werden also an einer zweidimensionalen Oberfläche gestreut. Wird mit der Ablation begonnen, so verschwinden bereits nach wenigen Pulsen die Substratreflexe aufgrund der Materialdeposition. Die Elektronenstrahlen streuen an einer rauen Oberfläche und interferieren nicht mehr konstruktiv (Abb. 3.14b). Mit fortschreitender Ablation entsteht ein neues Muster am RHEED Schirm. Zunächst bilden sich sog. streaks aus, wie sie in Abbildung 3.14c) zu sehen sind. Im weiteren Verlauf teilen sich die streaks auf und ergeben das in 3.14d) zu erkennende Muster. Im Vergleich zu Abb. 3.14a) kann es sich jedoch nicht um eine Streuung an einer 2d Fläche handeln. Das sich zeigende Bild ist eher auf eine Beugung der Elektronen bei Durchstrahlung der deponierten Materialien zurückzuführen (hier in  $[110]$  Richtung). Dies ist ein Indiz dafür, dass ein Inselwachstum vorliegt, wie es in der schematischen Zeichnung unterhalb dargestellt ist.

Um das Inselwachstum genauer zu betrachten, wurden an den Proben REM Aufnahmen mit einem Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) durchgeführt. Darauf wird im Folgenden eingegangen.



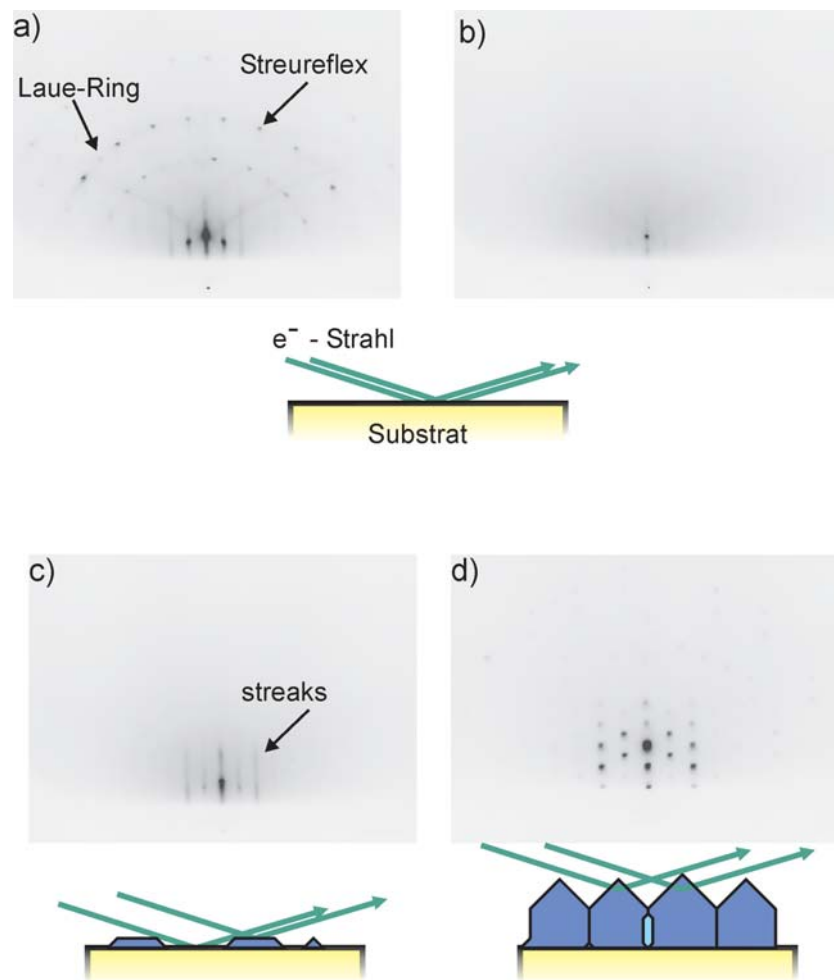


Abbildung 3.14: RHEED Aufnahmen und schematische Zeichnungen der Oberfläche: a) vor der Ablation; b) nach wenigen Pulsen c) und d) nach fortgeschrittener Deposition.

### ESEM Untersuchungen

Da sowohl der *BIG*, als auch das *GGG* Substrat isolierend sind, ist die Elektronenmikroskopie an den Proben aufgrund von Aufladungseffekten erschwert. Diese können deutlich reduziert werden, wenn ein sog. Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) verwendet wird. Dabei finden die Untersuchungen unter geringem Wassergasdruck (i.d.R.  $0.1\text{Torr}$ ) statt, wodurch die Aufladung deutlich verringert wird.

Um das Wachstum in unterschiedlichen Stadien an einer Probe untersuchen zu können, wurde oberhalb des Substrates in einem Abstand weniger als  $1\text{mm}$  ein Schild eingebaut (siehe Abb. 3.15a). Dabei bedeckte das Schild nur einen Teil des darunter liegenden Substrates. Dieser Bereich ist somit während der Ablation vom direkten Plasmastrahl geschützt. Dennoch kann Material indirekt in den abgeschatteten Bereich eindringen, wobei die Materialdeposition umso geringer ist, je tiefer die Teilchen eindringen müssen. Auf diese Weise kann das Schichtwachstum in unterschiedlichen Stadien und unter unterschiedlichen Bedingungen beobachtet werden.

Abbildung 3.15b) zeigt eine BSE Aufnahme einer auf (100) *GGG* abgeschiedenen *BIG* Schicht. Es zeigen sich drei unterschiedliche Grautöne. Dunkelgrau kann dem Substrat zugewiesen werden (siehe Pfeil). In den annähernd weißen Bereichen liegt eine hohe Konzentration von *Bi* vor. Hierbei kann es sich um die oben erwähnte *BFO* Phase oder aber auch um z.B. röntgenamorphes *BiO* handeln. Wesentlich sind die Bereiche im Grauton zwischen den beiden Extremwerten. Nach Röntgenuntersuchungen handelt es sich hierbei um *BIG*. Wie diese BSE-Aufnahme bestätigt, zeigt sich, dass dieses in Form von Inseln wächst. Es sind einzelne, von einander getrennte, rechteckige Bereiche auf dem Substrat zu finden (siehe Pfeil). Das zu dieser Aufnahme äquivalente SE-Bild (Abb. c) zeigt dabei auf, dass die rechteckigen Inseln vierseitigen Pyramiden entsprechen (siehe auch Inset in Abb. c). Der jeweilige Normalenvektor zu einer Pyramidenseite entspricht dabei einer bevorzugten Wachstumsrichtung.

Zur Bestimmung der bevorzugten Wachstumsrichtung, sind in Abb. d) einige dieser Pyramiden nochmals dargestellt, welche eine quadratische oder eine rechteckige Grundfläche aufweisen können. Entsprechend entstehen Pyramiden mit vier oder jeweils zwei gleichen Seitenflächen. Dies ist schematisch in Abb. e) dargestellt (in gelb). In den weißen Seitenansichten sind dabei zur Veranschaulichung mit blauen Pfeilen die bevorzugten Wachstumsrichtungen eingetragen. In Abbildung f) ist die stereographische Projektion der Pole für

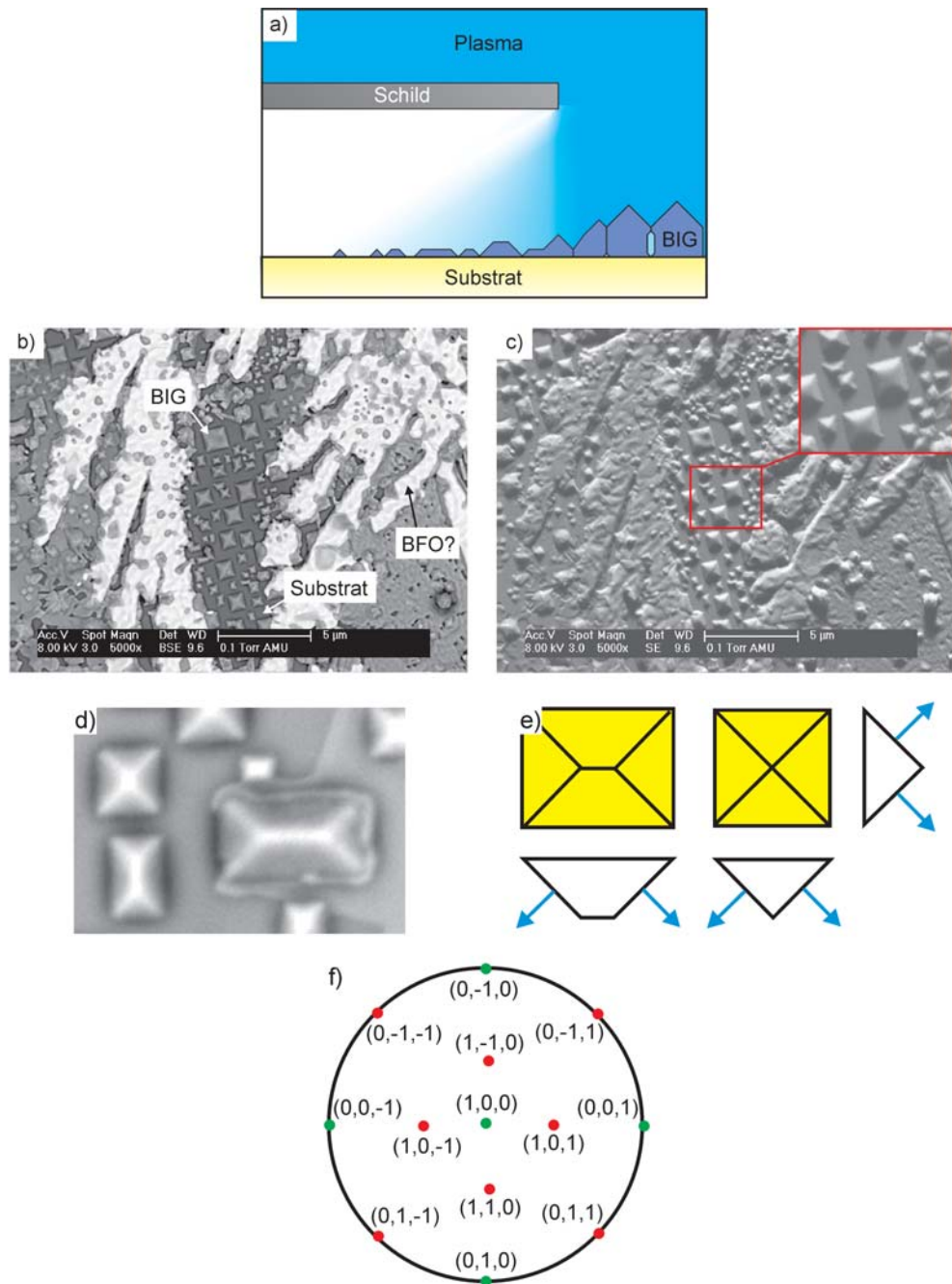


Abbildung 3.15: a) Schematische Darstellung der Schildposition; b) BSE Aufnahme von *BIG* auf (100) *GGG*; c) SE Aufnahme zu Abbildung b); d) Pyramiden; e) bevorzugte Wachstumsrichtung; f) Projektion der Pole.

diesen Fall gezeigt. Wie zu erwarten, ist der (100) Pol in der Mitte, d.h. bei  $\chi = 0$ , zu finden. Mögliche auftretende Pole, die dem Wachstum in die vier gezeigten Richtungen von Abb. e) entsprechen würden, wären ein (110) Pol bzw. äquivalente Pole dazu ((1,-1,0); (1,0,1) und (1,0,-1)). Um dies zu manifestieren, wurden *BIG* Schichten auf (111) *GGG* Substrate abgeschieden und das Inselwachstum betrachtet.

Durchgeführte Röntgenmessungen ergaben eine (111) Orientierung von *BIG* auf (111) *GGG*. In Abbildung 3.16a) ist eine entsprechende BSE Aufnahme zu sehen. Wie das Inset zeigt, liegen nun dreiseitige Pyramiden vor. Die bevorzugten Wachstumsrichtungen sind zur Verdeutlichung nochmals schematisch in Abb. b) eingetragen. Um zu bestimmen, welche Pole dieser Wachstumsrichtung entsprechen, ist in Abb. c) eine stereographische Projektion dargestellt. Im Zentrum ( $\chi = 0$ ) ist in diesem Fall der (111) Pol zu finden. Die drei Seitenflächen der Pyramide können nach dieser Darstellung einem bevorzugten Wachstum in die (100), (110) oder (111) Richtung -und Äquivalenten davon- entsprechen. Die (100) Richtung scheidet wegen der oben gefundenen vierseitigen Pyramiden aus<sup>6</sup>. Die Pole (110) und (111) unterscheiden sich dabei in ihrem  $\chi$ -Wert ((110): 35.26°; (111): 0° bzw. 70.53°).

Um nun entscheiden zu können, welche der beiden Wachstumsrichtungen vorliegt, wurde mit Hilfe eines AFM der Winkel zwischen einer Seitenfläche einer Pyramide und dem Substrat bestimmt. Dazu ist in Abbildung d) zunächst die gewonnene AFM Aufnahme angeführt. In dieser ist mit einem schwarzen Balken ein Bereich markiert, an dem ein Höhenprofil mit Hilfe des AFM aufgenommen wurde. Das Profil ist in Abbildung e) zu sehen. Danach ergibt sich ein Winkel (und somit ein  $\chi$ -Wert) von  $32^\circ \pm 3^\circ$  für die Seitenfläche dieser Pyramide. Innerhalb der Messungengenauigkeit bestätigt dieser  $\chi$  Wert also ein bevorzugtes (110) Wachstum.

Um die Untersuchungen abzurunden, wurde letztlich *BIG* auf einem (110) *Sc*-dotierten *GGG* Substrat abgeschieden. Die *Sc*-Dotierung bedingt dabei lediglich einen leicht veränderten Gitterparameter. Dieser ist so gering, dass er keinen Einfluss auf eine bevorzugte Wachstumsrichtung des *BIG* hat. Röntgenmessungen ergaben ein (110) orientiertes Wachstum von *BIG* auf (110) *GGG*. In Abbildung 3.17a) ist eine BSE bzw. in Abb. b) eine SE Aufnahme angeführt. Ein Wachstum in Form von Pyramiden ist nicht festzustellen. Vielmehr sind dünne quaderförmige Inseln zu erkennen, die eher einem

---

<sup>6</sup>Würde eine bevorzugte Wachstumsrichtung in (100) vorliegen, dann hätte man bei der Deposition auf (100) *GGG* keine Pyramiden, sondern Quader gefunden.

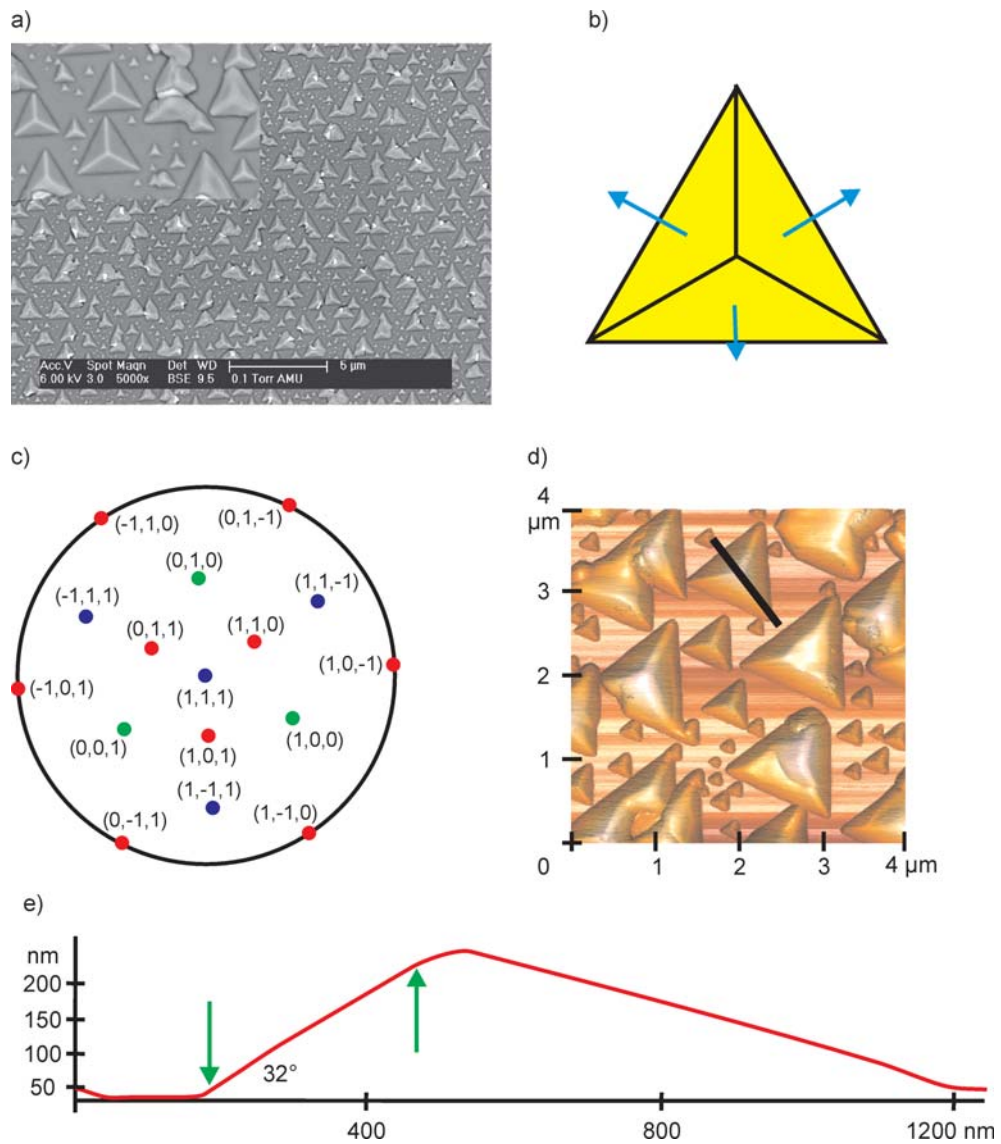


Abbildung 3.16: Wachstum von  $BIG$  auf  $(111)$   $GGG$ : a) BSE Aufnahme; b) schematische Skizze der dreiseitigen Pyramide; c) stereographische Projektion der Pole; d) AFM Aufnahme; e) Höhenprofil einer Pyramide entlang einer Seitenfläche und einer Kante.

Lagenwachstum gleichen. Betrachtet man zwei aneinander stoßende Inseln (Abb. c), so zeigt sich ein deutlich homogenerer Übergang zwischen den beiden als im Falle der Pyramiden. In Abbildung d) ist eine Insel mit den bevorzugten Wachstumsrichtungen schematisch dargestellt. Diese können nach der stereographischen Projektion der Pole (Abb. e) eindeutig einer  $(110)$  Richtung und äquivalenten Richtungen davon zugeordnet werden. Damit ist eine bevorzugte  $(110)$  Wachstumsrichtung von *BIG* bestätigt.

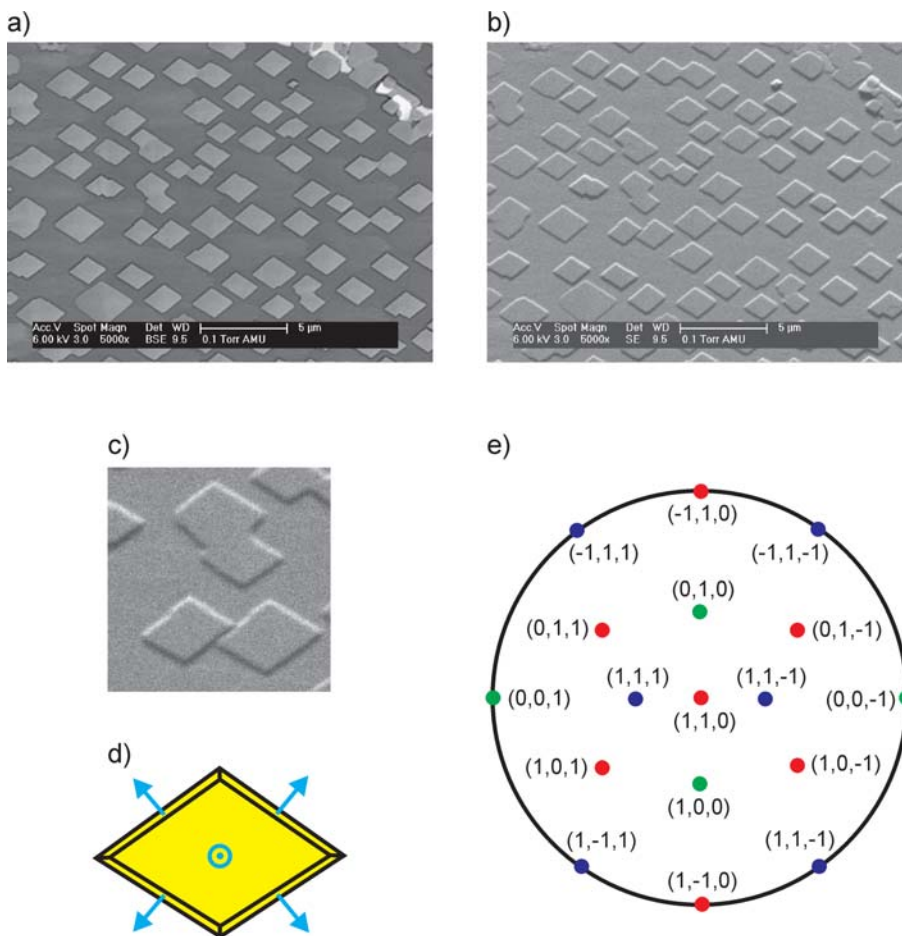


Abbildung 3.17: Wachstum von *BIG* auf  $(110)$  SGGG: a) BSE - Aufnahme; b) SE Aufnahme zu a); c) aneinander grenzende Inseln d) schematische Skizze der Insel; e) stereographische Projektion der Pole.

## TEM Untersuchungen

Querschnitts TEM Aufnahmen eines auf (100) *GGG* abgeschiedenen *BIG* Filmes sind in Abbildung 3.18a)-c) zu sehen. Das Inselwachstum ist nun soweit fortgeschritten, dass die einzelnen Körner aneinander stoßen, was den Eindruck eines Säulenwachstums vermittelt.

In Abb. a) ist an dem mit *BIG* bezeichneten Korn der komplette Querschnitt des Films zu erkennen (ca.  $600nm$ ). Zwischen den einzelnen Körnern finden sich vor allem im oberen Bereich (siehe Pfeile) Störungen. Da es sich hier um eine Dunkelfeld TEM Aufnahme handelt, werden gestörte Stellen im Kristall hell dargestellt. Diese sind detaillierter in Abb. b) zu sehen. Dabei zeigt sich, dass die Fremdphase mit einer Dicke von ca.  $20nm$  nicht bis zur Oberfläche reicht. Ob es sich hierbei um *BFO*, *BiO* oder amorphe Bereiche handelt, bedarf weiterer Untersuchungen. Oberhalb stoßen die Körner direkt aneinander. Betrachtet man den Bereich der Korngrenze (siehe Pfeil) genauer, so zeigt sich, dass sich die regelmäßigen periodischen Strukturen über die Korngrenze hinweg fortsetzen.

In Abb. c) ist beispielhaft eine Stelle im Grenzbereich zwischen Substrat und Schicht dargestellt. Man erkennt, dass hier z.T. stark gestörte Bereiche mit Einschlüssen vorkommen. Diese Defekte unterbinden jedoch nicht das epitaktische Wachstum der Schicht.

Auffallend ist die Oberflächenstruktur der *BIG*-Schicht, deren Kanten in festen Winkeln zueinander zu stehen scheinen. Auch hier manifestiert sich wieder die bevorzugte (110) Wachstumsrichtung.

Um dies zu bestätigen ist in Abbildung 3.19a) das Beugungsbild zu den gezeigten TEM Aufnahmen dargestellt. Die diesem Beugungsbild entsprechende stereographische Projektion der Pole ist in Abb. b) angeführt. Bei  $\chi = 0^\circ$  bzw.  $\chi = 90^\circ$  finden sich der (100) Pol und äquivalente Pole dazu. Überträgt man dieses in die TEM Aufnahme (Abb. c), so kann senkrecht zum Substrat und zur *BIG* Oberfläche die (001) Richtung angetragen werden. Die Kontur der *BIG* Oberfläche selbst lässt sich mit einem vierseitigen Pyramidenstumpf beschreiben. Dieser ist in Draufsicht schematisch in Abb. d) wiedergegeben. Entsprechend Abbildung b) können den Seitenflächen eine (110) Richtung und äquivalente Richtungen dazu zugeordnet werden. Diese sind zur Verdeutlichung auch in Abb. c) eingetragen.

In diesem Kapitel wurde ausführlich das Wachstum von *BIG* auf *GGG* behandelt. Durch intensive Wachstumsstudien konnte gezeigt werden, dass dieses eine bevorzugte (110) Wachstumsrichtung aufweist. Auch wurde das In-

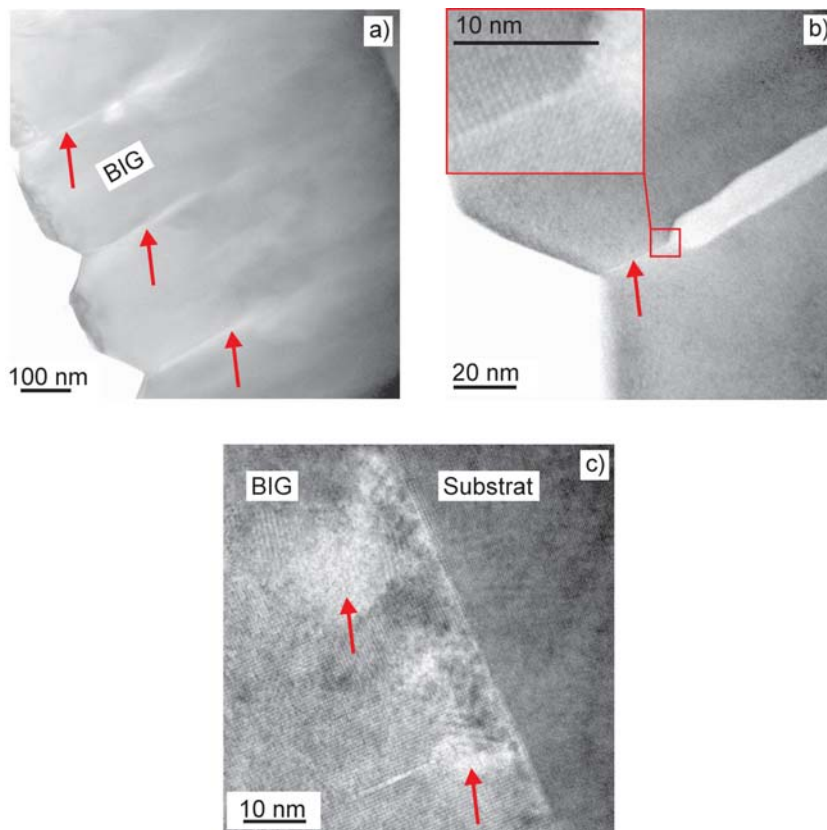


Abbildung 3.18: TEM-Aufnahme eines *BIG*-Filmes auf *GGG*: a) kompletter Schichtquerschnitt; b) Korngrenze; c) Substratinterface.

selwachstum auf verschiedenen Substratorientierungen untersucht. Die gewonnenen Schichten zeigten sowohl bzgl. ihrer kristallinen Struktur, als auch bzgl. ihrer magnetooptischen Eigenschaften gute Resultate. Ziel ist es jedoch, die Funktion solcher Materialien auf technische Substrate wie z.B.  $SiO_2$  zu integrieren. Hierbei spricht man von integrierter Optik, d.h. die Übertragung von makroskopischen optischen Komponenten wie optischen Isolatoren auf  $SiO_2$  - ähnlich wie in der Mikroelektronik. Wie dies im Falle von *BIG* möglich ist, wird im nächsten Kapitel besprochen.



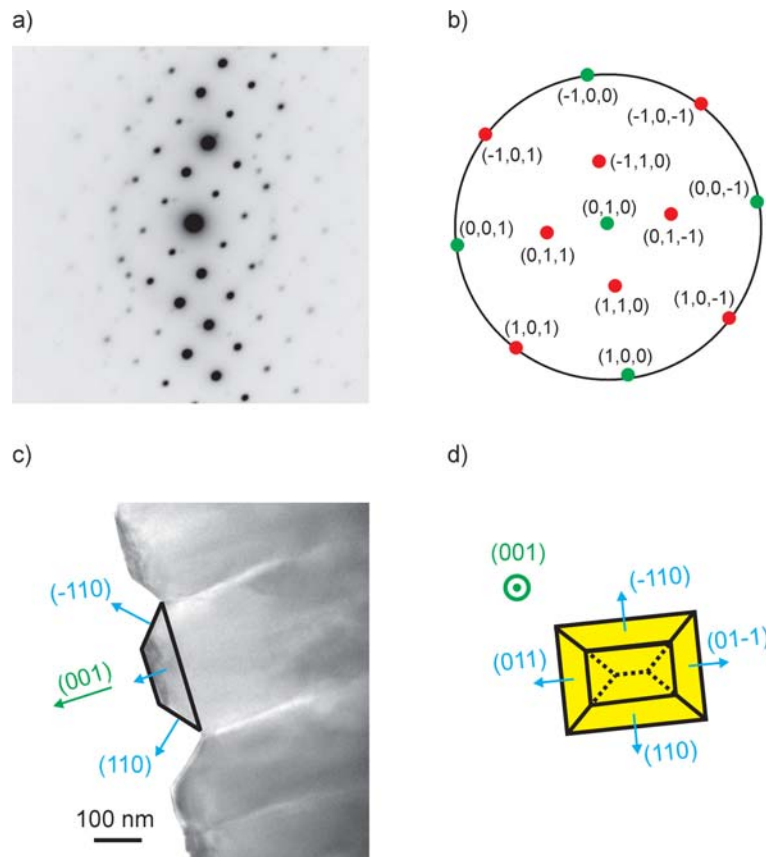


Abbildung 3.19:  $BIG$  Film auf (100)  $GGG$ : a) Beugungsbild; b) stereographische Projektion der Pole; c) Querschnitts TEM Aufnahme ; d) schematische Zeichnung des Pyramidenstumpfes.



### 3.3 Integration von $Bi_3Fe_5O_{12}$

#### 3.3.1 Allgemeine Bemerkungen

Um eine Kombination von z.B. Halbleiterlasern und magnetooptisch aktiven Granaten zu ermöglichen, müssen sie auf die für die Halbleiterindustrie relevanten Substrate (z.B.  $Si$ ,  $SiO_2$ , etc.) integriert werden. Hierzu wurden von verschiedenen Gruppen Versuche unternommen, sowohl  $Y_3Fe_5O_{12}$  [64–66], als auch  $Bi$  dotierten  $YIG$  ( $Bi_xY_{3-x}Fe_5O_{12}$ ) [67–71] auf  $Si$  oder  $SiO_2$  abzuscheiden. Dies ist in der Regel möglich, wobei sich nur eine polykristalline Struktur, meist erst nach einem zusätzlichen Annealing, einstellt.

Eine Deposition von  $Bi_3Fe_5O_{12}$  auf  $Si$  bzw.  $SiO_2$  ist nicht direkt durchführbar [72]. Hierbei zeigt sich lediglich ein Wachstum von diversen  $BiO$  und  $YO$ -Phasen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass (im Vergleich zu  $YIG$ )  $BIG$  aufgrund der größeren Gitterkonstante nicht im thermodynamischen Gleichgewicht wächst. Die Freie Energie zwischen Grenzfläche Substrat und Film spielt dabei die entscheidende Rolle für die Ausbildung der  $BIG$  Phase. Eine gute Anpassung der Gitterkonstanten alleine ist nicht ausreichend. So konnte z.B.  $BIG$  ( $a = 12.62\text{\AA}$ ) nicht auf  $MgO$  ( $a = 4.2\text{\AA} = \frac{1}{3}a_{GGG}$ ) abgeschieden werden. Es stellte sich heraus, dass sich  $BIG$  nur auf einem Granat Substrat bildet.

Um eine Integration auf Nicht-Granat Substraten zu ermöglichen, ist somit zunächst die Deposition eines (polykristallinen) Puffers aus Granat, vorzugsweise  $YIG$ , notwendig.

Im Nachfolgenden wird die Deposition von  $YIG$  auf amorphen  $SiO_2$  bzw. von  $BIG$  auf  $YIG/SiO_2$  beschrieben.

#### 3.3.2 Deposition und Charakterisierung

##### Targetherstellung

Für die Abscheidung von  $BIG$  wurden die in Kapitel 3.2 erwähnten Targets verwendet. Die Herstellung des  $YIG$  Targets erfolgte mit Hilfe der Sol-Gel Methode. Dazu werden die Ausgangsmaterialien  $Fe(NO_3)_3 \times 9H_2O$  und  $Y_2O_3$  jeweils in  $HNO_3$  gelöst und miteinander vermischt. Dieser Mischung wird in einem Rotator das Wasser entzogen, bis sie schließlich gelförmig ist. Das Gel wird auf  $150^\circ C$  erwärmt, so dass  $NO_x$  entweicht und anschließend bei  $1000^\circ C$  für  $3h$  calciniert. Letztlich wird es zu einem feinen Pulver zermahlen, als zylindrisches Target gepresst und bei  $1200 - 1500^\circ C$  für 10 Stunden gesintert. Die Analyse mittels XRD zeigt einen phasenreinen  $YIG$  (s. Abb. 3.20).

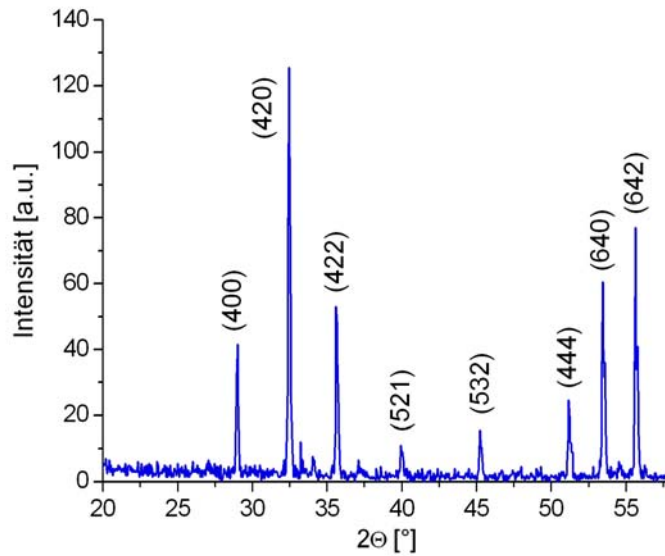


Abbildung 3.20: Pulverdiffraktogramm des *YIG* Targets. Es sind nur Reflexe des *YIG* zu erkennen.

### Depositionsparameter

Die Deposition der *YIG*-Filme auf amorphem  $SiO_2$  erfolgte in zwei Schritten. Zuerst wurde bei  $700^\circ C$  in gewohnter Weise vom Target ablatiert ( $p_{O_2} = 0.04\text{mbar}$ ). Dadurch entstand ein amorpher  $Y_xFe_yO_z$  bzw.  $Y_aO_b / Fe_cO_d$  Film auf dem Substrat. In einem zweiten Schritt ist dieser Film bei leichtem Sauerstofffluss und Temperaturen von über  $1000^\circ C$  getempert worden. Dadurch stellte sich die *YIG* Phase ein.

Die anschließende Ablation der *BIG* Schicht ist, wie in Kapitel 3.2. beschrieben, durchgeführt worden.

### Charakterisierung

Direkt nach der Ablation sind im Röntgenspektrum keinerlei Reflexe zu verzeichnen. Ein typisches Spektrum, wie man es nach dem Annealen erhält,

ist in Abbildung 3.21 dargestellt. Die in der Intensität am stärksten auftretenden Reflexe des *YIG* sind deutlich zu erkennen. Desweiteren sind keine anderen oxidischen Fremdphasen auszumachen.

Eine Variation der Ablationsparameter zeigte keinen nennenswerten Einfluss auf die gewonnenen XRD-Spektren. Diese sind also im wesentlichen durch den Annealingschritt bestimmt.

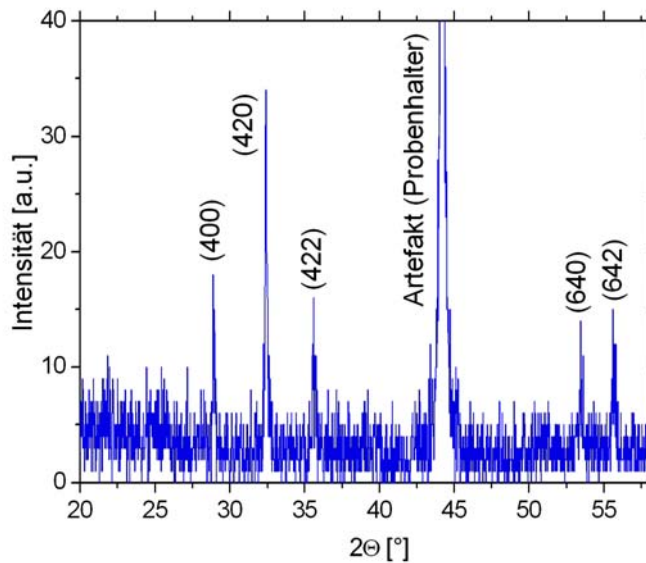


Abbildung 3.21: Röntgenspektrum eines auf  $SiO_2$  abgeschiedenen *YIG* Filmes nach dem Annealen.

Um den Einfluss der Annealing Temperatur zu studieren, wurden acht identisch ablatierte Proben bei Temperaturen von  $900^\circ C$  bis  $1250^\circ C$  (in  $50^\circ C$  Schritten) für jeweils 1 Stunde getempert (Aufheizrate:  $5^\circ C/min$ ).

Die XRD-Analyse der Proben ergab, dass sich die *YIG*-Phase bei  $900^\circ C$  nur schwach, und mit steigender Temperatur (bis maximal  $1200^\circ C$ ) stärker ausprägt. Bei  $1250^\circ C$  sind schließlich keine Anzeichen von *YIG* mehr zu erkennen. Die bei dieser Temperatur auftretenden Peaks können einer  $YFe_2O_4$  bzw. einer  $YFeO_3$  Verbindung zugeordnet werden.

Die Analyse mittels RBS zeigte, dass eine Diffusion der *Y*-Atome in das  $SiO_2$  Substrat stattfindet. Dies soll anhand von Abbildung 3.22 verdeutlicht werden. Abbildung a) zeigt dabei ein RBS Spektrum, wie es für eine Temperatur

von  $1100^{\circ}\text{C}$  und unterhalb gemessen worden ist. Es ist ein rechteckiges Signal sowohl für das  $Y$ , als auch für das  $Fe$  zu finden. Das Spektrum kann mit einer einzigen  $YIG$  Schicht angenähert werden. Ab einer Temperatur von  $1150^{\circ}\text{C}$  zeigt sich jedoch eine Diffusion von  $Y$  Atomen in das Substrat. Dies erkennt man an dem erhöhten  $Y$  Signal bei niedrigen Energien (Pfeil in Abb. b) und an dem im Vergleich zu  $Fe$  deutlich breiteren  $Y$ -Signal<sup>7</sup>. Zur exakten Simulation des Spektrums muss zusätzlich eine  $Y_2SiO_5$  Schicht zwischen  $YIG$  und  $SiO_2$  eingeführt werden. In dem gezeigten Beispiel ergibt sich eine Schichtfolge von  $Y_{3.3}Fe_{5.2}O_{11.5}$  ( $350\text{nm}$ ) /  $Y_2SiO_5$  ( $80\text{nm}$ ) /  $SiO_2$ . Die Schichtdicke der  $Y_2SiO_5$  Phase nimmt dabei mit steigender Annealing Temperatur zu Lasten der  $YIG$  Schichtdicke weiter zu.

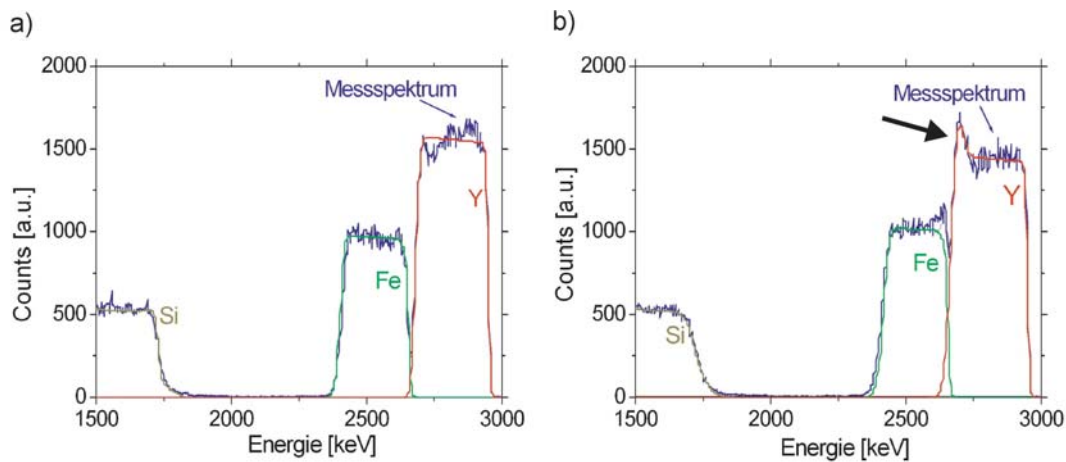


Abbildung 3.22: RBS Spektrum einer bei  $1100^{\circ}\text{C}$  (a) bzw.  $1150^{\circ}\text{C}$  (b) getemperten Probe.

Die Bildung einer weiteren Phase, die  $Y$  enthält, zeigt sich auch, wenn man das  $Y/Fe$  Verhältnis der  $YIG$  Phase betrachtet. Dieses ist in Abbildung 3.23 in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen. Danach zeigt sich ein annähernd konstantes  $Y/Fe$  Verhältnis im Bereich von 0.7-0.8 für eine Temperatur von bis zu  $1100^{\circ}\text{C}$ . Oberhalb davon setzt die Bildung von  $Y_2SiO_5$  ein, was sich auch in einem reduzierten Anteil an  $Y$  im  $YIG$  äußert.

Abschließend sei zu den Annealing Experimenten noch erwähnt, dass die Dauer des Temperns ( $1\text{min}$  bis  $4\text{h}$ ) keinen wesentlichen Einfluss auf die kristallinen Eigenschaften der  $YIG$  Phase zeigte.

<sup>7</sup>Für höhere Energien zeigt sich auch im Falle von Eisen ein Peak. Dieser ist auf eine Überlagerung des  $Y$  und  $Fe$  Signals in diesem Bereich zurückzuführen.

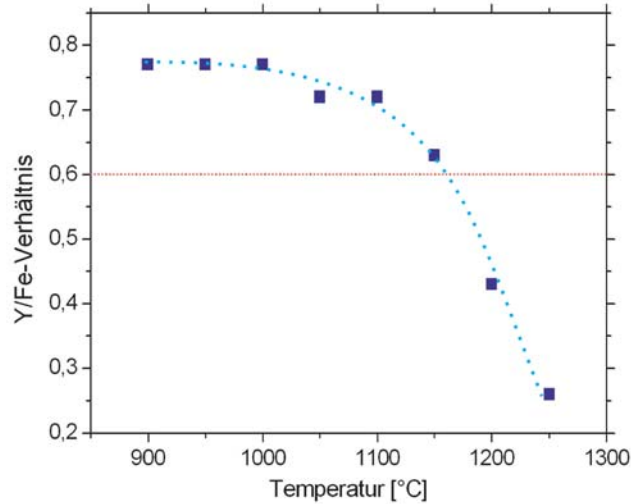


Abbildung 3.23: Verlauf des  $Y/Fe$  Verhältnisses mit der Temperatur.

Auf die so hergestellten Filme wurde  $Bi_3Fe_5O_{12}$  abgeschieden. In Abbildung 3.24 ist das Röntgenspektrum einer Probe vor ( $YIG/SiO_2$ ) und nach der  $BIG$  Beschichtung ( $BIG/YIG/SiO_2$ ), sowie die Differenz der beiden Spektren zu sehen. Es fällt auf, dass nach der  $BIG$  Beschichtung keinerlei  $BIG$  Reflexe zu erkennen sind. Die  $YIG$  Reflexe (siehe Indizes) sind erhalten geblieben, da die Beschichtungstemperatur für  $BIG$  mit  $550^\circ C$  relativ gering ist. Im Differenzspektrum ist lediglich ein Reflex bei ca.  $32^\circ$  zu erkennen. Dies weist auf die Bildung einer  $BiFeO_3$  Phase hin.

Das Fehlen der  $BIG$  Reflexe im Röntgenspektrum kann mehrere Ursachen haben. Entweder hat sich kein  $BIG$  gebildet oder wenn es sich gebildet hat, ist es röntgenamorph. Auch ist es möglich, dass es in einer sehr geringen Schichtdicke vorliegt und nur ein geringes Signal erzeugt.

Um dies genauer zu bestimmen, wurden RBS Messungen durchgeführt. Dazu ist das RBS Spektrum der Probe vor und nach der  $BIG$  Beschichtung in Abbildung 3.25 dargestellt. Vor der Deposition von  $BIG$  ist wieder eine Diffusion von  $Y$  in das Substrat zu finden (Abb. a): Peak im  $Y$ -Signal für kleine Energien). Für die Schicht nahe der Oberfläche findet sich eine Zusammensetzung von  $Y_{3.1}Fe_{4.8}O_{12.3}$ . Nach der Beschichtung mit  $BIG$  ergibt sich das in b) dargestellte Spektrum. Die Simulation lässt auf einen  $50nm$  dünnen  $Bi_{3.1}Fe_{4.6}O_{12.3}$  Film schließen. Es wird angenommen, dass diese ge-

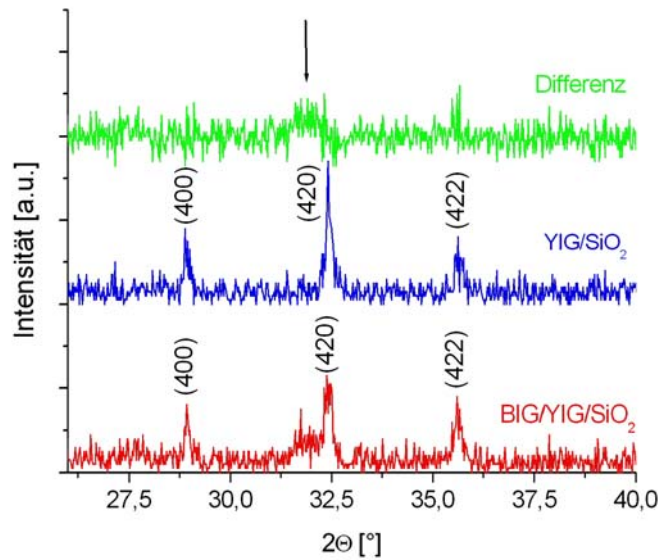


Abbildung 3.24: Röntgenspektren einer Probe vor und nach der *BIG* Beschichtung, sowie die Differenz beider Messungen.

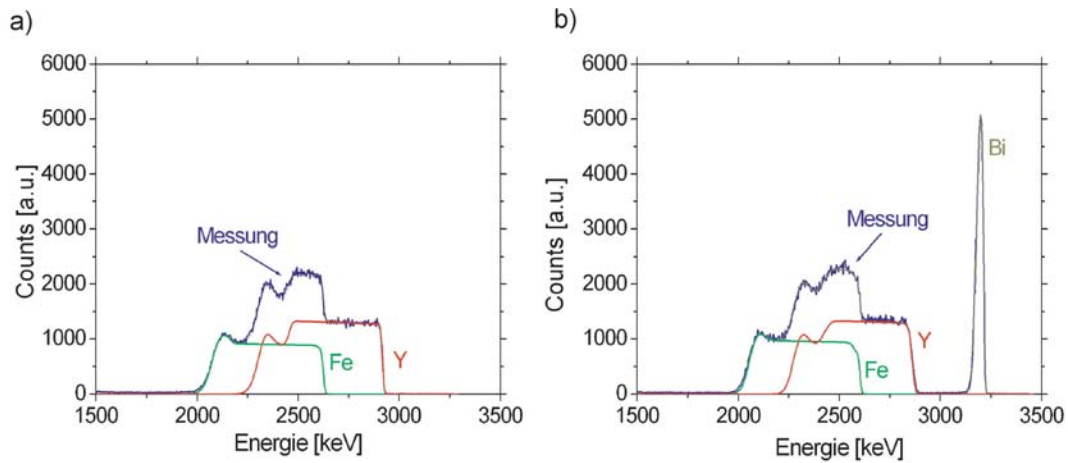


Abbildung 3.25: RBS Spektrum einer Probe vor und nach der *BIG* Beschichtung (Teilbereich des gesamten Spektrums).



ringe Schichtdicke der Grund dafür ist, weshalb im Röntgenspektrum keinerlei *BIG* Reflexe zu erkennen waren, die Phase aber dennoch polykristallin vorliegt.

Eine eindeutige Bestätigung, dass sich *BIG* gebildet hat, ist durch die Bestimmung der Faraday Drehung möglich. Diese ist in Abhängigkeit vom Feld in Abbildung 3.26 aufgetragen ( $\lambda = 600nm$ ). Außerdem sind die gemessenen Werte bei  $40mT$  zur Verdeutlichung nochmals in Tabelle 3.3 angeführt.

Verglichen werden dabei sowohl in der Tabelle, als auch in der Abbildung, die Messungen zur Faraday Drehung für die Deposition von:

- *YIG* auf  $SiO_2$  (*YIG/SiO<sub>2</sub>*)
- mit anschließender Deposition von *BIG* (*BIG/YIG/SiO<sub>2</sub>*)
- *YIG* auf *GGG* (*YIG/GGG*)
- mit anschließender Deposition von *BIG* (*BIG/YIG/GGG*)

Die angeführten Werte geben nur die Drehung der zuletzt abgeschiedenen Schicht wieder. Die Messwerte sind also um die Drehung des Substrates bzw. bei den *BIG* Depositionen zusätzlich um die Drehung des *YIG* bereinigt.

Wie zu erwarten, zeigt sich für die *YIG* Filme auf  $SiO_2$  bzw. *GGG* eine negative Faraday Drehung (siehe Tabelle 3.3). Wesentlich ist dabei, dass sich die Werte für beide Substrate innerhalb der Messungenauigkeit kaum unterscheiden, obwohl *YIG* im Falle von *GGG* epitaktisch bzw. im Falle von  $SiO_2$  polykristallin aufwächst. Dass auch polykristalline Filme eine Faraday Drehung aufweisen, ist unter dem Gesichtspunkt verständlich, dass für die Faraday Drehung nur entscheidend ist, dass die Magnetisierung in Ausbreitungsrichtung des Lichts liegt. Eine solche ist im polykristallinen Fall immer zu finden.

Bei der anschließenden *BIG* Deposition auf *YIG/SiO<sub>2</sub>* handelt es sich tatsächlich um *BIG*. Dies ist durch die messbare Faraday Drehung nachweisbar. Sie trägt (wg. *Bi*) ein zu *YIG* umgekehrtes Vorzeichen. Außerdem ist sie, wie zu erwarten, gegenüber *YIG* deutlich erhöht. Im Vergleich zum Schichtsystem *BIG/YIG/GGG* ist sie etwas erniedrigt, was durch die ungünstigeren Wachstumsbedingungen erklärt werden kann. Dennoch -auch im Vergleich zur Deposition von *BIG* auf *GGG* (siehe Abb. 3.13)- liegen die Werte für die polykristallinen Filme auf *YIG/SiO<sub>2</sub>* in der gleichen Größenordnung.

Diese Untersuchungen demonstrieren, dass es möglich ist, magnetooptisch aktive Materialien mit einer hohen Faraday Drehung auf technisch relevante Substrate zu integrieren. Dabei gibt es zu bemerken, dass eigentlich der Qualitätsfaktor, also auch die Absorption, der einzelnen Schichten miteinander

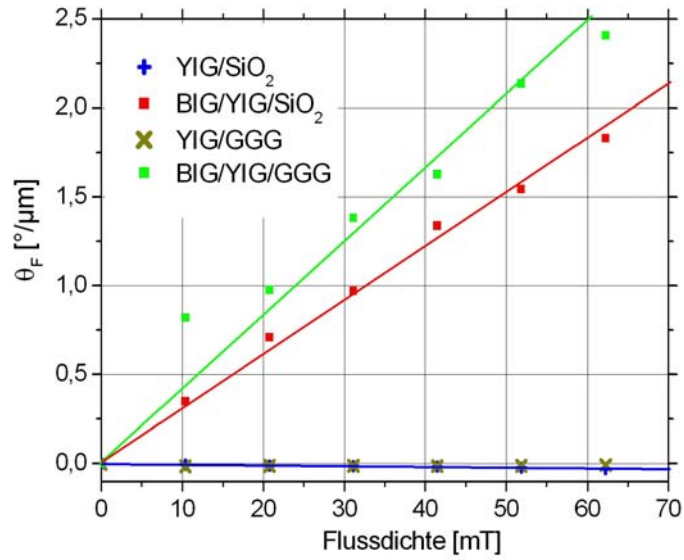


Abbildung 3.26: Faraday Drehwinkel für  $YIG/SiO_2$ ;  $BIG/YIG/SiO_2$ ;  $YIG/GGG$ ;  $BIG/YIG/GGG$  als Funktion der Flussdichte.

Schichtsystem	Faraday Drehung [°/μm] bei 40mT
$YIG/SiO_2$	-0.02
$BIG/YIG/SiO_2$	1.17
$YIG/GGG$	-0.01
$BIG/YIG/GGG$	1.65

Tabelle 3.3: Faraday Drehung bei 40mT.

verglichen werden müsste. Dazu muss man davon ausgehen, dass die Absorption im Falle der polykristallinen Proben erhöht ist. Hierzu sind jedoch weitere Untersuchungen notwendig.



# Kapitel 4

## Zusammenfassung

In diesem Teil wurden magnetooptische Materialien und deren Wachstum betrachtet.

Als Einführung ist in Kapitel 1 zunächst die Anwendung von magnetooptisch aktiven Granaten als makroskopische Bauteile (z.B. optische Isolatoren für die Informationsübertragung oder Zirkulatoren) angeführt worden. Außerdem wurde darauf hingewiesen, dass die momentanen Untersuchungen darauf abzielen, makroskopische optische Komponenten wie in der Mikroelektronik auf einen einzigen Chip zusammenzuführen (integrierte Optik). Dazu sind intensive Wachstumsstudien der magnetooptisch aktiven Materialien notwendig.

Des weiteren wurde in diesem Kapitel der für magnetooptisch aktive Materialien zugrunde liegende physikalische Effekt, der sogenannte Faraday Effekt, beschrieben. Für einen phänomenologischen Ansatz wurde dazu vom Dielektrizitätstensor und den Maxwell Gleichungen ausgegangen. Nach den angeführten Umformungen ergab sich letztlich, dass die Faraday Drehung proportional zum Imaginärteil und die Faraday Elliptizität proportional zum Realteil der nichtdiagonalen Komponenten des dielektrischen Tensors sind. Bei der mikroskopischen Beschreibung des Effektes ging man davon aus, dass eine linear polarisierte Welle in eine rechts- und links-zirkular polarisierte Welle zerlegt werden kann. Der Effekt selbst wurde dabei bei den hier verwendeten Selten-Erd Eisengranaten auf elektrische Dipolübergänge zurückgeführt. Diese Übergänge zeigen aufgrund der Auswahlregeln und der Aufspaltung der Niveaus eine unterschiedliche Polarisierbarkeit bzw. eine unterschiedliche Übergangswahrscheinlichkeit für links- und rechts-zirkular polarisierte Wellen und bedingen dadurch eine Faraday Drehung.

In Kapitel 2 ist detailliert auf die Eigenschaften der hier untersuchten ferrimagnetischen Eisengranate eingegangen worden.

Dazu wurde zunächst die Struktur am prominentesten Vertreter  $Y_3Fe_5O_{12}$  (*YIG*) dargelegt. Bei diesem befinden sich in der kubisch raumzentrierten Einheitszelle die *Y* Ionen innerhalb eines Dodekaeders. Sie sind dabei von 8 Sauerstoffionen umgeben. Die Eisenionen sind sowohl im Zentrum eines Oktaeders, als auch in einem Tetraeder zu finden und jeweils von 6 bzw. 4 Sauerstoffionen umgeben.

Wie dargestellt worden ist, rühren die magnetischen Eigenschaften von einem Superaustausch zwischen den zwei verschiedenen Typen von Eisenionen über die Sauerstoffionen her. Diese Wechselwirkung bedingt einen Ferrimagnetismus.

Bezüglich der optischen Eigenschaften wurde darauf hingewiesen, dass es von Vorteil ist, nicht nur die Faraday Drehung zu beschreiben, sondern auch die Absorption des Lichts mit zu berücksichtigen. Aus diesem Grund wurde der Qualitätsfaktor eingeführt.

In der weiteren Ausführung erfolgte eine Beschreibung der möglichen Substitutionen der einzelnen Kationen im *YIG*. Wesentliche Bedingung für die Ausbildung der Granatphase ist dabei, dass trotz Substitution eine Ladungskompensation erfolgt.

Zusätzlich bedingen die unterschiedlichen Substituenten eine Veränderung des Gitterparameters. Überschreitet der Ionenradius einen gewissen Schwellwert, so ist ein Wachstum des Granaten im thermodynamischen Gleichgewicht nicht mehr möglich. Detailliert wurde in diesem Zusammenhang auf die Substitution von *Y* durch *Bi* eingegangen. Die Motivation hierfür war die dadurch deutlich höhere Faraday Drehung im sichtbaren Bereich.

Abschließend wurden in diesem Kapitel noch die beiden wesentlichen Depositionsmethoden (Flüssigphasenepitaxie und die hier verwendete Laserablation) vorgestellt. Wobei die hier eingesetzte Laserablation genauer betrachtet wurde.

Das dritte Kapitel beschäftigte sich intensiv mit dem Wachstum magnetooptisch aktiver Granate. Hier zeigte sich eine deutliche Abgrenzung zum Stand der Forschung. In diesem wurden vor allem die magnetischen, optischen und magnetooptischen Eigenschaften der Materialien betrachtet. Um magnetooptische Materialien auf nicht Granat Substrate für die integrierte Optik zu ermöglichen, war es jedoch wesentlich, das Wachstum dieser genau zu studieren.

Nachdem zunächst der Messaufbau zur Bestimmung der Faraday Drehung beschrieben worden ist, wurde im ersten Abschnitt auf die Deposition von  $Lu_{2.05}Bi_{0.95}Fe_{3.8}Ga_{1.2}O_{12}$  (*LBIG*) eingegangen. Dieses wies bezüglich der verwendeten  $Gd_3Ga_5O_{12}$  (*GGG*) Substrate einen geringen Gittermisfit auf. Begonnen wurde mit dem Nachweis des stöchiometrischen Übertrags des Materials vom Target zum Substrat mittels RBS. Anschließend konnte gezeigt werden, dass *LBIG* im Bereich von  $740^{\circ}C$ - $800^{\circ}C$  epitaktisch auf dem Substrat aufwächst. Außerdem wurden erstmalig an diesem Material RHEED Untersuchungen durchgeführt. Diese zeigten ein Lagenwachstum des *LBIG* auf *GGG* an. Mittels TEM Querschnittsaufnahmen und Beugungsbildern konnte eindeutig ein homoepitaktisches Wachstum von *LBIG* nachgewiesen werden.

Im zweiten Abschnitt des Kapitels wurde auf die Deposition und Charakterisierung von  $Bi_3Fe_5O_{12}$  eingegangen. Dabei stellte sich zunächst heraus, dass es aufgrund einer Targetdegradation zu einer unerwünschten Fremdphasenbildung kommt. Diese konnte umgangen werden, sobald vor der eigentlichen Deposition das Target mit einigen tausend Laserpulsen belastet worden ist. Nachdem mittels RBS und Röntgendiffraktometrie gezeigt wurde, dass ein Wachstum von *BIG* auf *GGG* möglich ist, erfolgte die Bestimmung der Faraday Drehung der Schichten. Es zeigte sich, äquivalent zur Literatur, dass die Faraday Drehung im sichtbaren Bereich ein Maximum aufwies und bezüglich *YIG* deutlich erhöht war. Außerdem konnte nachgewiesen werden, dass mit zunehmenden *Bi* Anteil die Drehung zunahm.

Vom Stand der Forschung grenzten sich auch hier wieder die Wachstumsuntersuchungen ab. Zunächst wurden RHEED Beobachtungen während der Deposition durchgeführt. Dabei konnte ein Inselwachstum von *BIG* festgestellt werden. Dies ist auf den im Vergleich zu *YIG* deutlich größeren Gittermisfit zum *GGG* Substrat zurückgeführt worden.

Um das Wachstum detaillierter zu betrachten, wurde ein Teil des Substrates abgedeckt. Dennoch drang das Plasma in diesen abgedeckten Bereich ein, wenn auch deutlich reduziert. Auf diese Weise konnten unterschiedliche Stadien des Wachstums mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops betrachtet werden. Die Untersuchungen wurden für drei verschiedene Orientierungen des Substrates ((100), (111) und (110)) durchgeführt. Im Falle des (100) bzw. (111) Substrates zeigten sich vier bzw. dreiseitige Pyramiden. Mit Hilfe von stereographischen Projektionen der Pole und AFM Messungen wurde dabei den Seitenflächen eine bevorzugte (110) Wachstumsrichtung zugeordnet. Eine Bestätigung hierfür war auch das beobachtete quaderförmige Wachstum von *BIG* auf dem (110) orientierten Substrat.

Letztlich wurde dieses System mit TEM analysiert. Das zu erwartende Insel-

wachstum konnte bestätigt werden. Dabei wurden eingeschlossene Fremdphasen vor allem im Bereich des Substrates und zwischen den einzelnen Inseln gefunden. Diese Fremdphasen setzten sich jedoch nicht bis zur Oberfläche fort. Vielmehr zeigte sich in einem  $40\text{nm}$  nahen Oberflächenbereich ein direktes Zusammenstoßen der Inseln bzw. Körner, wobei sich die periodischen Strukturen über die Korngrenze fortsetzten. Des Weiteren fand sich eine charakteristische Oberflächenstruktur, deren Kanten bzw. Flächen in festen Winkeln zueinander zu stehen schienen. Mit Hilfe von TEM Beugungsbilder konnte auch diesen Flächen die bevorzugte (110) Wachstumsrichtung zugewiesen werden.

Der dritte Abschnitt dieses Kapitels behandelte schließlich die Integration von *BIG* auf  $\text{SiO}_2$ . Dabei stellte sich heraus, dass *BIG* nur auf einer Granatstruktur wächst. Damit war es erforderlich, einen *YIG* Puffer vorab zu deponieren. Nach der Ablation von *YIG* und einem zusätzlichen Annealing wiesen die Filme eine *YIG* Phase auf. Die Annealing Zeit spielte dabei eine untergeordnete Rolle. Entscheidender war die Annealing Temperatur. Es konnte festgestellt werden, dass es bei Temperaturen oberhalb von  $1150^\circ\text{C}$  zu einer starken Diffusion von *Y* kommt, was in einer  $\text{Y}_2\text{SiO}_5$  Schicht am Substrat resultierte.

Die darauf abgeschiedenen *BIG* Filme ergaben aufgrund ihrer geringen Dicke in den Röntgenspektren kein messbares Signal. Dennoch konnte mittels RBS und vor allem durch die Bestimmung der Faraday Drehung eindeutig nachgewiesen werden, dass sich die *BIG* Phase ausgebildet hat. Diese Untersuchungen demonstrierten klar, dass die Integration eines Materials mit einer hohen Faraday Drehung auf technisch relevante Substrate möglich ist.







## Teil II

# Magnetooptische Untersuchungen



# Kapitel 5

## Einführung

Die im ersten Teil diskutierten magnetooptischen Materialien eignen sich in idealer Weise zur zweidimensionalen optischen Visualisierung magnetischer Felder. Aus diesem Grund wurden sie verwendet, um das Eindringverhalten des magnetischen Flusses in supraleitende Systeme zu studieren. Darauf soll in diesem zweiten Teil eingegangen werden. Auf eine allgemeine Darstellung der Grundlagen zur Supraleitung wird jedoch verzichtet (siehe dazu z.B. [73, 74]). Es werden lediglich Grundlagen zum Feldeindringen und dem damit verbundenen kritischen Zustand im Supraleiter behandelt, da diese für die Interpretation der Ergebnisse notwendig sind.

Als supraleitendes Material wurde  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (YBCO) und  $MgB_2$  verwendet. Die supraleitenden YBCO Filme wurden an der Technischen Universität München mit Hilfe des thermischen Co-Verdampfens [75] hergestellt. Um Untersuchungen an  $MgB_2$  durchführen zu können, wurden einerseits  $MgB_2$ -Filme vom Forschungszentrum Karlsruhe verwendet [76]. Andererseits ist die Laserablationsanlage umgebaut worden, um eigene  $MgB_2$  Filme abzuscheiden.

Begonnen wird der zweite Teil dieser Arbeit mit einem Überblick über die strukturellen und physikalischen Eigenschaften von YBCO und  $MgB_2$  (Kapitel 5.1 bzw. 5.2).

In Kapitel 6.1 wird zunächst das Wachstum von  $MgB_2$  diskutiert. Anschließend wird auf die Auswahl passender Substrate eingegangen (Kapitel 6.2). Es folgt eine Gegenüberstellung der typischerweise verwendeten Präparationstechniken (Kapitel 6.3). Ausführlich wird dann in Kapitel 6.4 die Laserablation von  $MgB_2$  und die damit erzielten Schichtqualitäten besprochen.

Im darauf folgenden Kapitel 7 sollen die gewonnenen magnetooptischen Untersuchungen der supraleitenden Systeme vorgestellt und diskutiert werden.

Um die Diskussion zu erleichtern werden zunächst in Kapitel 7.1 die Grundlagen zum Flusseindringen in Supraleiter vermittelt. Im weiteren wird sowohl der Messaufbau für die magnetooptischen Untersuchungen von Supraleitern vorgestellt (Kapitel 7.2), als auch ein Verfahren zur Optimierung von magnetooptischen Aufnahmen präsentiert (Kapitel 7.3). In Kapitel 7.4 werden magnetooptische Aufnahmen zum Eindringen eines externen Feldes in  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  und der Einfluss einer Hochfrequenz auf die Flussverteilung im Supraleiter präsentiert und diskutiert. Im Falle von  $MgB_2$  (Kapitel 7.5) wird neben dem Eindringen des externen Feldes und dem Einfluss einer Hochfrequenz zusätzlich die Veränderung der Flussverteilung im Supraleiter aufgrund akustischer Oberflächenwellen behandelt.

## 5.1 Der Supraleiter $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

Bei  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (*YBCO*) handelt es sich um einen Hochtemperatursupraleiter mit einer Sprungtemperatur von ca.  $90K$ .

Die Kristallstruktur von *YBCO* lässt sich zusammengesetzt aus drei kubischen Einheitszellen (Perowskitstruktur) vorstellen. Diese ist schematisch in Abbildung 5.1 gezeigt. In der mittleren Zelle trennt ein *Y*-Atom zwei  $CuO_2$ -Ebenen. Darauf folgt ein *Ba*-Atom, welches die  $CuO$ -Ketten von den Ebenen abtrennt. Für die orthorhombische Einheitszelle von *YBCO* ergeben sich die Gitterparameter zu  $a = 0.382nm$ ,  $b = 0.389nm$  und  $c = 1.168nm$  [77].

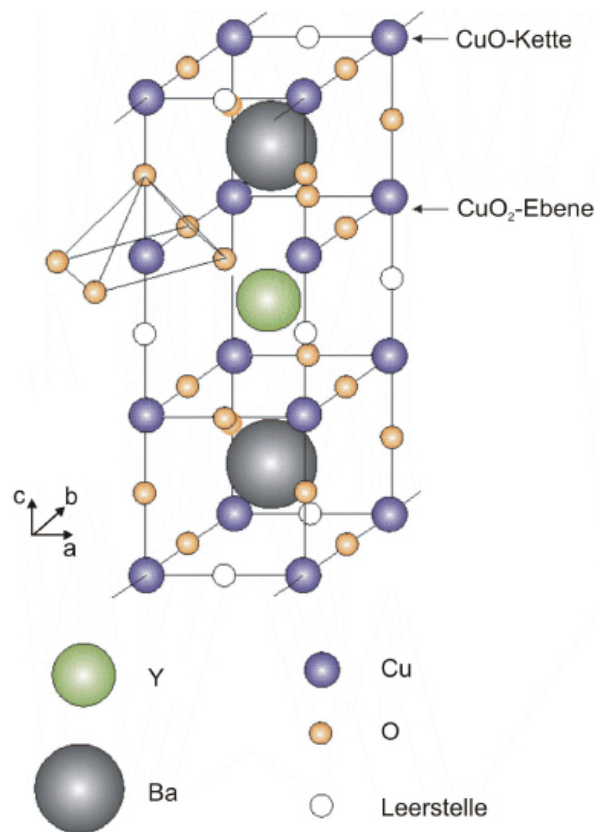


Abbildung 5.1: Struktur von  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ .

Die  $CuO$ -Ketten dotieren die  $CuO_2$ -Ebenen mit Löchern durch Entzug von Elektronen. Diese Löcher binden sich unterhalb der kritischen Temperatur zu Cooper-Paaren, d.h. die Supraleitung findet bei *YBCO* in den  $CuO_2$ -Ebenen

statt. Wesentlich ist hierbei der Sauerstoffgehalt der  $CuO$  Ketten, der sich durch die Abweichung  $x$  ( $0 \leq x \leq 1$ ) von der vollständig oxidierten Phase  $YBa_2Cu_3O_7$  zeigt. Dieser hat einen direkten Einfluss auf die supraleitenden Eigenschaften, da z.B. ein niedrigerer Sauerstoffgehalt eine geringere Löcherdichte und damit weniger Cooper-Paare in den  $CuO_2$ -Ebenen zur Folge hat.

Aufgrund der Schichtstruktur von  $YBCO$  zeigt sich eine deutliche Anisotropie in den physikalischen Eigenschaften. Typische Werte sind in Tabelle 5.1 aufgeführt. Danach ist der Normalleitungswiderstand bei  $100K$  in der  $ab$ -Ebene um ein bis zwei Größenordnungen kleiner als in  $c$ -Richtung. Ebenso ist die Eindringtiefe des Magnetfeldes in der  $ab$ -Ebene nur etwa  $\frac{1}{4}$  der in  $c$ -Richtung. Die Kohärenzlänge in der  $ab$ -Ebene hat den fünffachen Wert der Länge in  $c$ -Richtung.

	in der $ab$ -Ebene	in $c$ -Richtung
Normalleitungswiderstand $\rho(100K)$ [78]	$60 - 100 \mu\Omega cm$	$0.9 - 18 m\Omega cm$
Magnetische Eindringtiefe $\lambda$ [79]	$130 nm$	$500 - 700 nm$
Kohärenzlänge $\xi$ [80]	$1.6 nm$	$0.3 nm$

Tabelle 5.1: Anisotropie von  $YBCO$ .

Da der Ginzburg-Landau Parameter  $\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \gg \frac{1}{\sqrt{2}}$  ist, stellt  $YBCO$  einen extremen Supraleiter zweiter Art dar. Weitere Eigenschaften zu  $YBCO$  bzw. allgemeine Betrachtungen zu Hochtemperatursupraleitern sind z.B. in [81] zu finden.



## 5.2 Der Supraleiter $MgB_2$

$MgB_2$  ist seit den 50er Jahren bekannt. Dennoch benötigte es weitere 50 Jahre bis die Supraleitung in  $MgB_2$  entdeckt wurde. Im Januar 2001 demonstrierte dies J. Akimitsu mit einer Übergangstemperatur von  $T_c = 40K$  [82, 83].

Die bemerkenswerten Eigenschaften von  $MgB_2$  lösten eine weltweite intensive Untersuchung dieses Materials aus. Dabei standen sowohl Grundlagenfragen, als auch anwendungsbezogene Arbeiten im Vordergrund.

Warum findet dieses Material so große Beachtung? Erstens zeigt  $MgB_2$  die höchste kritische Temperatur innerhalb der intermetallischen Verbindungen, gefolgt von  $Nb_3Ge$  ( $T_c = 23K$ ) [84]. Zweitens ist in  $MgB_2$  der Isotopen-Effekt nachgewiesen worden [85, 86]. Damit ist  $MgB_2$  ein klassischer BCS Supraleiter, basierend auf einer Phononenkopplung. Dennoch liegt die kritische Temperatur von  $40K$  über dem BCS Limit (ca.  $30K$ ) [87]. Eine mögliche Erweiterung der BCS Theorie mag hierbei mit Hilfe der Eliashberg-Theorie gelingen [88].

Ein weiterer Grund für die Attraktivität von  $MgB_2$  ist sein hohes Potenzial für Anwendungen, wie z.B. die Herstellung kostengünstiger Drähte oder elektronischer Bauteile (z.B. Josephson Kontakte). Im Vergleich zu Hochtemperatursupraleitern zeigt  $MgB_2$  eine geringere Anisotropie, einfachere Materialstruktur, weniger Grenzflächenprobleme, sowie eine größere Kohärenzlänge. Aus diesem Grund ist  $MgB_2$  trotz seiner geringeren kritischen Temperatur für viele Anwendungen geeigneter [87].

Im Folgenden soll zunächst auf die kristallographischen Eigenschaften von  $MgB_2$  eingegangen werden. Anschließend werden seine wesentlichen physikalischen Eigenschaften kurz zusammengefasst.

### 5.2.1 Strukturelle Eigenschaften

Die Verbindung  $MgB_2$  ist vom Typ  $AlB_2$ . Diese hexagonale Struktur (Raumgruppe  $P6/mmm$ , No. 191) ist in Abbildung 5.2 schematisch dargestellt. Zu erkennen sind Bor-Ebenen (kleinere Kugeln), die voneinander durch hexagonal dicht gepackte Magnesium Ionen getrennt sind. Das Zentrum eines hexagonalen Bor Ringes liegt sowohl oberhalb, als auch unterhalb eines Magnesium Ions.

Innerhalb der Einheitszelle befindet sich Magnesium bei  $(0, 0, 0)$  bzw. Bor bei  $(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{2})$ . Die Gitterparameter können zu  $a = b = 0.308489(3)nm$  und  $c = 0.352107(5)nm$  bei  $297K$  bzw. zu  $a = b = 0.308230(2)nm$  und  $c = 0.351461(5)nm$  bei  $37K$  angegeben werden [89].

Die thermische Ausdehnung entlang der  $c$ -Achse ist mit  $\alpha_c \approx 11.4 \times 10^{-6} K^{-1}$  ungefähr doppelt so groß wie entlang der  $a$ -Achse mit  $\alpha_a \approx 5.4 \times 10^{-6} K^{-1}$ . Diese thermische Anisotropie von  $MgB_2$  unterscheidet das Material von anderen Vertretern der  $AlB_2$  Gruppe. Sie resultiert aus starken  $B-B$  Bindungen in der Basal-Ebene und schwächeren  $Mg-B$  Bindungen zwischen den Ebenen [89].

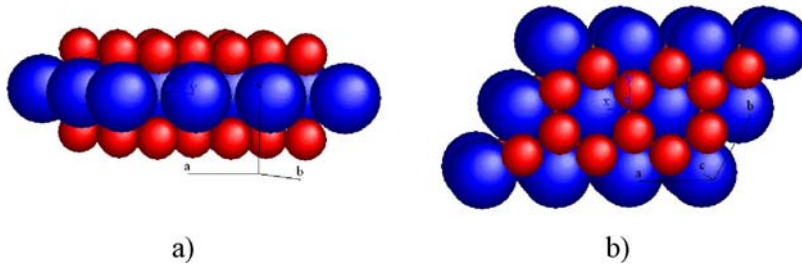


Abbildung 5.2: Struktur von  $MgB_2$ : a) Blickrichtung entlang der  $ab$ -Ebene; b) Blickrichtung entlang der  $c$ -Achse.

## 5.2.2 Ausgewählte physikalische Eigenschaften

In diesem Kapitel sollen lediglich einige der wesentlichen supraleitenden Eigenschaften besprochen werden. Ein detaillierter Überblick wird z.B. in [90] gegeben.

### Isotopen Effekt

Wie bereits erwähnt, kann  $MgB_2$  als ein Phononen vermittelter BCS Supraleiter beschrieben werden. Dies ist eine Schlussfolgerung des gemessenen Isotopen Effekts [85, 86]. In einem konventionellen BCS Supraleiter, dessen Elektronenpaarung durch Phononen vermittelt wird, kann die kritische Temperatur angegeben werden zu [91]:

$$T_c \sim m^{-\alpha} \quad (5.1)$$

Dabei ist  $\alpha$  der Isotopenexponent und  $m$  die Masse des Isotops. Nach der BCS Theorie gilt  $\alpha = \frac{1}{2}$ . Im vorliegenden Fall kann der Isotopen Exponent von Bor aus den Experimenten abgeschätzt werden nach

$$\alpha_B = -\frac{\Delta \ln(T_c)}{\Delta \ln(m_B)} \quad (5.2)$$

zu  $\alpha_B = 0.26 \pm 0.03$  [85]. Im Vergleich dazu ist der Isotopeneffekt von  $Mg$  relativ gering ( $\alpha_{Mg} \sim 0.02$ ). Dieses Ergebnis unterstreicht die angenommene Phononen vermittelte Supraleitung, wobei der wesentliche Beitrag von einer  $B$  Schwingung herrührt (z.B.  $E_{2g}$ -Mode).

Ein weiterer Hinweis auf eine Phononen vermittelte Supraleitung kann aufgrund der Druckabhängigkeit der kritischen Temperatur gefunden werden. Im Falle von  $MgB_2$  nimmt  $T_c$  mit steigendem Druck ab [92], wie es von einem BCS Supraleiter erwartet wird. Dies kann einer reduzierten Elektron-Phonon Wechselwirkung zugeschrieben werden.

### Energielücke

Um die supraleitende Energielücke von  $MgB_2$  zu bestimmen, wurden verschiedene Experimente durchgeführt (z.B. Tunnelexperimente, Punktkontaktmessungen, Betrachtung zur spezifischen Wärmekapazität, der Eindringtiefe oder des Oberflächenwiderstandes etc. [87]). Dabei zeigten die Messungen zur spezifischen Wärmekapazität eindeutig, dass zwei Energielücken vorhanden sind [93, 94]. Die Existenz einer zweiten niedrigeren Energielücke wurde der Tatsache zugeschrieben, dass eine signifikante Erhöhung der spezifischen Wärme in der Nähe von  $\frac{T_c}{5}$  vorhanden ist. Nach [93, 94] stimmt die berechnete spezifische Wärmekapazität gut mit den experimentellen Daten überein. Daraus kann ein Wert von  $2\Delta_L/k_B T_c \sim 4.0$  für die größere Energielücke und von  $2\Delta_S/k_B T_c \sim 1.2$  für die kleinere Energielücke abgeschätzt werden.

Eine Bestätigung der Annahme eines Supraleiters mit zwei Energielücken wurde auch aus Dichte-Funktionalrechnungen gewonnen [95, 96]. Diese Resultate und die anderer Autoren können wie folgt zusammengefasst werden [87]:

- Mg ist im wesentlichen ionisiert. Somit kann  $MgB_2$  gut in der ionischen Form als  $Mg^{2+}(B_2)^{2-}$  beschrieben werden.
- Die Bänder nahe der Fermienergie lassen sich im wesentlichen von zwei bestimmten Konfigurationen von Bor Orbitalen ableiten:  $sp^2(\sigma)$  Zustände, sowie  $p_z(\pi)$  Zustände. Das  $\sigma$  Band hat 2d Charakter und bildet zylindrische Fermiflächen. Dagegen zeigen die  $\pi$  Bänder eher 3d Charakter und die Fermiflächen bilden ein Netzwerk aus 3d Tuben.
- Das  $\sigma$  Band interagiert stark mit den  $E_{2g}$  Phononen Moden. Aus diesem Grund wird für dieses Band eine große Energielücke vorhergesagt. Im Gegensatz dazu zeigen die  $\pi$  Bänder eine schwächere Elektron-Phonon Wechselwirkung, so dass in diesem Fall die Energielücke drei mal kleiner ist.

### Kritische Felder und Längen

Wie in Abbildung 5.2 gezeigt wurde, handelt es sich bei  $MgB_2$  um eine geschichtete Struktur. Aus diesem Grund ist es nicht überraschend, dass auch das obere kritische Feld  $H_{c2}$  eine Anisotropie aufweist. Um dieses kritische Feld zu bestimmen, wurde eine Vielzahl von Experimenten durchgeführt (z.B. Messungen zur AC-Suszeptibilität oder des spezifischen Widerstandes [97–99]). Typische Werte für das obere kritische Feld parallel zur  $ab$ -Ebene sind  $\mu_0 H_{c2}^{\prime\prime ab}(T=0) = 15 - 20T$  bzw. für das obere kritische Feld parallel zur  $c$ -Achse:  $\mu_0 H_{c2}^{\prime\prime c}(T=0) = 3 - 4T$ . Dabei hängen die Werte von der verwendeten Messmethode und der Art der Probe ab. Mit diesen Werten kann der Anisotropiewert angegeben werden zu:

$$\gamma(T=0) = \frac{H_{c2}^{\prime\prime ab}}{H_{c2}^{\prime\prime c}} = 4 - 7 \quad (5.3)$$

Dabei gilt, dass sich für Temperaturen nahe der kritischen Temperatur der Anisotropiewert reduziert:  $\gamma(T \approx T_c) \approx 2$  [100].

Um die Kohärenzlänge  $\xi$  für  $T = 0K$  zu bestimmen, kann man den Ginzburg-Landau Formalismus benutzen. Danach gilt:

$$H_{c2}^{\prime\prime c} = \frac{\phi_0}{(2\pi\xi_{ab}^2)}, \quad (5.4)$$

sowie:

$$H_{c2}^{\prime\prime ab} = \frac{\phi_0}{(2\pi\xi_{ab}\xi_c)} \quad (5.5)$$

und man erhält  $\xi_c = 2 - 3nm$  bzw.  $\xi_{ab} = 8 - 12nm$ . Vergleicht man diese Werte mit der mittleren freien Weglänge eines  $MgB_2$  Kristalls ( $l_{ab} = 50 - 100nm$  [101, 102]), gilt für das Verhältnis  $\frac{l_{ab}}{\xi_{ab}} \gg 1$ . Damit ist  $MgB_2$  in der Form eines Einkristalls klar im "clean limit".

Im Falle des unteren kritischen Feldes  $H_{c1}$  kann ebenfalls eine Anisotropie gefunden werden [100, 103]. Typische Werte sind hierbei:

$$\mu_0 H_{c1}^{\prime\prime ab}(T=0) \approx 40mT, \text{ bzw. } \mu_0 H_{c1}^{\prime\prime c}(T=0) \approx 25mT.$$

Das Verhältnis  $\gamma(T=0) = \frac{H_{c1}^{\prime\prime ab}}{H_{c1}^{\prime\prime c}}$  zeigt eine leichte Temperaturabhängigkeit. Danach ist für die in [104] gemessenen Werte  $\gamma_{H_{c1}} \approx 1.9$  für tiefe Temperaturen bzw.  $\gamma_{H_{c1}} \approx 2.2$  für Temperaturen nahe der kritischen Temperatur.

Aus diesen Werten kann die Eindringtiefe abgeschätzt werden. Nach [100] gilt<sup>1</sup>:

$$H_{c1}^{//ab} = \left( \frac{\phi_0}{4\pi\lambda_c\lambda_{ab}} \right) \ln\left( \left( \frac{\lambda_c\lambda_{ab}}{\xi_c\xi_{ab}} \right)^{\frac{1}{2}} \right) + \left( (0.25) \left( \frac{\lambda_c\lambda_{ab}}{\xi_c\xi_{ab}} \right)^{\frac{1}{2}} + 0.6 \right)^{-1} \quad (5.6)$$

Somit ist das annähernd Temperatur unabhängige Verhältnis  $\gamma_\lambda = \frac{\lambda_c}{\lambda_{ab}} \approx 3$ . Auch hier hängen die gemessenen Werte für die Eindringtiefe von der Probenart und der Messmethode ab. Für polykristalline Proben wurde eine Eindringtiefe von  $\lambda(0) \approx 170nm$  abgeschätzt. Im Falle von kristallinen Filmen betragen die Eindringtiefen z.B.  $\lambda(ab) \approx 150nm$  [106] oder  $\lambda(ab) \approx 100nm$  [107].

### Normalleitungswiderstand

Im Wesentlichen wurde hierzu die Temperaturabhängigkeit des Widerstandes untersucht. Dabei können die erhaltenen Messwerte im Rahmen des Bloch-Grüneisen Formalismus [108] beschrieben werden. Der Widerstand im normalleitenden Zustand setzt sich aus einem Temperatur unabhängigen Restwiderstand und einem Anteil aufgrund von Phononenstreuung zusammen (Debye Temperatur  $T_D \approx 1100K$ ).

Typische Werte für den Widerstand bei Raumtemperatur sind  $\rho = 5-6\mu\Omega cm$  bzw. nahe  $T_c$ :  $\rho = 0.3\mu\Omega cm$ . Diese Werte hängen dabei stark von der Streuung an Verunreinigungen, also von der Qualität der Probe, ab. Außerdem zeigt sich ein anisotropes Verhalten für den Widerstand ( $\frac{\rho_c}{\rho_{ab}} \approx 3.5$  [109]).

Zusätzlich konnte gezeigt werden, dass der Oberflächenwiderstand, die magnetische Eindringtiefe und die Energielücke des  $\pi$  Bandes direkt oberhalb der kritischen Temperatur in Zusammenhang mit dem Normalleitungswiderstand stehen [110].

Im folgenden Kapitel werden die grundlegenden Aspekte zum Wachstum  $MgB_2$  diskutiert und die typischerweise verwendeten Präparationstechniken miteinander verglichen.

---

<sup>1</sup>Eine alternative Beschreibung ist in [105] gegeben.



# Kapitel 6

## Deposition von $MgB_2$ -Filmen

Bezüglich der Präparation von  $MgB_2$  Einkristallen wird auf die Literatur (z.B. [111,112]) verwiesen. Im Folgenden soll nur auf die Abscheidung dünner Schichten eingegangen werden. Dazu wird zunächst das prinzipielle Wachstum von  $MgB_2$  betrachtet (Kapitel 6.1). Anschließend werden mögliche Substrate diskutiert (Kapitel 6.2) und die gängigen Depositionsmethoden vorgestellt und verglichen (Kapitel 6.3). Letztlich wird detailliert auf die hier verwendete Laserablation und die damit hergestellten Schichten eingegangen (Kapitel 6.4).

### 6.1 Wachstum von $MgB_2$

Eine Grundvoraussetzung für erfolgreiches Wachstum ist eine genaue Kenntnis des Phasendiagramms. Dazu wurde von Liu et al. die Thermodynamik von  $Mg$ - $B$  Systemen untersucht und das Phasendiagramm aufgestellt [113]. Es zeigen sich die Phasen  $MgB_2$ ,  $MgB_4$ ,  $MgB_7$ ,  $Mg$  (fest, flüssig und gasförmig), sowie  $B$  (fest). In ihrem Modell berechnen die Autoren die Gibbsche Freie Energie jeder Phase, wobei für die Verbindungen zwei Untergitter zugrundegelegt werden:

$$G_m^{MgB_b} = {}^0G_{Mg}^{solid} + b {}^0G_B^{solid} + \Delta G_f^{MgB_b} \quad (6.1)$$

(dabei gilt:  $b : 2, 4$  oder  $7$ ;  ${}^0G_{Mg}^{solid}$  bzw.  ${}^0G_B^{solid}$  ist die Gibbsche Freie Energie für festes  $Mg$  bzw.  $B$  und  $\Delta G_f^{MgB_b}$  ist die Gibbsche Freie Energie für die Bildung von  $MgB_b$ .)

Die gemessene Enthalpie für die Bildungs- und Dekompositionstemperatur wurde benutzt, um  $\Delta G_f^{MgB_b}$  für die drei Phasen  $MgB_2$ ,  $MgB_4$  und  $MgB_7$  zu erhalten. Anschließend wurde das Phasengleichgewicht bestimmt. Die Berechnungen des Phasendiagramms wurden für  $1atm$ ,  $1Torr$  und  $1mTorr$

durchgeführt und sind schematisch in Abb. 6.1 dargestellt<sup>1</sup>. Danach koexistiert bei einem Druck von  $1atm$  und unterhalb der Dekompositionstemperatur die  $MgB_2$  Phase (bei einem Atomverhältnis von  $\frac{x_{Mg}}{x_B} \gg \frac{1}{2}$ ) mit festem  $Mg$  (bei Temperaturen bis  $650^\circ C$ ) bzw. mit flüssigem  $Mg$  ( $650^\circ C$ - $1100^\circ C$ ) oder gasförmigem  $Mg$  ( $1100^\circ C$ - $1545^\circ C$ ). Oberhalb von  $1545^\circ C$  zersetzt sich  $MgB_2$  in  $MgB_4$  und  $Mg$  Dampf.

Bei einem niedrigerem Druck ( $1Torr$ ) verschwindet die flüssige Phase von  $Mg$  komplett, da man sich unterhalb des Tripelpunktes von  $Mg$  ( $650^\circ C$ ,  $2.93Torr$ ) befindet. Die Dekompositionstemperatur sinkt auf  $912^\circ C$  bei  $1Torr$  bzw. auf  $603^\circ C$  bei  $1mTorr$ .

Für die Deposition von  $MgB_2$  Filmen werden Wachstumsbedingungen bevorzugt, bei denen  $MgB_2$  sich noch nicht zersetzt hat und ein Überschuss an  $Mg$  nicht auf der  $MgB_2$  Oberfläche kondensiert. In diesem Fall koexistiert  $MgB_2$  mit gasförmigen  $Mg$ . Dabei verläuft die Bildung von  $MgB_2$  Absorptionen kontrolliert. Das Phasendiagramm zeigt, dass jegliches Überangebot von  $Mg$  oberhalb der Stöchiometrie von  $MgB_2$  unter diesen Bedingungen verdampft. Die  $MgB_2$  Phase wird sich bilden, solange ausreichend  $Mg$  zur Verfügung steht. Liegt ein Mangel an  $Mg$  vor, so bildet sich  $MgB_4$ ,  $MgB_7$  oder reines  $B$ .

Mit dem Druck/Temperatur Phasendiagramm, wie es in Abbildung 6.2 gezeigt ist, können die Grenzen für den Wachstumsbereich von  $MgB_2$  wie folgt abgeschätzt werden:

$$\text{obere Grenze (festes } Mg): \log(p) = -7561K/T + 8.673$$

$$\text{untere Grenze (Bildung von } MgB_4): \log(p) = -10142K/T + 8.562$$

Dabei ist  $p$  der Druck in  $Torr$  bzw.  $T$  die Temperatur in  $K$ .

Mit dieser Formel kann man die Depositionsparameter z.B. für eine Molecular Beam Epitaxy Anlage abschätzen. Der maximal tolerierbare  $Mg$  Druck ist typischerweise  $10^{-4}mTorr$ . Dies impliziert eine Substrattemperatur von  $534^\circ C$ . Jedoch garantiert das Phasendiagramm nicht, dass sich unter diesen Bedingungen wirklich  $MgB_2$  bildet. Es bestimmt lediglich, dass sich  $MgB_2$ , wenn es gebildet worden ist, nicht wieder zersetzt. Für die Bildung muss zusätzlich die Kinetik berücksichtigt werden.

Ein weiterer Punkt ist das Abdampfen des  $Mg$  von  $MgB_2$  [114]. Es zeigt sich aber, dass diese Desorptionsrate deutlich unterhalb der thermodynamischen Dekompositionskurve liegt. Das bedeutet, dass die Dekompositionsreaktionen von  $MgB_2$  aufgrund der hohen kinetischen Barrieren sehr langsam verlaufen. Neben dem hohen Dampfdruck von  $Mg$  ist ein weiterer kritischer Punkt während des Filmwachstums der niedrige Haftkoeffizient von  $Mg$ . Dieser führt zu

<sup>1</sup>Die Bezeichnung fest, flüssig und gasförmig bezieht sich dabei immer auf  $Mg$ .



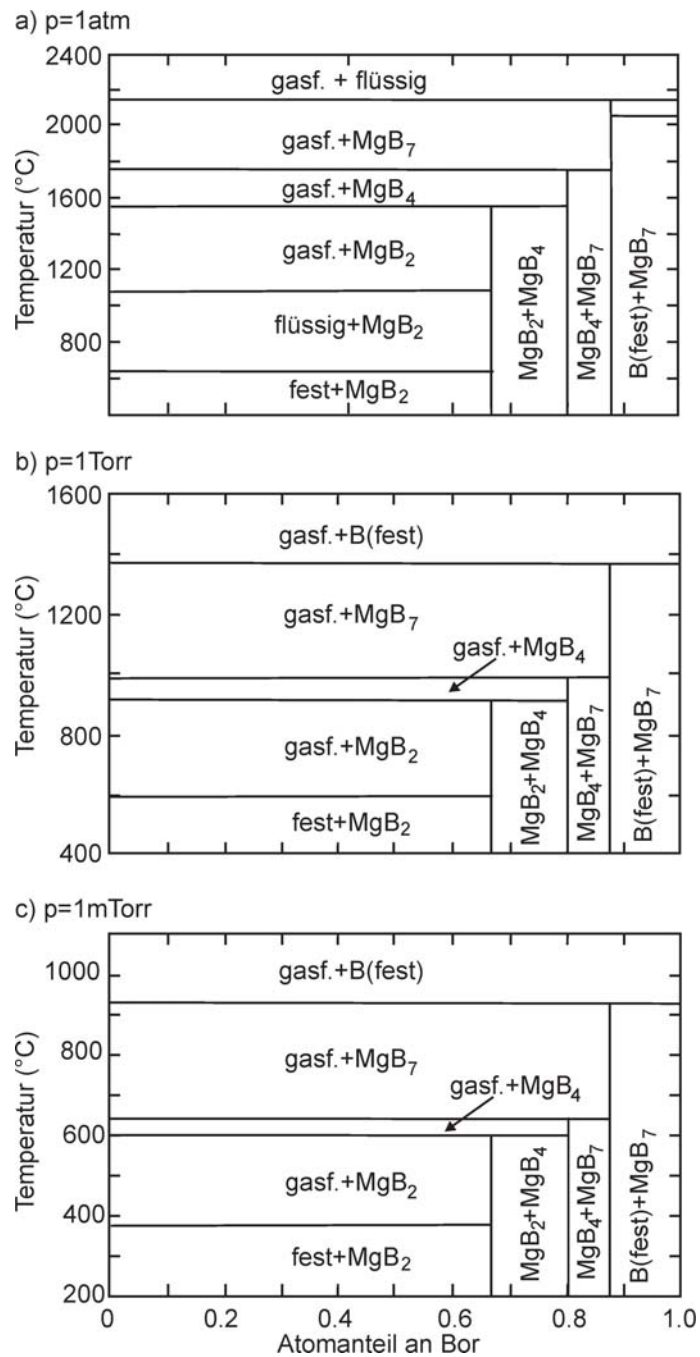


Abbildung 6.1: Temperatur-Zusammensetzung Phasendiagramm für das  $Mg$ - $B$  System bei einem Druck von  $1atm$  (a),  $1Torr$  (b),  $1mTorr$  (c) (aus [113]).

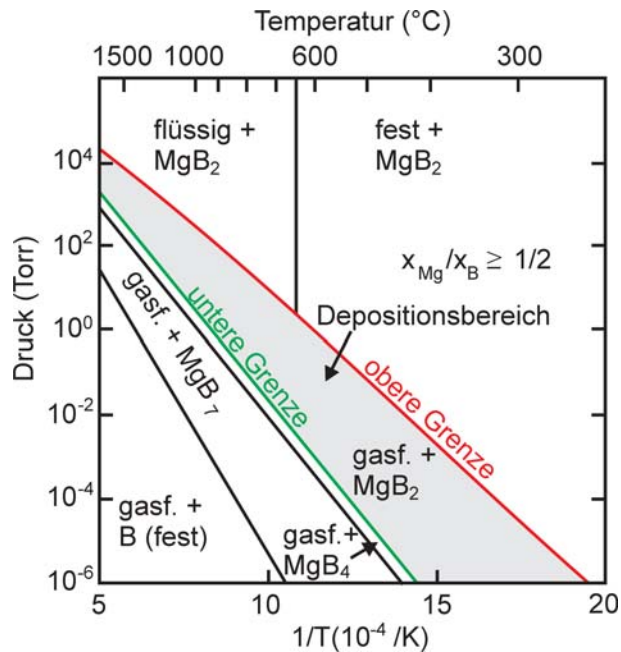


Abbildung 6.2: Druck-Temperatur Phasendiagramm für ein  $Mg:B$  Verhältnis von  $\geq \frac{1}{2}$ . Die Koexistenz von gasförmigen  $Mg$  mit  $MgB_2$  repräsentiert den thermodynamisch stabilen Bereich für die Deposition (aus [113]).

einem Verlust an  $Mg$  bei Temperaturen  $T > 300^\circ C$ . Außerdem tendieren sowohl  $Mg$ , als auch  $B$  leicht zur Oxidation [115, 119]. Diese Probleme müssen für eine erfolgreiche Filmdeposition überwunden werden. Ihre Gewichtung ist dabei für die verschiedenen Depositionsmethoden unterschiedlich, was damit auch zu einer ausgeprägten Abhängigkeit der Filmqualität vom Herstellungsverfahren führt.

## 6.2 Substrate für $MgB_2$

Um ein epitaktisches Wachstum von  $MgB_2$  Filmen zu ermöglichen, ist die Auswahl des Substrates entscheidend. Dieses muss im wesentlichen zwei Bedingungen erfüllen:

- angepasste Gitterstruktur
- Widerstandsfähigkeit gegen Diffusionen

Um ein epitaktisches Wachstum des hexagonalen  $MgB_2$  zu erreichen, sind Substrate mit einer hexagonalen Oberflächenstruktur vorzuziehen. Tabelle 6.1 gibt einen Überblick über typischerweise verwendete Substrate. Das am besten passende Material ist  $SiC$  (hexagonal). Bei diesem beträgt der Gittermisfit 0.42% (4H) bzw. 0.16% (6H). Eine weitere Möglichkeit wäre die hexagonale Oberfläche von (111)  $MgO$ .

Material	Kristallsystem	$a$ [Å]	$c$ [Å]	Oberfläche (Gitterparameter [Å])
$MgB_2$	hexagonal	3.086	3.524	
$Al_2O_3$	hexagonal	4.76	13.04	c-Plane: hexagonal (4.76) r-Plane: rechteckig (4.76 x 15.39)
$AlN$	hexagonal	3.111	0.498	hexagonal (3.11)
$SiC(4H)$	hexagonal	3.073	10.053	hexagonal (3.073)
$SiC(6H)$	hexagonal	3.081	15.12	hexagonal (3.081)
$MgO$	kubisch	4.21		(100) quadratisch (4.21) (111) hexagonal (2.97)
$Si$	kubisch	5.431		(100) quadratisch (5.43) (111) hexagonal (3.84)
$SrTiO_3$	kubisch	3.905		(100)quadratisch (3.905)
$TiN$	kubisch	4.24		(100) quadratisch (4.24)

Tabelle 6.1: Verwendete Substrate für die  $MgB_2$  Abscheidung.

Neben dem Gittermisfit muss auch die Reaktivität zwischen Film und Substrat berücksichtigt werden. Interdiffusion kann z.B. aufgrund der notwendigen hohen Wachstumstemperaturen von  $MgB_2$  ( $600^\circ C$ - $800^\circ C$ ) auftreten. Dazu wurde die Reaktivität verschiedener Substrate mit  $Mg$  Dampf experimentell untersucht [116] und berechnet [117]. Die Resultate sind in Tabelle 6.2 zusammengefasst. Nach [117] kann man zwischen nicht reaktiven, teilweise reaktiven und reaktiven Substraten unterscheiden. Stabile Substrate sind z.B.  $MgO$ ,  $SiC$ ,  $AlN$  oder  $TaN$ . Bei diesen tritt keine Reaktion mit dem  $Mg$  Dampf auf. Teilweise tritt eine Reaktion bei  $Si$ ,  $ZrO_2$  oder  $TiN$  auf. Dennoch, wenn der  $Mg$  Druck gering genug ist, oder eine Diffusionsbarriere

aufgebracht worden ist, verhalten sich auch diese Substrate gegenüber  $Mg$  Dampf stabil. Ungünstige Substrate wären  $SiO_2$  oder  $Al_2O_3$  aufgrund ihrer Reaktivität mit  $Mg$ .

Damit ist also  $SiC$  das am besten geeignete Substrat für die Abscheidung von  $MgB_2$ , einerseits aufgrund seines geringen Gittermisfits und andererseits wegen seiner Widerstandsfähigkeit gegen  $Mg$  Diffusion.

	Substrate	Berechnete Reaktivität [117]	Experiment [116] 600°C	Experiment [116] 800°C
Nicht reaktiv	$MgO$ $SiC$	keine Reakt. keine Reakt.	keine Reakt. keine Reakt.	keine Reakt. $MgB_2$ mit veränderter Zellgröße
	$AlN$ $TaN$	keine Reakt. keine Reakt.	keine Reakt. keine Reakt.	keine Reakt. keine Reakt.
tw. reaktiv	$Si$	$Mg_2Si$ oder keine Reakt.	$Mg_2Si$	$Mg_2Si, MgB_4$
	$ZrO_2$	$MgO$ , bcc, hcp oder keine Reakt.	keine Reakt.	keine Reakt.
	$TiN$	$Mg_3N_2$ oder keine Reakt.	keine Reakt.	keine Reakt.
reaktiv	$SiO_2$	$MgO, MgSi, Si$	$MgO, Si$	$Mg_2Si, MgB_4$ $MgO, Si$
	$Al_2O_3$	$MgO, Al_2MgO_4$	keine Reakt. nach Ref. [118]: $MgO, Al_2MgO_4$	$MgO$ , unbekannt

Tabelle 6.2: Berechnete und experimentell beobachtete Reaktionen von  $Mg$  mit verschiedenen Substraten.

## 6.3 Präparationstechniken für $MgB_2$ -Filme

Die drei wesentlichen Probleme bei der Herstellung von qualitativ hochwertigen  $MgB_2$ -Filmen sind:

- der geringe Haftkoeffizient von  $Mg$
- die starke Neigung von  $Mg$  und  $B$  zu oxidieren
- der für die Phasenbildung notwendige hohe  $Mg$ -Dampfdruck

Die verschiedenen angewendeten Präparationstechniken bewältigen diese Probleme mit unterschiedlichem Erfolg. Dabei hängt die Qualität der  $MgB_2$  Filme stark von der verwendeten Technik ab.

Im Wesentlichen werden sieben verschiedene Methoden angewendet, die alle zu einer erfolgreichen  $MgB_2$  Deposition führen<sup>2</sup>:

### **ex-situ Tempern von Bor Filmen in einem Magnesium Überdruck (Methode 1)**

Hier wird ein Bor Film bei etwas erhöhten Temperaturen ( $\approx 100^\circ C$ ) abgeschieden. Die dafür verwendeten Depositionsmethoden sind typischerweise Laserablation oder Magnetronsputtern. Nach der Schichtherstellung folgt ein ex-situ Tempern des Films (z.B. bei  $900^\circ C$ ,  $10 Torr$   $Ar$  für  $1h$ ). Die erzielten kritischen Temperaturen liegen z.T. oberhalb von  $40K$ . Allerdings ist die Oberflächenrauigkeit meist sehr hoch, was für die Abscheidung von Multilaggen problematisch ist.

### **ex-situ Tempern von $MgB$ Filmen in einem Magnesium Überdruck (Methode 2)**

In diesem Fall werden mit der Laserablation von einem Composite-Target Schichten bei Raumtemperatur oder leicht erhöhten Temperaturen hergestellt. Wie bei der ersten Methode werden die Filme anschließend getempert (ex-situ). Hier ergeben sich jedoch reduzierte kritische Temperaturen von  $31 - 35K$ . Dies mag an Verunreinigungen im Target (z.B.  $MgO$ ) liegen. Dennoch sind in diesem Fall die Oberflächenrauigkeiten deutlich besser.

### **in-situ Tempern von $MgB$ Filmen (Methode 3)**

Bei diesem Verfahren wird neben Laserablation auch Magnetronsputtern oder Elektronenstrahlverdampfen verwendet. Dabei erfolgt der Prozess in zwei Stufen (in-situ). Die Filme werden zunächst bei Temperaturen bis  $300^\circ C$

---

<sup>2</sup>Einen Überblick (mit Referenzen) über die mit den einzelnen Methoden erreichten kritischen Temperaturen gibt Tabelle 6.3.

hergestellt. Um den Verlust an  $Mg$  auszugleichen, werden in der Regel  $Mg$  angereicherte Targets verwendet (z.B.  $Mg : MgB_2 = 4 : 1$ ). Dem Depositionsprozess folgt dann ein Tempern bei hohen Temperaturen (z.B.  $600^\circ C$ ) für einige Minuten (z.B.  $5min$ ). Filme die oberhalb einer Depositionstemperatur von  $300^\circ C$  abgeschieden wurden, zeigten keinerlei supraleitende Eigenschaften. Dies wird auf den stark sinkenden Haftkoeffizienten von  $Mg$  zurückgeführt, wodurch sich ein deutliches Defizit an  $Mg$  im Film ergibt. Aus diesem Grund wurde auch der anschließende Tempersschritt so kurz wie möglich gehalten. Filme, die bei einer Temperatur unterhalb von  $300^\circ C$  abgeschieden wurden, erreichten kritischen Temperaturen von lediglich  $20 - 33K$ . Speziell im Fall der Laserablation wurden maximal  $28K$  erreicht.

#### **in-situ Tempern von $Mg - B$ Multilagen (Methode 4)**

Diese Methode ist der vorangegangenen sehr ähnlich. Statt ein Target zu verwenden, das beide Elemente enthält, werden zwei Targets aus reinem  $Mg$  bzw.  $B$  verwendet. Abwechselnd werden nun Schichten aus  $Mg$  und  $B$  bei Temperaturen unterhalb von  $300^\circ C$  abgeschieden. Im Anschluss daran folgt ein kurzes Tempern der Multilagen bei hohen Temperaturen. Im Falle der Laserablation führte dies zu einer leichten Erhöhung der kritischen Temperatur. Für Filme, die mit Elektronenstrahlverdampfen hergestellt wurden, hat das Nachtempern annähernd keine Auswirkung (Ausnahme: Ref. [134] - Beschichtung eines  $NbN$  gepufferten  $Si$  Substrates zeigte eine kritische Temperatur von  $T_c = 36K$ ).

#### **in-situ Vakuumtechniken (Magnetronspütern, Laserablation oder MBE) ohne Tempern (Methode 5)**

Eine andere Möglichkeit des Filmwachstums ist die Deposition ohne anschließenden Tempersschritt. Typischerweise wird hier MBE, Magnetronspütern oder Laserablation verwendet. Dabei erfolgt die Deposition bei einem niedrigen Hintergrundgasdruck, Temperaturen unterhalb  $300^\circ C$  und in einem hohen  $Mg$  Fluss. Im Falle der Laserablation zeigten die Filme nur ungenügende supraleitende Eigenschaften. Mit Magnetronspütern wurden immerhin kritische Temperaturen von  $T_c = 30K$  erreicht. Die besten Ergebnisse wurden mit Hilfe von MBE ( $T_c = 36K$ ) erzielt.

#### **in-situ chemische Depositionsmethoden (z.B. Hybrid Physical Chemical Vapor Deposition) (Methode 6)**

Eine gänzlich andere Vorgehensweise ist die Hybrid Physical Chemical Vapor Deposition. Dabei wird das Substrat auf einer Metallplatte, die über Induktionsspulen geheizt werden kann, befestigt. In der Nähe des Substrates platziert man  $Mg$  Stücke. Begonnen wird mit einem Gasfluss aus reinem

Stickstoff, gefolgt von Wasserstoff. Währenddessen werden die Platte, das Substrat und die  $Mg$  Stücke induktiv auf eine Temperatur von  $700^\circ C$  geheizt, so dass  $Mg$  verdampft. Bei dieser Temperatur bleibt zunächst kein  $Mg$  am Substrat haften. Wird jedoch dem Wasserstoffgas Diboran zugefügt, beginnt stöchiometrisches  $MgB_2$  auf dem Substrat zu wachsen. Ein Abstellen des Diboran-Zuflusses beendet den Beschichtungsvorgang. Der hohe Wasserstoffdruck verhindert dabei eine Sauerstoffkontamination im Film und unterdrückt ein Abdampfen von  $Mg$  während der Abkühlphase, die einige Minuten beansprucht. Mit dieser Methode können Filme mit kritischen Temperaturen von  $T_c = 41K$  hergestellt werden.

### Screenprinting, Painting und Airbrush Techniken bei Raumtemperatur (Methode 7)

Diese Verfahren ermöglichen eine äußerst kostengünstige Herstellung von  $MgB_2$  Filmen. Mittels Screen Printing (Siebdruck), Painting oder Airbrush (Spritzpistole) wird Bor auf das Substrat abgeschieden. Die supraleitende Phase erreicht man durch eine Reaktion des Bor Precursors unter  $Mg$  Dampf in einer Argon/Wasserstoff Atmosphäre ( $800^\circ C$ ). Typischerweise werden so kritische Temperaturen von  $35K$  erreicht.

Die Präparationsmethoden können wie folgt zusammengefasst werden. Eine kostengünstige Methode ist Screen Printing und Airbrush, welche  $MgB_2$  Filme mit ausreichender Qualität für viele Anwendungen ergibt ( $T_{c,max} = 35K$ ). Die qualitativ hochwertigsten Filme werden mit der Hybrid Physical Chemical Vapor Deposition erzielt ( $T_{c,max} = 41K$ ). Im Falle eines Ein-Stufen Prozesses zeigten die Versuche mit MBE die besten Ergebnisse ( $T_{c,max} = 36K$ ). Für den in-situ Zwei-Stufen Prozess ( $MgB_2$ -Filme bzw.  $Mg/B$ -Multilag) wurde die höchste kritische Temperatur von ( $T_{c,max} = 36K$ ) mit Hilfe eines Elektronenstrahlverdampfers erreicht, wobei hierfür ein spezieller Puffer verwendet wurde (ohne Puffer  $T_{c,max} = 33K$ ). Kam ex-situ Tempern zum Einsatz, so zeigten Filme, die mit Laserablation hergestellt wurden, die höchste kritische Temperatur von  $T_{c,max} = 35K$ . Wurde ein Bor Film mit Laserablation hergestellt, so konnte im anschließenden ex-situ Tempern sogar eine kritische Temperatur von  $T_{c,max} = 39K$  erzielt werden.

Diese Ergebnisse demonstrieren, dass die Methode der Laserablation gut verwendet werden kann, wenn ein anschließendes Tempern des Films (ex-situ) im  $Mg$  Dampf erfolgt. Im Falle eines in-situ Prozesses zeigten die mit Laserablation hergestellten Filme kritische Temperaturen unterhalb von  $30K$ . Dies ist auf einen starken Verlust an  $Mg$  während des in-situ Temperns zurückzuführen. Wird zusätzlich während des Temperns  $Mg$  zur Verfügung gestellt, z.B. durch eine in-situ thermische Verdampfung von  $Mg$  [144], so kann die

kritische Temperatur erhöht werden. Dennoch sind selbst in diesem Fall die erzielten kritischen Temperaturen deutlich unter dem Wert eines Einkristalls ( $41K$ ).

Mit der konventionellen Laserablation ist es also nicht möglich, qualitativ hochwertige  $MgB_2$  in-situ zu wachsen. Somit kommt ein wesentlicher Vorteil der Laserablation, nämlich das Wachstum von Multilagenn unterschiedlichster Kompositionen, nicht zum Tragen<sup>3</sup>.

Aus diesem Grund galt es nach einer Modifikation der Laserablation zu suchen, um qualitativ hochwertige Filme herstellen zu können. Im Folgenden wird gezeigt, dass es durch entsprechende Veränderungen der Ablationsanlage möglich ist, Filme mit einer kritischen Temperatur von  $T_c = 40K$  zu erhalten.

---

<sup>3</sup>Ein Beispiel wäre hierfür die in-situ Deposition von magnetooptischen Materialien direkt auf  $MgB_2$  für magnetooptische Untersuchungen mit erhöhter Ortsauflösung.



Methoden	Ref.	Technik	Substrat(e)	$T_c$ [K]
(1)	[120]	PLD	$Al_2O_3$	37.8
(1)	[121]	MS	$Al_2O_3$	35
(1)	[122]	$Mg$ Dampf	$B$ Kristall	41.7
(2)	[123]	PLD	$SrTiO_3$	31-35
(2)	[124]	PLD	$MgO$	32.2
(3)	[125]	PLD	$Si$	27
(3)	[126]	PLD	$Si, SiC, MgO, SrTiO_3$	22-24
(3)	[127]	MS	$Al_2O_3$	33
(3)	[128]	PLD	$Al_2O_3, LaAlO_3, SrTiO_3$	22.5
(3)	[129]	MS	$Al_2O_3$	24
(3)/(5)	[130]	PLD	$Al_2O_3, MgO, SrTiO_3$	(3): 31.5 (5): 24
(3)/(5)	[130]	EV	$Al_2O_3, MgO, SrTiO_3$	(3): 33 (5): 0
(1)/(4)/(5)	[131]	PLD	$SrTiO_3$	(1): 39 (4): 22 (5): 8
(3)/(4)	[132]	PLD	$MgO, Si, SiC, Al_2O_3, SrTiO_3$	(3): 20-27 (4): 22-28
(3)/(4)	[133]	PLD	$Si, SiC, Al_2O_3, SrTiO_3$	(3): 26-27 (4): 28
(4)	[134]	EV	$NbN$ Puffer auf $Si$	36
(4)	[135]	EV	$Al_2O_3, Si$	26
(5)	[136]	MS	$Al_2O_3$	27.8
(5)	[137]	MBE	$SrTiO_3, Al_2O_3, Si$	36
(5)	[138]	MBE	$Al_2O_3$	34.5
(5)	[139]	MS	$Al_2O_3$	28.4
(5)	[140]	MBE	$SrTiO_3, MgO, Al_2O_3$	32.3-36.2
(5)	[141]	MS	$Al_2O_3, Si$	28.6
(5)	[142]	MS	$Al_2O_3$	33
(5)	[143]	MBE	$MgO$ Puffer auf $Si$	35.2
(3)/(5)	[144]	PLD	$MgO, AlN$ Puffer auf $SiC$ $Al_2O_3, TaN$	(3):33.5 (5):12.4
(6)	[145]	HPCVD	$Al_2O_3, 4H - SiC$	39.3
(6)	[146]	HPCVD	$Al_2O_3, 4H - SiC$	39.3
(6)	[147]	HPCVD	$Al_2O_3,$	41
(6)	[148]	HPCVD	$SiC$	-
(7)	[149]	SP	$MgO$	32.5
(7)	[150]	SP	$Al_2O_3$	35

Tabelle 6.3: Überblick über die verschiedenen Methoden (PLD: Laserablation; MS: Magnetron Sputtern; HPCVD: Hybrid Physical Chemical Vapor Deposition; EV: Elektronenstrahl Verdampfer; SP: Screen Printing) zur Herstellung von  $MgB_2$ .



## 6.4 Laserablation von $MgB_2$

Der Aufbau der Laserablationsanlage wurde bereits ausführlich in Kapitel 2.3 beschrieben. Lediglich wurde nun als Hintergrundgas eine Mischung aus  $Ar(90\%)/H(10\%)$  verwendet. Außerdem wurde die Targetpräparation modifiziert.

### 6.4.1 Targetherstellung

Für die Targetherstellung wurde  $Mg$  Pulver (99% Reinheit; Alfa Aesar) mit  $MgB_2$  (99,6% Reinheit; Alfa Aesar) im Verhältnis 2:1 vermengt. Das zusätzliche  $Mg$  wurde aus zwei Gründen beigemischt: Erstens sollte mehr  $Mg$  während des Ablationsprozesses zur Verfügung stehen, um den niedrigen Haftkoeffizienten auszugleichen. Zweitens ermöglichte es dichtere und stabilere Targets.

Das vermengte Pulver wurde unter uniaxialem Druck ( $5t/cm^2$ ) zu einer zylindrischen Form gepresst. Letztlich wurde das Target noch in  $Ar/H$  Fluss ( $190cm^3/min$ ) bei  $640^\circ C$  für 4 Stunden und anschließend bei  $500^\circ C$  für 14 Stunden getempert.

### 6.4.2 Das Plasma

Während der Ablation war die Farbe des Plasmas ein guter Indikator für ein erfolgreiches Wachstum von  $MgB_2$ . Prinzipiell konnte dabei optisch blaues und grünes Plasma unterschieden werden. Gute supraleitende Filme entstanden nur bei einem blauen Plasma. In diesem Zusammenhang sollte genauer untersucht werden, durch welche Elemente die entsprechende Farbe bedingt ist und unter welchen Bedingungen welches Plasma auftritt.

Es zeigte sich, dass ein grünes Plasma vorherrscht, wenn:

- der  $Ar/H$  Druck unterhalb  $10^{-1}mbar$  lag
- die Laserenergiedichte relativ gering war ( $< 2 \frac{J}{cm^2}$ )
- die Vakuumkammer längere Zeit geöffnet war

Dagegen konnte ein blaues Plasma festgestellt werden, wenn:

- die Kammer relativ lange ( $\geq 1h$ ) abgepumpt wurde und anschließend mit  $Ar/H$  gespült wurde
- die Ablation bei einem Druck von mehr als  $10^{-1}mbar$  durchgeführt wurde

- die Laserenergiedichte oberhalb von  $2 \frac{J}{cm^2}$  lag
- nach einer längeren Ablation von  $Mg$

Um dieses Verhalten zu klären, wurde optische Spektroskopie am Plasma bei verschiedenen Hintergrundgasdrücken bzw. Laserenergiedichten durchgeführt.

### Einfluss des Hintergrundgasdruckes

In Abbildung 6.3 ist ein Spektrum des Plasmas bei einem Hintergrundgasdruck von  $p = 10^{-6} mbar$  (a), sowie  $p = 10^{-1} mbar$  (b) gezeigt. Es ist zu erkennen, dass das Plasma bei einem niedrigen Hintergrundgasdruck im wesentlichen aus den Linien des neutralen Magnesiums ( $MgI$ ) und aus den Linien der angeregten Magnesium Ionen ( $MgII$ ) besteht. Darüber hinaus sind Linien des neutralen Argons ( $ArI$ ) festzustellen. Diese Beobachtungen decken sich auch mit den Ergebnissen anderer Gruppen [151–154]. Die meisten Linien des Bors liegen im UV-Bereich und können mit dem verwendeten Meßaufbau nicht erfasst werden. Bei diesem niedrigen Druck entspricht die  $MgI$  Linie bei  $518nm$  (grün) der stärksten Linie. Sie beschreibt den Übergang von  $3s4s \ ^3S$  nach  $3s3p \ ^3P^0$  [151] und ist deutlich größer als die blaue  $MgII$  Linie bei  $448nm$  ( $4f \ ^2F^0 - 3d \ ^2D$ ).

Wird nun der Hintergrundgasdruck erhöht (Fig. 6.3b), steigt die Intensität der blauen  $MgII$  Linie deutlich an. Damit kann der beobachtete Unterschied in der Farbe des Plasmas durch Erhöhen des  $Ar/H$  Drucks den verschiedenen Intensitäten des neutralen  $MgI$  bzw. des ionisierten/angeregten  $MgII$  zugeordnet werden. Das Hintergrundgas ionisiert bzw. regt einen Teil des Plasmas an (siehe auch [155, 156]). Dabei kann die Wechselwirkung zwischen dem Plasma und dem  $Ar/H$  als eine elastische Kollision der Gasatome mit den Plasmateilchen beschrieben werden. Dies führt zu einer Schockwelle im Plasma [157], wodurch es zu einer Umverteilung der kinetischen und thermischen Energien zwischen Plasma und Gas kommt. Es ergibt sich somit eine Übertragung der Strömungsgeschwindigkeit des Plasmas in thermische Energie [154].

Warum verbessert ein blaues Plasma mit einer geringeren kinetischen Energie das Schichtwachstum von  $MgB_2$ ? Zum einen schlagen die hochenergetischen Teilchen des Plasmas beim Auftreffen auf das Substrat zu einem gewissen Anteil bereits abgeschiedenes Material heraus. Dieses wird "resputtering" genannt und ist umso geringer, je geringer die kinetische Energie der auftreffenden Teilchen ist [158]. Damit verbleibt mehr  $Mg$  am Substrat, was - wie oben beschrieben - vorteilhaft für die Bildung von  $MgB_2$  ist. Zum anderen

ist die Anzahl der angeregten Atome, die am Substrat ankommen, höher. Damit steigt die für die Schichtbildung zur Verfügung stehende Energie an. Dies ermöglicht ein Wachstum des Films bei tieferen Temperaturen, was besonders für die Bildung von  $MgB_2$  günstig ist, da mit sinkender Temperatur der Haftkoeffizient von  $Mg$  ansteigt.

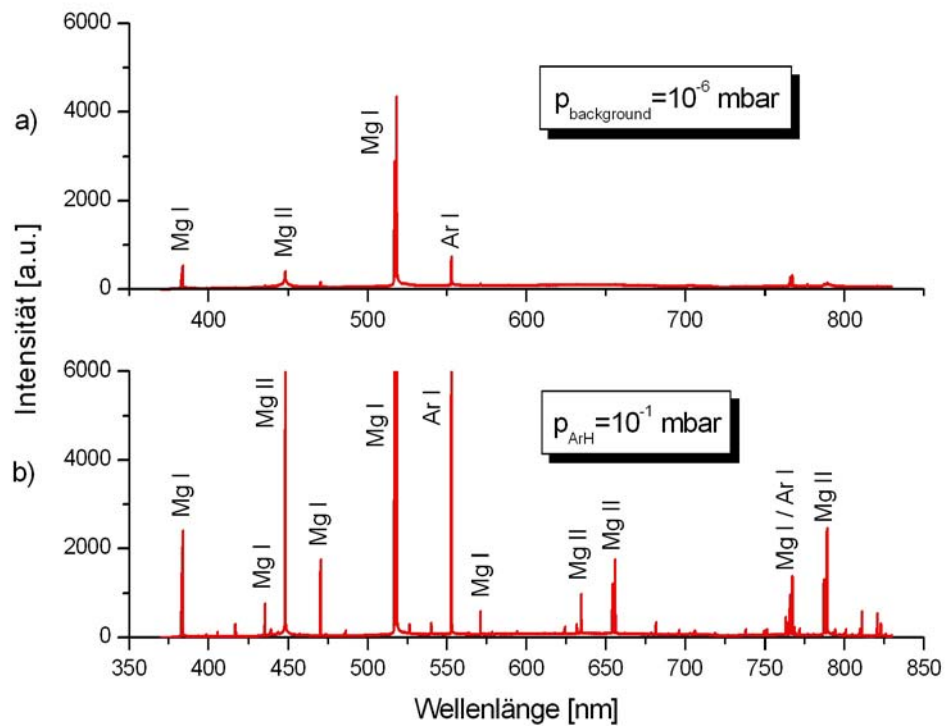


Abbildung 6.3: Optische Spektren des Plasmas bei  $p = 10^{-6} \text{ mbar}$  (a) und  $p = 10^{-1} \text{ mbar}$  (b).

### Einfluss der Laserenergie

Wie bereits erwähnt, erhöht sich mit zunehmender Laserenergie die Blaufärbung des Plasmas. Zunächst erwartet man, dass mit Erhöhung der Laserenergie mehr Teilchen im Plasma vorhanden sind. Somit nimmt die Intensität, die vom Spektrometer aufgezeichnet wird, zu. Dabei ist, wie in Abbildung 6.4 zu sehen, das Integral über die Intensitäten aller Linien direkt proportional zur Laserenergie. Damit würde man auch ein konstantes Verhältnis von  $\frac{MgII}{MgI}$  erwarten.

Dieses Verhältnis ist in Abbildung 6.5 in Abhängigkeit von der Laserenergie aufgetragen. Es zeigt sich deutlich, dass es mit steigender Laserenergie zunimmt. Dies ist gleichbedeutend mit einem höheren Anteil an  $MgII$ , bzw. einer Blaufärbung des Plasmas. Als Ursache dafür kann angenommen werden, dass die emittierten Teilchen mit steigender Laserenergie eine höhere kinetische Energie aufweisen. Dadurch ergibt sich auch eine höhere Ionisationswahrscheinlichkeit bei Stößen mit dem Hintergrundgas.

Es soll noch angemerkt werden, dass in der Literatur berichtet wird, dass die Zugabe von Wasserstoff den Druckbereich für das blaue Plasma verbreitert hat [152]. Dies wurde auf die hohe Reaktionswahrscheinlichkeit von Wasserstoff und Restsauerstoff zurückgeführt, was letztlich den Sauerstoffpartialdruck in der Kammer herabsetzt. In Rahmen dieser Arbeit wurden ähnliche Ergebnisse festgestellt.

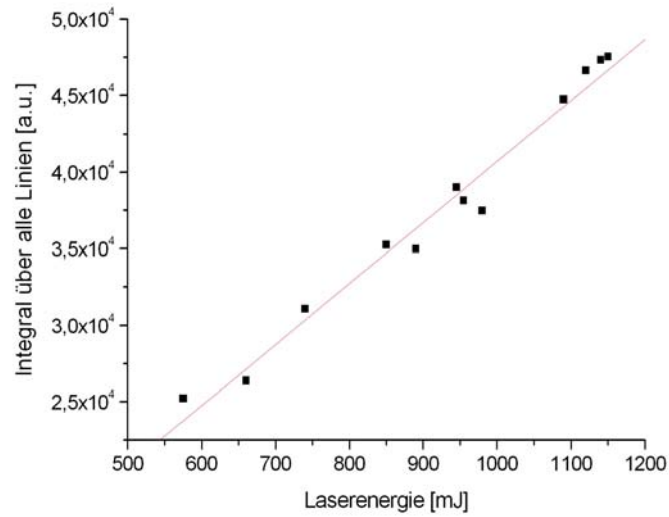


Abbildung 6.4: Integrals über alle Linien in Abhängigkeit von der Laserenergie.

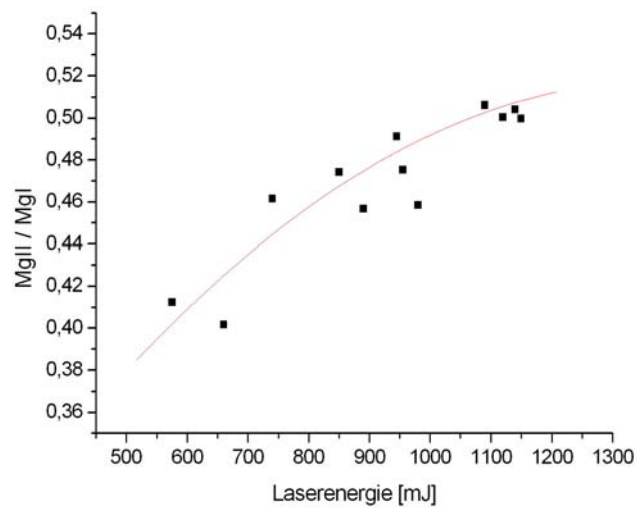


Abbildung 6.5: Abhängigkeit des Verhältnisses  $\frac{MgII}{MgI}$  von der Laserenergie.

### 6.4.3 Standard Laserablation von $MgB_2$

Zunächst wurden bei einer optimierten Laserenergie und einem optimierten  $Ar/H$  Hintergrundgasdruck  $MgB_2$  Filme mit dem Standard Laserablationssystem hergestellt ( $p_{Ar/H} = 0.17\text{mbar}$ , 10.000 Pulse,  $10\text{Hz}$ ,  $4\frac{\text{J}}{\text{cm}^2}$ , Ablationstemperatur:  $30^\circ\text{C} - 300^\circ\text{C}$ , Substrat: (100)  $MgO$ ). Nach der Deposition der Schicht folgte ein in-situ Tempern für 20 Minuten bei Temperaturen von  $500^\circ\text{C} - 700^\circ\text{C}$ . Dabei wurde während des Tempervorgangs für Temperaturen oberhalb von  $300^\circ\text{C}$  von einem reinen  $Mg$ -Target kontinuierlich  $Mg$  ablatiert.

Die Qualität der Filme hing stark von der Substrattemperatur während der Deposition des  $MgB_2$ , der Temperezeit, der Tempertemperatur und vom Erscheinungsbild des Plasmas ab. Für eine optimierte Tempertemperatur von  $650^\circ\text{C}$  ergab sich eine maximale kritische Temperatur von  $T_{c,onset} = 26\text{K}$  (Übergangsbreite  $\Delta T_c = 10\text{K}$ ). Die Substrattemperatur während der Ablation betrug in diesem Fall  $250^\circ\text{C}$ . Niedrigere Substrattemperaturen führten zu geringeren kritischen Temperaturen (z.B.  $T_c = 24\text{K}$  bei Raumtemperatur). Lag die Substrattemperatur oberhalb  $280^\circ\text{C}$ , so konnten keine supraleitenden Filme hergestellt werden. Dies wird auf ein Defizit von  $Mg$  zurückgeführt. Der Einfluss eines Magnetfeldes (senkrecht zur ab-Ebene) auf die kritische Temperatur ist in Abbildung 6.6 gezeigt. Wie zu erwarten, sinkt die kritische Temperatur bzw. steigt die Übergangsbreite mit steigendem Magnetfeld. So beträgt z.B. bei einem Feld von  $B = 8\text{T}$  die kritische Temperatur nur noch  $T_{c,onset} = 23\text{K}$  und die Übergangsbreite ist auf  $\Delta T_c = 13\text{K}$  angestiegen. Außerdem zeigten diese Filme eine starke Oberflächenrauigkeit, da viele Droplets vom Target auf das Substrat gelangten.

### 6.4.4 Laserablation von $MgB_2$ mit Abschattung

Um die Filmrauigkeit zu verringern, wurde ein Schutzschild  $10\text{mm}$  oberhalb und parallel zum Substrat angebracht. Dieses bedeckte dabei die Hälfte des Substrates, so dass das Plasma ebenfalls nur die Hälfte des Substrates direkt traf. Die Filme wurden wieder mit dem Standardverfahren hergestellt. Nun ergaben sich jedoch zwei unterschiedliche Bereiche auf dem Substrat. Zum einen der nicht abgeschattete Bereich, der eine gewohnte Übergangstemperatur von  $T_c = 26\text{K}$  ( $\Delta T_c = 10\text{K}$ ) mit einer rauen Oberfläche zeigte. Zum anderen wies der abgeschattete Bereich ebenfalls eine Beschichtung auf, die bereits optisch deutlich glatter war. In diesem Bereich lag die Übergangstemperatur bei  $T_c = 33.5\text{K}$  ( $\Delta T_c = 3\text{K}$ ), also deutlich höher.

Die Abhängigkeit der Übergangstemperatur vom Magnetfeld ist in Abbildung 6.7 gezeigt. Bei einem angelegten Feld von  $8\text{T}$  reduziert sich die kriti-



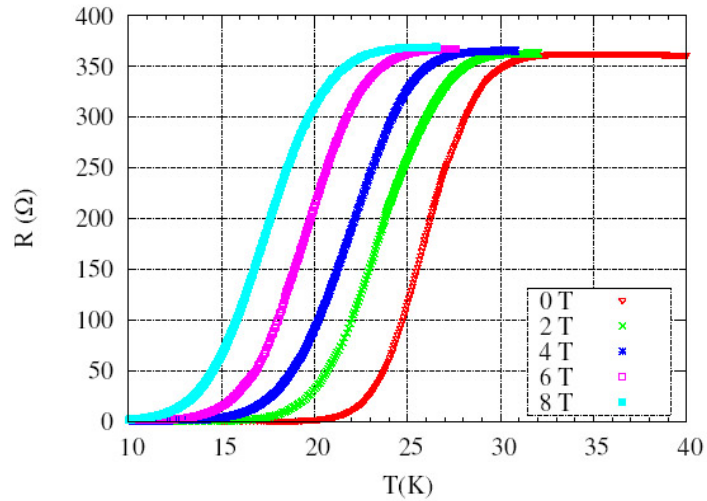


Abbildung 6.6: Abhängigkeit der kritischen Temperatur vom Magnetfeld für  $MgB_2$ -Filme im Standardverfahren.

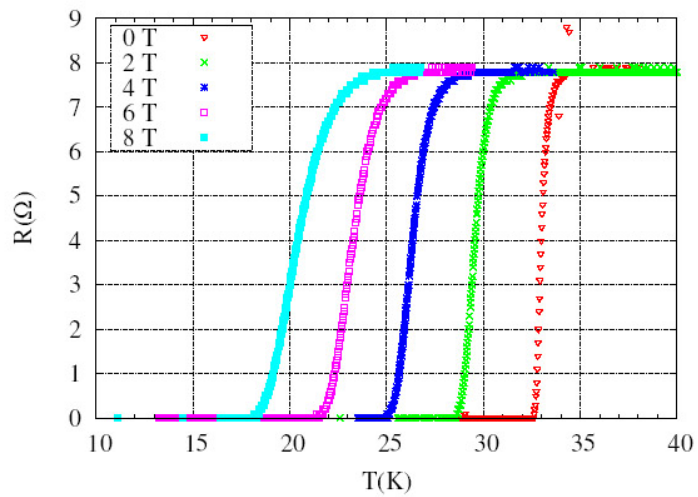


Abbildung 6.7: Abhängigkeit der kritischen Temperatur vom Magnetfeld im Schattenbereich.

sche Temperatur auf  $T_c = 23K$  mit einer Übergangsbreite von  $\Delta T_c = 8K$ . Weiter ist bemerkenswert, dass der spezifische Widerstand im abgeschatteten Bereich (bei  $40K$ ) um das 50fache kleiner ist als im nicht abgeschatteten Bereich. Dieses Ergebnis, sowie die verbesserte Oberflächenrauigkeit, lassen den Schluss zu, dass im abgeschatteten Bereich weniger Verunreinigungen und Streuzentren vorhanden sind. Dies wird dadurch begründet, dass während der Ablation keine hochenergetischen Teilchen auf direktem Wege vom Target auf das Substrat kommen und dadurch keine drastischen Schäden erzeugen können. Allerdings wird das Plasma am Substrat z.T. reflektiert, wodurch es sich auch im abgeschatteten Bereich ausbreiten kann und dort das Filmwachstum ermöglicht.

#### 6.4.5 Laserablation von $MgB_2$ mit Probenkammer

Die beiden bis jetzt vorgestellten Methoden ergaben jedoch immer nur Proben mit kritischen Temperaturen deutlich unter  $40K$ . Das Hauptproblem ist ein deutlicher Verlust an  $Mg$  während des Temperschnitts. Um dies zu umgehen, wurde eine kleine Probenkammer aus Niob gefertigt (Abbildung 6.8). Diese konnte direkt auf den Heizer platziert werden. Das Substrat wurde in die Kammer gelegt, wobei die Oberseite der Kammer durch einen Verschluss geöffnet und geschlossen werden konnte<sup>4</sup>. Die Probenkammer selbst war in drei einzelne kleinere Kammern unterteilt. In der Mitte befand sich das Substrat. Die beiden äußeren Kammern wurden mit  $Mg$  Körnern befüllt.

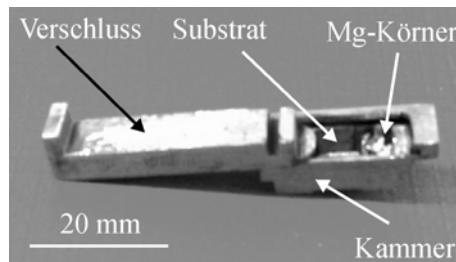


Abbildung 6.8: Verwendete Probenkammer für die optimierte Schichtdeposition.

Der Depositionsprozess wurde nun geändert: Zuerst wurden 10.000 Pulse bei halb geöffnetem Verschluss bei  $100^\circ C$  ablatiert. Die Position des Verschlusses war dabei so, dass genau die Hälfte des Substrates durch diesen vor

<sup>4</sup>Dies erfolgte von außen über die Targetdurchführung.

dem Plasmastrahl geschützt war. Nach der Ablation wurde der Verschluss geschlossen und die Probenkammer in-situ auf  $800^\circ\text{C}$  ( $p_{Ar/H} = 200\text{mbar}$ ) geheizt. Dadurch wurde das Mg innerhalb der Probenkammer verdampft und das ablatierte  $MgB_2$  in dieser übersättigten Mg-Atmosphäre für  $30\text{min.}$  getempert. Anschließend wurde die Probe innerhalb 1 Stunde abgekühlt.

Wieder konnte ein abgeschatteter und ein nicht abgeschatteter Bereich ausgemacht werden. Der spezifische Widerstand des abgeschatteten Bereichs war bei  $40\text{K}$  ca. fünf mal kleiner als der spezifische Widerstand im Falle des abgeschatteten Bereichs wie er in Kapitel 6.4.4 besprochen wurde (ohne Probenkammer).

Die Abhängigkeit der kritischen Temperatur vom Magnetfeld für den abgeschatteten Bereich ist in Abbildung 6.9 zu sehen. Im Nullfeld liegt sie bei  $T_{c,onset} = 40.3\text{K}$  ( $\Delta T_c = 3\text{K}$ ). Im Vergleich dazu lag sie im nicht abgeschatteten Bereich um ca.  $2\text{K}$  niedriger ( $\Delta T_c = 3\text{K}$ ).

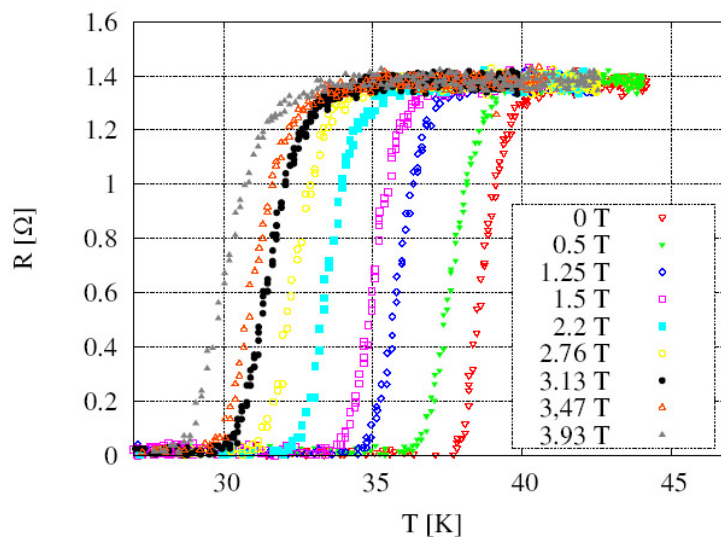


Abbildung 6.9: Abhängigkeit der kritischen Temperatur vom Magnetfeld für in der Probenkammer hergestellte  $MgB_2$ -Filme.

Um die einzelnen Methoden miteinander vergleichen zu können, wurde das obere kritische Feld  $H_{c2}$  nach der Definition  $R(H_{c2}) = 0.9R(T_c)$  [159] bestimmt. Abbildung 6.10 zeigt eine Auftragung des oberen kritischen Feldes gegenüber der reduzierten Temperatur  $\frac{T}{T_c}$  für die angewendeten Methoden.

Im Falle der Standard Laserablation ergibt sich ein oberes kritisches Feld von  $H_{c2}(T = 0) = 27.5T$ . Dazu wurden die Daten in einer erster Approximation linear angenähert. Für den abgeschatteten Bereich (Standard Laserablation) ergibt sich  $H_{c2}(T = 0) = 24.2T$  bzw. im Falle der verwendeten Probenkammer ist  $H_{c2}(T = 0) = 18.1T$ . Damit sind also bei der zuletzt genannten weniger Pinning-Zentren vorhanden als bei der Standard Laserablation. Weniger Pinningzentren entspricht auch einer reduzierten Anzahl von Defekten und Verunreinigungen, was mit den oben gemachten Aussagen zum Normalleitungswiderstand übereinstimmt.

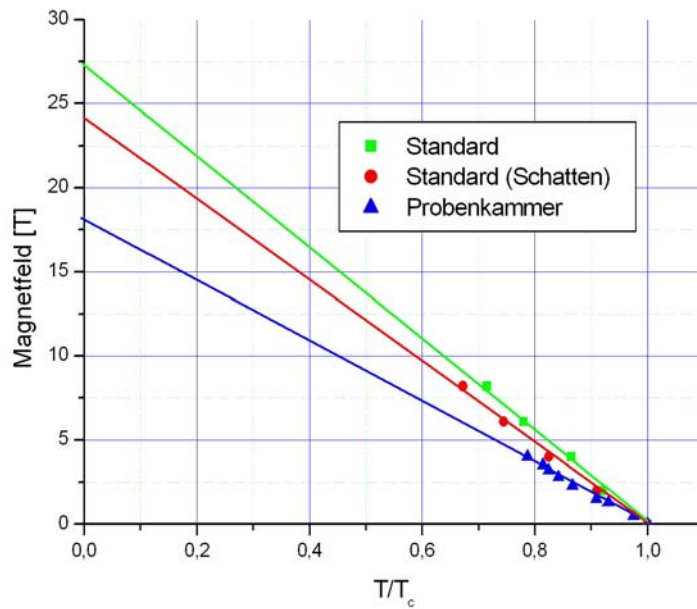


Abbildung 6.10: Oberes kritisches Feld in Abhängigkeit von der reduzierten Temperatur.

Des weiteren wurde aus der Ginzburg-Landau Theorie die Kohärenzlänge über

$$\xi_{ab} = [\phi_0/2\pi H_{c2}(0)]^{\frac{1}{2}} \quad (6.2)$$

bestimmt. Für die Standard Laserablation ergibt sich somit eine Kohärenzlänge von  $\xi_0 = 3.5nm$ , bzw. für den Schattenbereich (Standard Laserablation)  $\xi_0 = 3.7nm$  und für den Schattenbereich (Probenkammer)  $\xi_0 = 4.3nm$ .

Außerdem kann die mittlere freie Weglänge  $l$  der Elektronen im  $\sigma$ -Band aus den  $H_{c2}$  Werten angegeben werden. Diese kann abgeschätzt werden aus der Formel:

$$\xi_{ab} = 0.855 \frac{(\xi_0 l)^{\frac{1}{2}}}{(1 - T/T_c)^{\frac{1}{2}}} \quad (6.3)$$

Mit den berechneten Kohärenzlängen  $\xi_{ab}$  und  $\xi_0$  eines Einkristalls [160] ergibt sich für die mittlere freie Weglänge im Falle der Standard Laserablation  $l = 3.4nm$ , bzw. für den Schattenbereich (Standard Laserablation)  $l = 3.7nm$  und für den Schattenbereich (Probenkammer)  $l = 5.1nm$ . In allen Fällen liegt das Verhältnis  $\frac{l}{\xi}$  bei etwa eins, so dass sich die Proben im "dirty-limit" befinden.

Es soll noch angemerkt werden, dass die reduzierten kritischen Temperaturen für Proben im dirty limit mit Hilfe der Eliashberg Theorie beschrieben werden können. Im Falle des dirty limits konvergieren beide Energielücken des Supraleiters zu einer einzigen und die Wechselwirkung zwischen den einzelnen Fermiflächen verschwindet. Damit kann eine Probe im dirty limit behandelt werden, als hätte sie nur eine Energielücke ohne Anisotropie und man erhält aus der Theorie Werte für die kritische Temperatur von  $T_c = 24K - 29K$  [161,162]. Diese theoretischen Werte stimmen gut mit den gemessenen kritischen Temperaturen der Standard Laserablation überein.

Abschließend sei noch darauf hingewiesen, dass  $MgB_2$  Schichten auch auf anderen Substraten ((111) $MgO$ ,  $SrTiO_3$  und  $Al_2O_3$ ) abgeschieden wurden. Dabei zeigten sich keine wesentlichen Unterschiede in den supraleitenden Eigenschaften. Außerdem konnten mit Hilfe der Röntgenanalyse keine deutlichen  $MgB_2$  Orientierungen festgestellt werden. Diese beiden Tatsachen deuten darauf hin, dass  $MgB_2$  röntgenamorph in nano kristalliner Form vorlag. Ebenso wurden für die späteren Untersuchungen mit akustischen Oberflächenwellen Schichten auf  $LiNbO_3$  abgeschieden. Hier zeigte sich, dass ein direktes Wachstum vom  $MgB_2$  nicht möglich ist. Es musste immer zunächst eine ca.  $10nm$  dicke  $MgO$  Pufferschicht aufgebracht werden.

In Tabelle 6.4 sind die Ergebnisse dieses Kapitels nochmals zusammengefasst. Die Experimente zeigen deutlich, dass eine ausreichende Zufuhr von  $Mg$  essentiell für das Wachstum von  $MgB_2$  ist. Im Falle des Schattenbereichs (Probenkammer) ist es möglich, qualitativ hochwertige Schichten herzustellen. Damit ist die Laserablation in einem in-situ Prozess zur Schichtabscheidung von  $MgB_2$  gut geeignet.

	$T_{c,onset}(K)$	$\Delta T_c(K)$	$H_{c2}(T = 0)$	$\xi(nm)$	$l(nm)$
Standard	26	10	27.4	3.5	3.4
Schatten (Standard)	33.5	3	24.2	3.7	3.7
Schatten (Kammer)	40.3	3	18.1	4.3	5.1

Tabelle 6.4: Supraleitende Eigenschaften der mit unterschiedlichen Methoden hergestellten  $MgB_2$  Filme.

Im nächsten Kapitel werden die magnetooptischen Untersuchungen sowohl an  $MgB_2$ , als auch an den verwendeten  $YBCO$  Supraleitern vorgestellt.

# Kapitel 7

## Untersuchungen an Supraleitern

In diesem Kapitel sollen die durchgeführten magnetooptischen Untersuchungen an den beiden supraleitenden Systemen  $MgB_2$  und  $YBCO$  vorgestellt werden. Dazu werden zunächst die für die Interpretation der Ergebnisse notwendigen Grundlagen vermittelt (Kapitel 7.1). Anschließend wird der experimentelle Aufbau vorgestellt (Kapitel 7.2) und ein Verfahren zur verbesserten optischen Darstellung der magnetooptischen Bilder präsentiert (Kapitel 7.3). In Kapitel 7.4 werden magnetooptische Aufnahmen von  $YBCO$  in einem externen Feld und unter Einfluss eines Hochfrequenzfeldes diskutiert. Im Falle von  $MgB_2$  (Kapitel 7.5) wird neben dem Eindringen des externen Feldes und dem Einfluss einer Hochfrequenz zusätzlich die Veränderung der Flussverteilung im Supraleiter aufgrund akustischer Oberflächenwellen behandelt.

## 7.1 Flusseindringen in Supraleiter

Eine grundlegende Arbeit bezüglich der Flussverteilung in Supraleitern wurde von Bean durchgeführt [163]. Dabei dringt bei einem Typ II Supraleiter oberhalb eines kritischen Magnetfeldes  $B_{c1}$  Fluss in Form von Flussschläuchen in den Supraleiter ein. Ein solcher Flussschlauch besteht aus einem normalleitenden Kern und einem ringförmig geschlossenen Strom um diesen Kern. Mit zunehmendem externen Feld dringen immer mehr Flussschläuche in den Supraleiter ein, bis schließlich bei  $B_{c2}$  das gesamte Material in die Normalleitung übergeht.

Für Felder mit  $B_{c1} < B < B_{c2}$  würden sich in einem perfekten Kristall die Flussschläuche aufgrund des magnetischen Druckes am Rand des Supraleiters und der abstoßenden Wechselwirkung zwischen den Flussschläuchen zu einem hexagonalen Gitter anordnen (Abrikosov [164]). Ein realer Supraleiter verhält sich dagegen in der Regel anders. In einem solchen treten immer Defekte auf, die als Pinningzentren wirken. Ein Flussschlauch verbleibt bevorzugt an solchen Stellen, da dort die supraleitenden Eigenschaften reduziert sind und somit weniger Cooper-Paare aufgebrochen werden müssen als in den Nachbarbereichen.

Das Zusammenspiel von Pinning und magnetischem Druck eines externen Feldes aufgrund der Feldüberhöhung am Rand führt zu dem sogenannten kritischen Zustand, den Bean beschrieb. Darauf wird in Kapitel 7.1.1 näher eingegangen.

Ein praktisches Analogon für den kritischen Zustand wird von G. Pierre gegeben [165]. Danach wird dieser mit einem Sandhügel verglichen. Übersteigt die Steigung des Hügels einen gewissen Wert, so beginnt Sand lawinenartig nach unten zu laufen. Äquivalent dazu verhält sich der Supraleiter. Übersteigt der eingedrungene Fluss in den äußeren Bereichen einen gewissen Wert, so wird sich der magnetische Fluss insgesamt weiter nach innen bewegen, so dass sich wieder der kritische Zustand einstellt (selbst organisierter kritischer Zustand). Die Eigenschaften solcher selbst organisierter kritischer Systeme werden in Kapitel 7.1.2 diskutiert.

Neben diesem homogenen Eindringen des magnetischen Flusses in einen Supraleiter können auch dynamisch initiierte Flusslawinen auftreten, die in Kapitel 7.1.3 beschrieben werden.



### 7.1.1 Der kritische Zustand

Im vorangegangenen Abschnitt wurden bereits Flussschläuche erwähnt. Diese werden im folgenden detaillierter betrachtet. Der Radius des sich ergebenden normalleitenden Bereiches eines solchen Flussschlauchs wird dabei durch seine Kohärenzlänge  $\xi$  beschrieben. Um diesen Bereich zirkulieren supraleitende Ströme, die innerhalb der London'schen Eindringtiefe  $\lambda$  abklingen. Dieser Ringstrom wird von einem axialen Magnetfeld begleitet, das ebenfalls innerhalb der London'schen Eindringtiefe abklingt.

Führt man die Integration des Feldes über die Fläche eines Flussschlauches durch, so ergibt sich der gesamte Fluss, der gleich dem Flussquantum

$$\phi_0 = \frac{h}{2e} \approx 2 \times 10^{-15} Tm^2 \quad (7.1)$$

ist ( $h$ : Plank'sche Konstante,  $e$ : Elementarladung).

Mit zunehmendem Feld steigt die Anzahl der Flussschläuche im Supraleiter an und ihr gegenseitiger Abstand sinkt. Schließlich kommen sie sich beim oberen kritischen Feld  $B_{c2}$  so nahe, dass sie überlappen und insgesamt ein Übergang in den normalleitenden Zustand auftritt.

Sind Bereiche mit reduzierten supraleitenden Eigenschaften (z.B. durch Defekte, Oberflächenrauigkeiten oder normalleitende Ausscheidungen) im Supraleiter zu finden, so wirken diese meist als Pinningzentren. Die Flussschläuche werden in diesen Bereichen festgehalten (gepinnt), da dort zur Ausbildung des Flussschlauches weniger Kondensationsenergie der Cooper-Paare überwunden werden muss als in benachbarten Bereichen. Die sich ergebende Pinningkraft wirkt immer der treibenden Kraft, z.B. aufgrund eines anliegenden Magnetfeldes oder aufgrund eines Stromes, entgegen. Die treibende Kraft ist dabei ähnlich einer Lorentzkraft:

$$\vec{f}_L = \vec{J} \times \phi_0 \vec{z} \quad (7.2)$$

Hierbei beschreibt  $\vec{J}$  die lokale Dichte eines Transportstromes oder eines Magnetisierungsstromes,  $\vec{z}$  der Einheitsvektor in  $z$ -Richtung, sowie  $\phi_0$  das magnetische Flussquant.

Die grundlegende Annahme des kritischen Zustandes ist nun, dass die Flussschläuche in die Probe eindringen und jedes Pinningzentrum, in dessen Nähe ein Flussschlauch kommt, diesen bis zu einer maximalen Pinningkraft  $f_p^{max}$  pro Flussschlauchlänge festhält (Abbildung 7.1a). Damit gibt es ein lokales Gleichgewicht zwischen den beiden konkurrierenden Kräften:

$$|\vec{f}_L| = f_p^{max} \quad (7.3)$$

In diesem metastabilen Gleichgewichtszustand stellt sich die kritische Stromdichte auf einen maximalen Wert ein, nämlich die Ampère'sche kritische Stromdichte:

$$|\vec{J}^{max}| = J_c \quad (7.4)$$

Nach dem Ampère'schen Gesetz folgt für die Flussdichteverteilung  $\vec{B}(\vec{r})$  im kritischen Zustand:

$$|\vec{\nabla} \times \vec{B}(\vec{r})| = \mu_0 J_c \quad (7.5)$$

Damit verteilen sich die Flussschläuche derart, dass ihre Dichte von den Rändern in die Probe hin linear abfällt (siehe Abb. 7.1a). Die Steigung dieser Geraden ist dabei durch  $\mu_0 J_c$  gegeben. Am Rand selbst kommt es aufgrund der Feldverdrängung aus dem Bereich des Supraleiters zu einer Feldüberhöhung. Diese ist dabei durch den Entmagnetisierungsfaktor der Probe bestimmt.

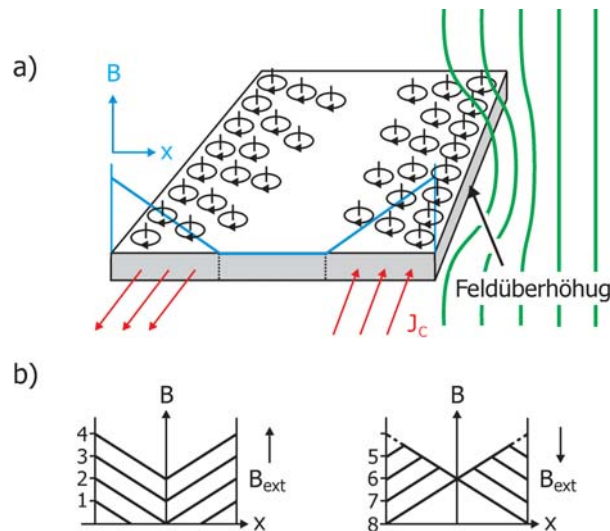


Abbildung 7.1: Bean Modell: a) Verteilung der Flussschläuche in einem Supraleiter, sowie sich ergebendes inneres Feld (blau) und Strom (rot); b) Profil des inneren Feldes für steigendes (1-4) bzw. fallendes (5-8) externes Feld.

In Abbildung 7.1b) ist das Profil des Feldes für ein steigendes (links) bzw. anschließendes fallendes (rechts) externes Magnetfeld angeführt. Es zeigt sich ein hysteretisches Verhalten, d.h., obwohl am Rand des Supraleiters (Position

8) bereits kein magnetischer Fluss mehr enthalten ist, befindet sich weiter innen immer noch magnetischer Fluss. Eine äquivalente Beschreibung wäre wieder eine mit Sand gefüllte Kiste [165]. Zunächst wird Sand an den Wänden aufgeschüttet (links) und anschließend an den Wänden wieder abgetragen (rechts). Es ergibt sich ein vergleichbares Endresultat.

Desweiteren zeigen Sandhügel viele Eigenschaften, die auch bei Supraleitern zu finden sind (z.B. die Ausbildung von Lawinen). Somit stellt sich die Frage, ob der kritische Zustand in einem Supraleiter nicht durch einen allgemeinen Formalismus beschrieben werden kann, wie er in den unterschiedlichsten Systemen auftritt. Eine solche allgemeine Darstellung wären z.B. selbstorganisierte kritische Systeme, wie sie im nächsten Kapitel behandelt werden.

## 7.1.2 Selbstorganisierte kritische Systeme

### Allgemeine Betrachtungen

Ausgegangen wird von einem System, das aus vielen Komponenten besteht, die über Austauschkräfte miteinander wechselwirken. Zusätzlich können noch äußere Kräfte auf das System einwirken. Entsprechend dieser internen und externen Beeinflussungen entwickelt sich das System in der Zeit.

Es wurde folgende Hypothese aufgestellt: Unter bestimmten Bedingungen zeigt ein solches System eine allgemeine, systemunabhängige Charakteristik. Dabei organisiert sich das dynamische System selbst<sup>1</sup>, um einen komplexen, aber allgemein gültigen kritischen Zustand einzunehmen [166–168].

Es gilt dann für ein solches System, dass statistische Prozesse allgemein durch einfache Potenzgesetze beschrieben werden können (=systemunabhängige Charakteristik):

$$P(s) \sim s^{-\alpha} \quad (7.6)$$

Hierbei beschreibt  $\alpha$  den kritischen Exponenten und  $P(s)$  gibt z.B. die Wahrscheinlichkeit an, dass ein bestimmtes Ereignis auftritt.

Wesentlich ist hierbei, dass der Exponent  $\alpha$  für mikroskopisch unterschiedliche Systeme identisch sein kann, weshalb man von einer systemunabhängigen Charakteristik spricht. Im ursprünglichen Formalismus der selbst organisierten kritischen Systeme (SOKS) entspricht der kritische Koeffizient  $\alpha \approx 1$ . Spätere Weiterentwicklungen der Theorie zeigen, dass der Koeffizient aber auch innerhalb gewisser Bereiche um 1 schwanken kann [169, 170].

Der kritische Zustand, in den sich das Nicht-Gleichgewichts-SOKS selbst be-

---

<sup>1</sup>Wichtig ist dabei, dass sich dies ohne wesentliche Beeinflussung von außen ereignet.

gibt, ist äquivalent zu dem eines Systems im Gleichgewicht am kritischen Punkt. Die Bezeichnung "selbst organisiert" bezieht sich dabei auf die Fähigkeit des dynamischen oder Nicht-Gleichgewichtssystems ohne Kontrolle bzw. ohne Manipulation von außen, Strukturen auszubilden, d.h. sich einem kritischen Zustand anzunähern. Der Zusatz "kritisch" ist äquivalent zur Beschreibung des Phasenübergangs in der Gleichgewichts-Thermodynamik: Ist die Temperatur ungleich der kritischen Temperatur, beeinflusst eine lokale Veränderung lediglich die nächsten Nachbarn. Ist die Temperatur gleich der kritischen Temperatur, ereignet sich etwas Außergewöhnliches. Eine lokale Störung propagiert dann durch das ganze System und alle Beteiligten im System beeinflussen sich gegenseitig. Im Gegensatz zu thermodynamischen Systemen benötigen dynamische Systeme hierfür keine äußere Beeinflussung.

Welche Systeme können sich zu einem SOKS entwickeln? Dazu müssen die Zeitskalen separiert werden: Der Prozess, der in Verbindung mit der externen Beeinflussung des Systems steht, muss deutlich langsamer ablaufen, als die internen Relaxationsprozesse. So bauen sich z.B. durch Kontinentalplattenverschiebungen in der Erdkruste über Jahre hinweg Spannungen auf (=langsame äußere Beeinflussung), bis es bei einer kritischen Spannung (=Schwellenwert bzw. kritische Temperatur nach obiger Beschreibung) durch ein Erdbeben (=außergewöhnliches Ereignis) zu einer Relaxation innerhalb von Minuten kommt.

Die Separation der Zeitskalen ist dabei eng mit den Begriffen Metastabilität und Schwellenwert verknüpft. Schließlich ist es die Existenz eines Schwellenwertes, der die Separation ermöglicht. Von Metastabilität kann gesprochen werden, da sich z.B. die Erdkruste nicht in ihrem Grundzustand befindet, sondern aufgrund der ständigen Energiezufuhr in einem von vielen metastabilen Zuständen. Der Zustand, bei dem sich das Erdbeben ereignet, wird dabei als geringfügig stabil bezeichnet. Diese geringfügige Stabilität wurde in [167] als Folge eines Mangels von typischen Zeit- oder Längenskalen betrachtet (Skaleninvarianz). Dies bedeutet, dass die Ereignisse sowohl in ihrem Ausmaß (Länge oder Stärke), als auch bzgl. ihres zeitlichen Erscheinens auf allen Skalen auftreten und dabei keinerlei Regelmäßigkeit zeigen. Allerdings werden die statistischen Prozesse, wie oben erwähnt, durch ein allgemeines Potenzgesetz beschrieben.

Im Gegensatz dazu zeigt ein System, das ein nichtkritisches Verhalten aufweist, eine charakteristische Reaktionszeit und eine charakteristische Längenskala, über welche sich die Störung räumlich verteilt. Obwohl die Störungen an unterschiedlichen Orten zu unterschiedlichen Zeiten auftreten können, ist die Verteilung der Reaktion eng und gut durch eine Durchschnittsreaktion beschreibbar. Für ein selbstorganisiertes kritisches System kann die gleiche

Störung an unterschiedlichen Orten bzw. am gleichen Ort zu unterschiedlichen Zeiten zu einer Reaktion unterschiedlicher Größe führen. Die Durchschnittsgröße -sofern sie existiert- ergibt keine sinnvolle Größe mehr.

### Beispiele für selbstorganisierte kritische Systeme

Ein typisches Beispiel für SOKS sind Sand- oder Reishügel. Dabei wird z.B. ein Sandkorn an irgendeine Stelle auf einen Sandhügel gebracht. Dadurch kann eine Lawine entstehen, die durch die Gesamtzahl  $s$  der Sandkörner in der Lawine und ihre Lebenszeit  $\tau$  beschrieben wird. Es zeigt sich, dass die Verteilungsfunktion der Lebensdauer der Lawinen und die Verteilung der Lawinengröße einem Potenzgesetz gehorcht. Diese Verteilung wird in der Regel durch Randbedingungen  $s_1$  und  $\tau_1$  begrenzt. So kann z.B. die Lawine nicht weniger als ein Sandkorn enthalten oder die Dauer der Lawine kann nicht kürzer sein als die Zeit, die notwendig ist, dass ein Sandkorn die Distanz seines eigenen Durchmessers rutscht. Für endliche Systeme existiert auch oftmals oberhalb einer gewissen Größe (z.B. Länge der Sandlawine) ein Übergang zu einem exponentiellen Verhalten z.B.:

$$P(s) \sim \exp\left(-\frac{s}{s_2}\right); s > s_2 \quad (7.7)$$

In einem echten SOKS muss dabei die Übergangsgröße  $s_2$  eine Funktion sein, die mit der Systemgröße steigt.

Meist zeigen größer ausgedehnte Sandhügel ein Abweichen vom Verhalten eines SOKS. Dies wird auf die hohe Dichte bzw. Masse eines Sandkorns zurückgeführt. Besser geeignet erscheinen Reiskörner, da sie eine geringere Dichte aufweisen [169].

Der kritische Zustand im Supraleiter stellt aufgrund der fehlenden Masse der Flussschläuche einen idealen Kandidaten für ein selbst organisiertes kritisches System dar. Aus diesem Grund wurden die unterschiedlichsten supraleitenden Systeme dahingehend näher untersucht [173–198].

Ob es sich um ein selbst organisiertes kritisches System handelt kann durch folgende Anforderungen überprüft werden:

- Handelt es sich um ein System, das aus vielen Komponenten besteht, die über Austauschkräfte miteinander wechselwirken? - Ja, dies ist durch die große Anzahl der Flussschläuche und ihre gegenseitige Wechselwirkung gegeben.
- Entwickelt sich das System selbst in der Zeit entsprechend dieser internen Kräfte und externen Beeinflussungen? - Ja, die Flussschläuche

ordnen sich selbst gemäß dem vorhandenen Pinning und dem externen Feld im Supraleiter an.

- Organisiert sich das System selbst (bei einer schwachen externen Beeinflussung) in einen kritischen Zustand? - Ja, dieser wird durch das Bean Modell beschrieben.
- Gibt es einen Schwellenwert, ab dem ein "dramatisches Ereignis" stattfindet? - Ja, z.B. durch die Ausbildung von Flusslawinen (Kap. 7.5.1).
- Sind diese Ereignisse skaleninvariant bzgl. Zeit und z.B. geometrischer Länge? - Dies gilt es in den Messungen zu überprüfen (Kap. 7.4).
- Können die statistischen Prozesse (z.B. die Verteilungsfunktion der Länge der Dendriten) durch ein einfaches Potenzgesetz beschrieben werden (mit  $\alpha = 1$ )? - Dies gilt es in den Experimenten zu überprüfen (Kap. 7.4).

Zusammenfassend sind in Tabelle 7.1 die Kriterien für SOKS allgemein und für den Fall eines Sandhügels bzw. eines Supraleiters gegenübergestellt. Für die Ausbildung des Sandhügels wird davon ausgegangen, dass einzelne Sandkörner auf eine Ebene fallen. Beim Supraleiter wird angenommen, dass langsam magnetischer Fluss von außen in den feldfreien Supraleiter eindringt.

Wie eben erwähnt, können in supraleitenden Systemen äquivalent zu einer Sandlawine Flusslawinen (Dendriten) auftreten. Worum es sich dabei handelt, bzw. wie diese beschrieben werden können, soll im nächsten Kapitel behandelt werden.

Weitere Beispiele für SOKS (Fraktale, Sonnenflecken, Evolutionsmodelle, Verkehrsstau, Waldbrände etc.) sowie eine Einführung in diese Thematik finden sich in der Literatur [169, 171, 172].

Allgemeine Kriterien	Sandhügel	Supraleiter
System besteht aus vielen Komponenten	Sandkörner	Flussschläuche
Austauschkräfte zwischen den Komponenten	Reibung	Flussschlauch Abstoßung
äußere Kräfte	Gravitationskraft	Lorentzkraft
selbst organisiert	Ausbilden eines Hügels mit zunehmender Anzahl an Sandkörnern.	Eindringen der Flussschläuche in den Supraleiter und Verteilung dieser entsprechend dem lokalen Pinningpotenzial.
kritischer Zustand	maximaler Schüttungswinkel	Bean'scher Zustand
außergewöhnliches Ereignis	Lawine	Dendrit (siehe Kap. 7.5.1)
Schwellenwert für Ereignis	Lawinen treten erst ab einer bestimmten Steigung auf.	erst wenn ein bestimmtes Schwellenfeld erreicht ist, tritt ein Dendrit auf.
Separation der externen und internen Zeitskalen	externes Zufügen von einzelnen Sandkörnern kann in beliebig langen Zeiträumen erfolgen. Interne Ausbildung der Lawine erfolgt im Vergleich dazu sehr schnell.	Das externe Feld kann beliebig langsam erhöht werden. Die Ausbildung der Dendriten erfolgt im $ns$ Bereich.
Zeitinvarianz der Ereignisse	Lawinen treten nicht zu definierten Zeitpunkten auf	siehe Kapitel 7.5.1
Längeninvarianz der Ereignisse	Lawinengröße ist statistisch verteilt	siehe Kapitel 7.5.1
Potenzgesetz für die Verteilungsfunktion mit $\alpha = 1$	erfüllt für nicht zu große Systeme	siehe Kapitel 7.5.1

Tabelle 7.1: Eigenschaften von selbst organisierten kritischen Systemen allgemein und am Beispiel eines Sandhügels bzw. Supraleiters.

### 7.1.3 Flusslawinen in Supraleitern

Befindet sich ein Supraleiter in einem externen Feld  $B > B_{c1}$ , so dringen, wie in 7.1.1 beschrieben, am Rand gebildete Flussschläuche in den Supraleiter ein. Diesem Eindringen wirkt das Pinning entgegen. Damit werden sich die Flussschläuche anhäufen und es bildet sich ein Gradient in der Flussschlauchdichte im Supraleiter aus. Dieser kritische Zustand wird als homogenes Feldeindringen in den Supraleiter bezeichnet.

Wird das externe Feld weiter langsam erhöht, können neben diesem homogenen Flusseindringen auch Sprünge von Flussbündeln auftreten, oder aber auch schlagartig und scheinbar spontan große Flusslawinen in das supraleitende Material laufen. Diese sogenannten Dendriten entstehen dabei oberhalb eines Schwellenwertes für das Magnetfeld.

Was sind nun die speziellen Eigenschaften eines Dendriten, bzw. wie kann seine Ausbildung physikalisch beschrieben werden?

Meist wird die Entstehung von Flusslawinen auf eine thermomagnetische Instabilität zurückgeführt. Danach kommt es bei einer Erhöhung des externen Feldes oder aufgrund von thermischen Schwankungen zu Flusssprüngen, d.h. zu einer Bewegung von Flussschläuchen. Diese dissipieren dabei Energie, was zu einer Erwärmung der Umgebung führt. Da aber die Pinningkraft eine Funktion der Temperatur ist, nimmt diese ab. Es können sich weitere Flussschläuche von ihren Pinningzentren lösen und ebenfalls Energie dissipieren. Dieser positive Rückkopplungseffekt kann schließlich zur Ausbildung einer Flusslawine führen.

Es stellt sich nun die Frage, inwieweit ein Supraleiter eine Stabilität gegen diesen Effekt aufweisen kann. Dazu wird in [199] und [200] ein allgemeines Stabilitätskriterium für Flusssprünge gegeben, die zu Beginn eines jeden Dendriten zu finden sind:

$$\frac{\mu_0 J_c(T) \omega^2}{c} \left| \frac{dJ_c}{dT} \right| \equiv \beta \quad (7.8)$$

mit  $\omega$  als Probenausdehnung,  $J_c$  der kritischen Stromdichte,  $\mu_0$  der magnetischen Feldkonstante und  $c$  als spezifische Wärmekapazität. Für  $\beta > 1$  kommt es bei kleinen Störungen aufgrund der positiven Rückkopplung zu einem Flusssprung, woraus sich ein Dendrit entwickeln kann. Wie die Formel zeigt, spielen die thermischen Eigenschaften des Supraleiters eine wesentliche Rolle. Entscheidend ist dabei, auf welcher Zeitskala die Wärme entsteht und auf welcher sie wieder abfließen kann. Der erste Flusssprung wird nach [199, 200] auftreten, wenn das externe Feld  $B_{fi}$  einen kritischen Wert erreicht:

$$B_{fi} \approx \sqrt{\mu_0 c (T_c - T)} \quad (7.9)$$



wobei  $T_c$  die kritische Temperatur des Supraleiters ist. Des weiteren beschreibt in dem aufgestellten Modell  $B_{fi}$  das Feldintervall zwischen hintereinander auftretenden Flusssprüngen. Dies konnte z.B. über die Messung von Magnetisierungskurven nachgewiesen werden [201].

Die bis jetzt getroffenen Aussagen beziehen sich auf Flusssprünge. Nun folgt aber nicht zwangsläufig einem Flusssprung immer eine Flusslawine. Es stellt sich also die Frage, ob auch für Dendriten ein solches Schwellenfeld existiert, bzw. ob sich auch ein konstanter Abstand im Magnetfeld zwischen zwei aufeinanderfolgende Dendriten zeigt. Letzteres kann sofort mit nein beantwortet werden (Kap. 7.4). Diese Skaleninvarianz spricht wiederum für die Annahme eines SOKS. Dennoch ist ein Schwellenwert vorhanden. Wobei es sich hierbei nicht wie im Falle der Flusssprünge um das extern angelegte Feld  $B_{fi}$  handelt, sondern vielmehr muss bei den Dendriten die lokale Flussdichte betrachtet werden. Damit ergibt sich also ein lokales Schwellenfeld, welches bestimmt, ob ein Dendrit auftritt oder nicht. Aufgrund der Inhomogenitäten in realen Proben ist es damit schwierig dieses zu quantifizieren.

Zum Abschluss sollen hier noch einige Bemerkungen über die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Dendriten gemacht werden. Eine untere Geschwindigkeit kann nach [202] abgeschätzt werden zu:

$$v = 2\eta \frac{T_c h}{\rho_0 \mu_0 j_c n d j_0} \quad (7.10)$$

Dabei ist  $\eta$  eine Konstante der Größenordnung eins,  $T_c$  die kritische Temperatur,  $h$  der Wärmeleitkoeffizient,  $\rho_0$  der Spitzenradius des Dendriten,  $\mu_0$  die magnetische Feldkonstante,  $j_c$  die kritische Stromdichte,  $n$  der Exponent aus dem Potenzgesetz der Strom-Spannungskennlinie,  $d$  die Schichtdicke und  $j_0$  die kritische Stromdichte bei  $T = 0$ .

Die gemessenen Geschwindigkeiten liegen je nach Dicke der Probe, Materialsystem und Zeitpunkt während der Ausbildung bei bis zu  $160 \text{ km/s}$ . Ist ein Dendrit annähernd komplett ausgebildet, kann sie auf  $10 \text{ km/s}$  absinken.

Geht man von einer minimalen Eindringgeschwindigkeit von  $10 \text{ km/s}$  aus, bedeutet dies, dass sich ein Dendrit bei einer typischen Länge von  $1 \text{ mm}$  innerhalb von  $100 \text{ ns}$  komplett ausbildet. Da die Belichtungszeiten für die magnetooptischen Aufnahmen in dieser Arbeit bei mindestens  $100 \mu\text{s}$  lagen, kann die Dendritenausbildung selbst nicht beobachtet werden. Im Fokus standen hier vielmehr Aufnahmen mit hoher Bildwiederholrate (bis zu  $1000$  Bilder/Sekunde) bei der Ausbildung von Dendriten oder die Wechselwirkung von z.B. akustischen Oberflächenwellen oder eines Hochfrequenzfeldes mit dem magnetischen Fluss. Auf weitere Details zu den dafür notwendigen experimentellen Aufbauten wird im nächsten Kapitel eingegangen.

## 7.2 Experimenteller Aufbau

Für die magnetooptischen Untersuchungen von Supraleitern nutzt man den in Teil I beschriebenen Faraday Effekt.

Zunächst wird der prinzipielle Aufbau einer magnetooptischen Anlage beschrieben. Dazu ist in Abbildung 7.2 eine typische Anordnung für Untersuchungen von Supraleitern gezeigt. Auf die Probe wird der magnetooptisch aktive Indikatorfilm, mit Spiegelschicht an der Unterseite, gelegt.

In der Abbildung sind zwei verschiedene Fälle gezeigt. Links ist eine Inhomogenität, also ein Bereich mit schlechten supraleitenden Eigenschaften, dargestellt. Hier kommt es zu einem Eindringen des magnetischen Flusses. Aus diesem Grund ist dort die  $z$ -Komponente des magnetischen Feldes  $B_z \neq 0$ . Wenn das polarisierte Licht an dieser Stelle durch das magnetooptisch aktive Material transmittiert, wird die Polarisationsrichtung des Lichts um  $\theta$  bzw. um  $2\theta$ , da es am Spiegel reflektiert wird, gedreht. Dabei ist der Rotationswinkel direkt proportional zur Stärke des Magnetfeldes. Trifft das Licht auf den Analysator, der senkrecht zur ursprünglichen Polarisationsrichtung steht, so kann diesen ein Teil des Lichts durchdringen. Dies führt zu einer messbaren Intensität nach dem Analysator, die proportional zum Magnetfeld am Ort der Probe ist. Im Gegensatz dazu ist auf der rechten Seite von Abbildung 7.2 der Fall ungestörter Supraleitung gezeigt. Das äußere Magnetfeld kann nicht eindringen. Entsprechend erfährt das linear polarisierte Licht dort keine Drehung, so dass es in senkrechter Polarisation bzgl. des Analysators verbleibt. Dementsprechend kann es diesen nicht durchdringen. Somit sind in den magnetooptischen Aufnahmen Bereiche, in denen magnetischer Fluss zu finden ist, hell. Je mehr Fluss vorhanden ist, umso heller erscheinen dabei diese Regionen.

Für die Untersuchungen ist es erforderlich, den Supraleiter abzukühlen. In Abbildung 7.3 ist der entsprechende Messaufbau dargestellt. Die Probe wird mittels Silberleitlack thermisch mit dem Probenhalter kontaktiert. Der Probenhalter selbst kann in  $x$ - $y$ -Richtung bewegt werden, so dass insgesamt eine Fläche von  $200 \times 200 \text{ mm}^2$  untersucht werden kann. Zur Kühlung wird ein Gifford-McMahon Kühler verwendet, dessen Kaltstufe mit dem Probenhalter verbunden ist. Letztlich befindet sich das gesamte System in einer Vakuumkammer, um die thermischen Verluste so gering wie möglich zu halten. Mit diesem Aufbau wird am Probenort eine Temperatur von  $40\text{K}$  erreicht.

Um den Einfluss eines Feldes auf den Supraleiter zu untersuchen, befindet sich unterhalb des Probenhalters eine  $Cu$ -Spule, die in  $z$ -Richtung bewegt werden kann. Die maximale Feldstärke am Probenort beträgt  $60\text{mT}$ .

Der optische Teil des Aufbaus besteht aus einer Lichtquelle, Linsen, einem

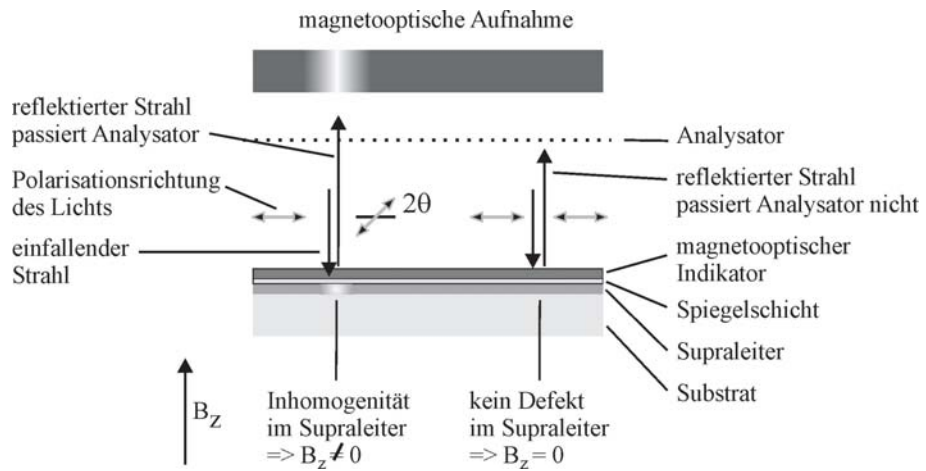


Abbildung 7.2: Prinzipieller Aufbau für die magnetooptische Untersuchung von Supraleitern.

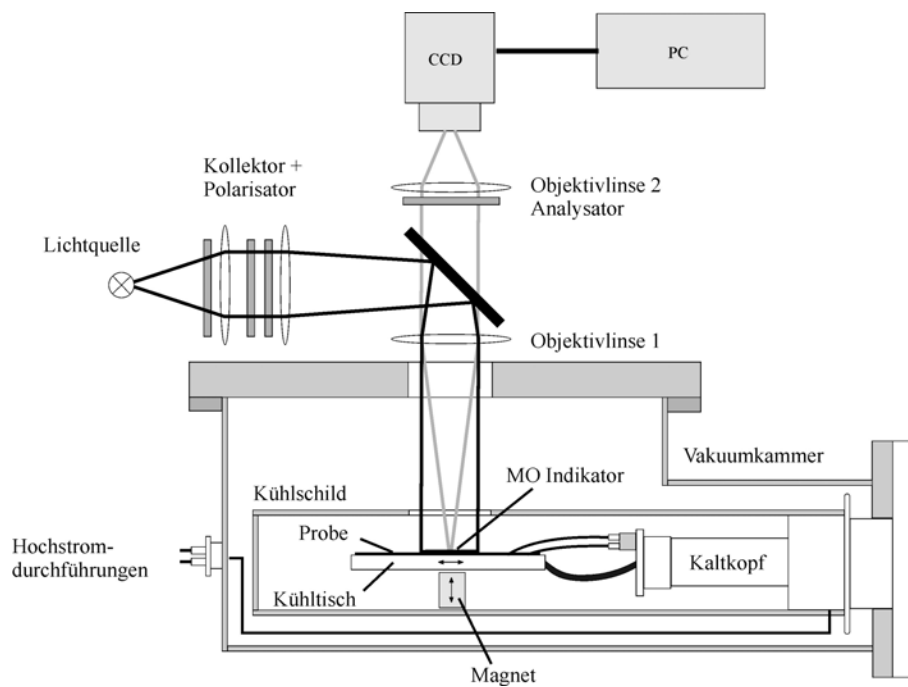


Abbildung 7.3: Messaufbau für die magnetooptische Untersuchung von Supraleitern.

halbdurchlässigen Spiegel, einem Polarisator, einem Analysator und einer CCD-Kamera, die mit einem PC verbunden ist. Zunächst wird das Licht der Lichtquelle polarisiert. Dann wird das Bild einer Blende über Linse und Spiegel auf die Probe abgebildet (Köhler'sche Anordnung). Nachdem das Licht von der Spiegelfläche des Granats reflektiert worden ist, durchläuft es erneut den Spiegel und trifft auf den Analysator. Nach dem Analysator befindet sich eine CCD-Kamera, die die transmittierten Intensitäten aufzeichnet.

Neben diesem Aufbau steht noch ein weiterer zur Verfügung. Das Prinzip ist dabei identisch, lediglich wird ein *He*-Fluss Kryostat mit einer optischen Beobachtungsmöglichkeit der Probe verwendet. Diese befindet sich dabei auf einem Kaltfinger, der durch flüssiges Helium gekühlt wird. Durch Pumpen an der *He* Flüssigkeit erreicht man eine Temperatur von 2.4K am unteren Ende des Kaltfingers. Außerhalb des kryogenen Bereiches befindet sich eine Spule, die den Kaltfinger umschließt. Damit können Felder von bis zu 100mT am Ort der Probe erreicht werden. Das gesamte Kryosystem ist in ein Polarisationsmikroskop integriert, das ebenfalls eine digitale Bildaufnahme ermöglicht.

## 7.3 Optimierte magnetooptische Aufnahmen

Bevor auf die Untersuchungen an supraleitenden Systemen detailliert eingegangen wird, sollen an dieser Stelle zunächst Methoden vorgestellt werden, mit denen eine maximale Information aus den Aufnahmen gewonnen werden kann.

Allgemein wurden verschiedenste Ansätze verfolgt, um die Qualität von magnetooptischen Aufnahmen zu verbessern. Dabei zeigte sich, dass ein optimaler Kontrast gefunden werden kann, wenn der Analysator nicht exakt senkrecht zum Polarisator steht. Vielmehr ist es besser, wenn der Winkel etwas größer oder kleiner als  $90^\circ$  ist [203].

Eine weitere Technik, die eine inhomogene Beleuchtung, eine höhere Sensitivität bei kleineren Feldern und die Bestimmung des Rotationswinkels bzw. des Magnetfeldes aus den Aufnahmen ermöglicht, soll im folgenden näher beschrieben werden [204].

Wird eine Probe zwischen Polarisator und Analysator eines Polarisationsmikroskops gelegt, so gilt für die transmittierte Intensität nach dem Analysator für kleine Rotationswinkel:

$$I = K + L \sin^2(\alpha + \phi) \approx K + L(\alpha + \phi)^2 \quad (7.11)$$

Dabei ist  $K$  der Anteil an Intensität aufgrund des Kamerarauschens,  $L$  die einfallende Intensität,  $\phi$  der Rotationswinkel aufgrund der Probe und  $(90^\circ - \alpha)$  der Winkel zwischen Polarisator und Analysator.

Die Messungen werden bei drei verschiedenen Winkeln  $\alpha$  aufgenommen:  $\alpha = -\alpha_0$ ,  $\alpha = 0$  und  $\alpha = +\alpha_0$ . Daraus ergeben sich drei verschiedene Intensitäten  $I$ :  $I = I_-$ ;  $I = I_0$ ;  $I = I_+$ . Damit kann die obige Formel umgeschrieben werden zu:

$$L = \frac{I_- - 2I_0 + I_+}{2\alpha^2} \quad (7.12)$$

und

$$\phi = \frac{I_+ - I_-}{4\alpha L} \quad (7.13)$$

Dieser Algorithmus wird auf jedes Pixel eines aufgenommenen Bildes angewandt. Dazu wird in dieser Arbeit das Bildverarbeitungsprogramm DAVIS (Fa. LaVision) und eine entsprechend entwickelte LabView Applikation verwendet.

Voraussetzung ist, dass man die exakte perpendikuläre Stellung ( $\alpha = 0$ ) des Analysators kennt. Aus diesem Grund wurde die Drehung des Analysators automatisiert und die Intensität in Abhängigkeit vom Drehwinkel mittels

CCD Kamera aufgenommen (Abbildung 7.4). An die gemessenen Datenpunkte wird eine Parabel der Form  $y = a + bx + cx^2$  angenähert. Der resultierende Scheitelpunkt der Parabel ergibt dann in der Kleinwinkelnäherung den Rotationswinkel für das absolute Intensitätsminimum.

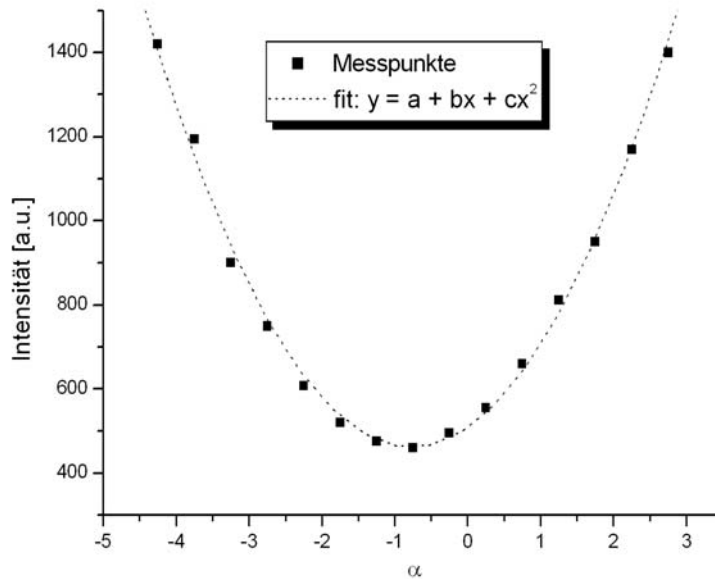


Abbildung 7.4: Intensität nach dem Analysator in Abhängigkeit vom Rotationswinkel  $\alpha$ .

Für  $\alpha_0$  werden typischerweise Werte von  $3^\circ$  bis  $5^\circ$  verwendet. In Abbildung 7.5 sind drei magnetooptische Aufnahmen für  $\alpha = -3^\circ$  (a),  $\alpha = 0^\circ$  (b) und  $\alpha = +3^\circ$  (c) angeführt. Dadurch, dass die Abbildungen a) und c) genau bei  $\pm\alpha$  um das Minimum herum aufgenommen wurden, ist der magnetische Fluss in a) in schwarz bzw. in c) in weiß zu erkennen. Im Falle von Abb. b) handelt es sich nicht um die originale Intensität. Das Bild wurde aufgehellt, um die schwachen Strukturen zu erkennen.

Auf diese Bilder wurde nun der oben genannte Algorithmus angewendet. Daraus ergibt sich die Faraday Rotation  $\phi$ , die in Abbildung 7.6 gezeigt ist. Deutlich zu erkennen ist der nun höhere Bildkontrast:

- Es sind helle und dunkle dreieckige Formen zu erkennen. Hierbei handelt es sich um unterschiedliche Domänen des Granaten. Diese sind als Messartefakte zu betrachten.

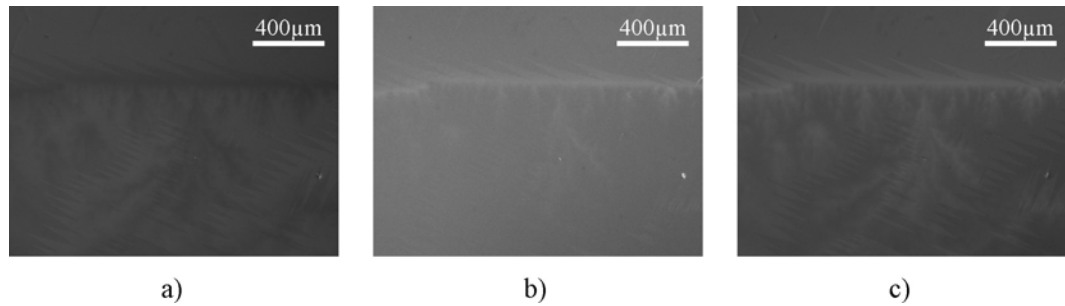


Abbildung 7.5: Magnetooptische Aufnahmen für unterschiedliche Stellungen des Analysators: a)  $\alpha = -3^\circ$ ; b)  $\alpha = 0^\circ$ ; c)  $\alpha = 3^\circ$ .

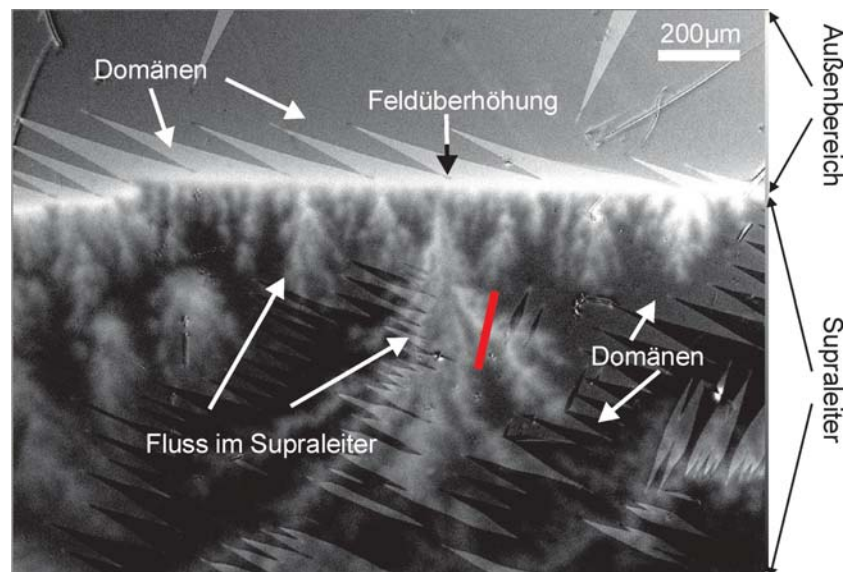


Abbildung 7.6: Ergebnisbild nach Bildaufbereitung. Die rote Linie zeigt die Lage des Höhenprofils.

- Die Grenzlinie zwischen Außenbereich und Supraleiter erscheint als weiße Linie. Dies entspricht einer hohen magnetischen Flussdichte und ist auf die Feldüberhöhung am Rand des Supraleiters zurückzuführen.
- Die weißen Bereiche im Supraleiter entsprechen dem eingedrungenen Fluss.

Entscheidend ist nun, dass der Grauwert eines jeden Pixels der Faraday Drehung entspricht. Dies wird durch die Höhenlinie in Abbildung 7.7 verdeutlicht. Die Lage der Höhenlinie ist dabei in Abbildung 7.6 rot eingezeichnet. Schneidet diese den Dendriten, steigt die Faraday Rotation auf einen maximalen Wert von  $0.45^\circ$  an.

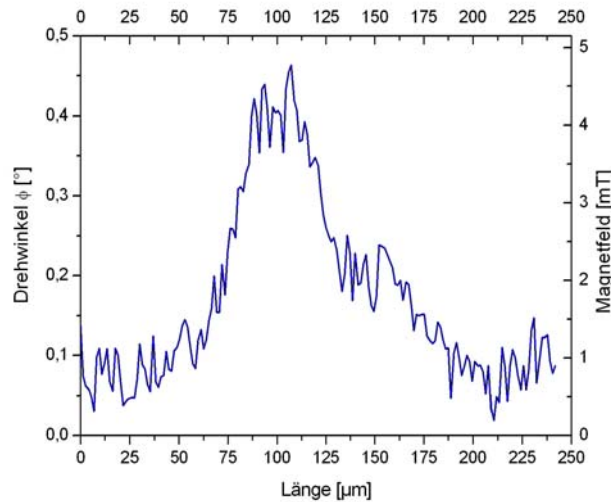


Abbildung 7.7: Höhenprofil entsprechend der roten Linie in Abbildung 7.6, sowie die korrelierten Magnetfeldwerte.

Um dieser Faraday Rotation ein Magnetfeld zuordnen zu können, wurden knapp oberhalb der kritischen Temperatur im steigenden externen Magnetfeld magneto-optische Aufnahmen durchgeführt. Aus diesen Bildern wurde ebenfalls die Faraday Rotation bestimmt und jedem Rotationswinkel direkt ein Magnetfeld zugewiesen. Der so erhaltene lineare Zusammenhang zwischen Faraday Rotation und Magnetfeld kann nun allgemein für die Messungen unterhalb der kritischen Temperatur verwendet werden<sup>2</sup>. Die zugehörigen Magnetfelder für das Höhenprofil sind ebenfalls in Abbildung 7.7 eingetragen.

<sup>2</sup>Vernachlässigt wurde dabei die Temperaturabhängigkeit der Faraday Rotation.



Danach ergibt sich ein Magnetfeld von ca.  $4mT$  im Maximum in der Mitte des Zweiges. Eine detaillierte Beschreibung zum Eindringverhalten des magnetischen Flusses in  $MgB_2$  folgt in Kapitel 7.5.

Mit dieser Feldkalibrierung kann das gesamte Bild umgerechnet werden, so dass jeder Pixel bereits das entsprechende Magnetfeld repräsentiert. Ist das Bildbearbeitungsprogramm außerdem in der Lage, die Informationen in eine Matrix zu konvertieren<sup>3</sup>, kann aus dieser Matrix die lokale Stromverteilung im Supraleiter berechnet werden [205].

Abschließend soll noch angemerkt werden, dass es auch Algorithmen gibt, die Kratzer und andere Artefakte aus den Bildern filtern können [206]. Diese Methode wird vor allem dann angewendet, wenn ein magnetooptischer Indikatorfilm mit sehr schlechter Qualität verwendet wird.

In den nächsten Kapiteln wird detailliert auf die magnetooptischen Untersuchungen der supraleitenden Systeme  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  und  $MgB_2$  eingegangen.

---

<sup>3</sup>Danach entsprechen die x,y - Elemente der Position des Pixels und der Wert des Pixels entspricht dem Magnetfeld.



## 7.4 $YBa_2Cu_3O_{7-x}$

An  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  wurden relativ viele magnetooptische Untersuchungen im externen Feld und unter Strombelastung durchgeführt [207]. Auch hier soll zunächst das Eindringen eines externen Feldes erläutert werden, da dann eine Interpretation der anderen Untersuchungen leichter erfolgen kann. Im Anschluss daran wird der Einfluss eines externen Hochfrequenzfeldes auf das Feldeindringverhalten in  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  diskutiert.

### 7.4.1 Feldeindringen im externen Feld

Das Feldeindringen in  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  ( $YBCO$ ) sei anhand von Abbildung 7.8 erläutert. Die Form des  $YBCO$ -Streifens ist schematisch in Abbildung 7.8e) gezeigt. Schwarze Bereiche entsprechen dabei dem Supraleiter  $YBCO$ . In den Bildern a)-d) sind magnetooptische Aufnahmen für ein externes Feld von  $40mT$  (a),  $50mT$  (b),  $60mT$  (c) bzw. für den remanenten Zustand (d), d.h.  $0mT$  nach der Felderhöhung, bei einer Temperatur von  $20K$  abgebildet. Allgemein lassen sich solche Aufnahmen in helle Bereiche, die magnetischen Fluss enthalten, und schwarze, feldfreie Bereiche, einteilen. Die hellsten Gebiete finden sich an den Rändern des  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ -Streifens. Die sich dort zeigende erhöhte Flussdichte folgt aus der Feldverdrängung des magnetischen Flusses aus dem Inneren des Supraleiters unterhalb des oberen kritischen Feldes  $B_{c2}$ .

Das Flusseindringen beginnt an den Rändern. In den Ecken ist kein Eindringen festzustellen, so dass die Flussfront eine konvexe Form aufweist. Diese dringt mit steigendem Feld immer weiter in das Innere ein. Dabei bleiben die Winkelhalbierenden (auch Diskontinuitätslinien oder  $d^+$  Linien genannt; Abb. 7.8c) frei von magnetischem Fluss. Dies kann im Rahmen des Bean Modells erklärt werden. Die Flussverteilung innerhalb des Supraleiters stellt sich genau so ein, dass überall der kritische Strom fließt. Aufgrund der Kontinuitätsbedingung muss dieser kritische Strom parallel zu den Rändern des Supraleiters verlaufen. Daraus ergibt sich, dass im Bereich von Ecken ein Knick in der Strombahn auftreten muss [207, 208]. Dies ist schematisch in Abbildung 7.8f) gezeigt. Dadurch kommt es entlang der Winkelhalbierenden zu einem erhöhten Abschirmfeld.

Wird das Magnetfeld auf  $0mT$  reduziert (remanenter Zustand / Abb. 7.8d), ist immer noch magnetischer Fluss in der Probe festzustellen. Dies ist eine Folge des Pinnings magnetischer Flusslinien im Supraleiter (vgl. auch Abb.

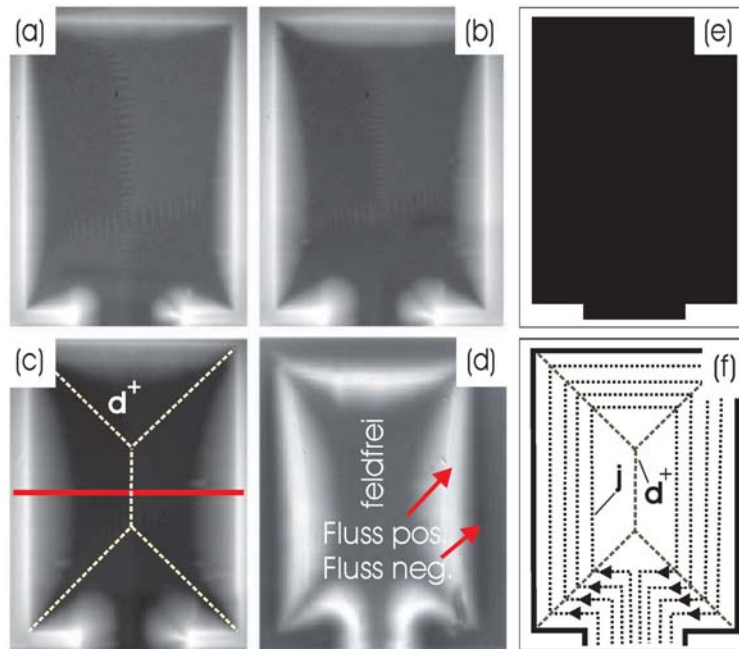


Abbildung 7.8: Fluss eindringen in YBCO für  $40\text{mT}$  (a);  $50\text{mT}$  (b);  $60\text{mT}$  (c);  $0\text{mT}$  nach  $60\text{mT}$  (d); sowie Form des YBCO Streifens (e) und Strombahnen im Supraleiter (f).

7.1b). Eine genauere Betrachtung der Abbildung zeigt außerdem, dass nun die Randbereiche des Supraleiters schwarz erscheinen. Die Intensität in diesen Bereichen ist deutlich kleiner als die Intensität für den feldfreien Fall, wie er in der Mitte der Probe zu erkennen ist. Dies lässt sich wie folgt erklären: Das Bild wurde bei einer Analysatorstellung von  $87^\circ$  bzgl. des Polarisators aufgenommen. Aus diesem Grund erscheinen feldfreie Bereiche bereits in einem dunklen Grauton. Damit ist es aber möglich, die Drehrichtung des Lichts und somit die Feldrichtungen zu unterscheiden. Die dunkleren Bereiche entsprechen also einer umgekehrten Feldrichtung. Sie sind im remanenten Fall d) eine Folge des notwendigen Feldschlusses des gepinnten Flusses.

Um zu zeigen, dass die Annahme eines konstanten Feldgradienten nach Bean innerhalb der Probe korrekt ist, ist in Abbildung 7.9 das Intensitätsprofil entlang der in Abb. 7.8c) gezeigten roten Linie angeführt. Beginnend für die Länge  $l = 0$  ist die aus dem externen Magnetfeld resultierende Intensität für den ungestörten Feldverlauf zu erkennen. Nähert man sich dem Rand des

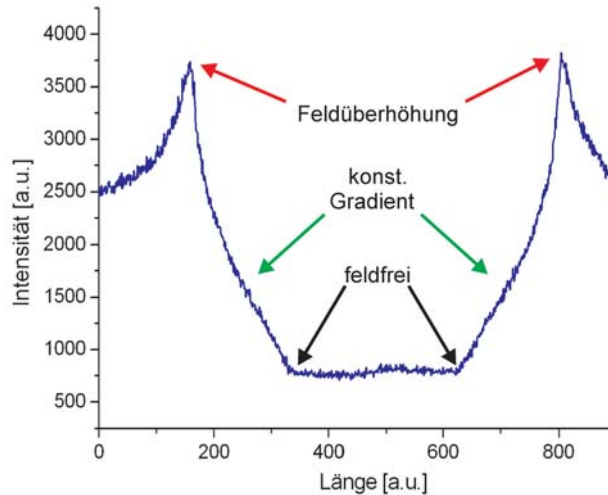


Abbildung 7.9: Intensitätsprofil entlang der in Abbildung 7.8c) gezeigten roten Linie.

Supraleiters ( $l \approx 170$ ), so ist klar die Feldüberhöhung aufgrund der Feldverdrängung zu sehen (siehe auch Abb. 7.1). Diese klingt innerhalb des Supraleiters ab und es bildet sich ein konstanter Gradient im Feldverlauf aus, wie es durch das Bean Modell beschrieben wird.

Anzumerken ist, dass streng genommen die kritische Stromdichte eine Funktion des Magnetfeldes ist. Da das Feld nach innen abnimmt, nimmt entsprechend die kritische Stromdichte zu. Daraus ergibt sich weiter im inneren ein leicht konvex gebogener Feldverlauf.

Im Inneren des Supraleiters ist kein Magnetfeld zu finden, d.h. hier befindet sich die Probe noch in der Meissnerphase.

Nachdem allgemein das Eindringen eines externen Feldes in YBCO beschrieben worden ist, soll im nächsten Kapitel auf den Einfluss eines Hochfrequenzfeldes auf diese Feldverteilung eingegangen werden.

### 7.4.2 Einfluss eines Hochfrequenzfeldes

In diesem Kapitel wird der Einfluss eines Hochfrequenzfeldes auf den gemischten Zustand in *YBCO* beschrieben. Die verwendeten Frequenzen lagen dabei in einem Bereich von  $100\text{Hz}$  bis zu einigen  $\text{MHz}$ <sup>4</sup>.

#### Allgemeine Bemerkungen

Ein potenzielles Einsatzgebiet für *YBCO* ist seine Verwendung als schneller Schalter, z.B. als Sicherung im Stromnetz. Dabei nutzt man die Tatsache, dass der Supraleiter beim Übergang in die Normalleitung, z.B. aufgrund eines zu hohen Stromflusses, innerhalb von wenigen  $\mu\text{s}$  einen hohen Widerstand aufbaut und somit den anliegenden Strom reduziert. Dadurch können nachfolgende Geräte vor zu hoher Stromlast geschützt werden.

Solche Schaltelemente können in aktiver oder passiver Bauweise realisiert werden [209, 210]. Bei den passiven Bauelementen erfolgt der Übergang in die Normalleitung intrinsisch, d.h. z.B. durch einen zu hohen Stromfluss. Im Gegensatz dazu wird bei aktiven Bauelementen der Übergang extern (aktiv) gesteuert, z.B. durch einen Hochfrequenzpuls. Der Aufbau eines solchen aktiven Bauelements ist in Abbildung 7.10 gezeigt. In Bild a) ist der  $300\text{nm}$  dicke *YBCO* Streifen mit Kontaktierung auf einem zwei Zoll Saphir Substrat zu erkennen. An dessen Rückseite wird eine Spule befestigt (Bild 7.10b)<sup>5</sup>. In diese wird ein Hochfrequenzsignal eingespeist, welches induktiv mit dem Supraleiterstreifen wechselwirkt. Der genauere Aufbau und die Wirkungsweise wird im Folgenden besprochen.

#### Experimenteller Aufbau

Ein detaillierter Messaufbau ist in Abb. 7.11 gezeigt. Meist wird zunächst ein konstanter Vorstrom  $I_{bias}$  angelegt. Zu einem vorgegebenen Zeitpunkt gibt das Steuerprogramm das Startsignal an den Pulsgenerator. Dieser erzeugt ein Rechtecksignal mit der später gewünschten Länge des HF-Signals. Das Pulssignal wird in einen Frequenzgenerator gespeist, welcher die entsprechend eingestellte Hochfrequenz generiert. Das Signal wird in die HF-Spule eingekoppelt. Über einen galvanisch getrennten Monitorausgang kann das Signal zusätzlich aufgezeichnet werden. Dieses Monitor-signal wird ebenfalls in

<sup>4</sup>Obwohl es sich bei diesem Frequenzbereich nach der Definition der Frequenzbänder nicht um eine Hochfrequenz handelt, wird zur Unterscheidung zu den später beschriebenen Untersuchungen mit Oberflächenwellen im Folgenden dennoch immer der Begriff Hochfrequenz verwendet.

<sup>5</sup>Als Spule wird entweder ein *YBCO*-Film auf einem Saphir Substrat oder Cu-Draht verwendet.

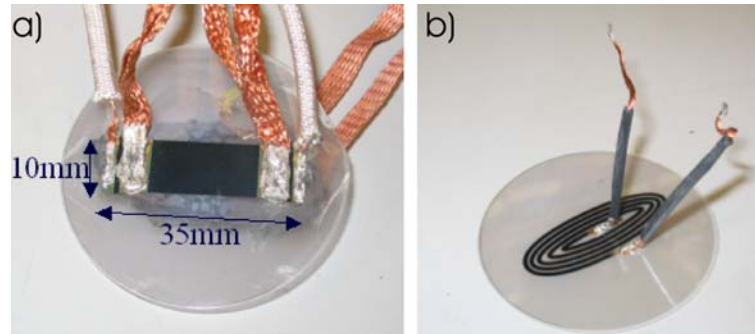


Abbildung 7.10: Aktives Bauelement: YBCO Streifen mit Kontaktierung (a), sowie Spule zur Einspeisung der Hochfrequenz (b).

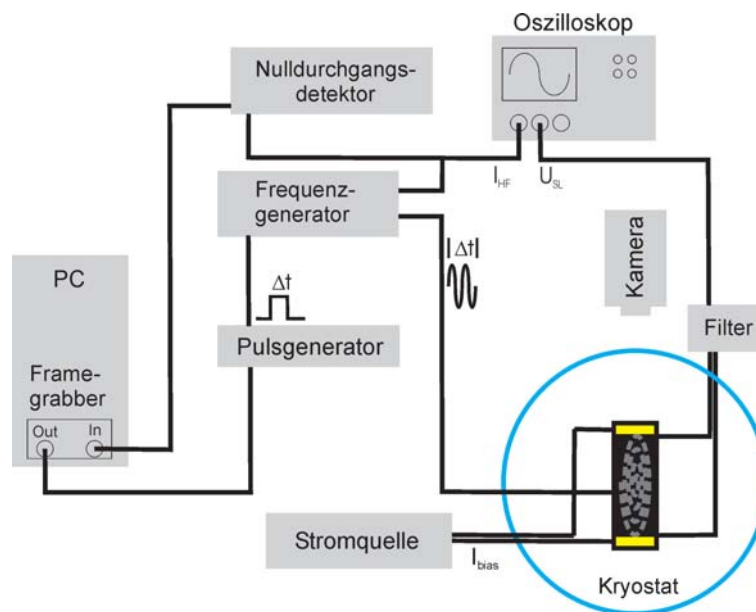


Abbildung 7.11: Schematischer Aufbau für die magnetooptischen Untersuchungen von YBCO in einem hochfrequenten Feld.

einen Nulldurchgangsdetektor gegeben. Dort wird der Zeitpunkt des Nulldurchgangs der HF festgestellt und an das Steuerprogramm übermittelt, was für die magnetooptischen Aufnahmen einzelner Halbwellen notwendig ist. Am Supraleiter selbst wird über einen Filter die Spannung abgegriffen. Außerdem erfolgt die Aufnahme des magnetooptischen Bildes über eine CCD-Kamera, welche ebenfalls über das Steuerprogramm geregelt wird.

### Typische Kennlinie

Der bei einem HF-induzierten Schaltvorgang typischerweise gemessene Strom- und Spannungsverlauf ist in Abbildung 7.12 gezeigt. Vom Pulsgenerator wurde ein  $40\mu\text{s}$  langes Rechtecksignal (grüne Kurve / Triggerpuls) an den Frequenzgenerator übermittelt. In schwarz dargestellt zeigt sich während dieser Zeit ein Spannungsabfall an der Spule. Betrachtet man den Verlauf der Spannung am *YBCO* Streifen (blau), so ist mit Einspeisung der Hochfrequenz bereits ein Spannungssprung am Supraleiter zu verzeichnen. Dieser ist eine direkte Folge der induktiven Kopplung der Ströme in der Spule und dem Vorstrom durch den *YBCO*-Streifen (rot). Die so bedingte erhöhte Dissipation im *YBCO* Streifen zeigt sich auch in einer leichten Reduzierung des angelegten Stromes.

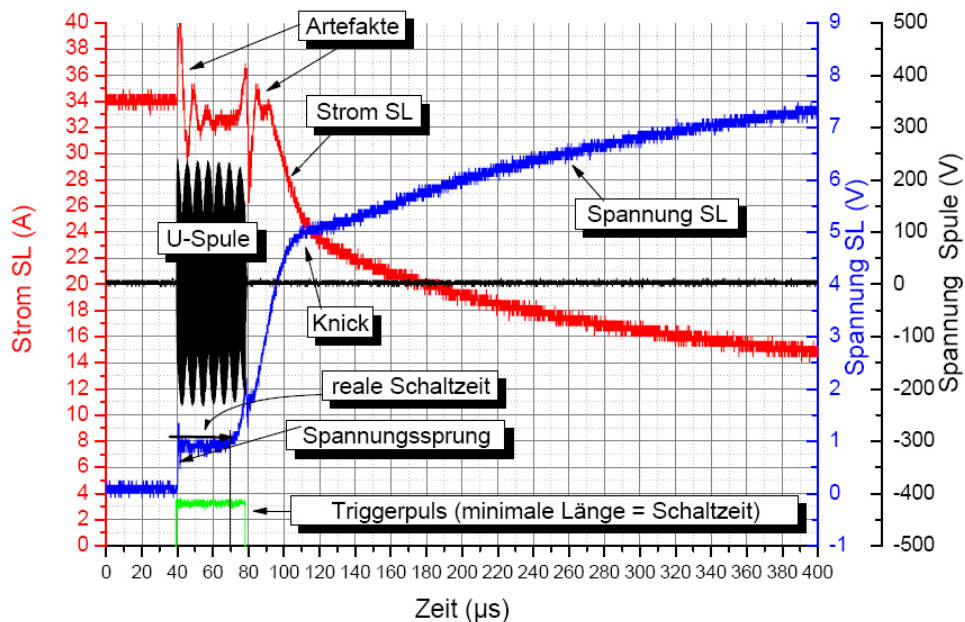


Abbildung 7.12: Typischerweise gemessener Strom- und Spannungsverlauf bei einem HF induzierten Schaltvorgang.



Kurz vor Ende des HF-Pulses steigt die Spannung weiter deutlich an. Nun befindet man sich im Bereich der ausgeprägten Eigenheizung des Systems. Das bedeutet, dass die Heizleistung des  $YBCO$  Streifens

$$P \sim \rho_{FF} I^2 \quad (7.14)$$

( $\rho_{FF}$ : spezifischer Widerstand im Flux-Flow Regime;  $I$ : Vorstrom durch den Supraleiter) deutlich stärker ist, als die Wärmeabfuhr durch das Substrat. Die Temperatur des  $YBCO$  Streifens steigt an. Dadurch reduziert sich die temperaturabhängige kritische Stromdichte des Systems<sup>6</sup>. Entspricht der anliegende Vorstrom dem temperaturabhängigen Schaltstrom, so findet der Übergang in die Normalleitung statt. Dementsprechend steigt das Spannungssignal stark an, bzw. das Stromsignal wird deutlich reduziert.

Die minimale Triggerpulslänge, die zur Auslösung dieses Vorgangs benötigt wird, definiert die Schaltzeit des Elements. Die reale Schaltzeit ist gegeben durch das Zeitintervall zwischen Beginn des Spannungssprungs und erneutem deutlichen Anstieg der Spannung.

Im weiteren Verlauf der Spannung zeigt sich ein Knick in der  $U(t)$  Kurve. An diesem Punkt ist der komplette  $YBCO$  Streifen in die Normalleitung übergegangen. Die nun folgende Spannungserhöhung ergibt sich gemäß dem Ohm'schen Gesetz.

Dieses Ergebnis zeigt, dass das anregende Hochfrequenzfeld auf die Flussverteilung im Supraleiter Einfluss nimmt, was mit Hilfe der Magnetooptik untersucht wird.

## Magnetooptische Untersuchungen

Einfluss der Spulenposition:

Zunächst stellte sich die Frage, ob die Position der Spule einen entscheidenden Einfluss auf die Schaltzeit hat. Dazu wurde die Spule in verschiedene Positionen bzgl. des  $YBCO$  Streifens gebracht (siehe Abb. 7.13) und die entsprechende Schaltzeit aufgenommen (siehe inverse Schaltzeit in Abb. 7.14). Dabei zeigt sich, dass die Schaltzeit für eine Position der Spule im oberen Bereich deutlich kürzer ist als für alle anderen Fälle.

Da der Schaltvorgang in Zusammenhang mit dem magnetischen Fluss im

---

<sup>6</sup>Beim kritischen Strom findet noch kein Übergang in die Normalleitung statt. Üblicherweise wird dieser definiert als der Strom, bei dem eine Spannung von  $1\mu V$  auf einer Leiterlänge von  $1mm$  abfällt. Der strominduzierte Übergang findet bei einem deutlich höheren Strom bzw. Spannungsabfall statt. Dieser Strom wird als Schaltstrom bezeichnet.

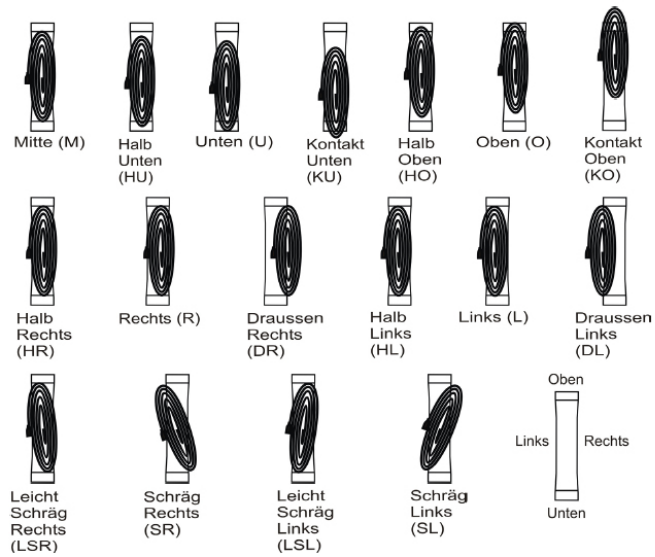


Abbildung 7.13: Schematische Zeichnung der Spulenpositionen bzgl. des *YBCO* Streifens.

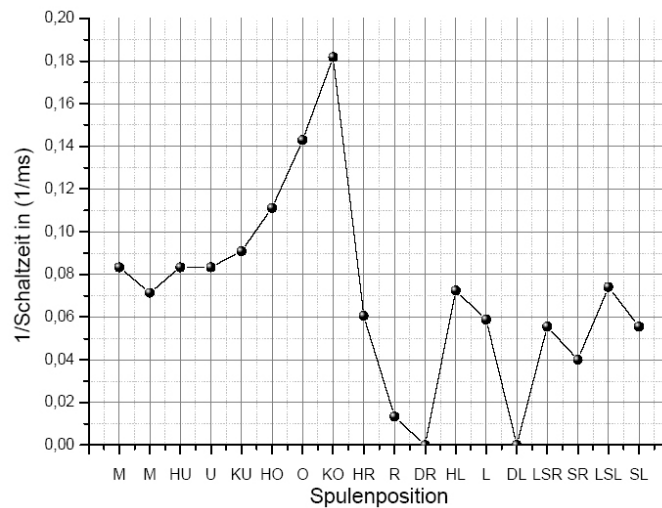


Abbildung 7.14: Gemessene Schaltzeiten für die in Abbildung 7.13 angegebenen Positionen.

Supraleiter steht, müssen sich die unterschiedlichen Positionen durch unterschiedliche Flussstrukturen auszeichnen. Um dies zu bestimmen, wurde der  $YBCO$  Streifen magnetooptisch bei einem externen Feld von  $6mT$  und  $10mT$  untersucht (siehe Abb. 7.15). Es zeigt sich deutlich, dass gerade im oberen Bereich viele Defekte vorhanden sind, die ein verstärktes Eindringen des magnetischen Flusses bedingen. Dies bestätigt die Annahme, dass der Einfluss des Hochfrequenzfeldes in direktem Zusammenhang mit dem magnetischen Fluss im Supraleiter steht. Auch zeigen die Aufnahmen, dass z.B. links mehr Defekte bzw. Fluss vorhanden sind, als rechts. Somit erklären sich die kürzeren Schaltzeiten von links (L) im Gegensatz zu rechts (R).

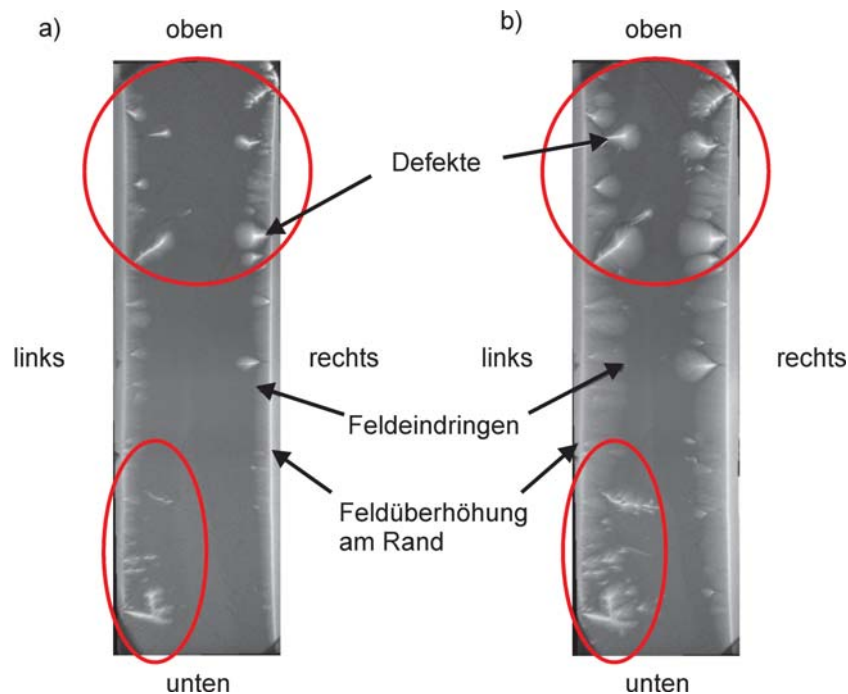


Abbildung 7.15: Magnetooptische Aufnahme des  $YBCO$  Streifens bei  $6mT$  (a) bzw.  $10mT$  (b).

Halbwellenaufgelöste Untersuchungen:

Um den Einfluss des Hochfrequenzfeldes genauer zu untersuchen, wurden Aufnahmen zu bestimmten Phasenlagen  $\phi$  innerhalb einer Welle durchgeführt. Die sich ergebenden magnetooptischen Aufnahmen sind in Abb. 7.16 gezeigt (Frequenz:  $f = 1kHz$ ; Vorstrom:  $I_{vor} = 20A$ ). In der Abbildung bezieht sich die Bildnummerierung  $x$  auf die entsprechende Phase  $\phi$  der dar-

gestellten Sinuswelle, wobei gilt:

$$\phi(x) = 2\pi \frac{x}{10}$$

Berücksichtigt man zunächst lediglich den Vorstrom durch den Supraleiter, so ergibt dieser ein Magnetfeld, das an den Rändern des Supraleiters jeweils in entgegengesetzte Richtung zeigt. Dies ist schematisch in der Abbildung dargestellt. Dementsprechend würde in einer magnetooptischen Aufnahme ein Rand des Supraleiters dunkel bzw. der andere hell erscheinen. Betrachtet man jedoch das erste Intervall der ersten Halbwelle (Aufnahme 1 in Abb. 7.16), so erkennt man an beiden Rändern des  $1\text{cm}$  breiten *YBCO* Streifens einen hellen Streifen und damit einen magnetischen Fluss, der in die gleiche Richtung zeigt. Dies bedeutet, dass das Flusseindringen im Wesentlichen durch die Einkopplung der Hochfrequenz in den Supraleiter bedingt ist. Die spiralenförmige Spule induziert dabei einen Kreisstrom im *YBCO* Streifen. Da die Feldlinien eines Kreisstromes an beiden Rändern des Supraleiters in die gleiche Richtung zeigen, ist somit die magnetooptische Aufnahme für beide Ränder identisch. Die Höhe dieses zusätzlich induzierten Stromes muss damit auch oberhalb des Vorstroms liegen, da kein nennenswerter Unterschied zwischen den beiden Rändern zu verzeichnen ist. Dies ist ebenfalls schematisch in der Zeichnung dargestellt. Der induzierte Kreisstrom addiert bzw. subtrahiert sich zum Vorstrom je nach Seite. Da er größer ist als der Vorstrom, zeigt er an den Rändern in unterschiedliche Richtungen. Somit ist die Feldrichtung am Rand identisch.

Des Weiteren sind in Bild 1 von Abb. 7.16 viele Defekte auszumachen (einige wurden umrahmt). Je nach Ort sind dabei zwei unterschiedliche Flussstrukturen zu erkennen. Defekte am Rand des Supraleiters (siehe Vergrößerung in Abb. 7.17a) zeichnen sich durch ein parabelförmiges Flusseindringen aus. Defekte im Inneren weisen dagegen eine Doppelparabel auf (siehe Vergrößerung in Abb. 7.17b).

Der Einfluss mesoskopischer Defekte auf die magnetische Flussverteilung im Supraleiter wurde in der Literatur intensiv untersucht [211]. Es wurde ein Modell aufgestellt, das die Stromverteilung aufgrund eines senkrechten Magnetfeldes für einen Typ II Supraleiter berechnet. Der Supraleiter enthält dabei einen zylindrischen Defekt, wie es schematisch in der Draufsicht in Abbildung 7.18a) gezeigt ist. Geht man von einer konstanten kritischen Stromdichte aus, muss der kritische Strom parallel zum Probenrand und parallel zum Kreisrand des zylindrischen Defekts verlaufen. Dies führt im Vergleich zum ungestörten Rand zu einem zusätzlichen Eindringen des Flusses im Bereich des Defektes, was durch die entsprechenden Stromlinien angezeigt ist. Jeder einzelne Strompfad weist dabei aber auch einen Knick auf, was zu der

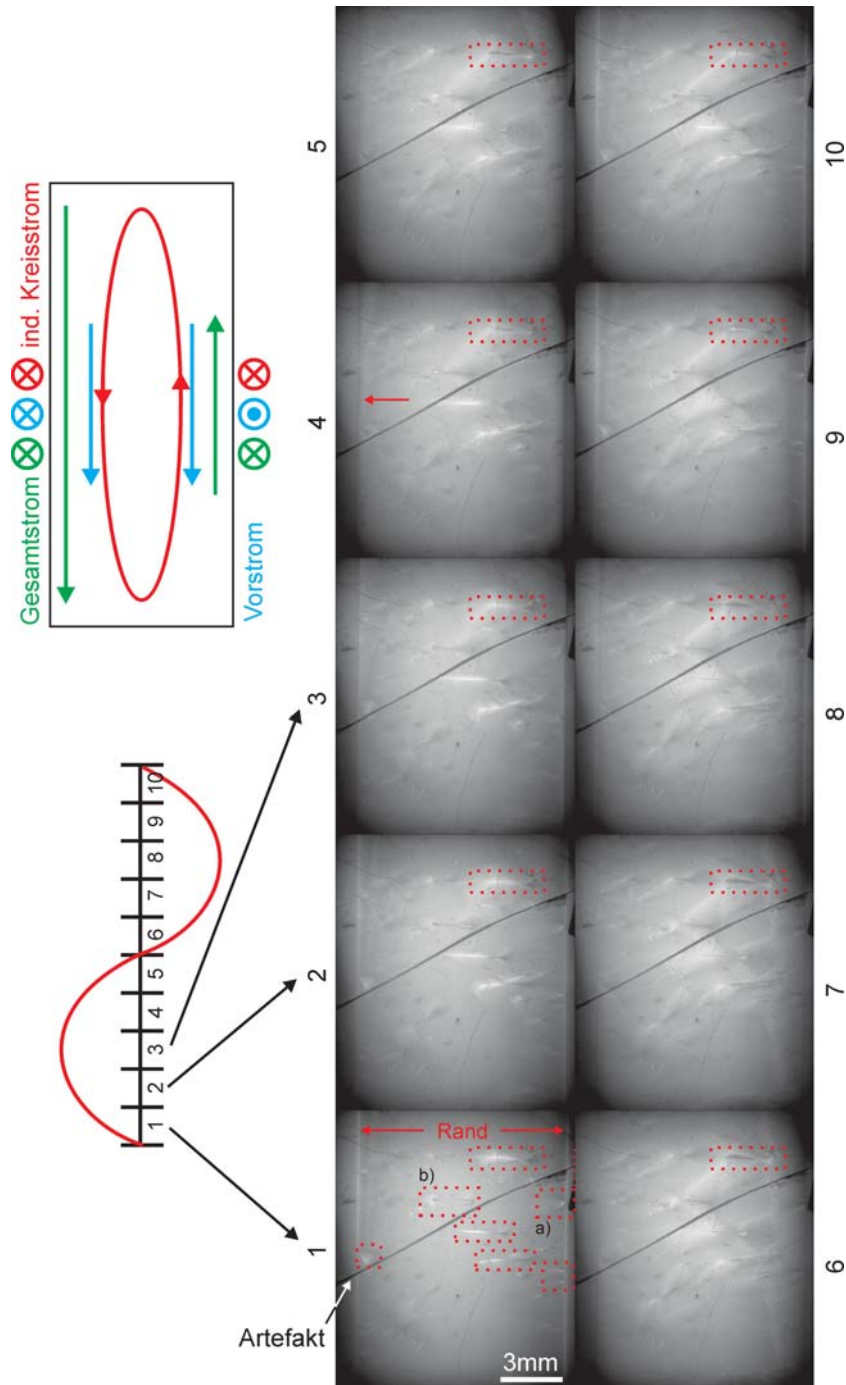


Abbildung 7.16: Halbwellenaufgelöste magnetooptische Untersuchungen von  $YBCO$  ( $f = 1kHz$ ,  $I_{vor} = 20A$ ).

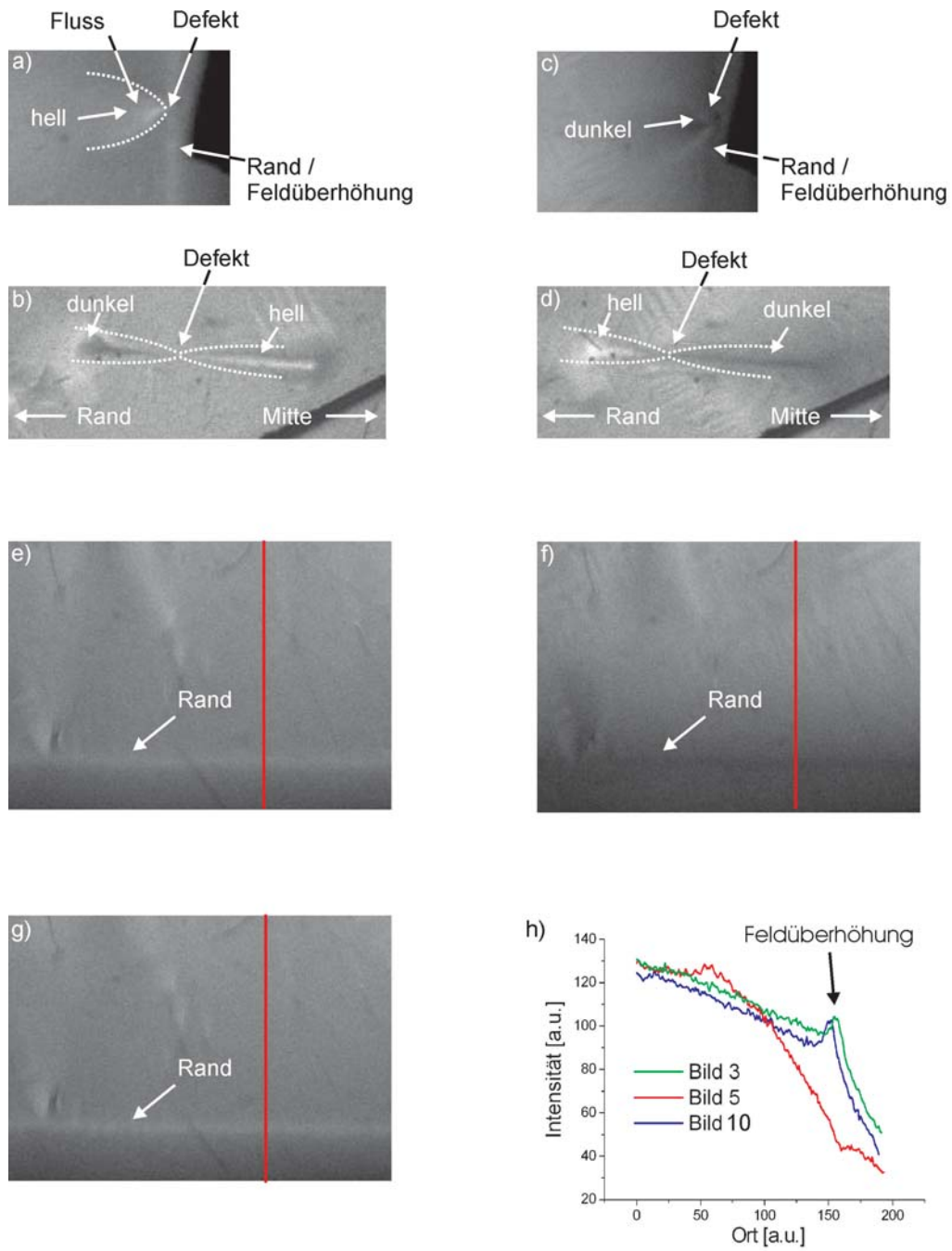


Abbildung 7.17: Vergrößerung zu den halbwellenaufgelösten magneto-optischen Untersuchungen von *YBCO*.

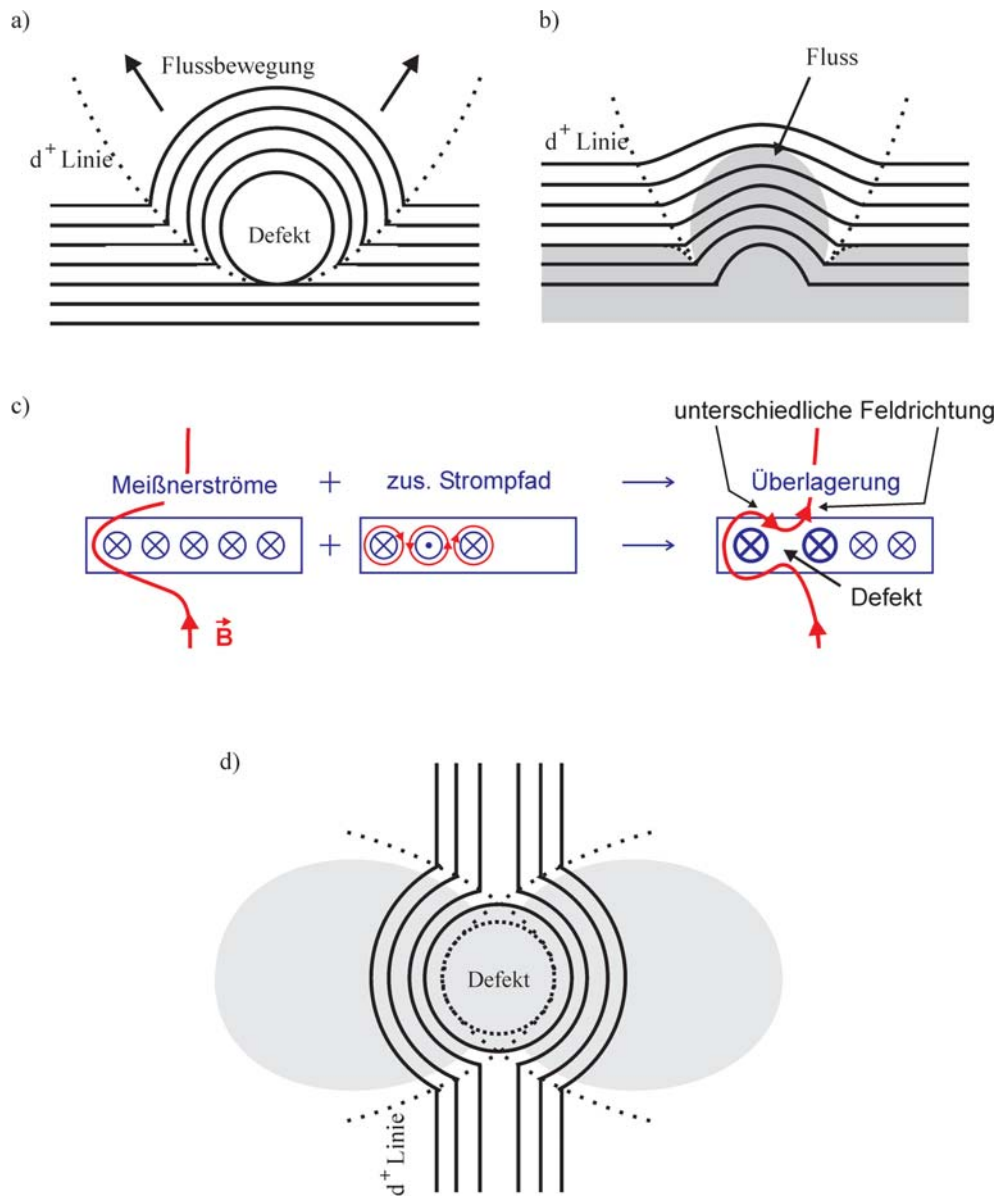


Abbildung 7.18: Stromverteilung um einen Defekt: a) zylindrischer Defekt; b) Film; c) Addition der Ströme; d) doppelte Parabelstruktur.

bereits oben erwähnten Diskontinuitätslinie führt. Entlang dieser Linie erfolgt eine optimale Abschirmung des externen Feldes.

Für einen dünnen Film muss dieses Modell erweitert werden [212–214], da die Abschirmströme auch in der Meissner Phase existieren. Eine entsprechende Stromverteilung ist in Abbildung 7.18b) zu sehen. Man kann davon ausgehen, dass der lokale kritische Strom als erstes im Apex erreicht wird. Dies ist die Folge eines schwächeren Abschirmstroms in diesem Bereich. Wieder ist das Abschirmverhalten entlang der  $d^+$  Linien am besten. Daraus folgt das in Abbildung b) in grau gezeigte Eindringverhalten des magnetischen Flusses, das gut mit den experimentellen Beobachtungen übereinstimmt.

Im Falle der doppelten Parabel geht man davon aus [214], dass der Defekt durch die Meissner Phase vom flussdurchdrungenen Rand getrennt ist. Betrachtet man die entstandene Flussstruktur genauer, so erkennt man, dass die dem Rand zugewandte Seite dunkel, bzw. die nach innen zeigende Seite hell erscheint (siehe Abb. 7.17b). Dies bedeutet, dass die weiter außen liegende dunkle Seite eine andere Flussrichtung (in  $z$ -Richtung) aufweist als die weiter innen liegende helle Seite. Eine solche hell/dunkel Struktur kann gedanklich durch eine Superposition der Meissnerströme und einem zusätzlichen Strompfad beschrieben werden. Dazu ist in Abb. 7.18c) der Supraleiter im Querschnitt gezeigt. Der zusätzliche Strompfad führt im Bereich des Defektes zu einer verschwindenden Stromdichte, bzw. verteilt die dort fehlende Stromdichte auf benachbarte Bereiche um. Superpositioniert man die Feldverteilung der einzelnen Strompfade, so kommt es zu einer umgekehrten Feldrichtung  $B_z$  im Bereich des Defektes, der dem Rand zugewandt ist. Dies wird durch die eingezeichnete Feldlinie in Abb. c) veranschaulicht. Damit erklärt sich die aufgetretene hell/dunkel Struktur.

Die Beschreibung der Ausbreitung der Flussstruktur in der Form von zwei Parabeln ist äquivalent zu der obigen Erklärung der Parabel am Rand. Nun umfließen jedoch den Defekt auf beiden Seiten Ströme (siehe Abb. 7.18d), so dass sich die Flussstruktur in beide Richtungen ausbreitet.

Wie verändert sich der Rand bzw. die Flussstruktur in den Defekten mit fortschreitender Phase? Nach Überschreiten des Maximums sieht man, dass sich das Feld an den Rändern umkehrt (siehe Pfeil in Bild 4 / Abb. 7.16). Sie erscheinen nun schwarz. Betrachtet man die Richtung des Flusses in den Defekten so erkennt man auch an diesen, dass sich die Feldrichtung umgekehrt hat (siehe Vergrößerung in Abb. 7.17c) und d)). Die Erklärung hierfür ist, dass sich der durch die Hochfrequenz induzierte Kreisstrom umgekehrt hat, da mit Überschreiten des Maximums der Welle sich das Vorzeichen für die Änderung des magnetischen Flusses pro Zeitintervall ändert. Die beobachteten Strukturen können dann äquivalent zu oben beschrieben werden; lediglich das Vorzeichen des Feldes ist umzukehren.



Abschließend soll noch der Randbereich für die Phasenlage  $\phi(x = 3)$  (Abb. 7.17e),  $\phi(x = 5)$  (Abb. 7.17f) und  $\phi(x = 10)$  (Abb. 7.17g) genauer betrachtet werden. Um die erhaltenen Flussstrukturen deutlicher darzustellen, sind zusätzlich die Intensitätsprofile in Abb. 7.17h) entlang der eingezeichneten roten Linien gegeben. Bild 3 und 10 sind dabei annähernd äquivalent, da in beiden Fällen die externe Hochfrequenz gerade um eine viertel Welle angestiegen ist. Für beide zeigt sich ein annähernd identisches Eindringen von Fluss in positiver Richtung (hell). Im Gegensatz dazu ergibt sich, wie erwähnt, in Bild 5 ein Fluss in negativer Richtung. Wesentlich ist dabei, dass das rote Intensitätsprofil von Bild 5 innerhalb des Supraleiters deutlich weniger Fluss aufweist (auf ca.  $\frac{1}{10}$  der Gesamtbreite). Da dieser Bereich in Bild 10 wieder komplett gefüllt ist, bedeutet dies, dass der induzierte Kreisstrom massiv magnetischen Fluss senkrecht zum Supraleiterrand mit jeder Halbwelle oszillierend verschiebt. Dadurch ergibt sich mit Einschalten der Hochfrequenz eine starke Dissipation, die in Abbildung 7.12 als Spannungssprung erkennbar war.

Dies gilt dabei nicht nur für den Rand, sondern auch für die Defekte. Deshalb wurde die kürzeste Schaltzeit bei einer optimalen Positionierung der Spule oberhalb der Defekte gefunden (vgl. Abb. 7.14).

Ist die Dissipation am Rand und in den Defekten größer als die Wärmeabfuhr, kommt es zu dem erwähnten Übergang in die Normalleitung.

Einfluss des anliegenden Vorstroms:

Wie bereits erwähnt, ist der eingestellte Vorstrom kaum in den magneto-optischen Aufnahmen zu erkennen. Damit stellt sich die Frage, ob dieser überhaupt wesentlich ist. Dazu sind an einem  $0.5\text{mm}$  breiten  $YBCO$  Streifen magneto-optische Aufnahmen für verschiedene Vorströme und zusätzlicher Belastung durch ein Hochfrequenzfeld durchgeführt worden (siehe Abb. 7.19). In Abb. a) ist zunächst die Aufnahme bei anliegendem Vorstrom ( $200\text{mA}$ ) ohne zusätzlichen Hochfrequenzpuls zu sehen. Das magneto-optische Signal des Stromes ist kaum zu erkennen. Im Anschluss daran wird ein  $100\text{ms}$  langer Puls ( $1\text{kHz}$ ) in die Spule eingekoppelt. Es zeigt sich (Abb. b) ein deutliches Eindringen des magnetischen Flusses. Dieses weist dabei ein leicht konvexes Verhalten auf. Im Anschluss wurde der Strom um  $20\text{mA}$  erhöht (Abb. c). Erneut ist kaum ein Einfluss des Vorstroms auszumachen (Abb. b) und c) sind annähernd identisch). Allerdings zeigt sich bei einem weiteren HF-Puls (Abb. d), dass Fluss in den Supraleiter eindringt. Wesentlich ist dabei folgendes: Koppelt man bei einem Vorstrom von  $200\text{mA}$  in die Spule zwei zeitlich separierte HF-Pulse mit je  $100\text{ms}$  Länge ein, so kann kein Unterschied in der Feldverteilung im Supraleiter festgestellt werden. Das erhöhte Flusseindringen bei  $220\text{mA}$  ist also auf die Stromerhöhung um  $20\text{mA}$  zurückzuführen. Dies

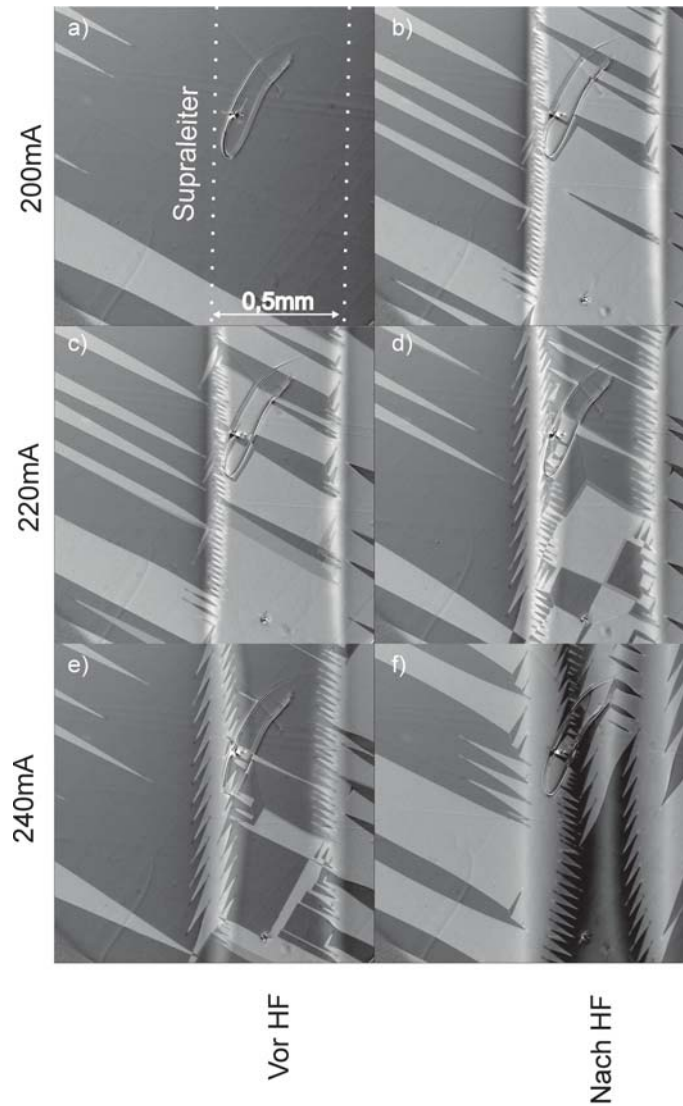


Abbildung 7.19: Einfluss des Vorstroms: a)  $200\text{mA}$  ohne HF; b)  $200\text{mA}$  und zusätzlicher HF Puls ( $100\text{ms}$ ,  $1\text{kHz}$ ), c) Stromerhöhung auf  $220\text{mA}$  (ohne HF) nach b); d)  $220\text{mA}$  und zusätzlicher HF Puls; e) Stromerhöhung  $240\text{mA}$  nach d); f)  $240\text{mA}$  und zusätzlicher HF Puls.

wird auch bei einer weiteren Erhöhung des Vorstroms um  $20\text{mA}$  (Abb. e) bestätigt. Erst bei einem erneuten HF Puls (Abb. f) kommt es zu einem deutlich vermehrten Eindringen.

Wie kann nun ein Vorstrom, obwohl er in der magnetooptischen Aufnahme keinen wesentlichen Beitrag liefert, dennoch zu einem deutlich verstärkten Flusseindringen führen? Dies lässt sich leicht anhand des Spannungsverlaufs für einen Supraleiter beim Übergang in die Normalleitung erklären. Ein solcher ist schematisch in Abb. 7.20 gezeigt. Allgemein gilt im Übergangsbereich Supraleitung/Normalleitung, dass die Spannung  $U$  gemäß dem Potenzgesetz

$$U = a \cdot I^n \quad (7.15)$$

mit steigendem Strom  $I$  zunimmt. Dabei ist ein messbarer Spannungsabfall erst oberhalb des kritischen Stromes  $I_c$  zu finden. Wird ein Vorstrom  $I_{vor} > I_c$  eingestellt, so zeigt sich ein erhöhter Spannungsabfall. Beim Anlegen des Hochfrequenzfeldes überlagert der induzierte Kreisstrom diesen Vorstrom. Entsprechend kommt es zu einer Oszillation des effektiven Stromes um  $I_{vor}$  mit der Amplitude  $I_{HF}$ , wobei eine deutlich erhöhte Spannung für  $I_{vor} + I_{HF}$  zu verzeichnen ist.

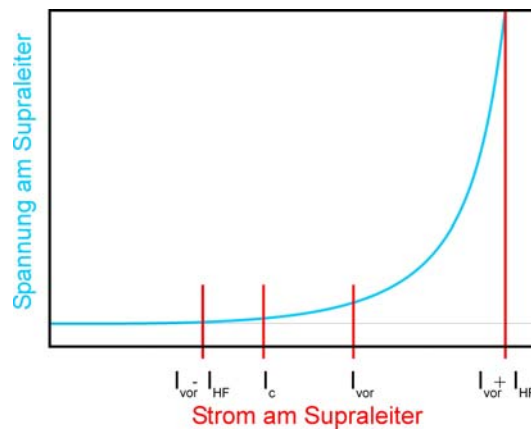


Abbildung 7.20: Abhängigkeit der Spannung am Supraleiter vom anliegenden Strom beim Übergang in die Normalleitung.

Betrachtet man den überproportionalen Verlauf der Spannungskurve, wird sofort einsichtig, dass eine geringfügige Erhöhung des Vorstroms keinen wesentlich höheren Spannungsabfall bedingt<sup>7</sup>. Dementsprechend ist das Flusseindringen für eine geringfügige Stromerhöhung niedrig. Dagegen bedingt eine geringfügige Verschiebung von  $I_{vor} + I_{HF}$ , welches in der steilen Flanke

<sup>7</sup>Der Vorstrom wird dabei immer knapp oberhalb des kritischen Stromes eingestellt, um einen selbstinduzierten Übergang zu verhindern. Ein solcher tritt ein, wenn die Wärmezufuhr größer ist als die Wärmeabfuhr.

des potenziellen Verlaufs der Spannung zu finden ist, einen deutlich höheren Spannungsabfall, oder eben ein deutlich verstärktes Eindringen.

In Abb. 7.19 ist auch zu erkennen, dass sich mit Anlegen des Hochfrequenzpulses ein konvexes Eindringen des magnetischen Flusses ausbildet. Um dessen Ursache genauer zu identifizieren wurden Untersuchungen im externen Feld durchgeführt.

Symmetrie des eingedrungenen Feldes:

Wie im vorangegangenen Abschnitt erwähnt, erweckt es den Eindruck, dass es aufgrund der Hochfrequenz zu einem konvexen Eindringen des magnetischen Feldes kommt. Um Artefakte (z.B. von Kontaktstellen, etc.) auszuschließen, wurde zunächst ein  $0.5\text{mm} \times 2.5\text{mm}$  großer *YBCO* Streifen in einem homogenen externen Feld von 2 -  $8\text{mT}$  untersucht (siehe Abb. 7.21 linke Spalte - ohne HF). Wie die Aufnahmen zeigen, findet ein gleich tiefes, homogenes Eindringen des magnetischen Feldes entlang der Ränder statt.

Für die gleichen Feldeinstellungen wurde dann der Einfluss der Hochfrequenz betrachtet ( $100\text{ms}$  Puls,  $1\text{kHz}$ ). Um die Veränderung in der Flussstruktur zu verdeutlichen, wurde in die Aufnahme für  $4\text{mT}$  (rechte Spalte / mit HF) in rot die Form des eingedrungenen Magnetfeldes für den Fall des reinen externen Feldes eingetragen. Neben einem deutlich tieferen Eindringen ist auch die Ausbildung einer konvexen Flussfront festzustellen.

Die Ursache hierfür wird in dem Verlauf der induzierten Strombahnen gesehen. Diese können prinzipiell als eine Spiegelung der Leiterbahnen der verwendeten Spule dargestellt werden (siehe Abb. 7.10b)). Die elliptische Spule wird dabei für das Experiment mit dem *YBCO* Streifen zur Deckung gebracht. Der induzierte Stromverlauf kann damit äquivalent zu den Strombahnen von Abb. 7.8f) angegeben werden und das konvexe Eindringen gleichermaßen beschrieben werden.

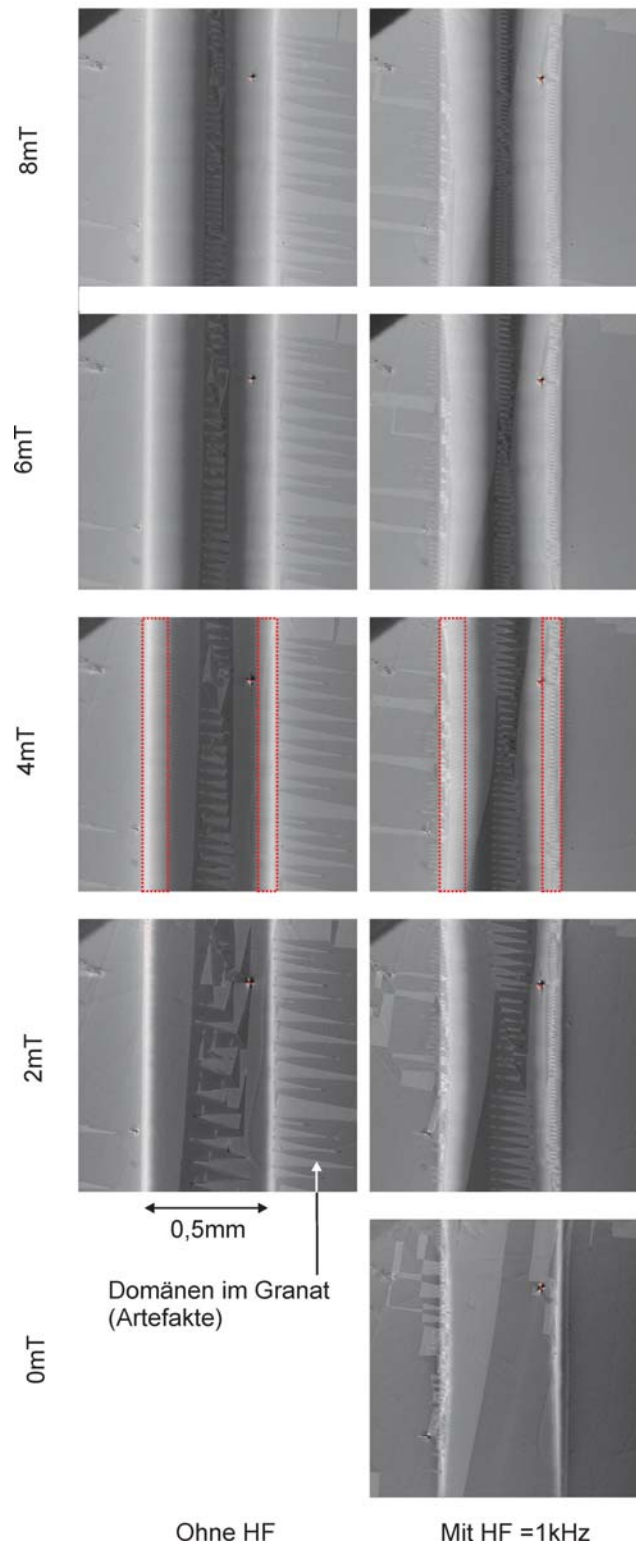


Abbildung 7.21: Form des eingedrungenen Feldes: rein externes Feld (links) bzw. externes Feld überlagert mit HF induziertem Feld (rechts).

Einfluss der Frequenz auf das Eindringverhalten:

In der Abbildung 7.22 ist für verschiedene Frequenzen bei gleicher Pulslänge und Amplitude der eingedrungene Fluss nach der ersten Halbwelle gezeigt. Um einen Vergleich der Aufnahmen zu erleichtern, wurde jeweils eine rote Linie im gleichen Abstand zum Rand des Supraleiters eingetragen. Wie in der Abbildung zu erkennen ist, nimmt mit steigender Frequenz die Eindringtiefe und damit der insgesamt eingedrungene magnetische Fluss ab. Wie kann dieses Verhalten erklärt werden?

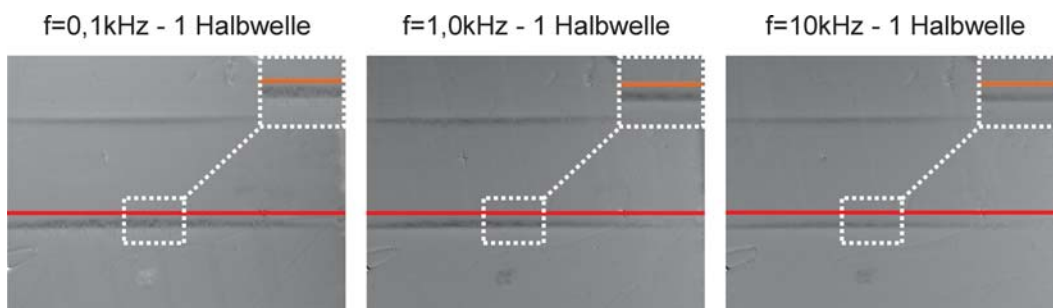


Abbildung 7.22: Einfluss verschiedener Frequenzen auf das Eindringverhalten.

Da die Amplitude des in die Spule eingekoppelten Stromes konstant gehalten wurde, scheidet eine Stromschwankung als Ursache aus. Das veränderte Eindringverhalten muss damit in direktem Zusammenhang mit der Frequenz stehen. Als Grund wird deshalb eher das thermische Verhalten der Probe gesehen. Grundsätzlich gilt, dass bei einem konstanten Strom magnetischer Fluss umso tiefer eindringt, je wärmer das System ist. Einerseits wird hier dem System periodisch Wärme über sinusförmig induzierten Strom zugeführt. Andererseits wird kontinuierlich Wärme vom supraleitenden Film an das Substrat abgegeben.

Die Problematik einer frequenzabhängigen Temperaturerhöhung wurde bereits intensiv für elektronische Bauteile auf einem Chip untersucht [215]. Danach kommt es bei gleicher zeitlich gemittelter Heizleistung in einem Leiter bei niedriger Frequenz zu stärkeren Schwankungen um eine mittlere Temperatur, also auch zu höheren Temperaturmaxima, als bei hoher Frequenz, bei der die Temperaturschwankungen um den gleichen Mittelwert wesentlich kleiner sind. Das ist anschaulich klar, wenn man die Frequenz gegen Null gehen lässt (quasistationärer Fall), und kann auch analytisch aus der Wärmeleitungsglei-

chung hergeleitet werden. Es ergibt sich für die Temperaturschwankung  $\Delta T$  nach [215]:

$$\Delta T \sim \frac{1}{\omega} \quad (7.16)$$

Kleinere Frequenzen ergeben also eine stärkere Temperaturschwankung  $\Delta T$  und damit (kurzzeitig) höhere Temperaturen. Diese sind jedoch maßgeblich für das Eindringen des Feldes, welches sich auf einer deutlich kürzeren Zeitskala ereignet.

Die Annahme einer thermischen Ursache bestätigen auch Untersuchungen an  $MgB_2$ , bei denen die Masse des Substrates halbiert wurde. Es zeigte sich bei identischem Supraleiter für eine kleinere Substratmasse ein stärkeres Eindringen (siehe Kapitel 7.5.2). Bevor jedoch darauf eingegangen wird, soll zunächst das Eindringen des magnetischen Feldes in  $MgB_2$  allgemein betrachtet werden.





## 7.5 $MgB_2$

Im Folgenden Kapitel soll das Eindringen des magnetischen Flusses in  $MgB_2$  Filme betrachtet werden. Magnetooptische Untersuchungen von Einkristallen werden in der Literatur diskutiert [216–228].

### 7.5.1 Feldeindringen im externen Feld

Im Falle von  $MgB_2$  treten zwei unterschiedliche Arten des Feldeindringens auf. Im gesamten Temperaturbereich unterhalb von  $T_c$  zeigt sich ein homogenes Eindringen des magnetischen Feldes. Zusätzlich tritt unterhalb von ca.  $10K$  das sogenannte dendritische Eindringen auf, das im Rahmen einer thermomagnetischen Instabilität beschrieben werden kann. Beide Formen sollen näher betrachtet.

#### Homogenes Eindringen

Das homogene Feldeindringen kann äquivalent zur obigen Beschreibung von  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  erfolgen. In Abbildung 7.23 ist die magnetooptische Aufnahme einer mittels Laserablation hergestellten nano kristallinen  $MgB_2$  Probe in einem externen Feld von  $0.3mT$  ( $T \approx 15K$ ) gezeigt. Neben den Domänen des Indikatorfilms erkennt man die Flusserrhöhung am Rand des Supraleiters. Um diese zu verdeutlichen wurde das Höhenprofil in dem markierten Bereich in die Abbildung mit eingefügt. Deutlich zeigt das Profil einen Peak, der einer Feldüberhöhung von  $B = 0.6mT$  entspricht. Im Bereich außerhalb des Supraleiters reduziert sich das Feld auf die extern eingestellten  $0.3mT$ . Innerhalb des Supraleiters fällt das Magnetfeld auf Null ab. Des weiteren können in der Aufnahme Defekte (z.B. Kratzer im Supraleiter) ausgemacht werden. Entlang dieser Kratzer dringt Fluss verstärkt in das Innere vor.

Im Folgenden soll der in Abbildung 7.23 eingezeichnete Bereich näher betrachtet werden. Dazu ist in Abbildung 7.24 eine Vergrößerung dieses Ausschnittes für  $0.3mT$  (a);  $0.7mT$  (b);  $1.0mT$  (c) und  $1.6mT$  (d) gezeigt.

Die rechte Seite von Abbildung 7.24a) zeigt den Rand des Supraleiters. Fluss dringt von dort in den Supraleiter ein. In der Mitte des Bildes ist ein Kratzer in der Probe zu erkennen. Dieser ist bereits vollständig mit Fluss gefüllt. Wird das externe Feld auf  $0.7mT$  erhöht (Abbildung b), dringt Fluss, ausgehend von beiden Rändern des Kratzers, in die Probe ein. Dabei zeigt sich ein verstärktes Eindringen in die linke Seite.

Wie kann dies erklärt werden? Einerseits wird die Freie Energie des Systems reduziert, wenn das Material in den supraleitenden Zustand übergeht, d.h. Elektronen sich zu Cooper Paaren binden. Andererseits muss das magnetische Feld aus dem supraleitenden Bereich herausgedrängt werden. Dies

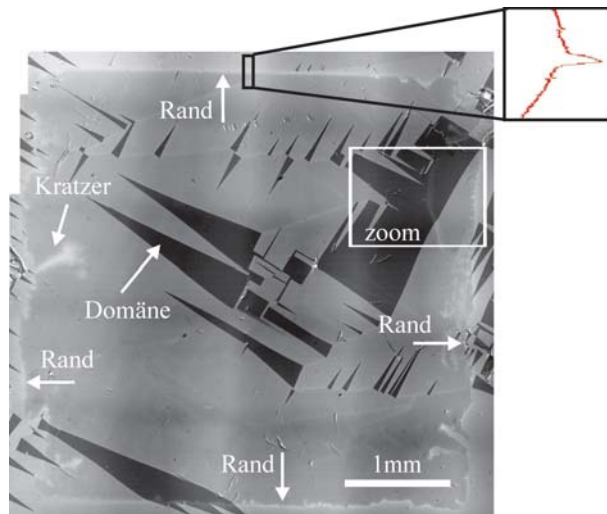


Abbildung 7.23: Magneto-optische Aufnahme einer  $MgB_2$  Probe in einem externen Feld von 0.3mT.

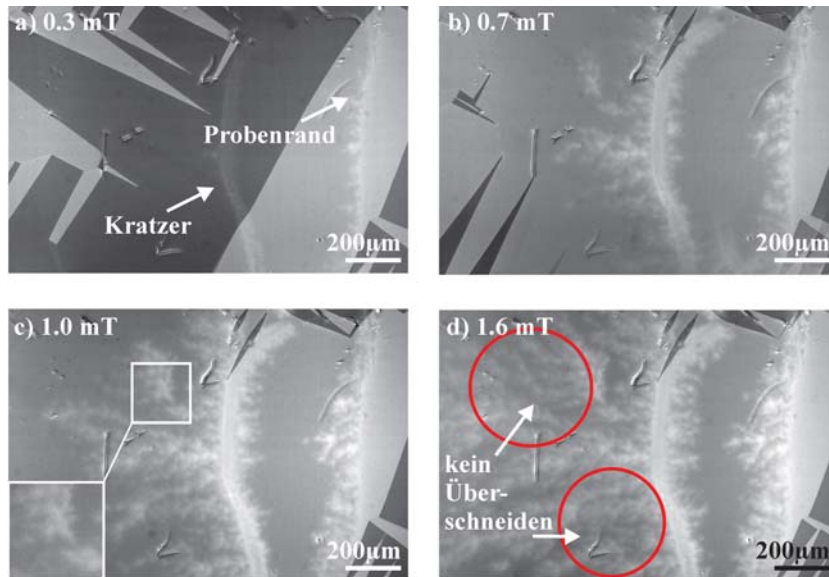


Abbildung 7.24: Magneto-optische Aufnahme eines Kratzers bei a) 0.3mT; b) 0.7mT; c) 1.0mT und d) 1.6mT.

führt wiederum zu einer Erhöhung der Freien Energie, da nun die Feldlinien nicht mehr geradlinig verlaufen können. Aus diesem Grund wird magnetischer Fluss, der in den Supraleiter eindringen kann, versuchen, wieder den geradlinigen Feldverlauf herzustellen und sich somit in eine bestimmte Richtung bewegen. Aufgrund der Verbiegung der Feldlinien ist offensichtlich, dass diese Bewegungsrichtung zur Probenmitte hin erfolgen muss. Allerdings enthält der Kratzer eine relativ hohe Flussdichte, die einen magnetischen Druck zu beiden Seiten des Kratzers bedingt. Damit findet auch ein geringeres Flusseindringen nach rechts, d.h. zum Probenrand hin, statt.

Bei einem weiteren Erhöhen des Magnetfeldes ( $1.0mT$  Abb. c) bzw.  $1.6mT$  Abb. d)) zeigt sich eine kontinuierliche Flussbewegung in den Supraleiter entlang der bereits flussdurchdrungenen Bereiche. Wird das Experiment wiederholt, so ergibt sich exakt die gleiche Flussverteilung. Aus diesem Grund wird angenommen, dass die Flussverteilung direkt mit der Anordnung der Defekte in der Probe korreliert.

Im Vergleich zu den  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ -Filmen findet sich in diesen magneto-optischen Aufnahmen eine starke Verzweigung der Flussstruktur. Dies wird auf die Qualität der Schichten zurückgeführt. Bei den  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  Proben handelte es sich um großflächig homogen gewachsene Filme, wohingegen die  $MgB_2$  Schichten eine nano kristalline Struktur aufwiesen.

Diese zweigförmige Flussstruktur kann äquivalent zu dem in Abbildung 7.18a) und b) vorgestellten Modell erklärt werden. Der Abschirmstrom fließt parallel zum Probenrand bzw. zu den Defekten. Dies führt im Vergleich zum ungestörten Rand zu einem zusätzlichen Eindringen des Flusses im Bereich des Defektes. Daraus folgt das in Abbildung 7.18b) in grau gezeigte Eindringverhalten des magnetischen Flusses. Wie im Fall von  $YBCO$  erklärt dieses Modell auch die Flussverteilung in Form von vielen Ästen bei den hier verwendeten nano kristallinen Proben, die eine Vielzahl von Defekten enthalten. Betrachtet man Abbildung 7.24c) genauer (siehe Inset), so zeigt sich, dass die Zweige nicht durchgehend über die gleiche Breite mit magnetischem Fluss gefüllt, sondern zum Teil stark eingeschnürt sind. Dies kann durch eine unterschiedliche Qualität der Körner erklärt werden. Der magnetische Fluss bewegt sich entlang der schwächsten Bereiche. Dies sind Korngrenzen und Körner mit reduzierten supraleitenden Eigenschaften. Körner mit höherer kritischer Stromdichte bleiben feldfrei.

Außerdem ist zu erkennen, dass sich die einzelnen Zweige nicht überschneiden oder vermischen, wie es z.B. in Abbildung 7.24d) (Kreise) zu erkennen ist. Dies kann z.B. durch die abstoßende Wechselwirkung zwischen den einzelnen Flussschläuchen erklärt werden oder -entsprechend der Ginzburg-Landau Theorie- durch das Bestreben möglichst viele Supraleiter/Normalleiter Grenzflächen zu bilden, um die Freie Energie zu minimieren.

Letztlich sind in Abbildung 7.25 noch magneto-optische Aufnahmen der gesamten Probe für  $1.6\text{mT}$  (a);  $2.2\text{mT}$  (b);  $4.1\text{mT}$  (c) und  $10.3\text{mT}$  (d) gezeigt.

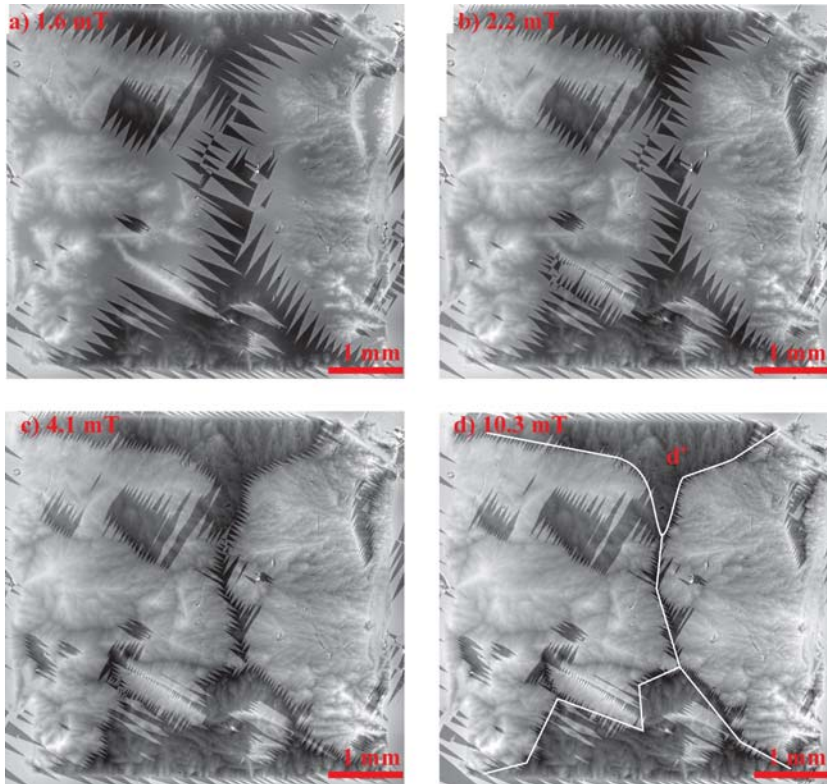


Abbildung 7.25: Magneto-optische Aufnahme der gesamten Probe bei a)  $1.6\text{mT}$ ; b)  $2.2\text{mT}$ ; c)  $4.1\text{mT}$  und d)  $10.3\text{mT}$ .

Die beobachtete Flussverteilung ergibt nicht die Symmetrie wie im Falle von  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (vgl. Abbildung 7.8). Dennoch kann eine  $d^+$  Linie ausgemacht werden (siehe Abb. d). Es zeigt sich ein starkes Flusseindringen sowohl von links, als auch von rechts. Der obere und der untere Bereich<sup>8</sup> zeigt ein geringeres Flusseindringen, was den Rückschluss auf bessere supraleitende Eigenschaften zulässt.

Bei einem externen Feld von ca.  $4\text{mT}$  (Abb. c) ist beinahe die gesamte Probe mit Fluss gefüllt. Im Vergleich dazu zeigt die Aufnahme bei  $10\text{mT}$  (Abb. d) die gleiche Flussverteilung, d.h. die gleich Form und Größe der Zweige. Der magnetische Fluss konnte also nicht mehr weiter in den Supraleiter eindrin-

<sup>8</sup>Hierbei handelte es sich um den abgeschatteten Bereich während der Ablation.

gen und die  $d^+$  Linie überschreiten. Lediglich die Flussdichte innerhalb der Zweige ist angestiegen.

### Dendritisches Eindringen

Bei Temperaturen unterhalb von  $10K$  kommt eine weitere Variation für das Eindringverhalten des magnetischen Flusses in  $MgB_2$  hinzu. Der erste Hinweis hierfür zeigte sich bei Magnetisierungsmessungen im senkrechten Feld [229]. Unterhalb von  $10K$  wurden Fluktuationen in der Hystereseschleife festgestellt. Dies erklärte man sich durch spontane Flusssprünge in den bzw. innerhalb des Supraleiters.

Magnetooptische Messungen zeigten dann, dass der magnetische Fluss spontan zweigförmig, als sogenannte Dendriten, in den Supraleiter eindrang. Die Bildung von engen, verzweigten Kanälen, die viel magnetischen Fluss enthalten, wurde auch schon bei anderen supraleitenden Systemen beobachtet (z.B.  $Nb$  [230–234],  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  [235,236] und  $Nb_3Sn$  [237]). Wohingegen z.B. bei  $YBCO$  die Dendriten nur bei hohen Feldern (einige  $T$ ) und/oder bei deutlich tieferen Temperaturen auftreten, erscheinen sie bei  $MgB_2$  bei niedrigen Feldern (einige  $mT$ ) und moderaten Temperaturen ( $< 10K$ ) [238–249].

In Abbildung 7.26 ist die Ausbildung solcher Dendriten für die oben besprochene nano kristalline Probe bei  $5K$  zu sehen. Abbildung 7.26a) zeigt die magnetooptische Aufnahme bei einem externen Feld von  $0.4mT$ . Am Rand des Supraleiters ist die bekannte Feldüberhöhung (ca.  $0.5mT$ ) zu sehen. Wird das äußere Feld auf  $1.1mT$  erhöht (Aufnahme b), so steigt die Feldüberhöhung am Rand auf  $B = 2.0mT$ . Außerdem zeigt sich, dass Fluss plötzlich in Form eines langen Zweiges (Dendrit) in den Supraleiter eingedrungen ist. Entlang des restlichen Randbereichs ist das gewohnte homogene Eindringen des Flusses mit steigendem Feld zu finden. Wird das Feld auf  $1.2mT$  ( $B_{Rand} = 2.3mT$ ) erhöht, so zeigt sich ein zweiter Dendrit. Wesentlich ist dabei, dass der erste Dendrit in seiner Form erhalten bleibt. Im Gegensatz dazu schreitet das homogene Eindringen weiter fort (siehe rote Ellipse). Betrachtet man die Vergrößerung in Abbildung 7.26c), so zeigen sich im Vergleich zu dem oben diskutierten homogenen Eindringen keine Einschnürungen in der Flussstruktur. Somit spielt aufgrund des sehr schnellen Eindringens der Dendriten die Qualität der einzelnen Körner eine untergeordnete Rolle. Eine weitere Erhöhung des Feldes führt zu neuen Dendriten ( $1.4mT$ ;  $B_{Rand} = 2.6mT$  (Abb. d) und  $1.7mT$ ;  $B_{Rand} = 2.9mT$  (Abb. e). Die bereits entstandenen Dendriten bleiben weiter unverändert.

Es sollen nun die Eigenschaften der Dendriten genauer herausgearbeitet werden.

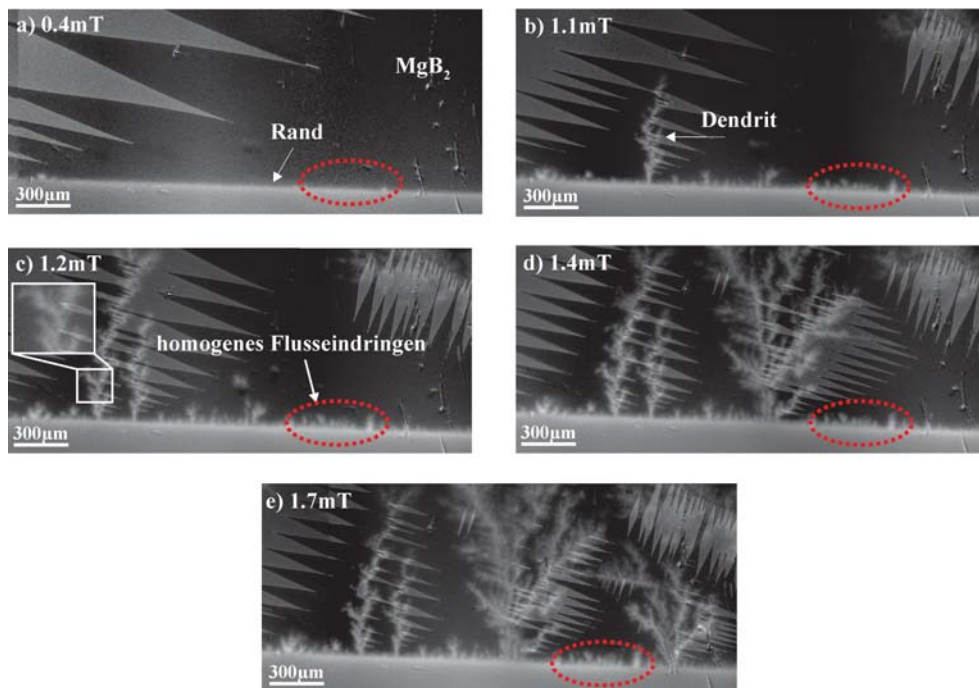


Abbildung 7.26: Bildung von Dendriten in  $MgB_2$  bei verschiedenen Feldern.

Form der Dendriten:

Zunächst wurde die Temperatur variiert, um die Veränderung der Dendritenform zu studieren. Dazu sind magnetooptische Aufnahmen bei  $3.5K$ ,  $6K$  und  $9K$  durchgeführt worden (siehe Abb. 7.27). Es zeigt sich ein Übergang von einer quasi eindimensionalen oder linearen Struktur bei tiefen Temperaturen zu einer zweidimensionalen bzw. verzweigten Form für höhere Temperaturen. Oberhalb von  $10K$  treten keine Dendriten mehr auf.

Wie kann ein solches Verhalten interpretiert werden? Im Allgemeinen wird die Dendritenbildung auf eine thermomagnetische Instabilität zurückgeführt [229,239,240,245]. Nach diesem Modell bedingt die durch die Bewegung eines Flussschlauchs frei gesetzte Energie eine lokale Temperaturerhöhung. Diese wiederum kann dazu führen, dass sich weitere Flussschläuche von ihren Piningzentren lösen und ebenfalls Energie dissipieren. Diese positive Rückkopplung kann eine Lawine bzw. einen Dendriten ergeben.

Je tiefer die Temperatur ist, umso geringer ist die spezifische Wärmekapazität der Probe. Entsprechend größer ist die durch die Flussschlauchbewegung

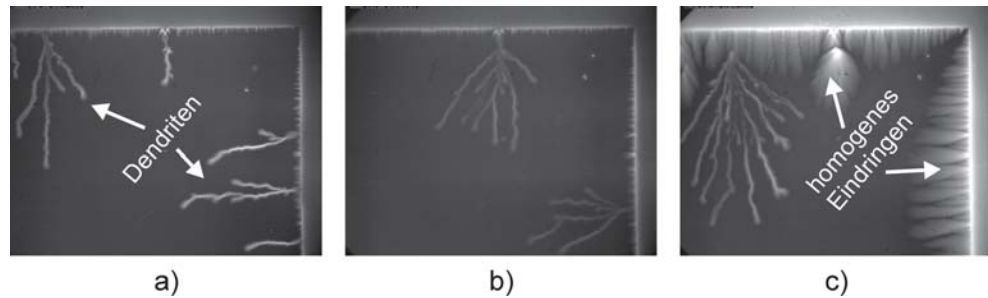


Abbildung 7.27: Bildung von Dendriten in  $MgB_2$  bei verschiedenen Temperaturen: 3.5K (a), 6K (b) und 9K (c). Mit steigender Temperatur nimmt die Zahl der Verzweigungen zu.

induzierte Temperaturerhöhung. Damit ist einsichtig, dass es eine obere Temperaturgrenze geben muss, ab der die Temperaturerhöhung zu gering ist, um die Instabilität für eine ausgedehnte Lawine zu erzeugen.

Dass die Verzweigung ebenfalls eine Folge der Temperaturabhängigkeit der physikalischen Größen (spezifische Wärmekapazität, Flusschlauchverschiebung, Pinningpotenzial etc.) ist, konnte durch Simulationen in [229] gezeigt werden. Dabei wurde angenommen, dass

- eine thermomagnetische Instabilität vorliegt.
- die Meissnerströme in der kompletten Probe fließen (für Filme erfüllt).
- das Pinningpotenzial unabhängig von der Position ist. (Ist zulässig, da bei Wiederholung des Experimentes die Dendriten nicht identisch sind.)
- die Flusschlauch-Flusschlauch Abstoßung langreichweitig ist.

Die Simulationen ergaben eine sehr gute Übereinstimmung mit den Experimenten. Es konnte sowohl die Ausbildung von verzweigten Strukturen für höhere Temperaturen, als auch das Ausbleiben der Dendriten oberhalb 10K reproduziert werden.

Dendritenbildung im steigenden Magnetfeld:

Dazu sind in Abbildung 7.28 magnetooptische Aufnahmen bei 5K und 10mT (a), 20mT (b) bzw. 16mT nach 20mT (c) gezeigt. Die Beobachtungen können wie folgt zusammengefasst werden:

- Dendriten entstehen spontan oberhalb eines von der Probe und den äußeren Bedingungen abhängigen Schwellenwertes (hier ca. 8mT / s.u.).

- Bei einer Wiederholung des Experimentes entstehen die Dendriten nicht zwangsläufig an der gleichen Stelle. Auch ist ihre Form immer unterschiedlich. Dies ist ein Indiz dafür, dass es sich um ein selbstorganisiertes kritisches System handelt (s.u.).
- Durch Höhenprofile quer zum Dendriten konnte nachgewiesen werden, dass das Maximum des Flusses innerhalb eines Dendriten sich in der Mitte befindet. Es zeigt sich ein Gradient zum Rand hin, der einen ähnlichen, z.T. etwas steileren, Verlauf als an der Kante des Supraleiters aufweist (siehe Profile in Abb. a). Dies zeigt, dass der Fluss im Inneren des Dendriten komplett flüssig ist und eine hohe Dichte aufweist - vergleichbar mit dem Probenrand.
- Die Spitzen der Dendriten sind breiter als der anfängliche Bereich (vgl. 1 in Abb. a), wobei der maximale Fluss in der Mitte in diesen Bereichen reduziert ist. Die Verbreiterung wird auf die Abnahme der Geschwindigkeit des Dendriten zurückgeführt. Je langsamer er sich ausbreitet, umso mehr kann die vorderste Front die Umgebung erwärmen. Entsprechend mehr wird die temperaturabhängige kritische Stromdichte reduziert, d.h. umso tiefer kann das Feld eindringen.
- Die entstandenen Dendriten bleiben trotz kontinuierlichem Erhöhen des äußeren Feldes "eingefroren". Aus diesem Grund enthalten Dendriten, die bei einem höheren Feld entstanden sind, mehr Fluss, d.h. sie erscheinen heller (vgl. 2 in Abb. a) und b).  
Warum bilden sich innerhalb des Dendriten mit zunehmendem Feld keine weiteren? Durch die Ausbildung des Dendriten wird der überkritische Zustand in diesem Bereich relaxiert. Da kein weiterer Fluss bei einer Felderhöhung in den Dendriten eindringt<sup>9</sup>, ist das Auftreten einer thermomagnetischen Instabilität nicht mehr möglich ist. Dabei wird das weitere Flusseindringen in den Dendriten durch die gegenseitige Abstoßung und die hohe Flussdichte, die bereits im Dendriten herrscht, unterbunden.
- Dendriten kreuzen nicht die Diskontinuitätslinie, also die Winkelhalbierende der Probe. Es zeigt sich immer ein Abbiegen der Dendriten (siehe z.B. 3 in Abb. b). Dies ist dadurch begründet, dass die Abschirmströme aufgrund der Geometrie der Probe eine Biegung um 90° entlang der Winkelhalbierenden aufweisen. Entsprechend sind die auf

---

<sup>9</sup>Dies wird auf die im Vergleich zum Rand höhere Flussdichte im Dendriten zurückgeführt (vgl. Höhenprofil in Abb. 7.28a).



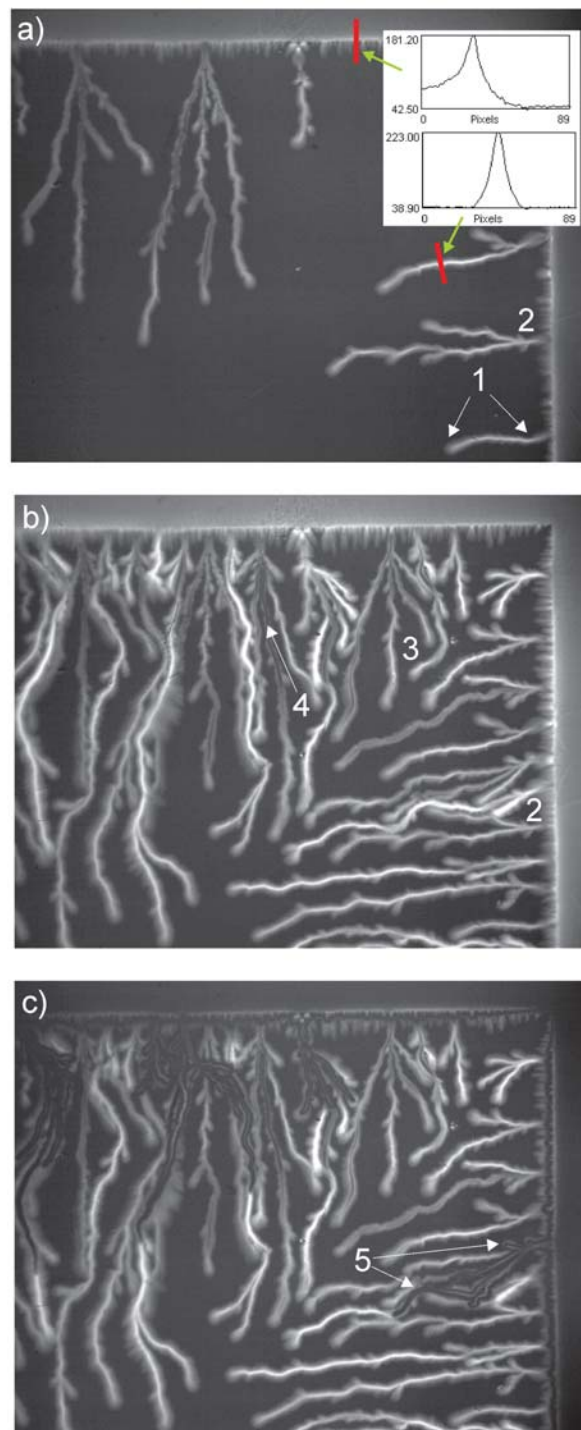


Abbildung 7.28: Bildung von Dendriten in  $MgB_2$  bei verschiedenen Feldern:  $10mT$  (a),  $20mT$  (b) bzw.  $16mT$  nach  $20mT$  (c).

die Flussschläuche wirkenden Lorentzkräfte in diesem Bereich parallel zur Winkelhalbierenden (vgl. Kap. 7.4.1).

- Dendriten überlappen bzw. kreuzen sich nicht (vgl. Abb. b). Als Ursache hierfür kann angenommen werden, dass es energetisch günstiger ist, möglichst viele Grenzflächen zu bilden, bzw. dass die gegenseitige Abstoßung der Flussschläuche einer Überlappung entgegenwirkt und dass die Abschirmströme um einen Dendriten mit entsprechender Diskontinuitätslinie dies verhindern.
- Dendriten können in ihrem Inneren auch flussleer sein (siehe 4 in Abb. b). Als Ursache wird hier eine hohe Ausbreitungsgeschwindigkeit und die damit bedingte starke Dissipation der Dendriten gesehen. Der "Randbereich" des Dendriten wird dabei durch gepinnten Fluss gebildet.
- Wird das externe Feld wieder reduziert, entstehen äquivalent zum homogenen Eindringen Dendriten mit umgekehrter Flussrichtung (Anti-Dendriten). Diese Anti-Dendriten sind dabei nicht auf einen ursprünglichen Dendriten beschränkt. Vielmehr kommt es zum Kreuzen bzw. Überlagern von mehreren ursprünglichen Dendriten (vgl. 5 in Abb. c). Dabei werden Dendriten mit hoher Flussdichte bevorzugt überlagert.

Schwellenwert für die Dendritenbildung:

Wie im vorangegangenen Abschnitt erwähnt, entstehen Dendriten oberhalb eines gewissen Schwellenfelds. In Kapitel 7.1.3 wurde angegeben, dass für thermisch aktivierte Flusssprünge ebenfalls ein externes kritisches Feld  $B_{fi}$  vorhanden ist, ab dem Flusssprünge auftreten. Außerdem beschreibt  $B_{fi}$  das Feldintervall zwischen hintereinander auftretenden Flusssprüngen.

Betrachtet man das Schwellenfeld, bei dem das erste Mal ein Dendrit auftritt, als Funktion der Temperatur, so zeigt sich ein linearer Anstieg des Schwellenfelds mit der Temperatur. Dies ist in Abb. 7.29 dargestellt. Außerdem zeigt die Abbildung, dass das Feld für die Ausbildung des ersten Dendriten mit steigender Feldrampe, d.h. für einen schnelleren Anstieg des externen Feldes, zunimmt.

Wie im Fall der Flusssprünge ist also auch hier eine direkte Korrelation des äußeren Feldes und dem Schwellenfeld für die Ausbildung des ersten Dendriten zu finden. Das bedeutet, dass ein bestimmter kritischer Zustand zur Bildung des ersten Dendriten notwendig ist. Dieser Zustand ist dabei eine Funktion der Temperatur und der Feldrampe, was einsichtig ist, wenn man annimmt, dass die Ausbildung eines Dendriten die Folge einer thermomagnetischen Instabilität ist. Dabei gilt, dass für höhere Temperaturen (z.B. 8K) aufgrund des oben erwähnten kleineren Temperaturhubs beim Flusssprung

für die Instabilität ein entsprechend höheres Magnetfeld erforderlich ist, um die Instabilität auszulösen.

Betrachtet man allerdings die Feldintervalle zwischen dem Auftreten von zwei Dendriten, so zeigt sich keinerlei Korrelation mehr. Ein solches Verhalten wird für ein selbstorganisiertes kritisches System erwartet, welches weiter unten diskutiert wird.

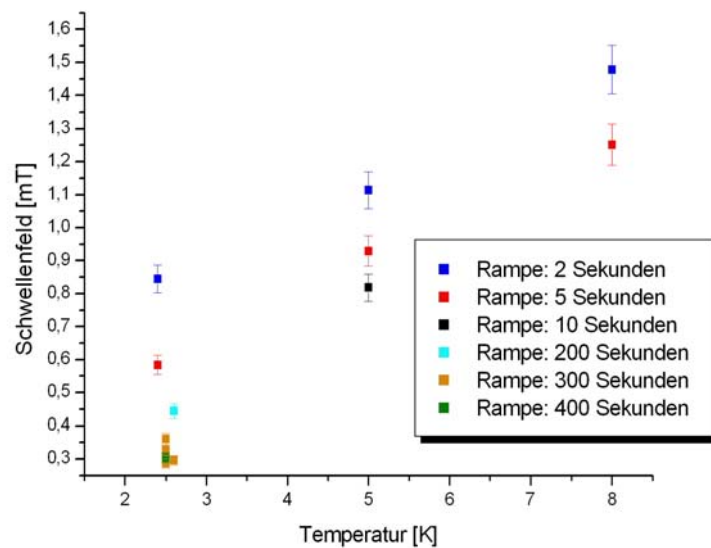


Abbildung 7.29: Abhängigkeit des Schwellenfelds von der Temperatur.

Aufnahmen mit hoher Wiederholrate:

Bekannt ist, dass sich Dendriten im  $ns$  Bereich auf ihre komplette Länge ausbilden. Dies wurde z.B. mit Hilfe eines fs-Lasers intensiv studiert [126]. Anderweitige Untersuchungen beschränkten sich auf Einzelaufnahmen im Sekundenbereich. In dieser Arbeit war das Ziel, bei möglichst geringer Belichtungszeit viele aufeinanderfolgende Aufnahmen bei steigendem Feld durchzuführen. Dazu wurde eine Kamera verwendet, mit der bis zu 1000 Bilder pro Sekunde aufgezeichnet werden konnten<sup>10</sup>. Abbildung 7.30 zeigt eine entsprechende Untersuchung. In Abb. a) ist die magneto-optische Aufnahme unmittelbar vor Entstehung eines Dendriten ( $t = 0ms$ ; Belichtungszeit  $20ms$ ; Rampe:  $4mT/s$ ) zu sehen. In der darauf folgenden Aufnahme (Abb. b);  $t = 20ms$ ) hat sich ein neuer Dendrit komplett ausgebildet. Wie zu erwarten, ist dessen Wachstum auf dieser Zeitskala nicht aufzulösen. Betrachtet man allerdings den Rand des Supraleiters direkt neben der Entstehungsstelle, so zeigt sich eine deutliche Abnahme des magnetischen Flusses in diesem Bereich (geringere Helligkeit). Um dies zu verdeutlichen, ist unterhalb der Aufnahmen die Intensität entlang der im Bild angegebenen roten Linie angeführt. Es zeigt sich, dass der Absolutwert des Maximums im Fall b) um ca. 20% geringer ist als im Fall a). Dies ist auf eine Flussverschiebung aufgrund der Ausbildung des Dendriten zurückzuführen. Betrachtet man den Intensitätspeak von Abb. b) genauer, so zeigt dieser auf der linken Seite einen konstanten Anstieg - entsprechend dem Bean Modell. Der Intensitätsverlauf von Abb. a) hingegen weist eine zunehmende Steigung auf. Dies ist eine Folge der Feldüberhöhung am Rand. Die Feldüberhöhung wird dabei im wesentlichen durch ungepinnten Fluss bedingt. Eine solche ist in Abb. b) nicht zu erkennen. Damit kann gefolgert werden, dass sich bei der Ausbildung des Dendriten mindestens der gesamte ungepinnte Fluss nach innen verlagert hat. Mit weiter steigendem Magnetfeld (Abb. c) bildet sich wieder eine Feldüberhöhung und damit ein nichtlinearer Verlauf der Kurve aus.

---

<sup>10</sup>Die maximale Bildzahl pro Sekunde wurde hier durch die minimal notwendige Belichtungszeit von ca.  $5ms$  beschränkt.

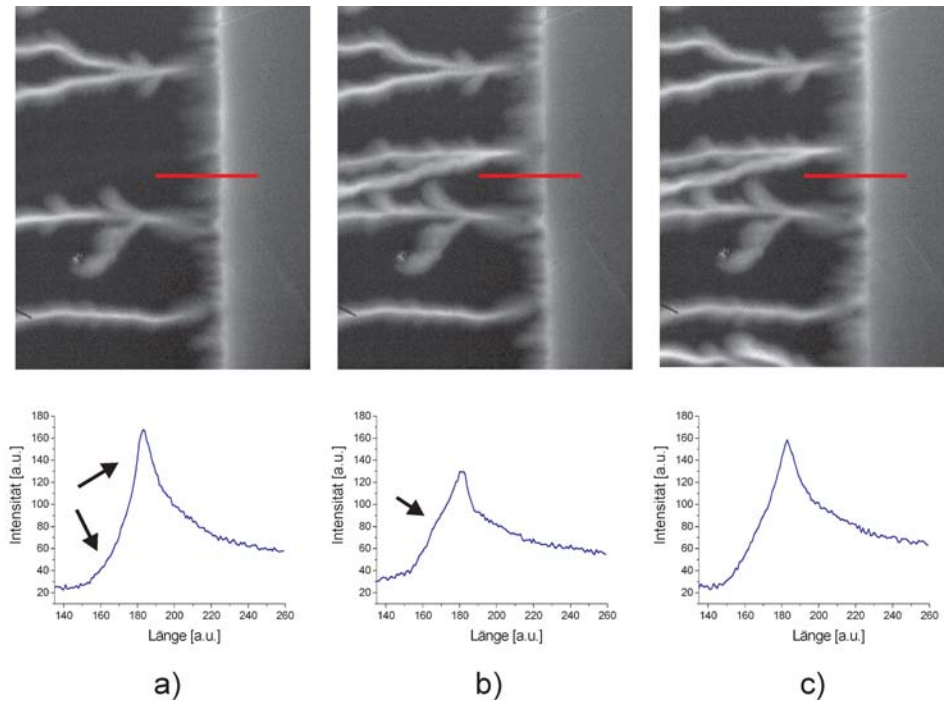


Abbildung 7.30: Bildung von Dendriten in  $MgB_2$  zu verschiedenen Zeitpunkten bzw. verschiedenen Feldern: a)  $x + 0ms$ ; b)  $x + 20ms$ ; c)  $x + 400ms$ .

### $MgB_2$ - ein selbst organisiertes kritisches System?

Selbst organisierte kritische Systeme (SOKS) zeichnen sich durch die in Tabelle 7.1 (Kap. 7.1.2) angeführten Eigenschaften aus. Um nachzuweisen, ob dies für  $MgB_2$  der Fall ist, müssen folgende Bedingungen erfüllt sein:

- Die Dendriten müssen auf allen Längenskalen willkürlich in der Zeit auftreten
- Die Verteilungsfunktion der Länge der Dendriten, d.h. die Auftragung der Anzahl der Dendriten gegenüber der Länge, muss einem Potenzgesetz mit einem Exponenten  $\alpha = 1$  gehorchen.

Zur Prüfung der ersten Bedingung, wurde wieder die Kamera mit hoher Bildaufnahmerate verwendet. Damit ist sowohl der Zeitpunkt einer Dendritenentstehung, als auch die Dendritenlänge magneto-optisch bestimmbar. In Abbildung 7.31 ist eine typische zeitliche Entwicklung dargestellt (Rampe

des externen Feldes:  $0.075\text{mT/s}$ ). Der Abszissenwert eines Balkens entspricht hierbei dem Zeitpunkt, an dem ein Dendrit entstand. Seine Höhe repräsentiert die Länge, die er aufwies. Dabei ist die Länge des Dendriten die Summe der Längen aller einzelnen Zweige.

Wie in der Abbildung klar zu erkennen ist, zeigt sich weder ein periodisches Signal, noch eine Symmetrie oder Regelmäßigkeit bzgl. des Zeitpunktes des Auftretens oder bzgl. der Länge der Dendriten. Somit ist die erste Bedingung erfüllt. Ersichtlich wird in dieser Abbildung auch, dass erst ein gewisser Schwellenwert des Feldes erreicht werden muss, bevor der erste Dendrit entsteht.

Um zu bestimmen, ob die zweite Bedingung erfüllt ist, wurde die Länge von insgesamt 1128 Dendriten bestimmt. Da während einer Messung in der Regel bei der untersuchten Probe nur 150-200 messbare Dendriten entstanden, wurde die Messung unter gleichen Bedingungen wiederholt. Dies ist insofern legitim, da weder die Form der Dendriten, noch deren Nukleationsort bei den einzelnen Messungen i.d.R. identisch sind, was erneut die oben gefundene Zeit- und Skaleninvarianz bestätigt. Die gewonnene Verteilungsfunktion der Länge der Dendriten ist in Abbildung 7.32 dargestellt. Dabei wurde die Länge der Dendriten auf die Kantenlänge der quadratischen Probe normiert. In der doppelt logarithmischen Darstellung zeigt sich, dass die Messpunkte bis zu einer Dendritenlänge die der halben Kantenlänge entspricht mit einer Geraden angepasst werden können. Es liegt ein Potenzgesetz vor, mit einem Exponenten von  $\alpha = 1$ . Dies entspricht den Erwartungen für ein SOKS.

Wieso zeigt sich nun für Dendriten mit einer Länge größer als die halbe Probenlänge eine Abweichung von diesem Potenzgesetz? Die Ursache hierfür ist in den speziellen Eigenschaften der Dendriten zu suchen. Wesentlich ist hierbei dass Dendriten weder sich selbst, noch die Diskontinuitätslinie (Winkelhalbierende) schneiden. Dies erschwert das Auftreten sehr langer Dendriten. Da sie aber gebogen und aus mehreren Zweigen aufgebaut sein können, ist es durchwegs möglich, sehr lange Dendriten zu erhalten.

Diese Messungen belegen sehr gut, dass der gemischte Zustand bzw. die dendritische Instabilität von  $MgB_2$  durch den allgemein gültigen Formalismus eines selbstorganisierten kritischen Systems beschrieben werden kann. Wie nun der Einfluss eines induzierten Hochfrequenzfeldes auf die Dendritenentstehung und Flussverteilung wirkt, soll im nächsten Kapitel beschrieben werden.

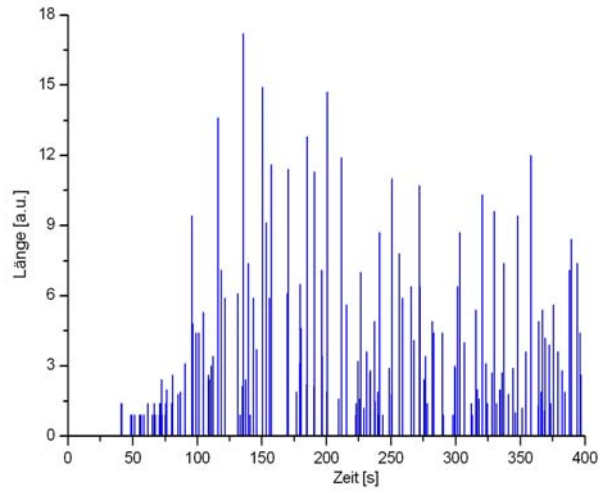


Abbildung 7.31: Zeitpunkt des Auftretens der einzelnen Dendriten.

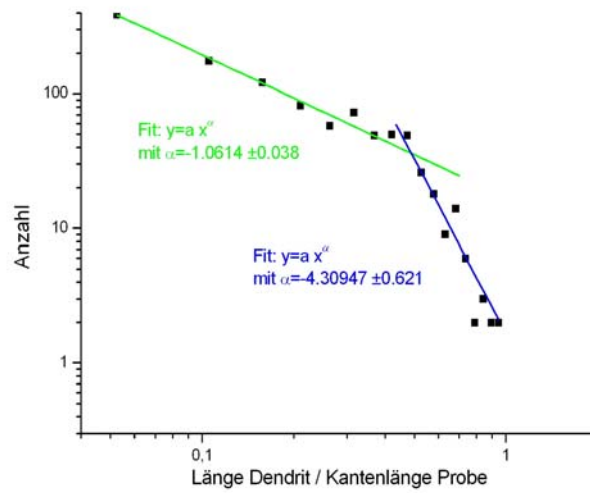


Abbildung 7.32: Verteilungsfunktion der Länge der Dendriten (Rampe des externen Feldes: 0.075mT/s).

### 7.5.2 Einfluss eines Hochfrequenzfeldes

Für die Untersuchungen fand der in Kapitel 7.4.2 beschriebene Messaufbau wieder seine Anwendung. Allerdings wurde nun aufgrund der notwendigen tiefen Temperaturen ( $< 10K$ ) eine um die Probe gewickelte *Cu*-Spule für die Induktion verwendet. Dadurch konnte die Probe direkt mit der Kaltstufe in Kontakt gebracht werden.

Die untersuchte *MgB<sub>2</sub>* Probe bedeckte dabei nur ca. die Hälfte des Substrates. Aus diesem Grund wurden die Untersuchungen zunächst im Originalzustand durchgeführt (großes Substrat). Anschließend wurde der vom *MgB<sub>2</sub>* nicht bedeckte Teil entfernt und die Untersuchungen wiederholt (kleines Substrat).

Großes Substrat: (Masse  $12.35mg$ )

In Abbildung 7.33 ist der Einfluss von verschiedenen induzierten Frequenzen und unterschiedlichen Pulslängen auf das Eindringen des magnetischen Flusses gezeigt. Dabei wurde der eingedrungene Fluss bzw. der Supraleiterrand z.T. rot eingerahmt. Wie im Fall von *YBCO* nimmt mit steigender Frequenz die Eindringtiefe des magnetischen Flusses ab. Dies ist äquivalent zu dem im Kapitel 7.4.2 beschriebenen Modell der frequenzabhängigen Schwankung der Temperatur zu erklären <sup>11</sup>.

Mit zunehmender Pulslänge steigt die Eindringtiefe, da durch die ständige Bewegung des Flusses im Supraleiter die Temperatur des Systems umso mehr erhöht wird, je länger Strom induziert wird. Entsprechend dringt der Fluss tiefer ein.

Kleines Substrat: (Masse  $6.04mg$ )

Zunächst zeigt sich das gleiche Verhalten (siehe Abb. 7.34) wie zuvor: Mit steigender Frequenz bzw. sinkender Pulslänge nimmt das Eindringen des magnetischen Flusses ab. Vergleicht man jedoch Abbildung 7.34 mit Abbildung 7.33, so erkennt man, dass im Vergleich zum größeren Substrat in allen Fällen deutlich mehr Fluss eingedrungen ist. Dies zeigt erneut, dass das Flusseindringen durch die thermischen Eigenschaften der Probe bestimmt ist. Aufgrund der geringeren Substratmasse<sup>12</sup> kommt es hier bei der Induzierung der Hochfrequenz zu einem höheren Temperaturhub im Supraleiter. Damit dringt das Magnetfeld tiefer ein.

---

<sup>11</sup>Ob in der Aufnahme der eingedrungene Fluss schwarz oder weiß erscheint, hängt von der zuletzt angelegten Halbwelle und der damit induzierten Feldrichtung ab.

<sup>12</sup>Dies bedeutet, dass ein kleineres Kältereservoir zur Verfügung steht.



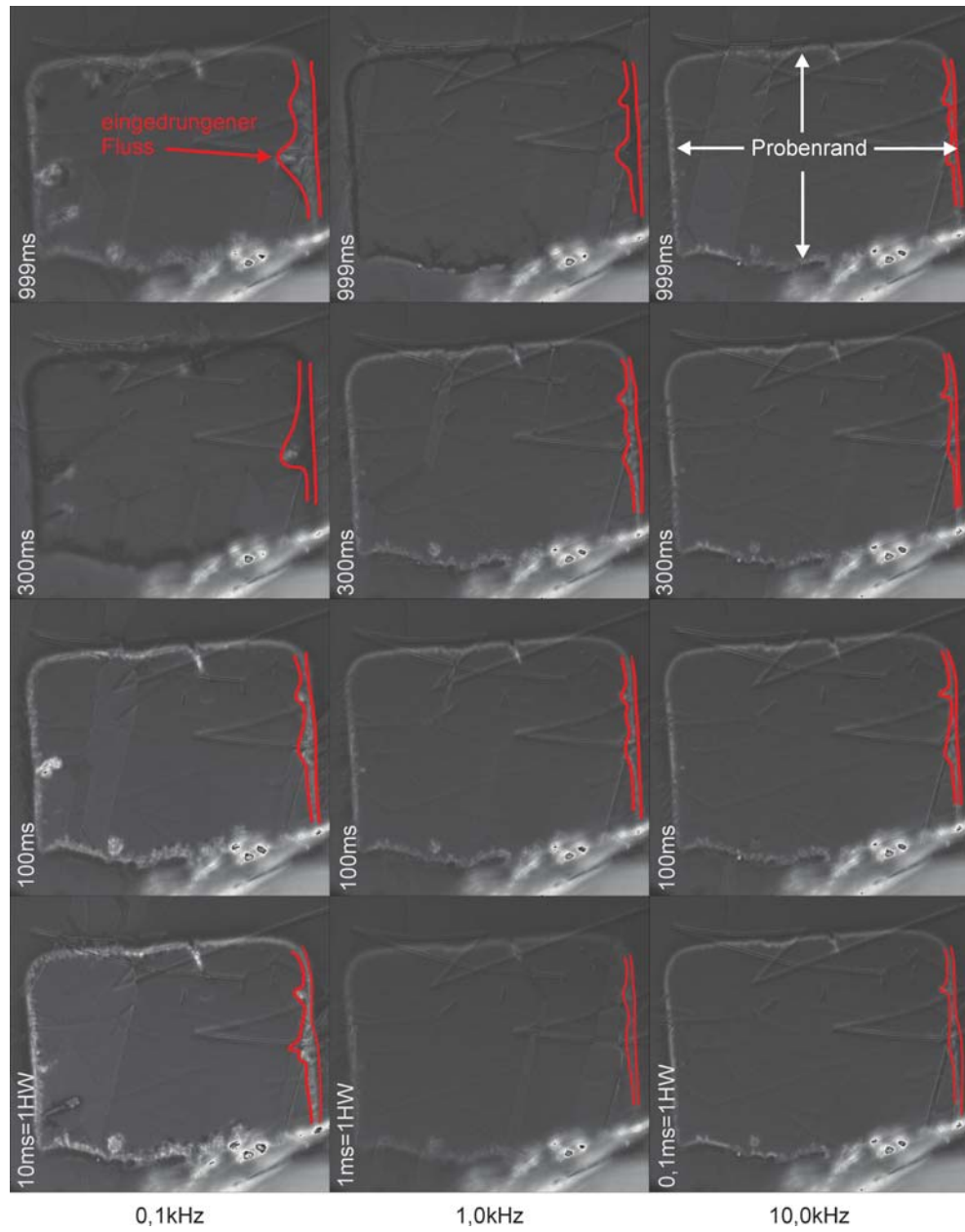


Abbildung 7.33: Feldeindringen bei unterschiedlichen Frequenzen und Pulslängen für das große Substrat.

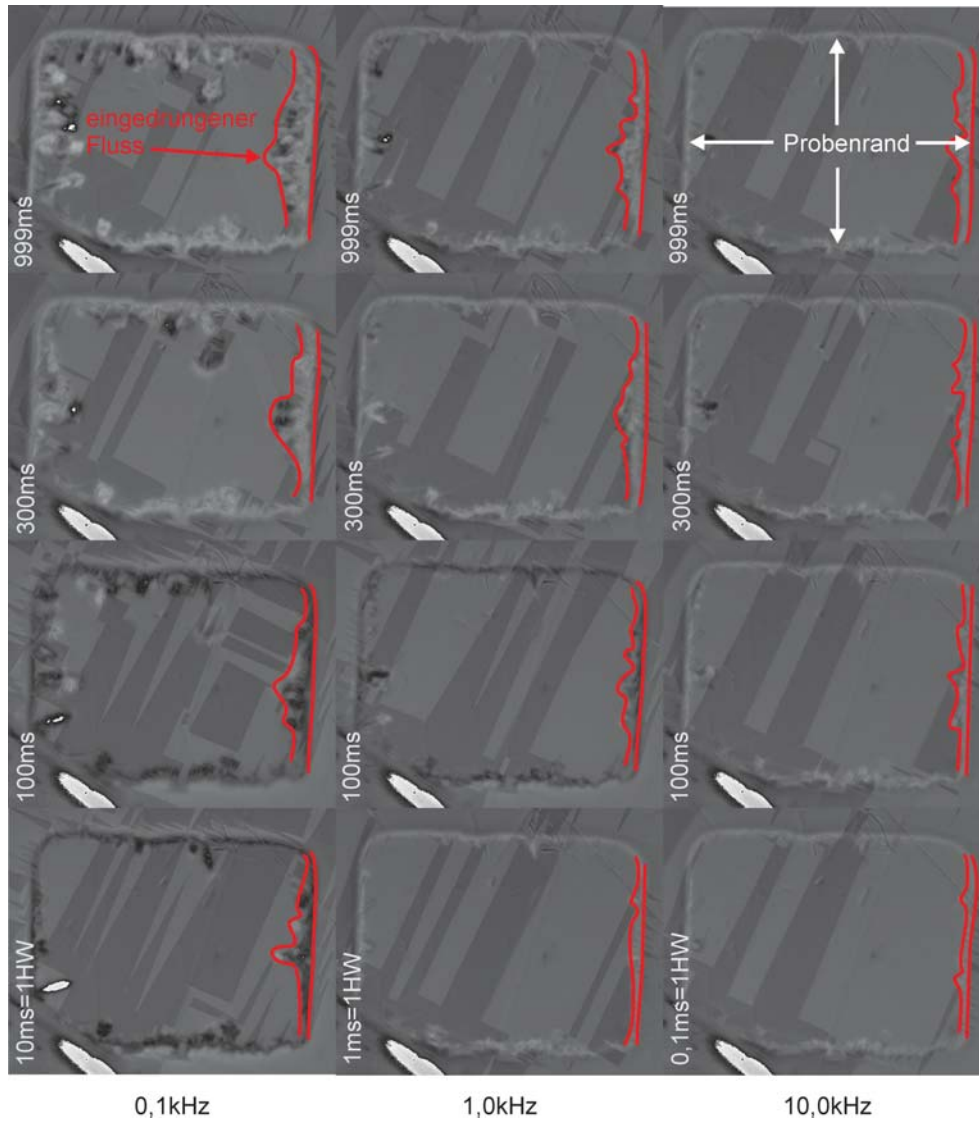


Abbildung 7.34: Feldeindringen bei unterschiedlichen Frequenzen und Pulslängen für das kleine Substrat.

Einfluss auf die Dendritenbildung:

Hier stellt sich die Frage, ob durch die induzierte Hochfrequenz eine Instabilität im Supraleiter, also ein Dendrit, hervorgerufen werden kann. Dazu wurde die Probe auf  $2.7K$  abgekühlt, in ein externes Feld von  $6mT$  gebracht und anschließend halbwellenaufgelöst der Einfluss einer induzierten Frequenz (100Hz) untersucht.

Wie in Abbildung 7.35 zu sehen, ändert sich die magnetooptische Aufnahme während der ersten drei Halbwellen nicht. Es sind lediglich die durch das Anlegen des externen Feldes entstandenen Dendriten zu beobachten. Während der vierten Halbwelle kommt es dann zu einer Ausbildung eines Dendriten, der in der letzten magnetooptischen Aufnahme klar zu erkennen ist.

Allgemein zeigte sich, dass erst einige Halbwellen vergehen müssen, bevor ein neuer Dendrit gebildet wird.

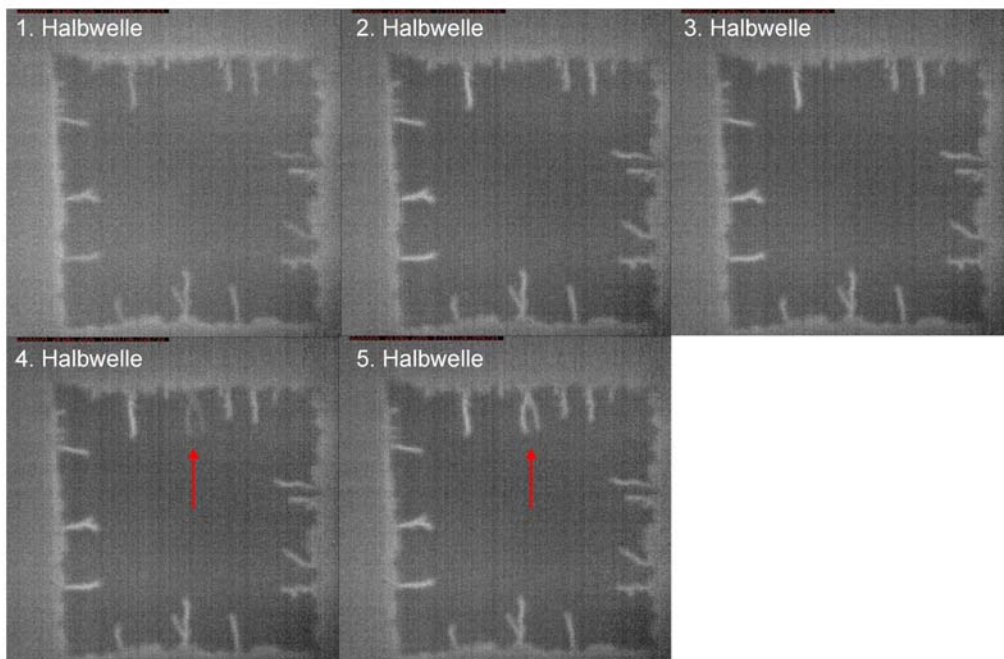


Abbildung 7.35: Halbwellenaufgelöste Untersuchung der Dendritenbildung.

Somit sind zwei Faktoren für die Dendritenbildung wichtig: Erstens spielt die Energiedissipation durch die Bewegung der Flussschläuche eine Rolle. Ansonsten müsste der Dendrit bereits in der ersten Halbwellen entstehen. Dabei

darf eine zusätzliche Heizleistung bzw. ein zusätzlicher lokaler Temperaturhub durch den induzierten Strom nicht vernachlässigt werden.

Zweitens muss auch die Erhöhung des Magnetfeldes durch den induzierten Strom berücksichtigt werden.

Bei den Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass z.B. ein reines externes Feld (ohne Hochfrequenz) von  $4.3mT$  nötig ist, um den ersten Dendriten zu generieren. Andererseits konnte auch bei einem externen Feld von  $3.1mT$  und zusätzlichem Feld durch die Hochfrequenz ein Dendrit erzeugt werden. Dabei ist das gesamte resultierende Feld (extern + HF) im Maximum größer als  $4.3mT$ . Warum erst ein höheres Feld zur Dendritenbildung führt ist zu verstehen, wenn man nochmals Abb. 7.29 betrachtet. Danach nimmt mit steigender Rampe  $\frac{dB}{dt}$  das Schwellenfeld zu. Durch den induzierten Strom kommt es zu einer Oszillation des Feldes um das eingestellte externe Feld mit hoher Frequenz. Dies ist mit einer steilen Rampe  $\frac{dB}{dt}$  bzw. einem höheren Schwellenfeld gleichzusetzen.

Die Dendritenbildung bzw. das allgemeine Flusseindringen kann nicht nur mit Hilfe einer induzierten Hochfrequenz manipuliert werden. Eine weitere Möglichkeit ist die Einkopplung von akustischen Oberflächenwellen. Darauf wird im nun folgenden letzten Kapitel eingegangen.

### 7.5.3 Einfluss von akustischen Oberflächenwellen

Zunächst wird eine kurze Einführung in Akustische Oberflächenwellen (Surface Acoustic Waves / SAW) gegeben. Dann folgt ein Überblick über den Stand der Forschung zu Untersuchungen von Supraleitern mit SAW. Im Weiteren wird der experimentelle Aufbau vorgestellt und die gewonnenen Messergebnisse diskutiert.

#### Allgemeines

Akustische Oberflächenwellen können in piezoelektrischen Substraten, z.B. durch Aufbringen eines Interdigital-Wandlers (IDT) auf die Substratoberfläche und Einkoppeln von Hochfrequenzsignalen in diesen IDT, erzeugt werden. Die mechanische Oberflächenwelle - mit einer Amplitude im Nanometerbereich und Wellenlänge von einigen Mikrometern - wird dabei aufgrund der Piezoelektrizität des Substrats auch von einer Potentialwelle begleitet. Diese Wellen sind auf die Oberfläche beschränkt und in das Innere des Substrates stark gedämpft. Sowohl aus der mechanischen, als auch aus der elektrischen Interaktion, bzw. einer Kombination beider, ergibt sich ein weites Einsatzgebiet. In der HF-Technik (z.B. Mobiltelefon [253]) hat diese Technik bereits ihren Einzug gehalten. Aber auch für die Grundlagenforschung findet sie oftmals Anwendung. So wurden SAW Testwellen intensiv genutzt, um das Quantum Hall Regime [254] und das fraktionale Quanten Hall Regime [255] zu untersuchen. Auch können Exzitonen in dem bewegten lateralen Potenzial des Übergitters der SAW separiert, gespeichert und transportiert werden [256]. Der rein mechanische Charakter der Welle wurde dazu verwendet, Flüssigkeiten mit subnanoliter Volumen auf Chips (bis zu  $1m/s$ ) zu transportieren [257] oder Nanoresonatoren mechanisch anzuregen [258].

In Abhängigkeit vom verwendeten Substrat und von der Oberflächenorientierung des Substrates sind SAW mit den unterschiedlichsten Polarisierungen möglich. Eine einfache SAW Mode mit elliptischer Polarisierung ist in Abbildung 7.36 gezeigt. Diese Mode wird im allgemeinen auch als Rayleigh Welle bezeichnet und ist die Mode, die bei den hier verwendeten  $LiNbO_3$  Substraten angeregt wird.

Auf die Dynamik elastischer Festkörper, die sich ergebenden Wellengleichungen für die Oberflächenwelle, sowie auf eine theoretische Beschreibung der Beeinflussung von Dünnschichtsystemen durch eine akustische Oberflächenwelle wird hier verzichtet. Darauf wird ausführlich in der Literatur eingegangen [259–266]. Vielmehr soll im nächsten Abschnitt ein Überblick über die verschiedenen Untersuchungen von Supraleitern mit SAW gegeben werden.

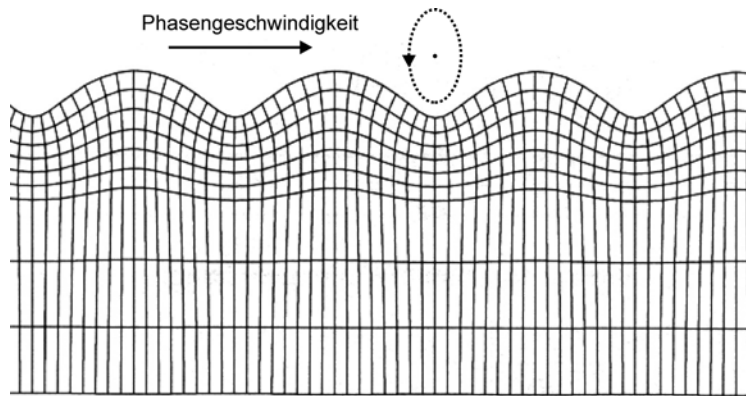


Abbildung 7.36: Schematische Darstellung der Rayleigh Wellen an der Oberfläche des Substrates.

### Untersuchungen von Supraleitern mit SAW

Da  $MgB_2$  ein noch relativ junger Supraleiter ist, wurde der Einfluss von Oberflächenwellen auf dieses System -soweit bekannt- noch nicht betrachtet. Die nachfolgenden Beschreibungen beziehen sich deshalb auf andere supraleitende Materialien wie  $Pb$ ,  $Nb_3Sn$ ,  $NbN$ ,  $CdSe$ ,  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  oder auch  $La_{1.85}Sr_{0.15}CuO_4$ . Im wesentlichen wurde immer die Dämpfung und die Geschwindigkeit der SAW feld- und temperaturabhängig in dem jeweiligen System untersucht. Daraus wurde u.a. abgeleitet:

- Aussagen über Cooper-Paare [267] und Quasiteilchen [268]
- Bestimmung der magnetischen Eindringtiefe und Energielücke [269], sowie der mittleren freien Weglänge der Elektronen [270]
- Kopplung der SAW an das Flussschlauchsystem [s.u.]
- Veränderung der kritischen Temperatur bzw. der kritischen Stromdichte durch die SAW [s.u.]
- Detektion von Flussschlauchpaaren (Kosterlitz-Thouless (KT) Paare) [s.u.]
- akustoelektrischer Effekt [s.u.]

Auf die vier Letztgenannten soll im Folgenden näher eingegangen werden.

Kopplung der SAW an das Flussschlauchsystem:

Einerseits wurden Niedertemperatur-Supraleiter (NTSL) betrachtet. Eine Beschreibung erfolgte nach der BCS-Theorie und der Kosterlitz-Thouless (KT) Theorie. Andererseits versuchte man bei den Hochtemperatur-Supraleitern (HTSL) mit dem Modell von Pankert das experimentell bestimmte Verhalten zu erklären.

Bei den Untersuchungen an NTSL wurde z.B. die Dämpfung der SAW an  $NbN$ -Filmen gemessen. Nach Vorhersagen aus der BCS Theorie, sollte diese unterhalb der kritischen Temperatur  $T_c$  abrupt abfallen. Hier zeigte sich jedoch eine Überlagerung zweier Kurven: der angenommenen BCS Kurve und einer zweiten mit einem ausgeprägten Maximum, die man mit Hilfe der KT-Theorie<sup>13</sup> zu beschreiben versuchte [271]. Eine übermäßige Dämpfung wurde auch in  $In/InO_x$  unterhalb der KT-Übergangstemperatur auf solche Flussschlauchpaare zurückgeführt [272]. Im Gegensatz dazu ist ein Beitrag von vortex-antivortex Paaren zur Dämpfung in Blei als eher gering anzusehen [273].

Im Falle der HTSL wurde z.B. die Geschwindigkeit und Dämpfung der SAW an  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  Filmen und Kristallen gemessen. Dabei zeigte sich ein feldabhängiger Dämpfungspeak im supraleitenden Zustand, den Pankert im Rahmen der Theorie für thermisch aktivierte Flussschläuche diskutierte [274]. Bei diesem Modell geht man vom gemischten Zustand des Supraleiters aus, in dem einerseits der magnetische Fluss mit dem Kristallgitter über das Pinning wechselwirkt. Andererseits wirkt auf das Kristallgitter auch die SAW. Das Flussschlauchsystem kann damit also über das Kristallgitter einen Einfluss auf die Schalldämpfung und Dispersion der Welle nehmen. Nach dem Modell von Pankert kann für gegebene Werte des Flussschlauch-Widerstandes und den Werten für die elastischen Konstanten des Kristallgitters die Schallgeschwindigkeit und die Dämpfung bestimmt werden. Diese wurden dann mit den experimentell gefundenen Daten verglichen [275].

Den erwähnten Peak in der Dämpfung, wie er z.B. auch in  $La_{1.85}Sr_{0.15}CuO_4$  [276] zu finden ist, sieht man im Zusammenhang mit der Depinningtemperatur. Oberhalb dieser verschwindet effektiv das Pinning des Flussgitters und man kann das Flussgitter annähernd als unabhängig vom Kristallgitter ansehen. Deshalb spiegeln Ultraschallwellenmessungen in diesem Temperaturbereich nur die elastischen Konstanten des Kristallgitters wider. Bei Temperaturen unterhalb der Depinningtemperatur ergeben sich die elastischen Konstanten, da der Fluss gepinnt ist, aus einer Summe von Kristallgitter und Flussgitter. Damit sollte der temperaturabhängige Dämpfungskoeffizient

---

<sup>13</sup>Bei dieser wird die Bildung von vortex-antivortex Paaren, die bei der Temperatur  $T_{KT} < T_c$  aufbrechen, betrachtet.

einen Peak bei der Depinningtemperatur aufweisen [277].

Auch in  $Y_{1-x}Pr_xBa_2Cu_3O_y$  wurde die Temperaturabhängigkeit und die Feldabhängigkeit der SAW Geschwindigkeit bestimmt. Hier wird wieder eine Wechselwirkung zwischen Flussschlauchsystem und SAW angenommen. Ein Vergleich mit dem oben erwähnten Modell ergibt jedoch keine ideale Übereinstimmung [278].

Bei den bis jetzt sowohl für NTSL, als auch für HTSL angeführten Betrachtungen wurde immer von einer mechanischen Wechselwirkung der SAW ausgegangen. Bei piezoelektrischen Substraten ist jedoch zu beachten, dass die SAW Ausbreitung auch durch mögliche Veränderungen in der Kopplung des begleitenden elektrischen Feldes an das elektronische und ionische Subsystem im Film modifiziert werden kann.

Veränderung der supraleitenden Eigenschaften durch die SAW:

Es wurde festgestellt, dass eine Hochleistungs-SAW die kritische Temperatur und den Charakter des Übergangs von Pb-Filmen beeinflusst. So wurde der Übergang breiter und hat sich linear mit der SAW-Intensität verschoben. Auch konnte gezeigt werden, dass die SAW den kritischen Strom reduziert. Dies bedeutet, dass die SAW Flussschläuche depinnt. Als Ursache werden zwei Effekte angenommen. Einerseits die Unterdrückung des Ordnungsparameters durch die SAW und andererseits eine direkte Beeinflussung des Depinningstroms durch die SAW [279].

Akustoelektrischer Effekt in Supraleitern:

Eine Folge des akustoelektrischen Effektes soll sein, dass die SAW eine Bewegung der Flussschläuche induziert. Grundsätzlich ist hier wieder eine Unterteilung in zwei Effekte möglich: Einerseits eine Bewegung der Flussschläuche senkrecht zur Ausbreitungsrichtung der SAW und andererseits eine Bewegung in Ausbreitungsrichtung der SAW. Dies wird in beiden Fällen auf eine Wechselwirkung der SAW mit den Ladungsträgern zurückgeführt, was allgemein nur möglich ist, wenn gilt:  $ql > 1$  ( $q$ : Wellenzahl der SAW,  $l$ : mittlere freie Weglänge der Elektronen). In der Regel ist dies für supraleitende Systeme nur für sehr hohe Frequenzen ( $> GHz$ ) der Fall. Gutlyanskii [280] zeigte jedoch, dass auch für den Fall  $ql < 1$  eine Wechselwirkung stattfinden kann, die dann zu einer Bewegung eines Flussschlauchs führt.

Bei der Bewegung der Flussschläuche senkrecht zur Ausbreitungsrichtung der SAW geht man davon aus, dass eine longitudinale Ultraschallwelle Ladungsträger in Ausbreitungsrichtung bewegt. Dadurch wird ein supraleitender Strom induziert, der die Flussschläuche in senkrechter Richtung treibt. Die Bewegung der Flussschläuche bewirkt wiederum ein elektrisches Feld.



Ein solches durch die SAW induziertes Feld wurde z.B. in  $YBCO$  nachgewiesen [281, 282].

Eine andere Option ist die Bewegung der Flussschläuche in Ausbreitungsrichtung der SAW. Nach der Modellrechnung [280] soll eine longitudinale Ultraschallwelle, die durch den Supraleiter propagiert, einen supraleitenden Wechselstrom induzieren, der senkrecht zum externen Magnetfeld und senkrecht zum Wellenvektor der Schallwelle fließt. Da dieser Strom mit den Flussschläuchen wechselwirkt, ergibt sich eine zusätzliche Lorentzkraft auf jeden Flussschlauch, die in Richtung des Wellenvektors der sich ausbreitenden Schallwelle agiert. Dadurch wird das Flussschlauchsystem zu einer Oszillation angeregt. Im ungepinnten Flussschlauchsystem führt diese Bewegung zu einer Oszillation der Dichte des Flussschlauchsystems. Da die Lorentzkraft, welche auf das System wirkt, gleich dem Produkt aus Flussschlauchdichte und Strom ist, ergibt sich in diesem Produkt eine konstante Komponente der Lorentzkraft. Sie treibt das Flussschlauchsystem als Gesamtes mit einer Durchschnittsgeschwindigkeit in Ausbreitungsrichtung der Welle. Dadurch entsteht wieder ein elektrisches Feld im Supraleiter, das z.B. in Zinn [283] beobachtet wurde.

In dieser Arbeit steht eine magnetooptische Untersuchung des Einflusses einer SAW auf den gemischten Zustand in  $MgB_2$  im Vordergrund. Auf den dafür notwendigen experimentellen Aufbau wird im nächsten Abschnitt eingegangen.

### Experimenteller Aufbau

Zunächst sollte allgemein der Einfluss einer SAW auf die kritische Temperatur bzw. auf den Übergang untersucht werden. Ein vereinfachtes Schema des dafür verwendeten Messaufbaus ist in Abbildung 7.37 zu sehen. Mit Hilfe eines Signalgenerators wird eine Hochfrequenz (typischerweise  $70 - 250 MHz$ ) in die Interdigitalwandler (IDT) eingekoppelt, nachdem sie einen 50/50 Powersplitter durchlaufen hat. Die Auswahl der Frequenz  $f$  erfolgt dabei entsprechend der Resonanzbedingung des IDT. Diese wiederum ist im Prinzip durch die lithographisch festgelegte Periode der Fingeranordnung  $p$  des IDT und der Schallgeschwindigkeit  $v$  der SAW im Substrat gegeben. Allgemein gilt:

$$f = \frac{(2n + 1)v}{p} \quad (7.17)$$

Neben der Anregung der Grundfrequenz ( $n = 0$ ) ist auch die Anregung höher harmonischer Frequenzen möglich. Diese sind dabei ungeradzahlig Vielfache der Grundfrequenz.

Es ergibt sich eine Oberflächenwelle, die sowohl in die Richtung des Empfängers IDT transmittiert, als auch in die entgegengesetzte Richtung. Dabei kommt es zum Auftreten verschiedener Störsignale, wie z.B. der Reflexion der Wellen an den Substratkanten oder am IDT Finger selbst.

Am Empfänger wird das akustische Signal wieder in ein elektrisches umgewandelt, welches verstärkt und in einem PC weiterverarbeitet wird. Zusätzlich ist der PC mit dem Powersplitter verbunden. Damit kann gleichzeitig die Geschwindigkeit und die Dämpfung der SAW in Abhängigkeit von externen Parametern wie Magnetfeld oder Temperatur gemessen werden.

Die Probe ist in ein Kryosystem eingebaut, welches Temperaturen im Bereich von  $T = 4.2K - 300K$  ermöglicht. Zusätzlich kann über eine supraleitende Spule im Kryostaten ein Magnetfeld von bis zu  $9T$  am Ort der Probe erzeugt werden.

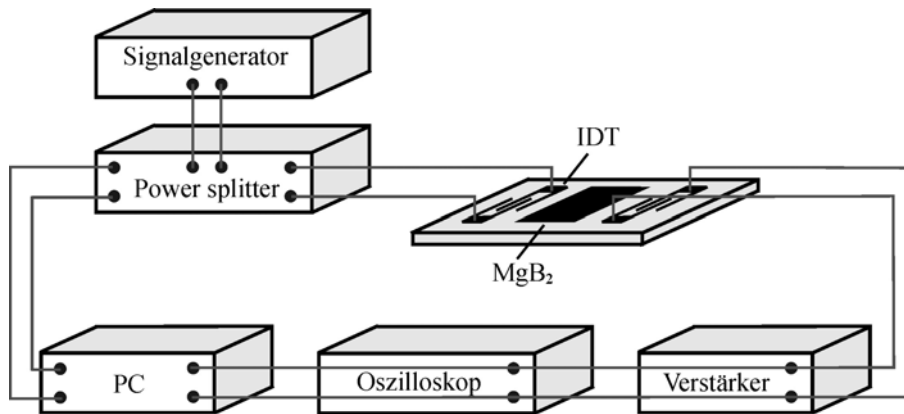


Abbildung 7.37: Experimenteller Aufbau für die Untersuchungen von  $MgB_2$  mit SAW.

Eine typischerweise verwendete Probe ist in Abbildung 7.38 zu sehen. Der ca.  $1mm$  breite  $MgB_2$  Streifen erstreckt sich dabei annähernd über die komplette Substratbreite. Die Form des Streifens wird durch eine entsprechende Schattenmaske bei der Herstellung definiert. Des weiteren sind sechs IDT zu erkennen. Dabei kann z.B. durch eine Einkopplung des elektromagnetischen Signals in den mittleren IDT und einem Abgriff der Signale an den beiden äußeren IDT der Einfluss des Substrates eliminiert werden.

Für die magnetooptische Untersuchung des Einflusses einer SAW auf den magnetischen Fluss in  $MgB_2$  wurde das Kryosystem mit magnetooptischem Aufbau wie es in Kapitel 7.2 vorgestellt wurde, verwendet. In den Kryostaten

wurden lediglich weitere Leitungen zur Einkopplung der Hochfrequenz in die IDT eingebracht.

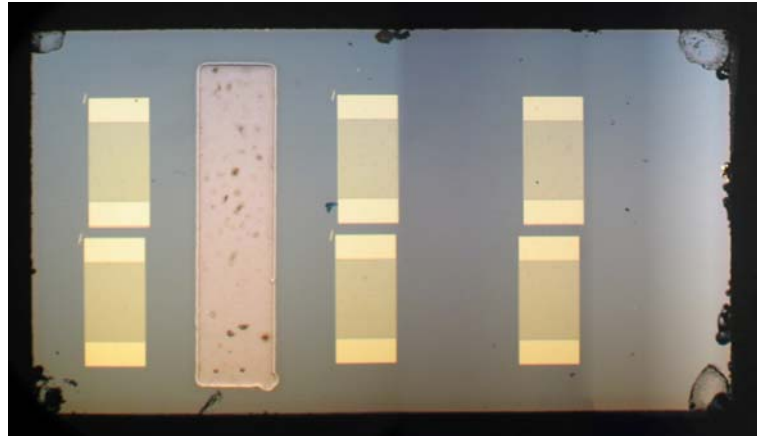


Abbildung 7.38: Typisches Probendesign: Zu erkennen sind der supraleitende Streifen, sowie sechs IDT.

### Einfluss der SAW am Übergang in die Supraleitung

Zunächst wurde die transmittierte Intensität der SAW ( $226.9\text{MHz}$ ,  $15\text{dBm}$ ) in externen Feldern von  $B = 0\text{T}$  bis  $B = 8\text{T}$  in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen (siehe Abbildung 7.39). Um eine akustische Erwärmung der Probe zu vermeiden, wurde ein gepulster Modus eingesetzt und Pulse von einer Länge von  $19\mu\text{s}$  in einem Abstand von  $100\mu\text{s}$  verwendet. Zusätzlich sind in die Abbildung zum Vergleich die über Gleichstrommessung bestimmten kritischen Temperaturen bei den entsprechenden Magnetfeldern als vertikale Balken mit eingetragen. Man kann erkennen, dass für jedes Magnetfeld die Kurve einen Knick etwas unterhalb der für dieses Magnetfeld geltenden kritischen Temperatur aufweist. Aus diesen Daten kann geschlossen werden:

- Das Substrat alleine zeigt bei diesem Temperaturbereich keine Veränderung der Amplitude. Also liegt ein Einfluss des  $MgB_2$  vor.
- Der Knick in der Intensität der transmittierten SAW tritt nahe der zuvor gemessenen kritischen Temperatur auf. Also hat der Übergang von  $MgB_2$  in den supraleitenden Zustand einen Einfluss auf die SAW.

- Der Knick ist etwas unterhalb der jeweils resistiv bestimmten kritischen Temperatur zu finden. Dies kann durch eine Verschiebung der kritischen Temperatur durch die SAW erklärt werden.
- Auch für  $B = 0$  tritt ein Knick in der Kurve auf. Damit ist also die Veränderung der SAW nicht zwangsweise durch einen magnetischen Fluss in der Probe verursacht. Dies bedeutet, dass die SAW auch mit anderen supraleitenden Eigenschaften, wie z.B. die Cooperpaardichte, wechselwirkt.
- Die Steigung der Kurve nach Auftreten des Knicks nimmt mit steigendem Magnetfeld ab. Dies mag einen Einfluss des magnetischen Flusses im Supraleiter auf die SAW widerspiegeln.

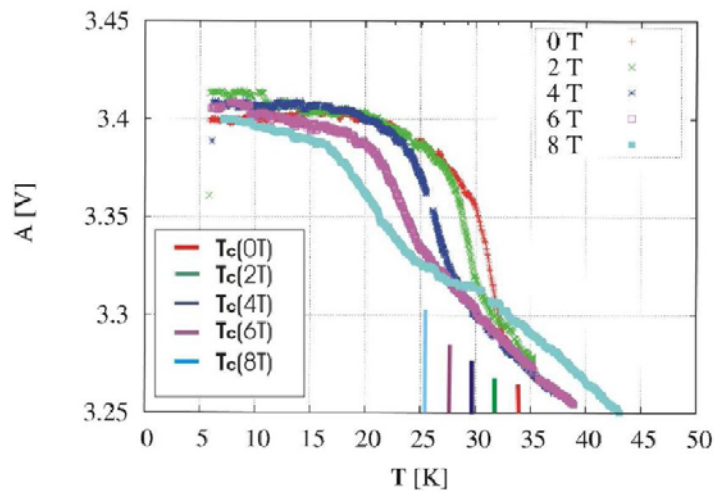


Abbildung 7.39: Temperaturabhängigkeit der SAW Amplitude für verschiedene Magnetfelder.

In Abbildung 7.40 ist die relative Dämpfung ( $\frac{\alpha_{\text{Supraleitung}}}{\alpha_{\text{Normalleitung}}}$ ) gegenüber der reduzierten Temperatur  $\frac{T}{T_c}$  aufgetragen. Unterhalb der kritischen Temperatur fällt die Dämpfung deutlich ab. Für höhere Magnetfelder fällt der Effekt geringer aus. Dieses Verhalten ist konsistent mit dem BCS Modell für longitudinale Ultraschallwellen [284]. Im Gegensatz zu den oben erwähnten Messungen von Niedertemperatur-Supraleitern zeigen sich bei diesen Messungen keine weiteren Dämpfungspeaks. Damit ist eine reine BCS Beschreibung ausreichend.

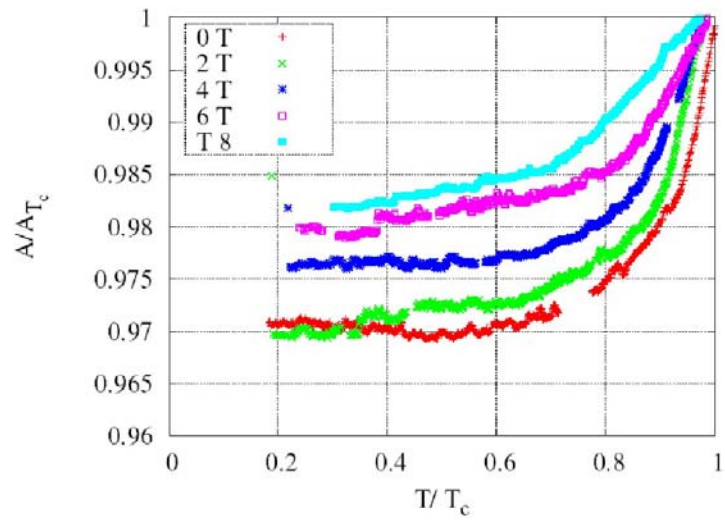


Abbildung 7.40: Relative Dämpfung der SAW.

Dennoch sollte nach der BCS Theorie die relative Dämpfung für  $T = 0$  Null sein. Hier kann dies nicht festgestellt werden. Es zeigt sich ein von Null verschiedener Wert. Eine einfache Erklärung für diese Verschiebung ist der konstante Einfluss des Substrates, welches ebenfalls die SAW dämpft und nicht vom Übergang des  $MgB_2$  in die Supraleitung beeinflusst wird.

Um nun genauer zu bestimmen, ob die SAW an den magnetischen Fluss in der Probe ankoppelt, wurden entsprechende magnetooptische Untersuchungen durchgeführt, auf die im nächsten Abschnitt eingegangen wird.

### Magnetooptische Untersuchung des Einflusses der SAW

Einfluss der SAW auf das homogene Feldeindringen:

Begonnen werden soll mit einem typischen Ergebnis bei einer Leistung der SAW von  $27\text{dBm}$  ( $T = 10\text{K}$ ,  $B = 30\text{mT}$ ) im Fall des homogenen Feldeindringens. Dazu ist in Abbildung 7.41a) die prinzipielle Anordnung gezeigt. Zwischen den beiden Transducern (IDT) befindet sich ein  $1\text{mm}$  breiter und  $5\text{mm}$  langer supraleitender Streifen. Wesentlich ist dabei, dass der Bereich des durch die IDT erzeugten Schallpfades nur das obere Drittel des Supraleiters bedeckt.

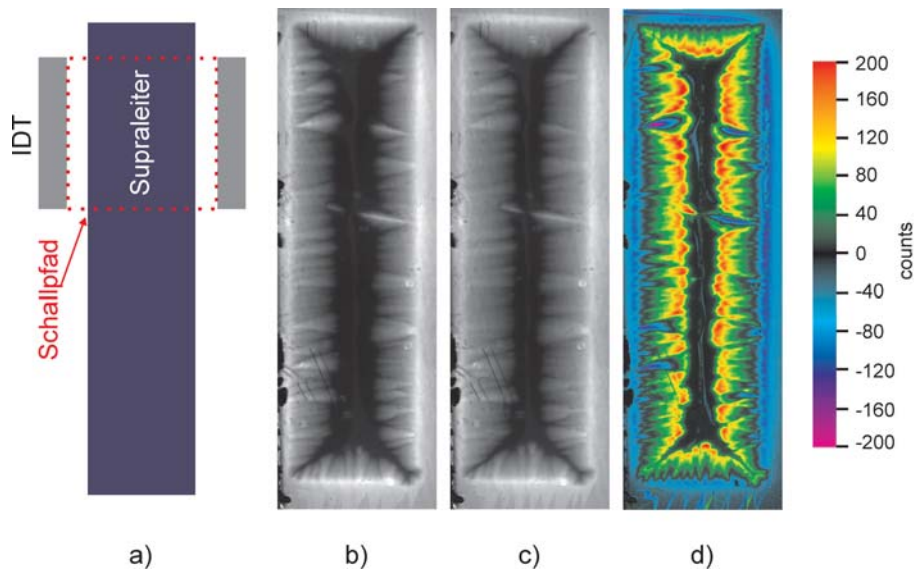


Abbildung 7.41: a) Probenanordnung; b) Aufnahme ohne SAW; c) Aufnahme mit SAW; d) Differenzbild c)-b).

Die magnetooptische Aufnahme des Supraleiters bei einem externen Feld von  $30\text{mT}$  zeigt Abb. 7.41b). Man erkennt das gewohnte Bild des homogenen fingerförmigen Feldeindringens. Anschließend wurde die Probe mit einem  $2.5\text{ms}$  langen SAW Puls ( $27\text{dBm}$ ) belastet (siehe Abbildung 7.41c). Bei dieser Darstellung ist optisch kaum ein Unterschied zu 7.41b) zu verzeichnen. Bildet man das Differenzbild (c-b), so zeigt sich deutlich eine Flussverschiebung (Abbildung d). Nach der angegebenen Farbskala entsprechen dabei Bereiche von schwarz bis rot Gebieten, bei denen durch Anlegen der SAW mehr Fluss

vorhanden war (positiver Intensitätswert im Differenzbild). Schwarze bis violette Bereiche (Intensitätswert negativ) entsprechen Regionen, in denen nach dem Anlegen der SAW weniger Fluss zu verzeichnen war. Insgesamt kam es also zu einer Verschiebung des magnetischen Flusses nach innen.

Da es sich hier um ein relativ kleines Signal handelt, galt es zunächst evtl. Messartefakte auszuschließen. Dazu wurde z.B. ein zweiter Supraleiter auf einem eigenen Substrat in die Nähe des IDT gebracht. Bei erneuter Durchführung des Experiments zeigte sich in diesem keine Flussverschiebung, so dass ein Effekt aufgrund einer elektromagnetischen Strahlung der IDT ausgeschlossen werden konnte. Auch wurde die eingespeiste Frequenz verändert, so dass eine Anregung der SAW durch die IDT nicht mehr möglich war. Dies führte ebenfalls zu keinem messbaren Signal im Differenzbild. Um auszuschließen, dass das beobachtete Ergebnis auf eine Schwankung in der Temperatur zurückzuführen war, wurden Differenzbilder von Aufnahmen mit verschiedenen zeitlichen Abständen (1 – 30s) gebildet. Auch hier zeigte sich kein messbarer Effekt. Das Signal wurde also eindeutig durch die SAW bedingt.

Bemerkenswert ist in Abb. 7.41d), dass über den kompletten supraleitenden Streifen eine Veränderung in der Flussstruktur stattgefunden hat, d.h. auch außerhalb des Schallpfades der IDT. Dies lässt die Vermutung aufkommen, dass die Flussverschiebung durch einen thermischen Effekt, also durch eine Heizleistung der SAW, bedingt ist.

Diese Vermutung wird auch durch die leistungs- und pulsweitenabhängigen Messungen (siehe Abb. 7.42) untermauert. Zunächst wurde der Einfluss der Leistung der SAW Pulse betrachtet ( $T = 10K$ ;  $B = 30mT$ ;  $17dBm$  (Abb. a),  $21dBm$  (Abb. b),  $25dBm$  (Abb. c) und  $29dBm$  (Abb. d). Bei einer Leistung von  $17dBm$  ist im Differenzbild kaum ein Unterschied, also eine geringe Flussverschiebung, zu verzeichnen. Diese nimmt mit steigender Leistung zu. Eine deutliche Verlagerung des Flusses ist in Abbildung d) ( $29dBm$ ) auszumachen.

Vergleicht man dazu den Einfluss der Pulsweite, so zeigt sich ein ähnliches Verhalten. Als Pulsweite wird hierbei die zeitliche Länge eines SAW Pulses definiert. Mit steigender Pulsweite (Abb. e)  $30\mu s$ ; Abb. f)  $100\mu s$ ; Abb. g)  $350\mu s$ ; Abb. h)  $1ms$ ) nimmt ebenfalls deutlich das Eindringen des Flusses zu<sup>14</sup>.

Die Ergebnisse der Pulsweiten- und Leistungsmessungen unterstützen die

---

<sup>14</sup>Sowohl bei der Pulsweiten-, als auch bei der Leistungsmessung ist das Ergebnis unabhängig davon, ob während oder nach dem SAW Puls die Aufnahme durchgeführt wird.

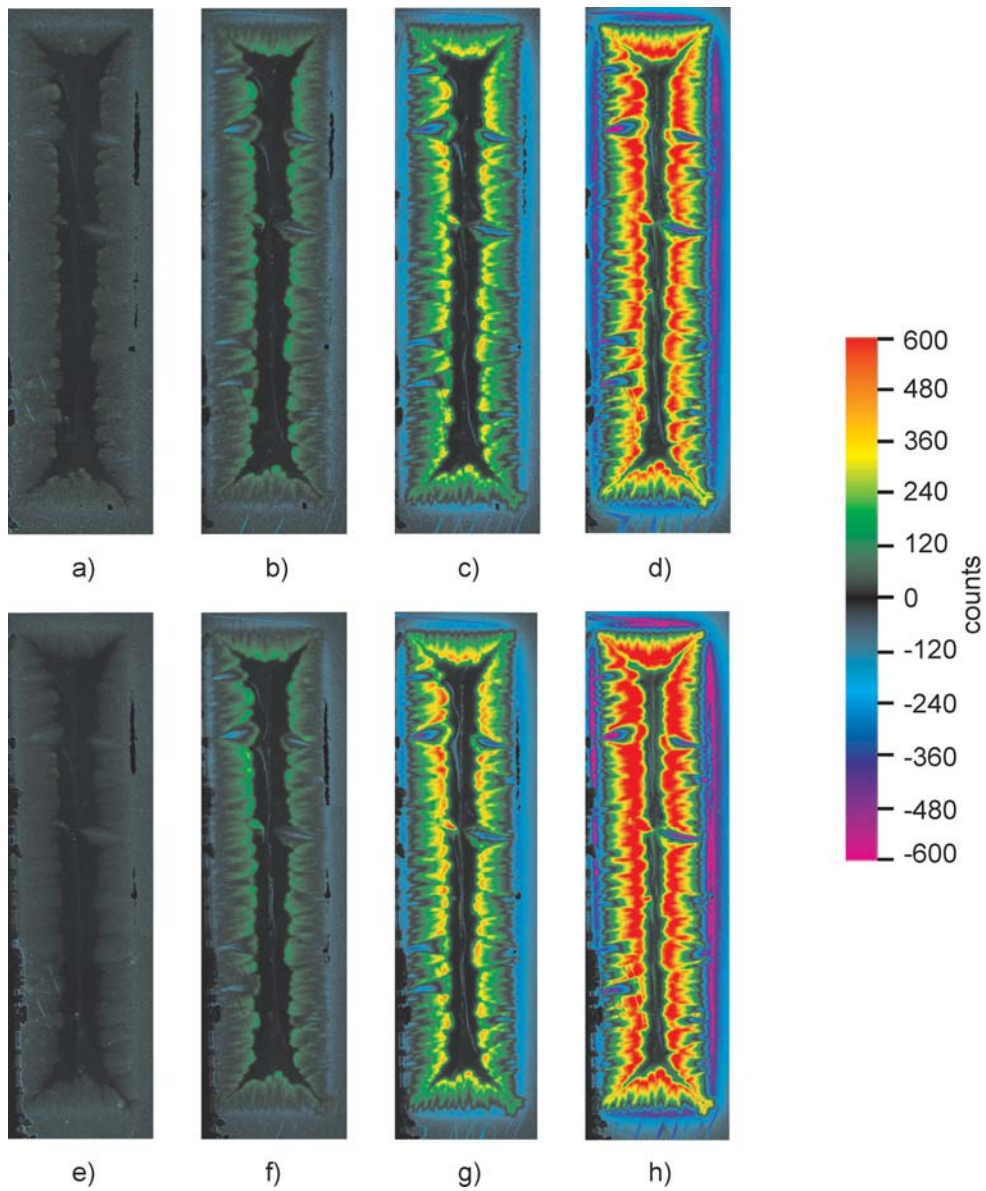


Abbildung 7.42: Einfluss der SAW Leistung auf das Eindringen des magnetischen Flusses eines  $2.5ms$  Pulses ( $10K$ ,  $30mT$ ): a)  $17dBm$ ; b)  $21dBm$ ; c)  $25dBm$ ; d)  $29dBm$ ; sowie Einfluss der Pulsweite ( $10K$ ,  $30mT$ ,  $36dBm$ ): e)  $30\mu s$ ; f)  $100\mu s$ ; g)  $350\mu s$ ; h)  $1ms$ .



Annahme einer Flussverschiebung aufgrund einer Temperaturerhöhung. Betrachtet man zusätzlich für eine hohe Leistung oder große Pulsweite die Verschiebung des Flusses genauer, so erkennt man in beiden Fällen, dass im oberen Drittel, also im Bereich des Schallpfades, mehr Fluss verschoben wurde, als im unteren Bereich. Dies könnte durch einen graduellen Unterschied in der Temperatur aufgrund der Dissipation der SAW im Schallpfad erklärt werden und soll genauer betrachtet werden<sup>15</sup>.

Temperaturerhöhung durch die SAW:

Um die Erwärmung des Substrates durch die SAW zu bestimmen, wurde parallel zu den IDT in einem Abstand von ca.  $100\mu m$  eine  $170\mu m$  breite und  $2mm$  lange *Pt* Brücke strukturiert (siehe Inset von Abb. 7.43a). Nach einer Temperaturkalibration wurden bei einer Temperatur von ca.  $12.7K$  für verschiedene Leistungseinkopplungen in den IDT die Temperaturerhöhung an der *Pt* Brücke gemessen (Abb. 7.43a). Danach steigt die Temperatur z.B. bei einer Leistung von  $19dBm$  um ca.  $2K$  an. Der Einfluss der Pulslänge bei einer sekundlichen Wiederholung ist in Abbildung 7.43b) gezeigt. So nimmt die Temperatur bei eine Pulslänge von  $500\mu s$  ( $19dBm$ ) um ca.  $0.7K$  zu.

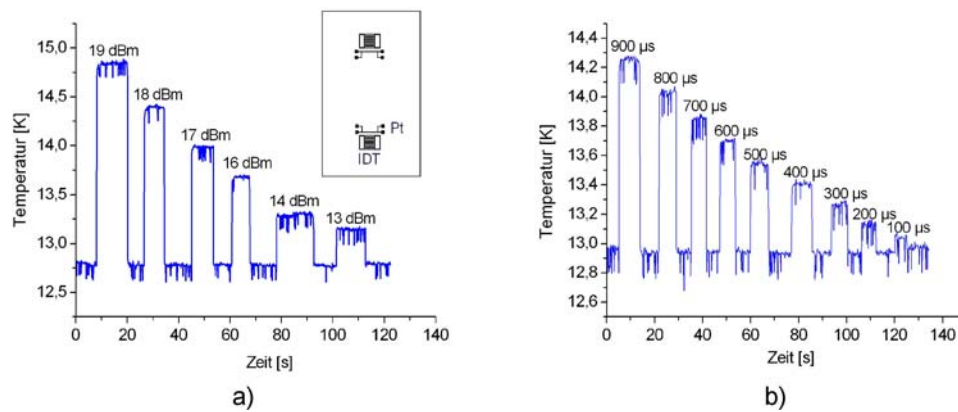


Abbildung 7.43: An der *Pt*-Brücke gemessene Temperaturerhöhung für verschiedene Leistungen (a) und unterschiedliche Pulsweiten (Wiederholung jede Sekunde) (b).

<sup>15</sup>Auch die Amplitude der SAW weist am Rand des Schallpfades einen Gradienten auf. Dieser ist jedoch deutlich steiler, so dass in den unteren Bereichen der Probe keine Variation in der Amplitude festzustellen ist.

Nachdem die Temperaturerhöhung bestimmt wurde, galt es magneto-optische Aufnahmen im Falle eines SAW Pulses mit Aufnahmen bei reiner Temperaturerhöhung zu vergleichen. Dazu sind in Abbildung 7.44 Differenzbilder für folgende Situationen angeführt:

- Mit SAW ( $PW = 5ms$ ,  $P = 17dBm$ ,  $T = 10K$ ,  $B = 30mT$ ) - ohne SAW ( $T = 10K$ ,  $B = 30mT$ ) (Abb. a)
- Mit SAW ( $PW = 10ms$ ,  $P = 17dBm$ ,  $T = 10K$ ,  $B = 30mT$ ) - ohne SAW ( $T = 10K$ ,  $B = 30mT$ ) (Abb. b)
- ohne SAW  $11K$  ( $30mT$ ) - ohne SAW  $10K$  ( $30mT$ ) (Abb. c)

Betrachtet man zunächst den Einfluss einer SAW (Abb. a)  $5ms$ ; b)  $10ms$ ), so zeigt sich, dass sich der magnetische Fluss in Richtung der Meissnerphase, d.h. in das Innere des Supraleiters, verlagert hat. Dabei kann man im Differenzbild auch das fingerförmige Eindringen gut erkennen. Direkt am Rand des Supraleiters und auch z.T. im Inneren der Finger erkennt man einen schwarzen Bereich, d.h. hier ist in Summe die Flussdichte durch die SAW konstant geblieben. Diese Regionen weisen in den Original-Aufnahmen eine hohe Flussdichte auf. Daraus wird geschlossen, dass dieser Fluss ungepinnt vorlag und durch den äußeren magnetischen Druck wieder aufgefüllt worden ist. Dagegen zeigen die Ränder der Finger im Inneren des Supraleiters eine deutliche Erhöhung des gepinnten Flusses.

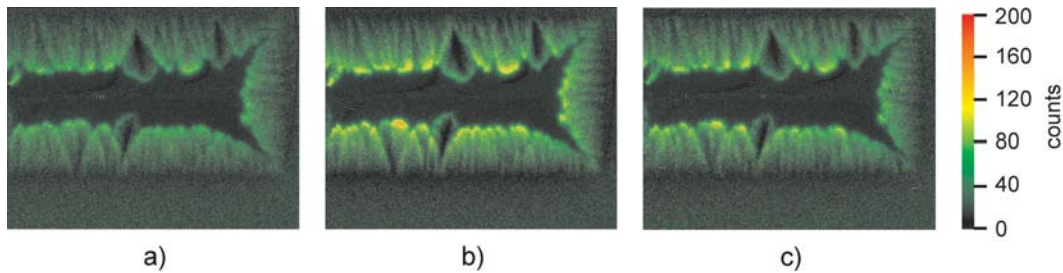


Abbildung 7.44: Differenzbilder zum Flusseindringen a)  $5ms$  SAW Puls, b)  $10ms$  SAW Puls, c) Temperaturerhöhung  $\Delta T = 1.0K$ .

Diese Differenzbilder sollen mit dem Fall einer rein externen Temperaturerhöhung verglichen werden<sup>16</sup>. Dazu ist in Abb. c) ein Differenzbild für einen

<sup>16</sup>Die Temperaturerhöhung wird in diesem Fall durch das Heizelement im Kryostaten induziert.

Temperaturunterschied von  $\Delta T = 1.0K$  gezeigt. Dieser Wert entspricht einer typischen Temperaturerhöhung durch eine SAW im Bereich des Schallpfades. Auch hier ist die gleiche Flussstruktur, sowie eine Flussanhäufung am Rand zur Meissnerphase zu erkennen. In Summe liegt in diesem Fall der verschobene Fluss zwischen den Verschiebungen von Abb. a) und b). Dies bedeutet, dass der  $5ms$  SAW Puls mit einer Temperaturerhöhung etwas unter  $1K$  bzw. der  $10ms$  SAW Puls mit einer Temperaturerhöhung leicht oberhalb  $1K$  gleichzusetzen ist. Diese Beobachtungen stimmen gut mit den gemessenen Temperaturerhöhungen durch die SAW überein (vgl. Abb. 7.43).

Der endgültige Beweis eines thermisch induzierten Flusseindringens ist in Abbildung 7.45 gegeben. In diesem Experiment wurde der supraleitende Streifen senkrecht zur Bahn unterbrochen (siehe Abb. a). In die schematische Zeichnung ist außerdem die Lage der IDT bzw. des Schallpfades eingezeichnet. Betrachtet man nun die Differenzbilder nach dem Anlegen eines SAW Pulses (Abb. b):  $PW = 2.5ms$ ,  $P = 19dBm$ ,  $T = 10K$ ,  $B = 30mT$ ; sowie Abb. c):  $PW = 2.5ms$ ,  $P = 26dBm$ ), so zeigt sich, dass in dem elektrisch abgetrennten Bereich ein äquivalentes Flusseindringen zu beobachten ist. Auch hier ist wieder zu erkennen, dass im Bereich des Schallpfades eine stärkere Flussverschiebung, also eine stärkere Erwärmung, stattgefunden hat.

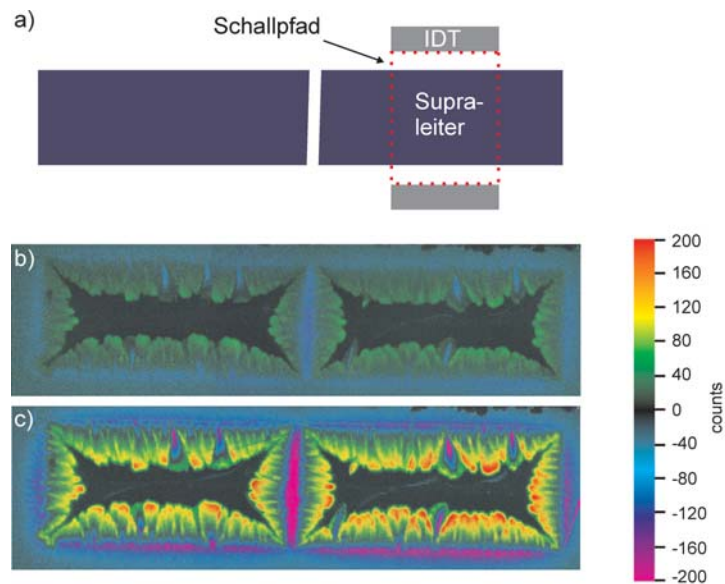


Abbildung 7.45: Unterbrochene Bahn: a) Schema; Differenzbild in der Flussstruktur für  $19dBm$  (b) und  $26dBm$  (c) SAW Puls.

Diese Experimente belegen, dass in einem Temperaturbereich von  $10K$  und geringen Feldern von  $30mT$  der Einfluss der SAW auf die Flussverteilung im Supraleiter durch eine rein thermische Wechselwirkung beschrieben werden kann. Die im Stand der Forschung erwähnten Effekte, wie ein akustoelektrischer Effekt oder die Beobachtungen einer direkten Ankopplung der SAW an das Flussschlauchsystem, wie sie bei den erwähnten Untersuchungen nahe  $T_c$  vermutet wurden (siehe Abb. 7.39), können hier mit der Magnetooptik nicht bestätigt werden. Dies wird auf die experimentellen Bedingungen zurückgeführt. Um eine direkte Ankopplung der SAW an den magnetischen Fluss beobachten zu können, müsste das Regime des freien flux flow (ungepinnte Flussschläuche) untersucht werden. Dies bedeutet, dass die Experimente bei hohen Feldern (einige Tesla) und / oder bei hohen Temperaturen (nahe  $T_c$ ) durchzuführen sind. Im aktuellen magnetooptischen Aufbau sind Felder von max.  $100mT$ <sup>17</sup> möglich. Damit wären nur Untersuchungen nahe  $T_c$  möglich. In diesem Fall ist jedoch der Kontrast in den magnetooptischen Aufnahmen zu gering, um reproduzierbare Aussagen zu treffen.

Abschließend soll noch diskutiert werden, ob es möglich ist, mit der SAW bei tieferen Temperaturen Dendriten zu induzieren.

Einfluss der SAW auf die Dendritenbildung:

Für diese Untersuchungen wurde der Einfluss einer SAW auf die Feldverteilung im Supraleiter bei  $5K$  betrachtet. Abbildung 7.46a) zeigt die magneto-optische Aufnahme des Supraleiters bei einem externen Feld von  $12mT$  ohne SAW. Es sind bereits drei Dendriten am unteren Rand aufgrund des externen Feldes eingedrungen. Als nächstes wird ein  $1s$  langer SAW Puls ( $80MHz$ ,  $16dBm$ ) generiert. Das Resultat ist in Aufnahme b) zu sehen. Zusätzlich ist, trotz konstanten externen Feld, am oberen Rand ebenfalls ein Dendrit aufgetreten. Dieser wurde also durch den SAW Puls induziert.

Wie kann eine SAW einen Dendriten auslösen? Es wurde bereits im Fall des homogenen Eindringens gezeigt, dass die SAW aufgrund einer thermischen Wechselwirkung Flussschläuche verschiebt. Wie in Kapitel 7.5.1 beschrieben, kann eine lokale Dissipation von Energie bzw. eine lokal unterschiedliche Temperaturerhöhung zur Ausbildung einer thermomagnetischen Instabilität führen.

In diesem Zusammenhang stellt sich die Frage, ob die Dendritenbildung nur im Schallpfad der SAW auftritt. Für diese Untersuchungen galt es zu verhindern, dass ein Dendrit durch eine reine Veränderung des externen Feldes ausgelöst wird. Aus diesem Grund ist das externe Feld in Schritten von  $0.4mT$

<sup>17</sup>Der zur Bestimmung der SAW Dämpfung benutzte Kryostat ermöglicht zwar ein Feld von  $9T$ , ist jedoch nicht für magnetooptische Untersuchungen geeignet.

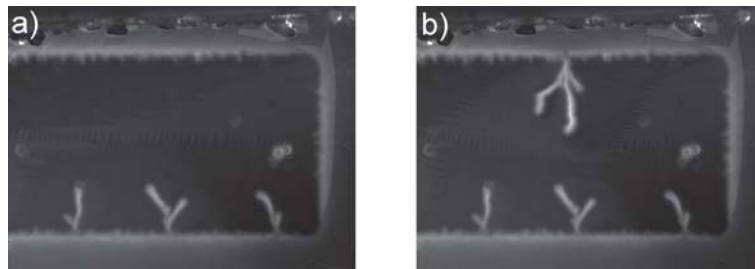


Abbildung 7.46: Magneto-optische Aufnahme von  $MgB_2$  bei  $5K$ : ohne SAW (a); mit SAW (b).

erhöht worden. Nach jeder Felderhöhung wurde ein SAW Puls erzeugt. Dieser sollte dann, wenn an einer Stelle ein überkritischer Zustand durch das externe Feld entstanden ist, diesen relaxieren, d.h. einen Dendriten auslösen. Eine entsprechende magneto-optische Aufnahme ist in Abbildung 7.47a) bei einem externen Feld von  $16mT$  gezeigt. Die in der Abbildung zu sehenden Dendriten wurden durch die SAW induziert. Einzig Dendrit Nr. 1 und 2 wurden beim Anstieg des Feldes ausgelöst. Des weiteren ist in der Abbildung der Schallpfad markiert. Es zeigt sich deutlich, dass es auch außerhalb aufgrund der dissipierten Energie der SAW zu einer Dendritenbildung gekommen ist.

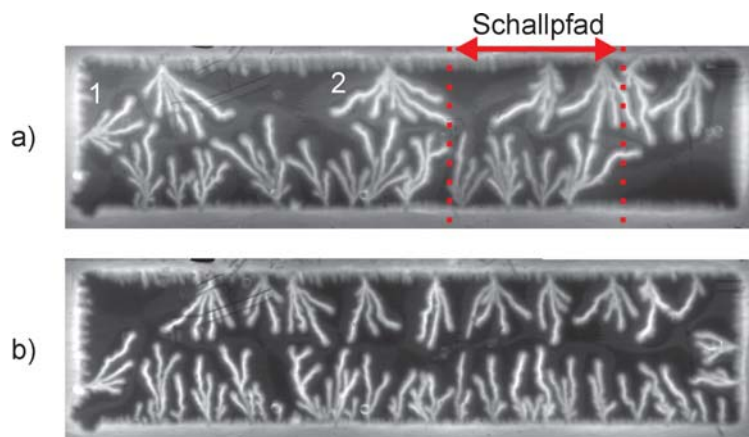


Abbildung 7.47: Magneto-optische Aufnahme von  $MgB_2$  bei  $5K$ : SAW induzierte Dendriten (a); Feld induzierte Dendriten (ohne zusätzliche SAW Pulse) (b).

Ferner sind in Abbildung 7.47b) ausgebildete Dendriten zu sehen, wenn nur ein externes Feld von  $16mT$  angelegt wird (ohne SAW Pulse). Man erkennt deutlich, dass nun eine größere Anzahl von Dendriten vorliegt. Wie kann dies erklärt werden? Wesentlich ist, dass beim vorangegangenen Experiment das Feld vor jedem SAW Puls nur geringfügig erhöht worden ist. Dies bedeutet, dass auch lokal nur eine geringe Felderhöhung stattfand. Mit jedem SAW Puls wird das System jedoch früher relaxiert, was aber nicht zwangsweise zur Bildung eines Dendriten führen muss. Betrachtet man dabei auch die Form der Dendriten, so erscheinen diese im Vergleich zur reinen Felderhöhung im Falle der SAW verzweigter. Darauf wird später im Detail eingegangen.

Wenn die Ausbildung eines Dendriten durch die SAW auf eine Temperaturerhöhung zurückzuführen ist, dann muss es auch möglich sein, durch eine Wärmezufuhr<sup>18</sup> einen Dendriten auszulösen. Das Experiment wurde äquivalent zu den SAW Pulsen durchgeführt, d.h. das Feld wurde schrittweise um  $0.4mT$  erhöht. Nach jeder Felderhöhung wurde kurzzeitig das Substrat über das Heizelement des Kaltkopfes erwärmt.

Abbildung 7.48 zeigt ein typisches Ergebnis für einen Temperaturhub von  $T = 2.4K$  auf  $T = 8.0K$  bei  $B = 11mT$ . Insgesamt sind fünf große und ein kleiner Dendrit (linke untere Ecke) zu erkennen. Von diesen sechs Dendriten wurden zwei durch die Erhöhung des Magnetfeldes und vier durch den Heizpuls ausgelöst. Es zeigt sich also ein ähnliches Verhalten.

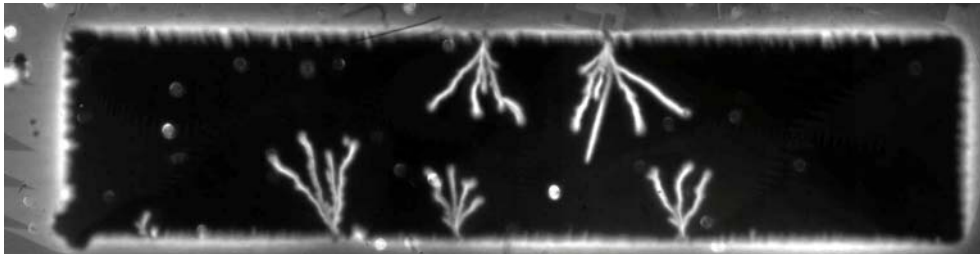


Abbildung 7.48: Reiner Temperaturhub von 5.6K.

Um auch diese Experimente zu untermauern, wurde äquivalent wie im Falle des homogenen Eindringens die Probe mit unterbrochener Bahn betrachtet. In Abbildung 7.49a) ist dabei wieder schematisch die Anordnung dargestellt. Abbildung b) zeigt die gewonnene magnetooptische Aufnahme ( $T = 2.4K$ ,  $P = 36dBm$ ,  $PW = 100\mu s$ ). Es ist zu erkennen, dass auch im elektrisch

<sup>18</sup>Diese erfolgt durch Einschalten des Heizers im Kryostaten.

abgetrennten Bereich Dendriten durch die SAW induziert werden konnten<sup>19</sup>. Dies bestätigt die Annahme einer thermischen Wechselwirkung.

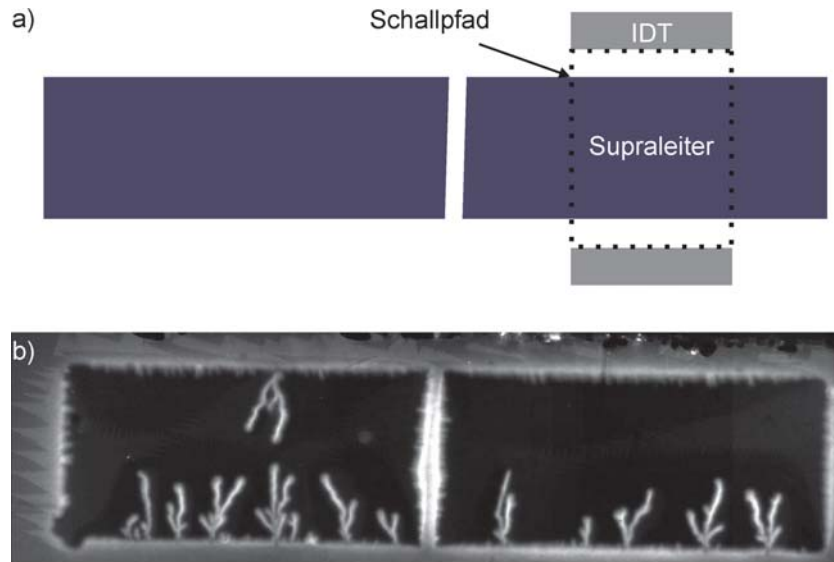


Abbildung 7.49: Unterbrochene Supraleiterbahn: a) schematische Zeichnung; b) induzierte Dendriten.

Letztlich soll noch der Einfluss der Pulsweite auf die Dendritenbildung diskutiert werden. Dieser ist in Abbildung 7.50 für einen  $50\mu s$  ( $P = 36dBm$ ,  $B = 14mT$ ,  $T = 2.4K$ ) (a),  $75\mu s$  (b),  $100\mu s$  (c)  $120\mu s$  (d), sowie für einen  $200\mu s$  (e) Puls mit anschließender Felderhöhung von  $15mT$  auf  $19mT$  gezeigt<sup>20</sup>. Deutlich zu erkennen ist, dass sich mit steigender Pulsweite die Form der Dendriten verändert. Je größer die Pulsweite und damit die induzierte Temperaturerhöhung ist, umso verzweigter erscheinen sie (Abb. a) - e)). Dies ist äquivalent zur beschriebenen Abhängigkeit der Form der Dendriten von der Temperatur (vgl. Abb. 7.27).

Überraschend ist in diesem Zusammenhang allerdings Abbildung e). Hier wurden zwischen den einzelnen Felderhöhungen SAW Pulse mit einer Länge von  $200\mu s$  angelegt. Die Proben temperatur ohne SAW Puls betrug dabei  $2.4K$ . Es zeigte sich, dass weder durch Erhöhen des Feldes, noch durch die

<sup>19</sup>In diesem Fall wurden keine Dendriten beim Erhöhen des Feldes ausgelöst.

<sup>20</sup>Die anschließende Felderhöhung erfolgte nur für die Untersuchungen mit  $200\mu s$  Pulsen.



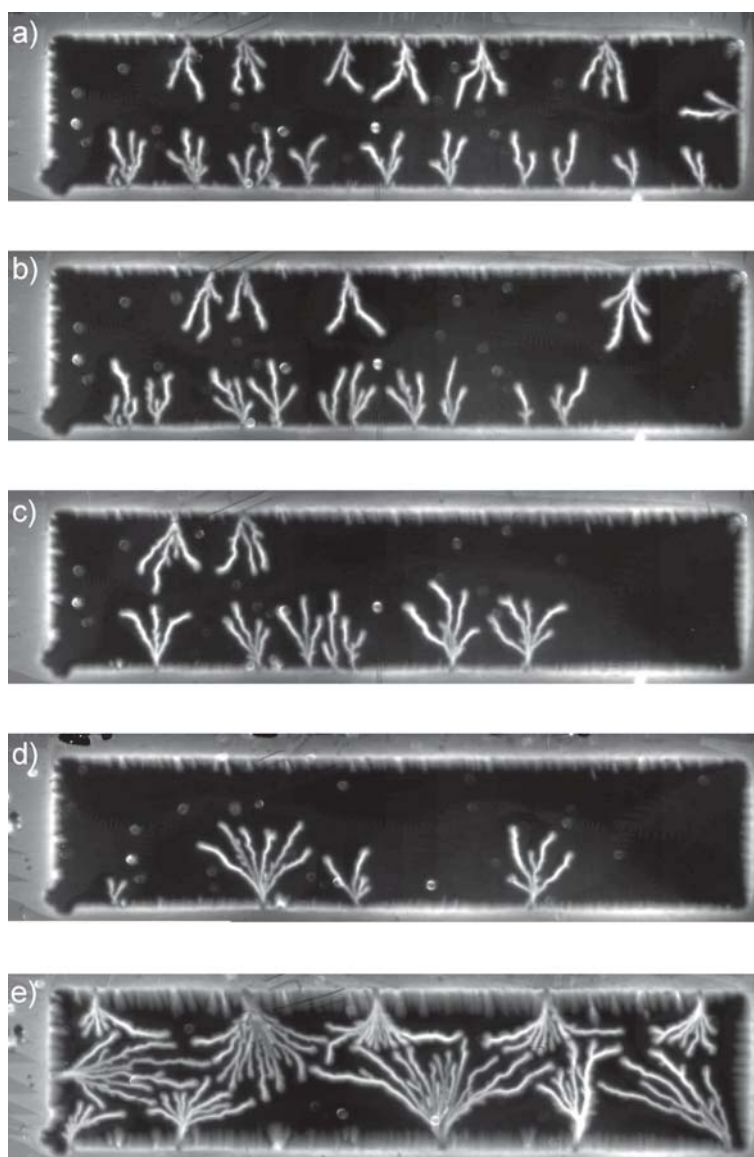


Abbildung 7.50: Pulsweitenvariation: a) 50  $\mu s$ ; b) 75  $\mu s$ ; c) 100  $\mu s$ ; d) 120  $\mu s$ ; e) 200  $\mu s$  mit anschließender Felderhöhung von 15 mT auf 19 mT (nur e).



SAW ein Dendrit ausgelöst werden konnte. Nachdem ein Feld von  $15mT$  erreicht worden war, wurden keine SAW Pulse mehr angelegt, sondern nur noch das externe Feld erhöht. Die Temperatur der Probe betrug wieder konstant  $2.4K$ . Nun konnten Dendriten ausgelöst werden. Wie in Abb. e) zu erkennen, weisen diese jedoch eine für  $2.4K$  untypische stark verzweigte Struktur auf. Wie kann dies erklärt werden? Die Form der Dendriten wird mit sinkender Temperatur "eindimensionaler". Eine niedrigere Temperatur ist auch mit einer höheren kritischen Stromdichte und damit mit einem steileren Feldgradienten bzw. einem geringeren Eindringen des Feldes am Rand der Probe gleichzusetzen. Ein sich ausbildender Dendrit erfährt dadurch einen höheren magnetischen Druck<sup>21</sup>, so dass bei seiner Ausbreitung lokale Störungen eine geringere Rolle spielen. Im Gegensatz dazu ist bei höheren Temperaturen der Feldgradient und damit der magnetische Druck vom Rand geringer, so dass lokale Störungen eine Verzweigung der Dendriten bedingen können. Durch die SAW wurde in diesem Fall zwar kein Dendrit ausgelöst, dennoch bewirkte diese aufgrund ihrer Heizleistung ein stärkeres Eindringen des Flusses und damit einen geringeren Feldgradienten am Rand (siehe SAW Einfluss auf das homogene Feldeindringen). Obwohl die Probentemperatur bei  $2.4K$  liegt, ist die Flussstruktur am Rand mit einer bei einer deutlich höheren Temperatur zu vergleichen. Entsprechend weisen die durch die Felderhöhung erzeugten Dendriten eine stark verzweigte Struktur auf.

Die Anzahl der gebildeten Dendriten in Abhängigkeit von der Pulsweite ist in Abbildung 7.51 dargestellt. Dabei ist sowohl die Zahl der Dendriten, die durch die SAW induziert worden sind, als auch die Zahl der Dendriten, die durch das Erhöhen des Feldes ausgelöst worden sind, aufgetragen.

Zunächst soll der Verlauf für die SAW induzierten Dendriten betrachtet werden. Für sehr kurze Pulsweiten ( $PW \leq 2\mu s$ ) werden keine Dendriten ausgelöst. In diesem Fall ist die durch die SAW dissipierte Energie zu gering, um eine ausreichende Temperaturerhöhung für eine thermomagnetische Instabilität zu erzeugen. Für Pulsweiten im Bereich von  $200\mu s$  ist es ebenfalls nicht mehr möglich, mit der SAW Dendriten zu generieren. In diesem Fall ist die Temperaturerhöhung so groß, dass man außerhalb des Temperaturbereichs liegt, innerhalb dessen Dendriten gebildet werden können ( $T > 10K$ ). Zwischen diesen beiden Extremwerten findet sich ein Maximum für die Bildungswahrscheinlichkeit. Bei diesem ist die Temperaturerhöhung ausreichend hoch, allerdings nicht zu hoch, was einer Bildung entgegenwirken würde.

Ein anderer Verlauf zeigt sich für die durch die Felderhöhung gebildeten Den-

---

<sup>21</sup>Betrachtet man bei gleichem externen Feld die Feldverdrängung bei unterschiedlichen Temperaturen, so ist diese umso geringer, je höher das externe Feld ist. Entsprechend ist auch der Druck der verdrängten Feldlinien in Richtung zur Probenmitte geringer.

driven. Ist die durch den SAW Puls induzierte Temperaturerhöhung zu gering, werden die Dendriten ausschließlich durch das Feld ausgelöst. Dementsprechend häufig treten Feld induzierte Dendriten auf. Allerdings sinkt die Anzahl der durch das Feld ausgelösten Dendriten mit zunehmender Anzahl von SAW induzierten Dendriten, die das System ebenfalls relaxieren. Letztlich kommt auch hier das Argument zum Tragen, dass bei einer zu hohen Temperatur keinerlei Dendriten mehr ausgelöst werden können.

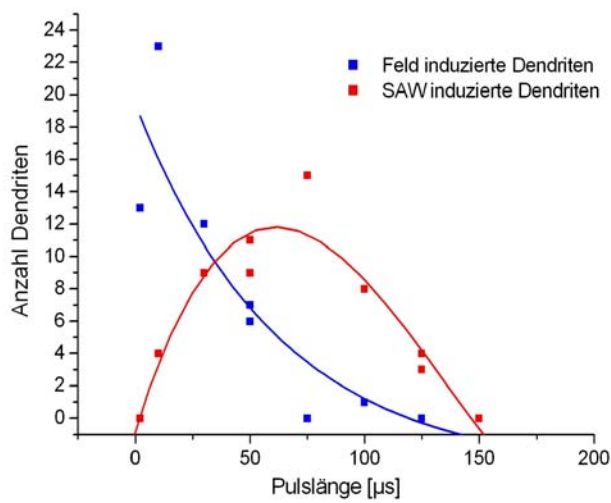


Abbildung 7.51: Anzahl der SAW und Feld induzierten Dendriten bei schrittweiser Erhöhung des Feldes um  $0.4mT$  mit dazwischenliegenden SAW Pulsen unterschiedlicher Länge (gleiche Leistung).

# Kapitel 8

## Zusammenfassung

In diesem Teil der Arbeit wurde die Deposition von  $MgB_2$  und magnetooptische Untersuchungen an supraleitenden Systemen vorgestellt. Die wesentlichen Ergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Bei der Laserablation von  $MgB_2$  konnte mit Hilfe von detaillierten spektroskopischen Untersuchungen gezeigt werden, dass ein hoher Anteil von  $MgII$  im Plasma eine deutliche Steigerung der kritischen Temperatur von  $MgB_2$  bedingt. Dies wurde auf die im Vergleich zu  $MgI$  höhere Reaktionsfreudigkeit von  $MgII$  zurückgeführt.

Des Weiteren wurde das Verfahren der Laserablation modifiziert, so dass es erstmals gelang, mit dieser Methode in einem in-situ Prozess kritische Temperaturen im Bereich von  $40K$  zu erzielen.

Die Magnetooptische Sensorik wurde eingesetzt, um das Flusseindringen in  $MgB_2$  und  $YBCO$  zu untersuchen.

Mit dieser Methode konnte der Einfluss eines von einer Spule induzierten Hochfrequenzfeldes auf die Feldverteilung in  $YBCO$ , d.h. das Schaltverhalten dieses aktiven Bauelements, geklärt werden. Halbwellenaufgelöste magnetooptische Messungen demonstrierten, dass die spiralenförmige Spule einen Kreisstrom im Supraleiter induziert. Dabei ist das Flusseindringen nicht durch den angelegten Vorstrom, sondern durch den induzierten Strom dominiert. Die induzierten oszillierenden Kreisströme im Supraleiter verschieben mit jeder Halbwelle massiv magnetischen Fluss senkrecht zum Rand des Supraleiters. Dadurch entsteht eine erhöhte Dissipation, was letztlich zu einem Schalten des Supraleiters, d.h. einem Übergang in die Normalleitung, führt.

Im Falle von  $MgB_2$  wurde gezeigt, dass zwischen einem homogenen und einem dendritischen Eindringverhalten unterschieden werden kann.

Es konnte dargelegt werden, dass die Form des homogenen Eindringens durch

die kristallinen Eigenschaften der Probe bestimmt ist.

Im Falle des dendritischen Eindringens wurden erstmals magnetooptische Aufnahmen mit einer hohen Bildwiederholrate durchgeführt. Danach entstanden Dendriten zwar innerhalb einer sehr kurzen Zeitskala ( $ns$  Bereich). Mit den Aufnahmen konnte jedoch nachgewiesen werden, dass bei der Ausbildung des Dendriten der gesamte ungepinnte Fluss in den Supraleiter verlagert wird.

Durch eine intensive statistische Analyse der magnetooptischen Aufnahmen konnte auch zum ersten Mal nachgewiesen werden, dass es sich bei  $MgB_2$  um ein selbstorganisiertes kritisches System handelt. Die allgemeinen Voraussetzungen dafür waren für Flussschläuche bzw. Dendriten erfüllt. Durch die magnetooptischen Messungen konnte belegt werden, dass auch die notwendigen speziellen Bedingungen wie Skaleninvarianz bzgl. Raum und Zeit, sowie ein Potenzgesetz (mit  $\alpha = 1$ ) für die Verteilungsfunktion der Dendritenlängen, zutrafen.

Auch im Falle von  $MgB_2$  wurde der Einfluss eines Hochfrequenzfeldes auf die Flussverteilung in  $MgB_2$  untersucht. Dazu konnte durch eine Halbierung des Substrates klar demonstriert werden, dass die thermischen Eigenschaften des Substrates eine entscheidende Rolle beim Eindringen des magnetischen Flusses spielten. Diese Annahme erklärt, warum bei einer sinkenden Frequenz und einer steigenden Pulslänge die Eindringtiefe des magnetischen Flusses zunimmt.

In diesem Zusammenhang wurde auch untersucht, ob es möglich ist, mit Hilfe von Hochfrequenzpulsen Dendriten auszulösen. Es konnte demonstriert werden, dass die thermomagnetische Instabilität in diesem Fall durch einen Temperaturhub ausgelöst wird.

Letztlich wurde erstmals der Einfluss von akustischen Oberflächenwellen (SAW) auf die Flussverteilung in  $MgB_2$  untersucht. Für hohe Magnetfelder nahe der kritischen Temperatur wurde festgestellt, dass die SAW im gepulsten Modus, um den thermischen Eintrag zu minimieren, die Übergangstemperatur von  $MgB_2$  verschiebt. Außerdem zeigte die Amplitude der transmittierten Welle in ihrem Verlauf mit der Temperatur einen Knick bei der kritischen Temperatur. Dies wurde auf eine Kopplung der SAW an das Flussschlauchsystem zurückgeführt.

Das Hauptanliegen war jedoch, die Technik der Oberflächenwellen mit der Methode der magnetooptischen Sensorik des Flusseindringens zu verknüpfen. Dazu wurde sowohl das homogene, als auch das dendritische Eindringen betrachtet.

Im Falle des homogenen Eindringens zeigte sich, dass bei Feldern von einigen

$mT$  und Temperaturen  $\ll T_c$  die Beeinflussung der Flussstruktur durch die SAW mit Hilfe einer thermischen Wechselwirkung beschrieben werden kann. Die durch die SAW dissipierte Energie bedingt eine Temperaturerhöhung des Supraleiters, weshalb verstärkt Fluss in den Supraleiter eindringt.

Beim dendritischen Eindringen konnte dargelegt werden, dass ebenfalls aufgrund einer thermischen Wechselwirkung eine thermomagnetische Instabilität ausgelöst wird. Dabei weisen die Dendriten eine charakteristische Verzweigung auf, die von der dissipierten Energie abhängt. Sie ist äquivalent zur beobachteten Zunahme der Verzweigung für höhere Temperaturen und wurde auf einen durch die SAW bedingten geringeren Feldgradienten am Rand des Supraleiters zurückgeführt. Des weiteren konnte gezeigt werden, dass für die Anzahl der durch die SAW gebildeten Dendriten ein Maximum in Abhängigkeit von der SAW Pulsweite (bzw. Temperaturerhöhung) vorliegt. Dieses wird auf einen zur Auslösung minimal notwendigen und maximal nicht zu überschreitenden Temperaturhub zurückgeführt.

Eine direkte Ankopplung der SAW an das Flussgitter konnte magnetooptisch nicht beobachtet werden, da dafür sehr hohe Felder und/oder hohe Temperaturen notwendig sind. Dies ist Gegenstand weiterer Untersuchungen.



**Teil III**  
**Anhang**





# Kapitel 9

## Danksagung

Herzlichen Dank an alle Personen, ohne deren Mithilfe diese Arbeit nicht zustande gekommen wäre. Vielen Dank an

meine Fachmentoren:

- Herrn Prof. Dr. Bernd Stritzker. Für die uneingeschränkten Freiheiten bei meinen Tätigkeiten, die stets "offene Tür" bei auftretenden Problemen und seine Bereitschaft die Arbeit zu unterstützen und zu betreuen.
- Herrn Prof. Dr. Achim Wixforth. Für seinen Einsatz als Fachmentor und seine unermüdlichen Hilfestellungen, die nicht nur zum Gelingen der SAW Messungen beigetragen haben.
- Herrn Prof. Dr. Christoph Buchal, dass er sich sofort bereit erklärt hat das Fachmentorat zu übernehmen und das Angebot, die ihm zur Verfügung stehenden Einrichtungen zu nutzen.

alle Mitglieder "meiner" Laser- und Magnetooptik Gruppe. Für die wunderbare Zusammenarbeit und den selbstlosen Einsatz von allen:

- Herrn Simon Che'Rose. Dafür, dass er mich nach Augsburg begleitet hat und sich intensiv mit der Beeinflussung des gemischten Zustandes eines Supraleiters durch ein Wechselfeld befasste. Auch für seine treue Hilfe, nicht nur bei allen magnetooptischen Messproblemen.
- Herrn Timo Körner. Für seinen Einsatz bei der Deposition von magnetooptischen Materialien auf Nicht Granat Substrate. Aber auch dafür, dass er zu jeder Tages- und Nachtzeit zur Stelle war, um zur Lösung der akuten Schwierigkeiten der gesamten Gruppe beizutragen.

- Herrn Stephan Leitenmeier. Für seine sorgfältig durchgeführten Untersuchungen zum Wachstum der magnetooptisch aktiven Materialien, dass er immer zur rechten Zeit kritische Fragen gestellt hat und uneingeschränkt mit Elan alle Arbeitsgebiete der Gruppe unterstützt hat.
- Herrn Robert Lux. Für seine umfangreichen Depositionen und Charakterisierungen der magnetooptischen Materialien. Auch für seine äußerst gründliche Arbeit und seinem unermüdlichen Einsatz bei der Integration der Materialien.
- Herrn Michael Herbort. Für die ausführlichen Untersuchungen zur Targetdegradation und seinem Fleiß, Filme mit maximaler Schichtdicke zu ermöglichen. Aber auch dafür, dass er mit einer ausgefeilten Proben-datenbank die Ordnung deutlich verbessert hat.
- Herrn Michael Jakob. Für seine z.T. abendfüllenden Messungen zum Einfluss akustischer Oberflächenwellen auf den gemischten Zustand im Supraleiter. Seine sorgfältig durchgeführten Temperaturbestimmungen verschafften viel Klarheit.
- Herrn Christian Leirer. Für die Abscheidung von  $MgB_2$  Filmen und die Optimierung des Prozesses. Auch für die Diskussion stets auftauchender neuer Ideen.
- Herrn Emmeram Stark. Für die Untersuchungen mit der "schnellen" Kamera und dem Studium des Dendritenwachstums. Auch dafür, dass er zu jeder Zeit bereit war, ausdauernd weitere Untersuchungen vorzunehmen.
- Herrn Martin Spitzbarth. Für die Deposition von  $MgB_2$  und die Charakterisierung des Plasmas während der Ablation.
- Frau Katrin Dengler, Herrn Dr. Johannes Goldfuß, Frau Sarah Heizmann, Herrn Matthias Knoll, Frau Irina Paul, Herrn Alexander Sarzio, Frau Olga Schmitt, Herrn Florian Schwarz, Frau Kerstin Wätje, Herrn Dr. Bernhard Wörz für die Durchführung und Unterstützung bei all den anderen Projekten unserer Arbeitsgruppe.

viele weitere Personen:

- Herrn Dr. Andreas Hörner für die Strukturierung der IDT und der Unterstützung bei den SAW Messungen.
- Herrn Dr. Rudolf Schneider vom Forschungszentrum Karlsruhe für die Deposition von  $MgB_2$  Filmen.

- Herrn Dr. Andreas Opitz. Für die Korrektur der Arbeit, das ständig offene Ohr für meine LaTeX Probleme und seine Mitstreiterschaft bei allen Unklarheiten der neuen Habil Ordnung.
- Herrn Josef Maier für seine gründliche orthographische Durchsicht der Arbeit.
- Herrn PD Dr. Jörg Lindner und Herrn Maik Häberlen für die TEM Untersuchungen.
- Herrn PD Dr. Karl-Heinz Höck und Frau Daniela Schneider für ihre immer wiederkehrende spontane Hilfe bei allen Problemen aus der Theorie.
- Frau Cornilia Ludescher. Für die vielen Verwaltungstätigkeiten, die sie mir abgenommen hat.
- Herrn Wolfgang Reiber. Für die angenehmen Jahre im gemeinsamen Büro und seine ständige Hilfsbereitschaft bei allen kleineren und größeren Nöten.
- dem gesamten Lehrstuhl IV für die angenehme Arbeitsatmosphäre und die gegenseitige Unterstützung.
- den Mitarbeitern des Lehrstuhls I, II, VI und der Festkörperchemie, die eine lehrstuhlübergreifende Zusammenarbeit für selbstverständlich halten.
- dem AMU, Herrn Dr. Wolfgang Biegel, Herrn Roland Grenz, Frau Agnes Gebauer und Herrn Robert Merkle für die ständige Unterstützung und die uneingeschränkte Nutzung des ESEM.
- Herrn Dr. Marcus Kuhn und Herr Dr. Bernd Schey der Firma AxynTec, sowie Frau Dr. Susanne Klerner und besonders Herrn Rainer Danz von der Firma Carl Zeiss AG für ihre Mitarbeit bei ForOxid.
- den Fördermittelgebern. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (SPP 1157 und HE3533), der Bayerischen Forschungstiftung (ForOxid) und dem Bayerischen Staatsministerium (Langzeitprogramm "neue Werkstoffe") für die finanzielle Unterstützung.



# Literaturverzeichnis

- [1] Dötsch, H.; Bahlmann, N.; Zhuromskyy, O.; Hammer, M.; Wilkens, L.; Gerhardt, R.; Hertel, P. J. *Opt. Soc. Am. B* 2005, **22**, 240
- [2] Faraday, M. *Philosophical Transaction of the Royal Society* 1846, **136**, 1
- [3] Dötsch, H. Vorlesungsskript; <http://www.physik.uni-osnabrueck.de/magnetooptik/doetsch/skripten/default.htm>
- [4] Huard, S. *Polarization of Light*, ISBN 0-471-96536-7, John Wiley and Sons: NY, USA; 1997
- [5] Zvezdin, A.K.; Kotov, V.A. *Modern Magneto-optics and Magneto-optical Materials*, ISBN 0-7503-0362-X; Institute of Physics Publishing; Bristol; 1997
- [6] Shinagawa, S; *Magneto-Optics*, ISBN 3-540-65961-7, Editors: Sugano, S.; Kojima, N.; Springer; 2000
- [7] Kahl, S. *Bismuth iron garnet films for magneto-optical photonic crystals*, Dissertation Royal Institute of Technology, IMIT, Stockholm; 2004
- [8] Dillon, J.F. *Physics of Magnetic Garnets*, Proceedings of the international school of physics "Enrico Fermi", edited by A. Paoletti, North Holland Publishing, 1978
- [9] Clogston, A.M. *Journal of Applied Physics* 1960, **31**, 198S
- [10] Kahn, F.J.; Pershan, P.S.; Remeika, J.P. *Physical Review* 1969, **186**, 891
- [11] Scott, G.B.; Lacklison, D.E.; Ralph, H.I.; Page, J.L. *Physical Review B* 1975, **12**, 2562

- [12] Wittekoek, S.; Popma, T.J.A.; Robertson, J.M.; Bongers, P.F. *Physical Review B* 1975, **12**, 2777
- [13] Zenkov, A.V.; Moskvina, A.S. *Journal of Physics: Condensed Matter* 2002, **14**, 6957
- [14] Doorman, V.; Krumme, J.P.; Lenz, H. *Journal of Applied Physics* 1990, **68**, 3544
- [15] Dionne, G.F.; Allen, G.A. *Journal of Applied Physics* 1994, **75**, 6372
- [16] Helseth, L.W.; Solovyev, A.G.; Hansen, R.W.; Il'yasehniko, E.I.; Baziljevich, M.; Johansen, T.H. *Physical Review B* 2002, **66**, 064405
- [17] Wei, J.; Hu, J.; He, H. *Physica Status Solidi A* 1998, **168**, 501
- [18] Dionne, G.F.; Allen, G.A. *Journal of Applied Physics* 1993, **73**, 6127
- [19] Kahl, S.; Popov, V.; Grishin, A.M. *Journal of Applied Physics* 2003, **94**, 5688
- [20] Winkler, G. *Magnetic Garnets*, ISBN 3-528-08487-1, Vieweg and Son: Braunschweig, Germany, 1981
- [21] Geller, S. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 1959, **9**, 235
- [22] <http://www.chemcool.com>
- [23] Holthaus, C. Development of sensitive indicators for magneto-optical pattern recognition, Dissertation Universität Osnabrück, 2004
- [24] Hagedorn, O. Herstellung und Charakterisierung magnetischer Granatfilme für die magneto-optische Sensorik, Dissertation Universität Osnabrück, 2002
- [25] Aichele, T.; Lornez, A.; Hergt, R.; Görnert, P. *Crystal Research Technology* 2003, **38**, 575
- [26] Miller, J.C. *Laser Ablation*, ISBN 3-540-57571-5, Springer Verlag, Editor Miller, J.C. 1994
- [27] Heinrich, A.; Renner, B.; Lux, R.; Ebbinghaus, S.G.; Reller, A.; Stritzker, B. *Thin Solid Films* 2005, **479**, 12
- [28] Gualtieri, D.M.; Emo, S.M.; Kinney, T.R. *Journal of Applied Physics* 1991, **69**, 5978

- [29] Gieniusz, R.; Desvignes, J.M.; Jablonski, R. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 1996, **153**, 50
- [30] Randshkin, V.V.; Kozlov, V.I.; Mocahr, V.Y.; Vasil'eva, N.V.; Voronov, V.V. *Technical Physics* 1998, **43**, 584
- [31] Fehndrcik, M.; Josef, A.; Wilkens, L.; Kleine-Börger, J.; Bahlmann, N.; Lohmeyer, M.; Hertel, P.; Dötsch, H. *Applied Physics Letters* 1999, **74**, 2918
- [32] Hansen, P.; Klages, C.P.; Schuldt, J.; Witter, K. *Physical Review B* 1985, **31**, 5858
- [33] Ramesh, M.; Gualtieri, D.M.; Silliman, S.D.; Peruyero, J.; Stancil, D.D. *Japanese Journal of Applied Physics* 1991, **70**, 6289
- [34] Il'yashenko, E.L.; Il'yicheva, E.N.; Durasove, U.A.; Matynin, A.V. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, **6**, 969
- [35] Bahlmann, N.; Chandrasekhara, V.; Erdmann, A.; Gerhardt, R.; Hertel, P.; Lehmann, R.; Salz, D.; Schroteler, F.J.; Wallenhorst, M.; Dötsch, H. *Journal of Lightwave Technology* 1998, **16**, 818
- [36] Keszei, B.; Vertesy, Z.; Vertesy, G. *Crystal Research Technology* 2001, **36**, 953
- [37] Randoshkin, V.V.; Saletskii, A.M.; Usmanov, N.N.; Chopornyak, D.B. *Physics of the Solid State* 2002, **44**, 899
- [38] Adachi, N.; Obata, K.; Okuda, T.; Machi, T.; Koshizuka, N. *Japanese Journal of Applied Physics* 2002, **41**, 5986
- [39] Randoshkin, V.V.; Saletsky, A.M.; Usamanov, N.N.; Choponyak, D.B. *Physics of the Solid State* 2004, 474
- [40] Hansteen, F.; Helseth, L.E.; Johansen, T.H.; Hunderi, O.; Kirilyuk, A.; Rasing, T. *Thin Solid Films* 2004, **455-456**, 429
- [41] Dubinko, S.V.; Nedviga, A.S.; Vishnevskii, V.G.; Shaposhnikov, A.N.; Yagupov, V.S.; Nesteruk, A.G.; Prokopov, A.R. *Technical Physics Letters* 2005, **31**, 979
- [42] Iida, K.; Kawamae, N.; Hoshi, S.; Machi, T.; Kono, T.; Yoshioka-Kato, J.; Chikumoto, N.; Koshizuka, N.; Adachi, N.; Okuda, T. *Japanese Journal of Applied Physics* 2005, **44**, 1734

- [43] Okuda, T.; Koshizuka, N.; Hayash, K.; Taniguchi, H.; Satoh, K.; Yamamoto, H. IEEE Transaction Journal on Magnetics in Japan 1988, **3**, 483
- [44] Okuda, T.; Katayama, T.; Kobayashi, H.; Kobayashi, N. ; Satoh, K.; Yamamoto, H. Journal of Applied Physics 1990, **67**, 4944
- [45] Okuda, T.; Katayama, T.; Satoh, K.; Yamamoto, H. Journal of Applied Physics 1991, **69**, 4580
- [46] Simion, B.M.; Thomas, G.; Ramesh, R.; Keramidas, V.G.; Pfeffer, R.L. Applied Physics Letters 1995, **66**, 830
- [47] Toraya, H.; Okuda, T. J. Phys. Chem. Solids 1994, **56**, 1317
- [48] Masuda, A.; Matsuda, K.; Yonezawa Y.; Morimoto, A.; Shimizu T. Japanese Journal of Applied Physics 1996, **35**, L237
- [49] Chern, M.Y.; Lo, F.Y.; Liu, D.R.; Yang, K.; Liaw, J.S. Japanese Journal of Applied Physics 1999, **38**, 6687
- [50] Adachi, N.; Denysenkov, V.P.; Khartsev S.I.; Grishin, A.M.; Okuda, T. Journal of Applied Physics 2000, **88**, 2734
- [51] Kahl, S.; Grishin, A.M.; Khartsev, S.I.; Kawano, K.; Abell, J.S. IEEE Transaction on Magnetics 2001, **3**, 2457
- [52] Kawano, K.; Chakalov, R.A.; Kong, G.; Abell, J.S.; Kahl, S.; Grishin, A.M. Physica C 2002, **372-376**, 696
- [53] Kahl, S.; Khartsev, S.I.; Grishin, A.M.; Kawano, K.; Kong, G.; Chakalov, R.A.; Abell, J.S. Journal of Applied Physics 2002, **91**, 9556
- [54] Adachi, N.; Okuda, T.; Denysenkov, V.P.; Jalali-Roudsar, A.; Grishin, A.M. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 2002, **242-245**, 775
- [55] Kahl, S.; Grishin, A.M. Journal of Applied Physics 2003, **93**, 6945
- [56] Tepper, T.; Ross, C.A. Journal of Crystal Growth 2003, **255**, 324
- [57] Kahl, S.; Popov, V.; Grishin, A.M. Journal of Applied Physics 2003, **94**, 5688
- [58] Kahl, S.; Grishin, A.M. Applied Physics Letters 2004, **84**, 1438



- [59] Kahl, S.; Grishin, A.M. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 2004, **278**, 244
- [60] Oikawa, T.; Suzuki, S., Nakao, K. Journal of the Physical Society of Japan 2005, **74**, 401
- [61] Kahl, S.; Grishin, A.M. Physical Review B 2005, **71**, 205110
- [62] Khartsev, S.I.; Grishin, A.M. Applied Physics Letters 2005, **86**, 141108
- [63] Khartsev, S.I.; Grishin, A.M. Applied Physics Letters 2005, **87**, 122504
- [64] Popova, E.; Keller, N.; Gendron, F.; Guyot M.; Brianso M.-C.; Dumond, Y.; Tessier, M. Journal of Applied Physics 2001, **90**, 1422
- [65] Kumar, N.; Misra, D.S.; Venkataramani, N.; Prasad, S.; Krishnan, R. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 2004, **272-276**, e899
- [66] Sung, S.-Y.; Qi, X.; Stadler, B.J.H. Applied Physics Letters 2005, **87**, 121111
- [67] Gomi, M.; Tanida, T.; Abe, M. Journal of Applied Physics 1995, **57**, 3888
- [68] Matsumoto, K.; Yamamoto, S.; Yamanobe, Y.; Ueno, A.; Yamaguchi, K.; Fujii, T. Japanese Journal of Applied Physics 1991, **30**, 1696
- [69] Komuro, E.; Hirano, T.; Namikawa, T.; Yamazaki, Y. Japanese Journal of Applied Physics 1994, **33**, 3902
- [70] Le, T.M.; Huang, F.; Stancil, D.D.; Lambeth, D.N. Journal of Applied Physics 1995, **77**, 2128
- [71] Rehspringer, J.-L.; Bursik, J.; Niznansky, D.; Klarikova, A. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 2000, **211**, 291
- [72] Okuda, T.; Katayama, T.; Satoh, K.; Yamamoto, H. Journal of Applied Physics 1991, **69**, 4580
- [73] Tinkham, M Introduction to superconductivity; ISBN 0-486-43503-2; Diver Publications Inc.: Mineola, NY, USA; 2004
- [74] Huebener, R.P. Magnetic Flux Structures in Superconductors Extended Reprint of a Classic Text; ISBN 3-540-67953-7; Springer : Berlin, Germany; 2001

- [75] Berberich, P.; Utz, B.; Prusseit, W.; H. Kinder, H. *Physica C* 1994, **219**, 497
- [76] Schneider, R.; Geerk, J.; Ratzel, F.; Linker, G.; Zaisev, A.G. *Applied Physics Letters* 2004, **85**, 5290
- [77] Lide, D.R.; Frederikse, H.P.R.; *Handbook of Chemistry and Physics* 78<sup>th</sup> Edition 1997, CRC Press, Boca Raton
- [78] Sorley, S.M.; Campion, R.P.; King, P.J. *Inst. Phys. Conf. Ser.* 1997, **158**, 249
- [79] Palsgtra, T.M.; Batlog, B.; Schneemeyer, L.F.; van Dover, R.B.; Waszczak, J.V. *Physical Review B* 1988, **38**, 5102
- [80] Welp, U.; Know, W.K.; Cabtree, G.W.; Vandervoort, K.G.; Liu, J.Z. *Physical Review Letter* 1989, **62**, 1908
- [81] Burns, G. *High-Temperature Superconductivity*; ISBN 0-12-146090-8; Academic Press Inc.: London; 1992
- [82] Akimitsu, J. *Symposium on Transition Metal Oxides Sendai* 2001
- [83] Nagamatsu, J.; Nakagawa, N.; Muramaka, T.; Zenitani, Y.; Akimitsu, J. *Nature* 2001, **410**, 63
- [84] Gvaler, J.R.; Janocko, M.A.; Jones C.J. *J. Appl. Phys.* 1974, **45**, 3009
- [85] Bud'ko, S.L.; Lapertot, G.; Petrovic C.; Cunningham C.E.; Anderson N.; Canfield, P.C. *Physical Review Letters* 2001, **86**, 1877
- [86] Hinks, D.G; Claus H.; Jorgensen, J.D. *Nature* 2001, **411**, 457
- [87] Naito, M.; Ueda, K. *Supercond. Sci. Technology* 2004, **17**, R1
- [88] Choi, H.J.; Cohen, M.L.; Louie, S. *Physica C* 2003; **385**, 66
- [89] Jorgensen, J.D.; Hinks, D.G.; Short, S. *Physical Review B* 2001, **63**, 224522
- [90] Buzea, C.; Yamashita, T. *Superconductor Science and Technology* 2001, **14**, R115
- [91] Bardeen, J.; Cooper, L.N.; Schrieffer, J.R. *Physical Review* 1957, **108**, 1175

- [92] Lorenz, R.; Meng, M.L.; Chu, C.W. *Physical Review B* 2001; **64**, 12507
- [93] Bouquet, F.; Wang, Y.; Fisher, R.A.; Hinks, D.G.; Jorgensen, J.D.; Junod, A.; Phillips, N.E. *Europhysics Letters* 2001, **56**, 856
- [94] Bouquet, F.; Fisher, R.A.; Phillips, N.E.; Hinks, D.G.; Jorgensen, J.D. *Physical Review Letters* 2001, **87**, 47001
- [95] Liu, A.Y.; Mazin, I.I.; Koruts, J. *Physical Review Letters* 2001, **87**, 87005
- [96] Choi, H.J.; Roundy, D.; Sun, H. *Nature* 2002, **418**, 758
- [97] Solugubenko, A.V.; Jun, J.; Kazakov, S.M.; Karpinski, J.; Ott, H.R. *Physical Review B* 2002, **65**, 180505
- [98] Lyard, L. et al *Physical Review B* 2002, **66**, 180502
- [99] Welp, U.; Rydh, A.; Karapetrov, G.; Kwok, W.K.; Crabtree, G.W. *Physical Review B* 2003, **67**, 012505
- [100] Bando, H.; Yamaguchi, Y.; Shirakawa, N.; Yanagisawa, T. *Physica C* 2005, **412-141**, 258
- [101] Canfield, P.C.; Finnemore, D.K.; Bud'ko, S.L.; Ostenson, J.E.; Laperot, G.; Cunningham, C.E.; Petrovic, C. *Physical Review Letters* 2001, **86**, 2423
- [102] Yang, T.R.; Patapis, S.; Furdui, O.; Toma V.; Pop A.V.; Ilonca G. *Intern. Journal of Modern Physics B* 2003, **17**, 2845
- [103] Xu, M.; Kitazawa, H.; Takano, Y.; Ye, J.; Nishida, K.; Abe, H.; Matsushita, A.; Tsujii, N.; Kido, G. *Applied Physics Letters* 2001, **79**, 2779
- [104] Li, S.L.; Wen, H.; Zhao, Z.W.; Ni, Y.M.; Ren, Z.A.; Che, G.C.; Yang, H.P.; Liu, Z.Y.; Zhao, Z.X. *Physical Review B* 2001, **64**, 094522
- [105] Zehetmayer, M.; Eisterer, M.; Jun, J.; Kazakov, S.M.; Karpinski, J.; Wisniewski, A.; Weber, H.W. *Physical Review B* 2002, **66**, 052505
- [106] Kim, M.S.; Skinta, J.A.; Lemberger, T.R. *Physical Review B* 2002, **66**, 064511
- [107] Jin, B.B.; Klein, N.; Kang, W.N.; Kim, H.J.; Choi, E.M.; Lee, S.I.; Dahm, T.; Maki, K. *Physical Review B* 2002, **66**, 104521

- [108] Kim, K.H.P.; Choi, J.H.; Jung, C.U.; Chowdhury, P.; Lee, H.S.; Park, M.S.; Kim, H.J.; Kim, J.Y.; Du, Z.; Choi, E.M.; Kim, M.S.; Kang, W.N.; Lee, S.I.; Sung, G.Y.; Lee, J.Y. *Physical Review B* 2002, **65**, 100510
- [109] Eltsev, Y.; Nakao, K.; Lee, S.; Masui, T.; Chikumoto, N.; Tajima, S.; Koshizuka, N.; Murakami, M. *Physical Review B* 2002, **66**, 180504
- [110] Jin, B.B.; Dahm, T.; Iniotakis, C.; Gubin, A.I.; Choi, E.M.; Kim, H.J.; Lee, S.I.; Kang, W.N.; Wang, S.F.; Zhou, Y.L.; Pogrebnikov, A.V.; Redwing, J.M.; Xi, X.X.; Klein, N. *Supercond. Sci. and Technology* 2005, **18**, L1
- [111] Kazakov, S.M.; Karpinski, J.; Jun, J.; Geiser, P.; Zhigadlo, N.D.; Puzniak, R.; Mironov, A.V. *Physica C* 2004, **408-410**, 123
- [112] Angst, M.; Puzniak, R.; Wisniewski, A.; Jun, J.; Kazakov, S.M.; Karpinski, J.; Roos, J.; Keller, H. *Physical Review Letters* 2002, **88**, 167004
- [113] Liu, Z.K.; Schlom, D.G.; Li, Q.; Xi, X.X. *Applied Physics Letters* 2001, **78**, 3678
- [114] Fan, Z.Y.; Hinks, D.G.; Newman, N.; Rowell, J.M. *Applied Physics Letters* 2001, **79**, 87
- [115] Mijatovic, D.; Brinkman, A.; Rijnders, G.; Hilgenkamp, H.; Rogalla H.; Blank, D.H.A. *Physica C* 2002, **372-376**, 1258
- [116] He, T.; Cava, R.J.; Rowell, J.M. *Applied Physics Letters* 2002, **80**, 291
- [117] Liu, Z.J.; Zhou, S.H.; Xi, X.X.; Liu, Z.K. *Physica C* 2003, **397**, 87
- [118] Tian, W.; Pan, X.Q.; Bu, S.D.; Kim, M.; Choi, J.H.; Patnaik, S.; Eom, C.B. *Applied Physics Letters*, **81**, 685
- [119] Mijatovic, D *MgB2 Thin Films and Josephson Devices*; ISBN 90-365-2038-x; PrintPartners Ipskamp: Enschede, NE, 2004
- [120] Kang, W.N.; Kim, H.J.; Choi, E.M.; Jung, C.U.; Lee, S.L. *Science* 2001, **292**, 1521
- [121] Bu, S.D.; Kim, D.M.; Choi, J.H.; Giencke, J.; Hellstrom, E.E.; Larbaletier, D.C.; Patnaik, S.; Cooley, L.; Eom, C.B.; Lettieri, J.; Schlom, D.G.; Tian, W.; Pan, X.Q. *Applied Physics Letters* 2002, **81**, 1851

- [122] Hur, N.; Sharma, P.A.; Guha, S.; Cieplak, M.Z.; Werder, D.J.; Horibe, Y.; Chen, C.H.; Cheong, S.W. *Applied Physics Letters* 2001, **79**, 4180
- [123] Eom, C.B. et al *Nature* 2001, **411**, 558
- [124] Uchiyama, T.; Koga, H.; Iguchi, I. *Physica C* 2004, **412-414**, 1362
- [125] Brinkman, A, Mijatovic, D.; Rijnders, G.; Leca, V.; Smilde, H.J.H.; Oomen, I.; Golubov, A.A.; Roesthuis, F.; Harkema, S.; Hilgenkamp, H.; Blank, D.H.A.; Rogalla, H. *Physica C* 2001, **353**, 1
- [126] Blank, D.H.A.; Hilgenkamp, H.; Brinkman, A.; Mijatovic, D.; Rijnders, G.; Rogalla, H.; *Applied Physics Letters* 2001, **79**, 394
- [127] Mori, Z.; Doi, T., Ishizaki, Y.; Kitaguchi, H.; Okada, M.; Saitoh, K.; Hakuraku, Y *Physica C* 2004, **412-414**, 1371
- [128] Christen, H.M.; Zhai, H.Y.; Cantoni, C.; Paranthaman, M., Sales, B.C.; Roulea, C.; Norton, D.P.; Christen, D.K.; Lowndes, D.H. *Physica C* 2001, **353**, 157
- [129] Ermolov, S.N.; Indenbom, M.V.; Rossolenko, A.N.; Bdikin, I.K.; Uspenskaya, L.S.; Stepanov, N.S.; Glebovskii, V.G. *JETP Letters* 2001, **73**, 557
- [130] Rogai, R.; Galluzzi, V.; Mancini, A.; Celentano, G.; Petrisor, T.; Ruffoloni, A.; Varesi, E. *Intern. Journal of Modern Physics B* 2003, **17**, 703
- [131] Shinde, S.R.; Ogale, S.B.; Greene, R.L.; Venkatesan, T.; Canfield, P.C.; Bud'ko, S.L.; Lapertot, G.; Petrovic, C. *Applied Physics Letters* 2001, **79**, 227
- [132] Mijatovic, D.; Brinkamn, A.; Rijnders, G.; Hilgenkamp, H.; Rogalla, H.; Blank, D.H.A. *Physica C* 2002, **372-376**, 1258
- [133] Mijatovic, D.; Brinkman, A.; Oomen, I.; Veldhuis, D.; Rijnders, G.; Hilgenkamp, H.; Rogalla, H.; Blank, D.H.A. *IEEE Trans. on Applied Superconductivity* 2003, **13**, 3245
- [134] Chromik, S.; Gazi, S.; Strbik, V.; Spankova, M.; Vavra, I.; Vavra, I.; Benacka, S.; van der Beek, C.J.; Gierlowski, P. *Journal of Applied Physics* 2004, **96**, 4668

- [135] Jergel, Mi.; Andrade, E.; Chromik, S.; Jergel, Ma.; Falcony, C.; Strbik, V.; Rocha, M.F.; Zavala, E.P. *Physica C* 2003, **383**, 287
- [136] Saito, A.; Kawakami, A.; Shimakage, H.; Wang, Z. *Japanese Journal of Applied Physics* 2002, **41**, L127
- [137] Ueda, K., Naito, M. *Applied Physics Letters* 2001, **79**, 2046
- [138] Jo, W.; Huh, J.U.; Ohnishi, T.; Marshall, A.F.; Beasley, M.R.; Hammond, R.H. *Applied Physics Letters* 2002, **80**, 3563
- [139] Saito, A.; Shimakage, H.; Kawakami, A.; Wang, Z.; Kuroda, K.; Abe, H.; Naito, M.; Moon, W.J.; Kaneko, K.; Mukaida, M.; Ohshima, S. *Physica C* 2004, **412-414**, 1366
- [140] Harada, Y.; Uduka, M.; Nakanishi, Y.; Yoshimoto, N.; Yoshizawa, M. *Physica C* 2004, **412-414**, 1383
- [141] Miki, S.; Takahashi, K.; Fujiwara, D.; Shimakage, H.; Sato, K.; Yotsuya, T.; Moriwaki, K.; Fukuda, H.; Saito, A.; Wang, Z.; Ishida, T. *Physica C* 2004, **412-414**, 1387
- [142] Schneider, R.; Geerk, J.; Ratzel, F.; Linker, G.; Zaisev, A.G. *Applied Physics Letters* 2004, **85**, 5290
- [143] van Erven, A.J.M.; Kim, T.H.; Muenzenberg, M.; Moodera, J.S. *Applied Physics Letters* 2002, **81**, 4982
- [144] Kim, J.; Singh, R.K.; Newman, N.; Rowell, J.M. *IEEE Transaction on Applied Superconductivity* 2003, **13**, 3238
- [145] Zeng, X.; Pogrebnyakov, A.V.; Kotcharov, A.; Jones, J.E.; Xi, X.X.; Lysczek, E.M.; Redwing, J.M.; Xu, S.; Li, Q.; Lettieri, J.; Schlom, D.G.; Tian, W.; Pan, X.; Liu, Z.K. *Nature Materials* 2002, **1**, 35
- [146] Rowell, J. *Nature Materials* 2002, **1**, 5
- [147] Xi, X.X.; Zeng, H.; Pogrebnyakov, A.V.; Xu, S.Y.; Li, Q.; Zhong, Y.; Brubaker, C.O.; Liu, Z.K.; Lysczek, E.M.; Redwing, J.M.; Lettieri, J.; Schlom, D.G.; Tian, W.; Pan, X.Q. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* 2003, **13**, 3233
- [148] Wu, J.S.; Jiang, N.; Jiang, B.; Spence, J.C.H.; Pogrebnyakov, A.V.; Redwing, J.M.; Xi, X.X. *Applied Physics Letters* 2004, **85**, 1155

- [149] Kühberger, M.; Gritzner, G.; Fuger, R.; Eisterer, M.; tönies, S.; Weber, H.W. *Applied Physics A* 2005, **80**, 127
- [150] Kühberger, M.; Gritzner, G.; Schöppl, K.R.; Weber, H.W.; Olsen, A.A.F; Johansen, T. *Superconductor Science and Technology* 2004, **17**, 764
- [151] Amoruso, S.; Bruzzese, R.; Spinelli, N.; Velotta, R.; Wang, X.; Ferdighini, C *Applied Physics Letters* 2002, **80**, 4315
- [152] Mijatovic, D.; Brinkman, A.; Hilgenkamp, H.; Rogalla, H.; Rijnders, G.; Blank, D.H.A. *Applied Physics A* 2004, **79**, 1243
- [153] Ferrando, V.; Amoruso, S.; Bellingeri, E.; Bruzzese, R.; Manfrinetti, P.; Marrè, D.; Velotta, R.; Wang, X.; Ferdighini, C. *Superconductor Science and Technology* 2003, **16**, 241
- [154] Tsaneva, V.N.; Stelmashenko, N.A.; Martev, I.N.; Barber, Z.H.; Blamire, M.G. *Vacuum* 2003, **69**, 267
- [155] Dirnberger, L.; Dyer, P.E.; Farrar, S.R.; Key, P.H. *Applied Physics A* 1994, **59**, 311
- [156] Arnold, N.; Gruber, J.; Heitz, J. *Applied Physics A* 1999, **69**, S87
- [157] Wood, R.F.; Leboeuf, J.N.; Geohegan, D.B.; Purtzky, A.A.; Chen, K.R. *Physical Review B* 1998, **58**, 1533
- [158] Fähler, S.; Sturm, K.; Krebs, H.U. *Applied Physics Letters* 1999, **75**, 3766
- [159] Gurevich, A., Patanaik, S.; Braccini, V.; Kim, K.H.; Mielke, C.; Song, X.; Coolex, L.D.; Bu, S.D.; Kim, D.M.; Choi, J.H.; Belenky, L.J.; Giencke, J.; Lee, M.K.; Tian, W.ö; Pan, X.Q.; Siri, A.; Hellstrom, E.E.; Eom, C.B.; Larbalestier, D.C. *Superconductor Science and Technology* 2004, **17**, 278
- [160] Canfield P.C., Bud'ko, S.L.; Finnemore, D.K. *Physica C* 2003, **385**, 1
- [161] Golubov, A.A; Kortus, J.; Dogov, O.V.; Jepsen, O.; Kong, Y.; Andersen, O.K.; Gibsoh, B.J.; Ahn, K.; Kremer, R.K. *Journal of Physics: Condensed Matter* 2002, **14**, 1353
- [162] Brinkman, A.; Golubov, A.A.; Rogalla, H. *Physcal Review B* 2002, **65**, 180517

- [163] Bean, C.P. Physical Review Letters 1962, **8**, 250
- [164] Abrikosov, A.A. Sov. Phys. JETP 1957, **5**, 1174
- [165] Pierre, G. Superconductivity of Metals and Alloys 1996
- [166] Bak, P.; Tang, C.; Wiesenfeld, K Physical Review Letters 1987, **59**, 381
- [167] Bak, P.; Tang, C.; Wiesenfeld, K Physical Review A, **38**, 364
- [168] Tang, C; Bak P. Physical Review Letters, **60**, 2347
- [169] Jensen, H.J. Self Organized Criticality; ISBN 0-521-48371-9; University of Cambridge, Cambridge, 1998
- [170] Brien, K.P.; Weissmann, M.B. Physical Review A 1992, **46**, R4475
- [171] Bak, P. How Nature works; ISBN 0-387-94791-4; Copernicus - Springer Verlag, New York, 1996
- [172] Turcotte, D.L. Rep. Progress in Physics 1999, **62**, 1377
- [173] Vinokur, V.M.; Feigel'man, M.V.; Geshkenbein, V.B. Physical Review Letters 1991, **67**, 915
- [174] Pla, O.; Nori, F.; Physical Review Letters 1991, **67**, 919
- [175] Ling, X.S.; Shi, D.; Budnick, J. Physica C 1991, **185-189**, 2181
- [176] Tang, C. Physica A 1993, **194**, 315
- [177] Barford, W.; Beere, W.H.; Steer, M Journal of Physics, Condensed Matter 1993, **5**, L333
- [178] Pan, W.; Doniach, S. Physical Review B 1994, **49**, 1192
- [179] Wang, W.; Dong, Jinming Physical Review B 1994, **49**, 698
- [180] Koziol, Z.; de Chatel, P.F.; Franse, J.J.M.; Tarnawski, Z.; Menovsky, A.A. Physica C 1993, **212**, 133
- [181] Field, S.; Witt, J.; Nori, F.; Ling, X. Physical Review Letters 1995, **74**, 1206
- [182] vom Hedt, B.; Westerholt, K Physica C 1995, **243**, 389
- [183] Khalil, A.E. Philosophical Magazine B 1995, **71**, 457



- [184] Lee, S.I.; Mun, M.O.; Salk, S.H.S. *Syntetic Metals* 1995, **71**, 1591
- [185] Pla, O.; Wilkin, N.K.; Jeldtoft J. *Europhysics Letters* 1996, **33**, 297
- [186] Zieve, R.J.; Rosenbaum, T.F.; Jaeger, H.M.; Seidler, G.T.; G.W. Crabtree, Welp, U. *Physical Review B* 1996, **53**, 11849
- [187] Olson, C.J.; Reichhardt, C.; Groth, J.; Field, S.B., Nori, F. *Physica C* 1997, 89
- [188] Barford, W. *Physical Review B* 1997, **56**, 425
- [189] Aegerter, C.M. *Physical Review E* 1998, **58**, 1438
- [190] Bassler, K.E.; Paczuski, M. *Physical Review Letters* 1998, **81**, 3761
- [191] Prozorov, R.; Giller, D. *Physical Review B* 1999, **58**, 14687
- [192] Cruz, R.; Mulet, R.; Altsuhler, E. *Physica A* 2000, **275**, 15
- [193] Bassler, K.E.; Paczuski, M.; Altsuhler, E. *Physical Review B* 2001, **64**, 224517
- [194] Vlasko-Vlasov, V.K.; Welp, U.; Metlushko, V.; Crabtree, G.W. *Physical Review B* 2004, **69**, 140504
- [195] Altsuhler, E.; Johansen, T.H.; Paltiel, Y.; Jin, P.; Bassler, K.E.; Ramos, O.; Reiter, G.F.; Zeldov, E.; Chu, C.W. *Physica C* 2004, **408-410**, 501
- [196] Altsuhler, E.; Johansen, T.H.; Paltiel, Y.; Jin, P.; Bassler, K.E.; Ramos, Chen, q.Y.; Reiter, G.F.; Zeldov, E.; Chu, C.W. *Physical Review B* 2004, **70**, 140505
- [197] Aegerter, C.M.; Welling, M.S.; Wijngaarden, R.J. *Europhysics Letters* 2004, **65**, 753
- [198] Welling, M.S.; Aegerter, C.M.; Wijngaarden, R.J. *Physical Review B* 2005; **71**, 104515
- [199] Alshuler, E.; Johansen, T.H. *Reviews of Modern Physics* 2004, **67**, 471
- [200] Mints, R.G.; Rakhmanov, A.L. *Reviews of Modern Physics* 1981, **53**, 551
- [201] Barkov, F.L.; Shantsev, D.V.; Johansen, T.H.; Goa, P.E.; Kang, W.N.; Kim, H.J.; Choi, E.M.; Lee, S.I. *Physical Review B* 2003, **67**, 064513

- [202] Biehler, B. Dissertation Universität Konstanz 2005
- [203] Flament, S.; Warsito; Cordier, C.; Méchin, L.; Bloyet, D. IEEE Transactions on Applied Superconductivity 2001, **11**, 3174
- [204] Wijngaarden, R.J.; Heeck, K.; Welling, M.; Limburg, R.; Pannetier, M.; van Zetten, K.; Roorda, V.L.G.; Voorwinden, A.R. Review of Scientific Instruments 2001, **72**, 2661
- [205] Wijngaarden, R.J.; Spoelder, H.J.W.; Surdeanu, R.; Griessen, R. Physical Review B 1996, **54**, 6742
- [206] Paturi, P.; Hvolbaek Larsen, B.; Jacobsen, B.A.; Andersen, N.H. Review of Scientific Instruments 2001, **74**, 2999
- [207] Jooss, Ch.; Albrecht, J.; Kuhn, H.; Kronmüller, H.; Leonhardt, S. Reports on Progress in Physics 2002, **65**, 651
- [208] Brandt, E.H. Reports on Progress in Physics 1995, **58**, 1465
- [209] Heinrich, A. Passives und Aktives Schalten von *YBCO*-Filmen, ISBN 3-89820-292-5, Dissertation Technische Universität München 2001
- [210] Hiebl, A. Hochfrequenzinduziertes Schalten von *YBCO*, Dissertation Technische Universität München 2004
- [211] Campbell, A.M.; Evetts, J.E. Advances in Physics 1972, **21**, 199
- [212] Schuster, T.; Indenbom M.V.; Koblishka, M.R.; Kuhn, H.; Kronmüller, H. Physical Review B 1994, **49**, 3443
- [213] Forkl, A.; Kronmüller, H. Physical Review B 1995, **52**, 16130
- [214] Eisenmenger, J.; Leiderer, P.; Wallenhorst, M; Dötsch, H. Physical Review B 2001, **64**, 104503
- [215] Gerstenmaier, Y.C.; Wachutka G. Sixteenth IEEE SEMI-THERM Symposium 2000, 50
- [216] Kawano, K.; Abell, J.S.; Kambara, M.; Hari Babu, N.; Cardwell, D.A. Applied Physics Letters 2001, **79**, 2216
- [217] Plyanskii, A.A.; Gurevich, A.; Jiang, J.; Larbalestier, D.C.; Bud'ko S.L.; Finnemore, D.K.; Lapertot, G.; Canfield P.C. Superconductor Science and Technology 2001, **14**, 811

- [218] Gozzelino, F.; Laviano, F.; Botta, D.; Chiodoni, A.; Gerbaldo, R.; Ghigo, G.; Mezzetti, E. *Philosophical Magazine B* 2002, **82**, 1
- [219] Shields, T.C.; Kawano, K.; Holdom, D.; Abell, J.S. *Superconductor Science and Technology* 2002, **15**, 202
- [220] Gerbaldo, R.; Ghigo, G.; Giunchi, G.; Gozzelino, L.; Laviano, F.; Mezzetti, E. *The European Physical Journal B* 2002, **26**, 297
- [221] Chikumoto, N.; Yamamoto, A.; Konczykowski, M.; Murakami, M. *Physica C* 2002, **378-381**, 466
- [222] Li, Q.; Gu, G.D.; Zhu, Y. *Applied Physics Letters* 2003, **82**, 2103
- [223] Karpinski, J.; Angst, M.; Jun, J.; Kazakov, S.M.; Puzniak, R.; Wisniewki, A.; Roos, J.; Keller, H.; Perucchi, A.; Degiorgi, L.; Eskildsen, M.R.; Bordet, P.; Vinnikov, L.; Mironov, A. *Superconductor Science and Technology* 2003, **16**, 221
- [224] Chabanenko, V.; Ruzniak, R.; Nabialek, A.; Vsiliev, S.; Rusakov, V.; Huanqian, L.; Szymczak R.; Szymczak H.; Jun, J.; Karpinski, J.; Finkel, V. *Journal of Low Temperature Physics* 2003, **130**, 175
- [225] Larbalestier, D.C.; Cooley, L.D.; Rikel, M.O.; Polyanskii, A.A.; Jiang, J.; Parnaik, S.; Cal, X.Y.; Feldmann, D.M.; Gurevich, A.; Squitieri, A.A.; Naus, M.T.; Eom, C.B.; Hellstrom, E.E.; Cava, R.J.; Regan, K.A.; Rogado, N.; Hayward, M.A.; He, T.; Siusky, J.S.; Khallfah, P.; Inumaru, K.; Haas, M. *Nature* 2001, **410**, 186
- [226] Cheng, Z.X.; Wang, X.L.; Pan, A.V.; Liu, H.L.; Dou, S.X. *Journal of Crystal Growth* 2004, **263**, 218
- [227] Pan, A.V.; Zhou, S.; Liu, H.; Dou, S. *Superconductor Science and Technology* 2003, **16**, L33
- [228] Polyanskii, A.; Beilin, V.; Felner, I.; Tsindlekht, M.I.; Yashchin, E.; Dul'kin E.; Galstyan, E.; Roth, M.; Senkowicz, B.; Hellstrom, E. *Superconductor Science and Technology* 2004, **17**, 363
- [229] Johansen, T.H.; Baziljevich, M.; Shantsev, D.V.; Goa, P.E.; Galperin, Y.M.; Kang, W.N.; Kim, H.J.; Choi, E.M.; Kim, M.S.; Lee, S.I. *European Physics Letters* 2002, **59**, 599
- [230] Wertheimer, M.R.; Gilchrist, J.G. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 1967, **28**, 2509

- [231] Maksimov, I.L. *Physica C* 1994, **235-240**, 3017
- [232] Durán, C.A.; Gammel, P.L.; Miller, R.E.; Bishop, D.J. *Physical Review B* 1995, **52**, 75
- [233] Vlasko-Vlasov, V.; Welp, U.; Metlushko, V.; Crbtree, G.W. *Physica C* 2000, **341-348**, 1281
- [234] Altshuler, E.; Johansen, T.H.; Paltiel, Y.; Jin, P.; Bassler, K.E.; Ramos, O.; Chen, Q.Y.; Reiter, G.F.; Zeldov, E.; Chu, C.W. *Physical Review B* 2004, **70**, 140505(R)
- [235] Leiderer, P.; Boneber, J.; Brüll, P.; Bujok, V.; Herminghaus, S *Physical Review Letters* 1993, **71**, 2646
- [236] Bolz, U.; Eisenmenger, J.; Schiessling, J.; Runge, B.U.; Leiderer, P *Physica B* 2000, **284-288**, 757
- [237] Rudnev, I.A.; Antonenko, S.V.; Shantsev, D.V.; Johansen, T.H.; Priimenko, A.E. *Cryogenics* 2003, **43**, 663
- [238] Johansen, T.H.; Baziljevich, M.; Shantsev, D.V.; Goa, P.E.; Galperin, Y.M.; Kang, W.N.; Kim, H.J.; Choi, E.M.; Kim, M.S.; Lee, S.I. *Superconductor Science and Technology* 2001, **14**, 726
- [239] Bobyl, A.V.; Shantsev, D.V.; Johansen, T.H.; Kang, W.N.; Kim, H.J.; Choi, E.M.; Lee, S.I. *Applied Physics Letters* 2002, **80**, 4588
- [240] Baziljevich, M.; Bobyl, A.V.; Shantsev, D.V.; Altshuler, E.; Johansen, T.H.; Lee, S.I. *Physica C* 2002, **369**, 93
- [241] Shantsev, D.V. ; Goa, P.E. ; Barkov, F.L. ; Johansen, T.H.; Kang, W.N.; Lee, S. I. *Superconductor Science and Technology* 2003, **16**, 566
- [242] Wälti, Ch.; Felder, E.; Degen, C.; Wigger, G.; Monnier, R.; Delley, B.; Ott, H.R. *Physical Review B* 2001, **64**, 172515
- [243] Ye, Z.; Li, Q.; Gu, G.D.; Tu, J.J.; Kang, W.N.; Choi, E.M.; Kim, H.J.; Lee, S.I. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* 2003, **13**, 3722
- [244] Kühberger, M.; Gritzner, G.; Schöppl, K.R.; Weber, H.W.; Olsen, A.A.F.; Johansen, T.H. *Superconductor Science and Technology* 2004, **17**, 764

- [245] Ye, Z.X.; Li, Q.; Hu, Y.F.; Pogrebnyakov, A.V., Cui, Y.; Xi, X.X.; Redwing, J.M.; Li, Q. Applied Physics Letters 2004, **85**, 5284
- [246] Bobyl, A.V.; Shantsev, D.V.; Galperin, Y.M.; Olsen, A.A.F.; Johansen, T.H.; Kang, W.N.; Lee, S.I. Physica C 2004, **408-410**, 508
- [247] Laviano, F.; Botta, D.; Ferdeghini, C.; Ferrando, V.; Gozzelino, L.; Mezzetti, E. Nato Science Series II 2004, **142**, 237
- [248] Biehler, B.; Runge, B.U.; Leiderer, P.; Mints, R.G. cond-mat/0410030 2004
- [249] Rakhmanov, A.L.; Shantsev, D.V.; Galperin, Y.M.; Johansen, T.H. Physical Review B 2004, **70**, 224502
- [250] Wipf, S.L. Physical Review 1967, **161**, 404
- [251] Aranson, I.; Gurevich, A.; Vinokur, V. Physical Review Letters 2001, **87**, 067003
- [252] Aranson, I.S.; Gurevich, A.; Welling, M.S.; Wijngaarden, R.J.; Vlasko-Vlasov, V.K.; Vinokur, V.M.; Welp, U. Physical Review Letters 2005, **94**, 037002
- [253] Heighway, J.; Morgan, D.P. IEEE 1991 Ultrasonics Symposium Proceedings 1991, **1**, 217
- [254] Wixforth, A.; Scriba, J.; Wassermeier, M.; Kotthaus, J.P.; Weimann, G.; Schlapp, W. Physical Review B 1989, **40**, 7874
- [255] Willett, R.L.; Ruel, R.R.; West, W.; Pfeiffer, L.N. Physical Review Letters 1993, **71**, 3846
- [256] Wiele, C.; Haake, F., Roche, C.; Wixforth, A. Physical Review A 1998, **58**, R2680
- [257] Wixforth, A.; Scriba, J. GIT Labor-Fachzeitschrift 2002, **5**, 594
- [258] Blick, R.; Erbe, A.; Tlke, A.; Wixforth, A. Physikalische Blätter 2000, **56**, 31
- [259] Cura, C.; Akustische Oberflächenwellen auf  $LiNbO_3$ -Einkristallen; Diplomarbeit Universität Cottbus; 1997

- [260] Streibl, M.; Statisch und dynamische Potentialgitter auf Halbleiterheterostrukturen für optoelektronische Anwendungen; Dissertation Ludwig-Maximilians Universität München; 2000
- [261] Beil, F.W.; Entwicklung komplexer Wandlergeometrien für akustische Oberflächenwellen in optoelektronischen Anwendungen; Diplomarbeit Ludwig-Maximilians Universität München; 1999
- [262] Stobl, C.J.; Flüssigkeitstransport mit akustischen Wellen auf Kristalloberflächen; Diplomarbeit Ludwigs Maximilians Universität München; 2001
- [263] Kutschera, H-J. R.; Lineare und Nichtlinear akustoelektrische Wechselwirkung; Dissertation Ludwig Maximilians Universität München; 2003
- [264] Rotter, M.; Wechselwirkung zwischen Oberflächenwellen und zweidimensionalen Elektronensystemen in  $LiNbO_3/GaAs$ -Schichtstrukturen; Dissertation Ludwig Maximilians Universität München; 1999
- [265] Müller, A.C.; Sensorische Anwendungen mit akustischen Oberflächenwellen; Dissertation Ludwig Maximilians Universität München; 2004
- [266] Strobl, C.J.; Mikro- und Nanofluidik auf piezoelektrischen Substrate; Dissertation Ludwig Maximilians Universität München; 2005
- [267] Kraetzig E. Physics Letters 1970, **33A**, 343
- [268] Afonin, V.V.; Gal'perin, Y.M.; Kozub, V.I. Journal of Low Temperature Physics 1978, **33**, 419
- [269] Jain, M.C.; Mackinnon, L. Physics Letters 1971, **37A**, 111
- [270] Balankin, A.S.; Elesin, V.F.; Kolyasnikov, V.A.; Osipenko, V.A. Physics of the Solid State 1985, **27**, 2047
- [271] Fredricksen, H.P.; Levy, M.; Ashkin, M.; Gavaler, J.R. Molecular crystals and liquid crystals 1982, **79**, 351
- [272] Schmidt, J.; Levy, M.; Hebard, A.F. Physical Review B 1994, **50**, 3988
- [273] Tejima, H.; Schmidt, J.; Figura, C.; Levey, M Ultrasonics Symposium Proceedings 1983, **2**, 1100
- [274] Gaffney, R.; Hucho, C.; Feller, J.R.; McKenna, M.J.; Sarma, B.K.; Levy, M. Applied Physic Letters 1997, **70**, 1468

- [275] Pankert, J. *Physica C* 1990, **168**, 335
- [276] Pankert, J. *Physica B* 1990, **165-168**, 1273
- [277] Lemmens, P.; Fröning, P.; Ewert, S.; Pankert, J.; Passing, H.; Comberg, A. *Physica B* 1990, **165-166**, 1275
- [278] Yoshizawa, M.; Shiga, K.; Yoshimoto, N.; Oki, N., Iwasaki, H., Kenmochi, S., Kobayashi, N. *Physica B* 1996, **219-220**, 179
- [279] Ilisavskii, Z.V.; Yakhkind, E.Z.; Goltsev, A.V.; Dyakonov, K.V. *Phys. of the solid state* 1997, **39**, 1562
- [280] Gutlyanskii, E.D. *Physics of Solid State* 1996, **38**, 743
- [281] Goltsev, A.V. *Zeitschrift für Physik B* 1994, **93**, 425
- [282] Ilisavskii, Y.V.; Yakhkind, E.Z.; Gol'man, E.K.; Karmanenko, S.F. *Sov. Physics - Solid State* 1991, **33**, 469
- [283] Zavaritskii, N.V., *JETP Letters* 1993, **57**, 707
- [284] Rickayzen, G. *The Theory of Bardeen, Cooper and Schrieffer*; R.D. Parks: Superconductivity 1969, **1**, 51