

Schottenhamel, Wolf

„Weiterentwicklung und Kalibrierung eines  
höchstauflösenden Dilatometers zur Messung der  
Magnetostriktion“

DIPLOMARBEIT

HOCHSCHULE MITTWEIDA (FH)

---

UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Fachbereich Maschinenbau / Feinwerktechnik

Dresden, 2010

Schottenhamel, Wolf

„Weiterentwicklung und Kalibrierung eines  
höchstauflösenden Dilatometers zur Messung der  
Magnetostriktion“

eingereicht als

DIPLOMARBEIT

an der

HOCHSCHULE MITTWEIDA (FH)

---

UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Fachbereich Maschinenbau / Feinwerktechnik

Dresden, 2010

Erstprüfer: Prof. Dr. rer. nat. Steffen Weißmantel

Zweitprüfer: Prof. Dr. rer. nat. Rüdiger Klingeler

Arbeit wurde vorgelegt am: 29.06.2010

---

## **Bibliographische Beschreibung**

Schottenhamel, Wolf:

Weiterentwicklung und Kalibrierung eines höchstauflösenden Dilatometers zur Messung der Magnetostriktion – 2010 – 81 S., 40 Abb., 5 Tab., 30 Lit., 3 Anl.

Mittweida, Hochschule Mittweida (FH), Fachbereich Maschinenbau / Feinwerktechnik  
Diplomarbeit, 2010

## **Referat**

Ziel der Diplomarbeit ist der Aufbau einer Apparatur zur Messung von magnetostriktiven Effekten. Dazu gehören die Inbetriebnahme und die exakte Kalibrierung eines kapazitiven Dilatometers, sowie Testmessungen an einem relevanten Material.

Einführend werden die Grundlagen der Magnetostriktion und deren Zusammenhang mit der angewendeten Messmethode erläutert. Nach der theoretischen Betrachtung, erfolgt eine qualitative Einschätzung der technisch relevanten Parameter des Dilatometers. Wesentliche Bestandteile der Arbeit sind die Entwicklung einer Prüfmethodik, die optimale Justierung der Messvorrichtung und die Bestimmung der Magnetostriktion eines geeigneten Probenkörpers. Anschließend werden auf Basis der gesammelten Erfahrungen konzeptionelle Richtlinien hinsichtlich der Neukonstruktion eines verbesserten Dilatometers angeführt.

---

# Inhaltsverzeichnis

<b>Abbildungsverzeichnis</b> .....	<b>iv</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b> .....	<b>vi</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>7</b>
<b>2 Theorie</b> .....	<b>9</b>
2.1 Grundlagen der Magnetostriktion .....	9
2.2 Kapazitive Dilatometrie .....	12
<b>3 Experimentelle Technik</b> .....	<b>15</b>
3.1 Gerätetechnik .....	16
3.1.1 Kryostaten .....	17
3.1.2 Magnetfeldsteuerung .....	19
3.1.3 Kapazitätsmessbrücke .....	23
3.1.4 Thermometer .....	25
3.2 Inbetriebnahme eines Dilatometers für die Magnetostriktion .....	29
3.2.1 Zellaufbau .....	30
3.2.2 Vorbereitung für erste Messungen .....	33
3.2.3 Untersuchung der Eigenschaften und Parameter des Dilatometers .....	37
3.2.4 Kalibrierung .....	47
3.3 Magnetostriktion von $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$ .....	53
3.3.1 Einführung .....	53
3.3.2 Messung der Magnetostriktion .....	55
3.3.3 Analyse und Ausblick .....	58

---

<b>4</b>	<b>Konstruktive Änderungen.....</b>	<b>59</b>
4.1	Anpassung des Dilatometers an unterschiedliche Magnetkryostaten.....	60
4.2	Realisierung Temperatursteuerung.....	61
4.3	Konzeptionelle Überlegungen zu einer verbesserten Messzelle.....	66
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick.....</b>	<b>69</b>
<b>Anlage A</b>	<b>.....</b>	<b>71</b>
	Bedienoberfläche der Software LabView	
<b>Anlage B</b>	<b>.....</b>	<b>72</b>
	Erste Testmessungen an $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$	
<b>Anlage C</b>	<b>.....</b>	<b>73</b>
	Konstruktive Veränderungen am Probenstab	
<b>Quellenverzeichnis</b>	<b>.....</b>	<b>77</b>
<b>Erklärung zur selbständigen Anfertigung der Arbeit.....</b>		<b>80</b>

---

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: <i>Ausrichtung der Weißschen Bezirke</i> .....	9
Abbildung 2.2: <i>Prinzipdarstellung eines kapazitiven Dilatometers</i> .....	13
Abbildung 2.3: <i>Verhältnis Plattenabstand zur Probenlänge</i> .....	14
Abbildung 3.1: <i>Blockschaltbild der gesamten Apparatur</i> .....	16
Abbildung 3.2: <i>Kryostat zur Magnetfeldmessung</i> .....	17
Abbildung 3.3: <i>Prinzipdarstellung des <sup>4</sup>He-Badkryostaten</i> .....	18
Abbildung 3.4: <i>Der schematische Aufbau des Magnetsystems</i> .....	20
Abbildung 3.5: <i>Das Magnetfeld</i> .....	21
Abbildung 3.6: <i>Abweichung vom idealen Magnetfeld</i> .....	22
Abbildung 3.7: <i>Der Kondensator gliedert sich auf in 3 Terminals</i> .....	23
Abbildung 3.8: <i>4-Punktschaltung</i> .....	26
Abbildung 3.9: <i>Magnetfeldabhängiger Temperaturfehler</i> .....	28
Abbildung 3.10: <i>Schematischer Aufbau der Messzelle</i> .....	31
Abbildung 3.11: <i>Prinzip eines Schutzringkondensator</i> .....	32
Abbildung 3.12: <i>Die obere Kondensatorplatte</i> .....	33
Abbildung 3.13: <i>Untere Kondensatorplatte</i> .....	33
Abbildung 3.14: <i>Prinzipielle Anordnung zur Untersuchung von Leckagen</i> .....	37
Abbildung 3.15: <i>Feldlinien am Kondensatorrand</i> .....	39
Abbildung 3.16: <i>Geometrie der Kondensatorplatten mit Abschirmung</i> .....	39
Abbildung 3.17: <i>Verkippung der oberen Kondensatorplatte</i> .....	40
Abbildung 3.18: <i>Abweichungen von einer planparallelen Kondensatorfläche</i> .....	41
Abbildung 3.19: <i>Plattenabstand der Leierzelle bei dynamischen Magnetfeld</i> .....	44
Abbildung 3.20: <i>Fitten mit einem Polynom</i> .....	44
Abbildung 3.21: <i>Plattenabstand der Leierzelle</i> .....	45
Abbildung 3.22: <i>Das Messrauschen</i> .....	46
Abbildung 3.23: <i>Horizontale Arretierung des Probenstempels</i> .....	47
Abbildung 3.24: <i>Zellverhalten bei unterschiedlicher Stempelfixierung</i> .....	48
Abbildung 3.25: <i>Sensibilität im gesamten Kapazitätsbereich</i> .....	50
Abbildung 3.26: <i>Zellverhalten bei verschiedenen Magnetfeldrampen</i> .....	51
Abbildung 3.27: <i>3D-Struktur eines TbFe<sub>3</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>4</sub>-Einkristall</i> .....	53

---

Abbildung 3.28: <i>Ausschnitt des <math>TbFe_3(BO_3)_4</math>-Kristallgitters.</i> .....	54
Abbildung 3.29: <i>Magnetisierung von <math>TbFe_3(BO_3)_4</math>.</i> .....	55
Abbildung 3.30: <i>Ausrichtung der einkristallinen Probe <math>TbFe_3(BO_3)_4</math>.</i> .....	55
Abbildung 3.31: <i>Die lineare Magnetostriktion <math>\Delta l/l</math> von <math>TbFe_3(BO_3)_4</math>.</i> .....	56
Abbildung 3.32: <i>Reproduzierbarkeit der relativen Längenänderung <math>\Delta l/l</math>.</i> .....	57
Abbildung 4.1: <i>Verlängerung Probenstab.</i> .....	60
Abbildung 4.2: <i>Prinzipielle Darstellung des VTI</i> .....	62
Abbildung 4.3: <i>Temperaturverlauf bei 5K</i> .....	63
Abbildung 4.4: <i>Temperaturverlauf bei 10K</i> .....	63
Abbildung 4.5: <i>Die gemessene Änderung des Plattenabstand <math>\Delta d</math>.</i> .....	65

---

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: <i>Maximal einzustellende Stromrate</i> .....	20
Tabelle 2: <i>Maximal einzustellende Stromrate bei normalen Betrieb</i> .....	20
Tabelle 3: <i>Typischer Fehler des Cernox-Sensors</i> .....	27
Tabelle 4: <i>Einteilung unterschiedlicher Druckbereiche</i> .....	35
Tabelle 5: <i>Verhältnis von Leckrate zur Geometrie des Durchflussespunktes</i> .....	36



---

# 1 Einleitung

Die theoretische Festkörperphysik befasst sich mit den Eigenschaften fester Materie und bietet diverse Methoden, diese zu beschreiben. Ein interessantes Phänomen ist die Magnetostriktion, d.h. die relative Längenänderung eines Systems als Funktion eines äußeren Magnetfeldes. Die Magnetostriktion lässt sich durch die Kopplung zwischen atomarer Struktur und Magnetismus erklären. Diese thermodynamische Größe liefert unter anderem Informationen über: strukturelle Änderungen im Atomgitter, die Abhängigkeit der Magnetisierung vom Druck und mögliche Druckabhängigkeiten von Übergangstemperaturen. Ein magnetischer Phasenübergang beeinflusst in der Regel gleichzeitig die Struktur eines Kristallgitters. Die Magnetostriktion ist eine ideale Meßgröße diese Veränderung zu erfassen und zu untersuchen.

Mit der kapazitiven Dilatometrie können relative Längenänderungen  $\Delta l/l$  von magnetischen Stoffen, abhängig von Temperatur und Magnetfeld, messtechnisch ermittelt werden. Sehr sensible Dilatometer erreichen ein Auflösungsvermögen von  $\Delta l/l = 10^{-10}$ . Aufgrund dessen können kleinste Effekte oder Anomalien detektiert werden.

Im Rahmen dieser Arbeit sollte ein älteres Dilatometer (1976 im II. Physikalischen Institut der Universität Köln entwickelt) wieder in Gebrauch genommen und in einen geeigneten Messaufbau integriert werden. Nach der Aufarbeitung einiger Zellteile und ihrem anschließenden Zusammensetzen, wurde die Messzelle zunächst in Verbindung mit einem  $^4\text{He}$ -Badkryostaten betrieben, mit dem es möglich ist, Magnetfelder bis 15 Tesla und eine konstante Messtemperatur (4,2 Kelvin) zu realisieren. Deshalb bietet der Aufbau eine Reihe an Möglichkeiten, interessante physikalische Phänomene in dem tiefen Temperaturbereich zu untersuchen.

Die eigentliche Messgröße der kapazitiven Dilatometrie ist die Kapazität, die über eine Präzisionsmessbrücke bestimmt wird, was den Vorteil hat, dass Störkapazitäten von den Zuleitungen oder sonstige Streukapazitäten nicht in den eigentlichen Messwert mit einfließen. Die hier angewandte Drei-Terminal-Technik, siehe Unterkapitel [3.1.3 Kapazitätsmessbrücke], ist deshalb ein bedeutender Faktor für die hohe Genauigkeit der Kapazitätsmessungen.

Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Kenntnis der neuralgischen Punkte der Apparatur, beispielsweise mögliche Fehlerquellen infolge der Zellgeometrie, Isolation und Erdung

---

der elektronischen Komponenten oder der Auswahl der Messparameter. Es gibt viele Einflüsse die die gemessene Kapazität gegenüber der tatsächlichen Längenänderung eines Probenkörpers beeinträchtigen. Diverse Rechenmodelle für die Auswertung der Versuchsergebnisse sowie die exakte Justierung der Apparatur helfen, die Qualität der Experimente zu steigern. In dem Kapitel [3.2 Inbetriebnahme eines Dilatometers für die Magnetostriktion] werden verschiedene Bedingungen vorgestellt und diskutiert.

Nachdem die Funktionalität der Messvorrichtung geprüft und die Eigenschaften der Zelle festgehalten waren, folgten erste Messungen der Magnetostriktion an der einkristallinen Probe  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$ . Es war bekannt, dass die Seltenerd-Verbindung, abhängig von Temperatur und Magnetfeld, ein komplexes magnetisches Phasendiagramm aufweist. Unterhalb der signifikanten magnetischen Ordnungstemperatur  $T_N \sim 39 \text{ K}$  findet ein magnetischer Phasenübergang statt. Bei tiefen Temperaturen, z.B. bei  $T = 4,2 \text{ K}$ , führt das Anlegen eines externen Magnetfeldes entlang der leichten Magnetisierungsrichtung zu großen Magnetisierungsmessungen. Die hier durchgeführten Versuche haben gezeigt, dass dieser Phasenübergang auch mit ausgeprägten magnetostriktiven Effekten verknüpft ist.

Um die Magnetostriktionszelle hinsichtlich anderer Messtemperaturen kompatibel zu gestalten, ist der an die Zelle angekoppelte Probenstab für die Nutzung in einem  $^4\text{He}$ -Verdampferkryostaten konstruktiv angepasst worden. Somit ist es möglich, über den Heliumverdampfereinsatz mehrere Temperaturstufen einzustellen. Die genaue Regelung der Gerätschaften ist dabei unbedingt zu beachten.

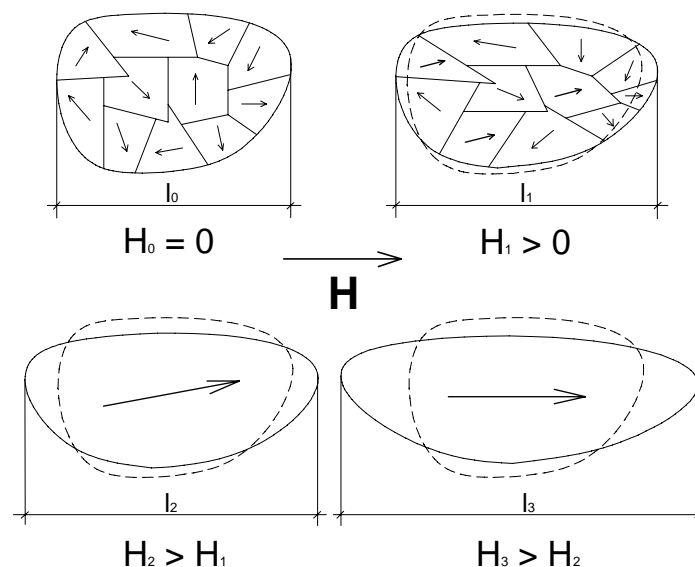
Im letzten Abschnitt der Diplomarbeit sind Hinweise zur Konstruktion eines neuen Dilatometers zusammengefasst. Die bisher gesammelten Erfahrungen sollen die Basis für eine bessere, flexiblere Messzelle bilden.

## 2 Theorie

### 2.1 Grundlagen der Magnetostriktion

Die Magnetostriktion ist die Form- beziehungsweise Volumenänderung eines festen Körpers durch die Änderung seines magnetischen Zustandes. Im Grunde kann diese Eigenschaft bei allen magnetischen Stoffen beobachtet werden, sie ist jedoch bei Ferromagnetika am größten. Es wird prinzipiell zwischen zwei Arten unterschieden: Der spontanen Magnetostriktion, wobei sich die magnetischen Momente bereits bei Unterschreitung der Curie-Temperatur ordnen und der feldinduzierten Magnetostriktion.

Bei der Untersuchung einer ferromagnetischen Probe entdeckte der englische Physiker James Prescott Joule 1842 einen wichtigen magnetostriktiven Effekt (*Abb.2.1*): Durch das Einwirken eines Magnetfeldes werden sogenannte Weißsche Bezirke\* ausgerichtet



**Abbildung 2.1:** Ausrichtung der Weißschen Bezirke in einem ferromagnetischen Material. Die vorher willkürlich verteilten Bezirke orientieren sich, mit Zunahme des äußeren Magnetfeldes, in eine energetisch günstige Richtung. Darin begründet sich die Gestaltänderung fester magnetisierter Körper.

\* Diese Bereiche kommen nur in ferromagnetischem Material vor und enthalten parallel ausgerichtete Elektronenspins.

und rufen dadurch eine Änderung der Materialgeometrie hervor [1]. Der von Joule gezeigte Effekt erhält das Volumen und wird deshalb mitunter auch Gestaltmagnetostriktion genannt. Prinzipiell ist die Volumenausdehnung bei der Magnetostriktion bei den meisten Materialien vernachlässigbar klein und wird daher in diesen Ausführungen nicht näher betrachtet.

Die Gestaltänderung bestimmter Proben wird in der Literatur oftmals mit  $\lambda$  bezeichnet und steht für die relative Längenänderungen  $\Delta l/l$  in Abhängigkeit eines Magnetfeldes, wobei  $\lambda_l$  die Dehnung parallel und  $\lambda_{\perp}$  die Dehnung senkrecht zum Feld angibt. Geht man von einem gleich bleibenden Volumen aus, gilt nach [2]:

$$\lambda_l = \frac{\Delta l}{l_0} \quad ; \quad \Delta l = \text{Längenänderung} \quad ; \quad l_0 = \text{Ausgangslänge} \quad (2.1)$$

$$\lambda_{\perp} = -\frac{1}{2} \lambda_l \quad (2.2)$$

$\lambda_l$  kann sowohl positiv als auch negativ sein.

Dieser Faktor, auch linearer Magnetostruktionskoeffizient  $\lambda_l$  genannt, wird abhängig vom Magnetfeld bei konstantem Druck  $p$  und konstanter Temperatur  $T$  bestimmt. Auf die ursprüngliche Materiallänge normiert, definiert er sich durch die Ableitung der Länge nach dem Magnetfeld:

$$\lambda_l(H) = \frac{1}{l(H)} \cdot \left( \frac{\partial l(H)}{\partial H} \right)_{p,T} \quad (2.3)$$

Der isotherme thermodynamische Gleichgewichtsprozess kann durch die Einführung thermodynamischer Potentiale mit den dazugehörigen extensiven Variablen beschrieben werden [3, 4]. Als Grundlage dient dabei die Innere Energie  $U$  mit der Funktionsstruktur  $U(S, V, M)^*$ . Das Differential der inneren Energie enthält die intensiven Größen (bspw. Druck, Temperatur) und lässt sich abhängig von den äußeren Bedingungen, je nachdem welche Größe kontrolliert werden kann, umformen. Mit der Legendre-Transformation der inneren Energie wird die freie Enthalpie  $G$  nacheinander

---

\* S = Entropie, V = Volumen, M = Magnetisierung

generiert. Unter Betrachtung eines Terms für das Magnetfeld, liefert die Differentialbildung von  $G$ :

$$dG = -SdT + Vdp - MdH \quad (2.4)$$

Der Magnetostruktionskoeffizient  $\lambda_l$  ist, wie in Gl. (2.3) zu sehen, an das Magnetfeld gekoppelt. Unter Verwendung einer Maxwellrelation aus Gl (2.4) entsteht eine Beziehung für die lineare Längenänderung bei konstantem Druck und konstanter Temperatur:

$$\left( \frac{\partial \Delta l / l}{\partial H} \right)_{p,T} = -\frac{1}{V} \left( \frac{\partial M}{\partial p} \right)_{H,T} \quad (2.5)$$

Demzufolge ergibt sich eine Längenänderung direkt aus den Druckabhängigkeiten des kritischen Magnetfeldes und der Temperatur. Da die Magnetisierung  $M$  ebenfalls mit dem veränderlichen Magnetfeld verknüpft ist und sich dies durch die Suszeptibilität  $\chi$  ausdrückt, erhält man:

$$dM = \mu_0 \cdot \chi \cdot dH \quad (2.6)$$

Durch Zerlegung der Magnetisierung  $M$  und weitere Integration für die Längenänderung infolge des veränderlichen Magnetfeldes, entsteht:

$$\Delta l = l(T, p, H) - l(T, p, 0) = -\frac{\mu_0 \cdot H^2}{2 \cdot V} \left( \frac{\partial \chi}{\partial p} \right)_T \quad (2.7)$$

Ersichtlich ist, die Magnetostruktion steht proportional zu  $H^2$ . Unter der Voraussetzung das  $\chi$  feldunabhängig ist gilt dies z.B. für Paramagneten, bei kleinen Feldern und hohen Temperaturen.

Magnetostruktion bestimmt die Druckabhängigkeit der Magnetisierung/ Suszeptibilität und erlaubt diese auch ohne Änderung des Druckes zu messen.

---

## 2.2 Kapazitive Dilatometrie

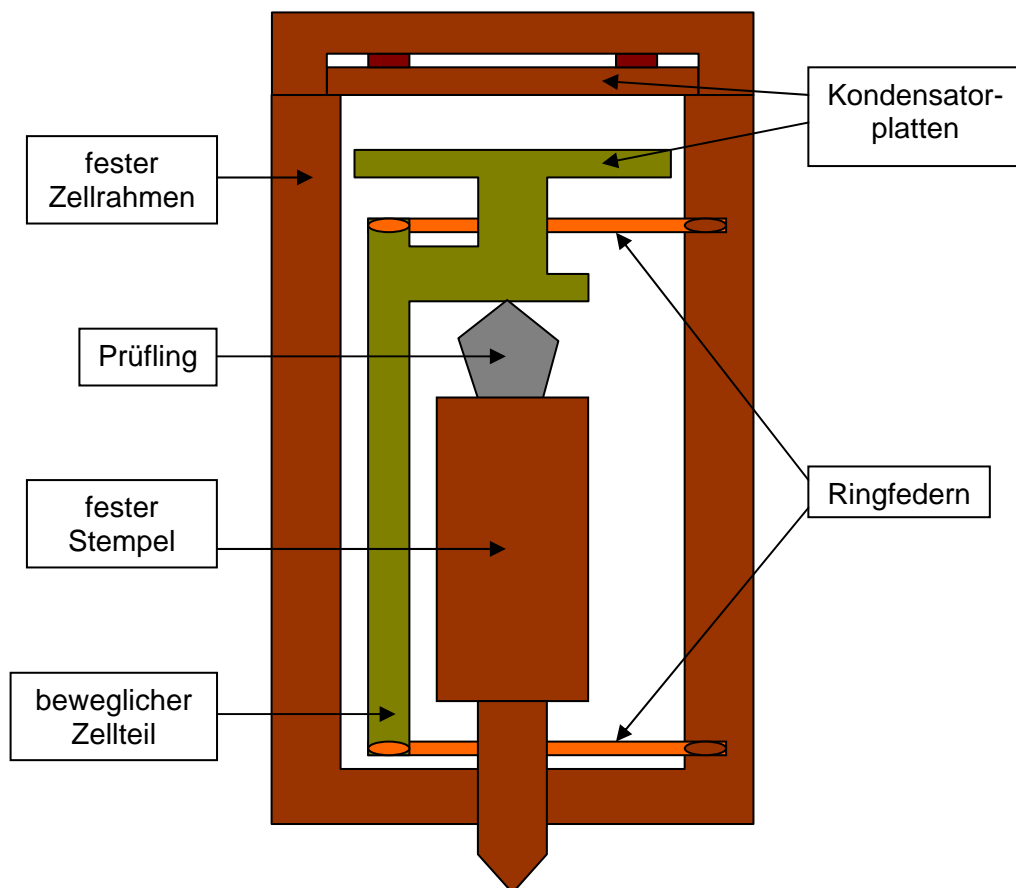
Es gibt verschiedene Methoden die Magnetostriktion zu messen. Genauere Erläuterungen sind in [5, 6] zu finden. Zuerst folgt eine Einführung in die Unterschiede der dilatometrischen Messmethoden, um den wichtigen Stellenwert der kapazitiven Methode zu verdeutlichen. (Der Begriff Dilatometrie leitet sich von dem lateinischen Wort *dilatare* = dehnen, ausweiten) ab. Einige ältere mechanische Dilatometer folgten dem Prinzip reflektierte Lichtstrahlen über bestimmte Hebelanordnungen in messbare Längenänderungen umzuwandeln. Die Messgenauigkeit lag bei typischen Größenordnungen von ungefähr  $\Delta l/l = 10^{-4}$  und erlaubt so nur die Messung sehr großer Effekte. Eine andere Möglichkeit ist die Verwendung von Dehnmessstreifen, die in ihrer Handhabung einfach sind und Längenänderungen von  $\Delta l/l = 10^{-6}$  erfassen. Unter Nutzung eines Interferometers wird monochromatisches Licht an zwei annähernd parallelen Oberflächen, deren Abstand die Probenlänge darstellt, reflektiert. Abhängig von der Lichtquelle kann damit eine Auflösung von  $\Delta l/l = 10^{-7}$  erreicht werden. Weiterhin ist es möglich die Ausdehnung mittels Röntgenstrahlen zu ermitteln, in dem die mikroskopische Magnetostriktion (Gitterparameter als Funktion des Magnetfeldes) gemessen wird. Auch hier ist das Auflösungsvermögen mit  $\Delta l/l = 10^{-6}$  zu gering, um wirklich sehr kleine magnetostriktive Effekte ausfindig zu machen. Bei dem derzeit neusten Messverfahren SAMR (Small-Angle-Magnetization-Rotation) wird die Magnetostruktionskonstante  $\lambda_l$  indirekt bestimmt. Dabei richten sich die magnetischen Momente in einem Material bereits durch die Einwirkung mechanischer Spannungen aus (Villari-Effekt\*). Die dadurch entstehenden Änderungen der Probengeometrie können auf Basis der bereits in Unterkapitel [2.1 Grundlagen der Magnetostriktion] genannten, inneren Energie eines thermodynamischen Systems, hergeleitet werden, was eine Genauigkeit bis zu  $\Delta l/l = 10^{-9}$  erlaubt.

Betrachtet man schließlich das Auflösungsvermögen der hier angeführten Messmethoden, steht dem allen die kapazitive Dilatometrie mit einer Auflösung von  $\Delta l/l = 10^{-10}$  gegenüber. Durch diese hohe Sensibilität ist es möglich geringste Längenänderungen zu erfassen, was auch die weite Verbreitung der Methode begründet. Alfred Schulze arbeitete bereits 1927 an einer Apparatur, welche nach diesem Prinzip

---

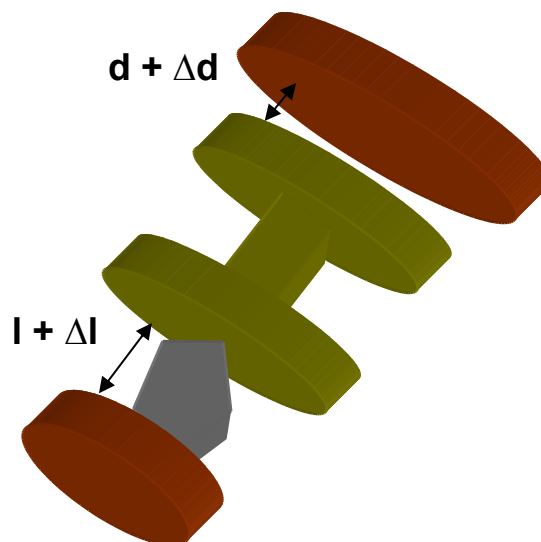
\* Der Villari-Effekt wird auch als inverse Magnetostriktion bezeichnet. Mechanische Kräfte bewirken eine Veränderung der Probenmagnetisierung.

außerordentlich kleine Längenänderungen exakt bestimmen konnte. In seinem Messverfahren resultierte die Kapazitätsänderung aus der Überlagerung zweier Hochfrequenzkreise. Das konkrete Experiment ist in [7] sehr anschaulich beschrieben. Mit dem damals erreichten Wissen und der Weiterentwicklung in den darauf folgenden Jahren entstanden unterschiedlichste Kondensatorkonstruktionen. Eine sehr populäre Variante richtet sich nach einem Prinzip von Brändli und Griessen [8], ähnlich dargestellt in *Abb. 2.2*. Die Ausdehnung des Prüfkörpers überträgt sich auf den Abstand zweier Kondensatorplatten, siehe auch *Abb. 2.3*. Eine Kondensatorplatte ist mit einem flexiblen Zellteil verbunden, welcher wiederum von zwei Federn geführt wird. Dieses Prinzip sichert die Parallelität der beiden Platten, was Messungen mit sehr kleinen systematischen Fehlern erlaubt.



**Abbildung 2.2:** *Prinzipdarstellung eines kapazitiven Dilatometers mit getrennten Kondensatorplatten in Anlehnung an ein von Brändli und Griessen entwickeltes Konzept. Der Probenkörper wird mit einer gewissen Vorspannung gegen den beweglichen Zellteil gedrückt. Ändert sich dessen Länge, wird dies uniaxial an den Kondensator weitergegeben.*

**Abbildung 2.3:** Verhältnis Plattenabstand zur Probenlänge. In Folge der Änderung des Abstandes der Kondensatorplatten  $\Delta d$  wird eine Kapazitätsänderung  $\Delta C$  gemessen. Mit diesem Wert kann danach die Längenänderung  $\Delta l$  der Probe berechnet werden.



Das in dieser Arbeit verwendete kapazitive Dilatomter ist nach dieser Grundidee konzipiert worden. Die notwendigen Formeln zur Berechnung der Probenlängenänderung sind in dem Unterkapitel [3.2.3 Untersuchung der Eigenschaften und Parameter des Dilatometers] dokumentiert. Weiterhin ist eine Beschreibung der elektronischen Messanordnung sowie der genauen Funktionsweise der Kapazitätsmessbrücke in dem Unterkapitel [3.1.3 Kapazitätsmessbrücke] enthalten.



---

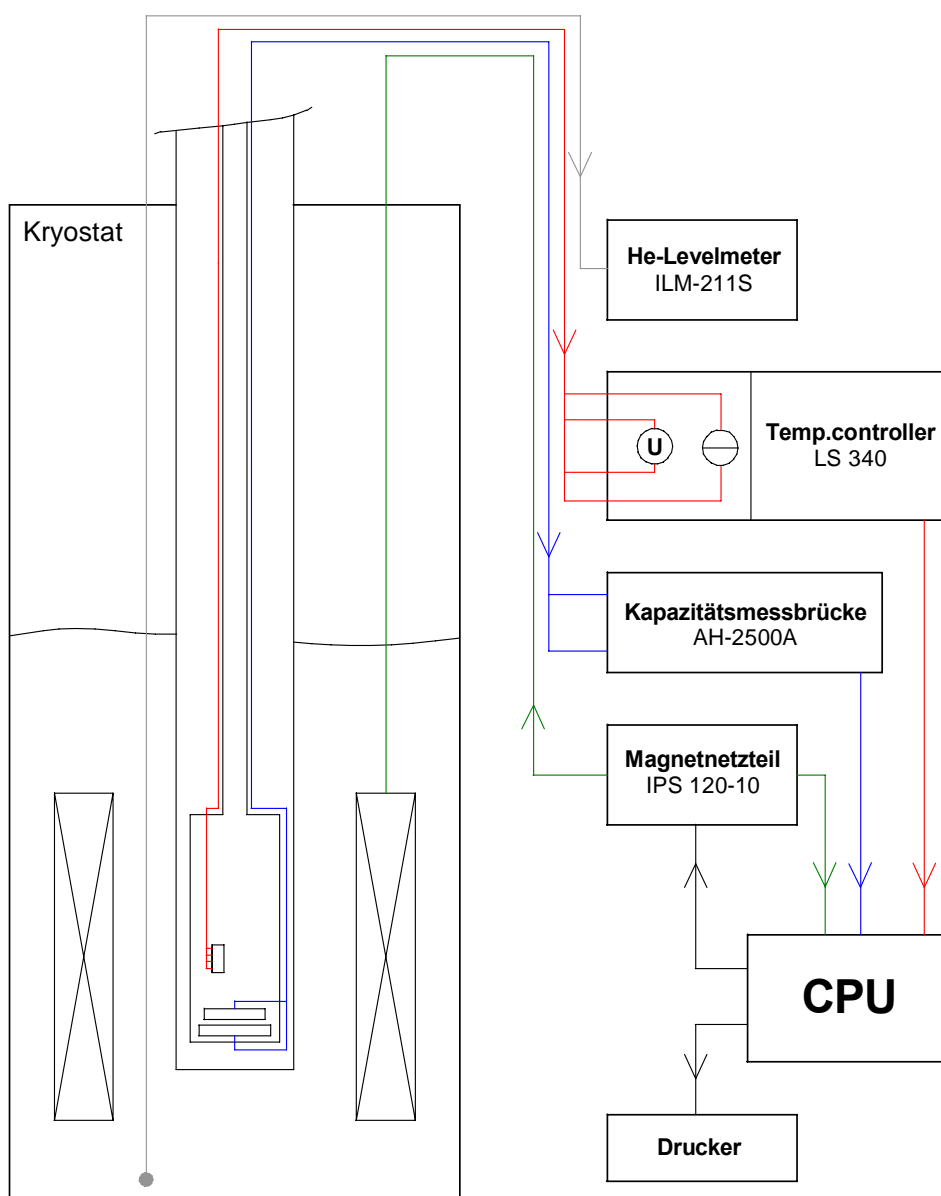
## 3 Experimentelle Technik

In diesem Kapitel werden die für die Experimente verwendeten Geräte anhand des Aufbaus und der Funktionsweise vorgestellt. Die experimentelle Durchführung steht hierbei im Vordergrund, diskutiert werden die Steuerung der elektronischen Komponenten und der Umgang mit unterschiedlichen Versuchsobjekten.

Die geometrische Änderung einer Probe in Abhängigkeit eines Magnetfeldes gibt oftmals einen Aufschluss über wichtige materialspezifische Eigenschaften, deshalb ist es notwendig, den technischen Aufbau zur Messung der Magnetostriktion genau zu kennen und bestenfalls weiter zu optimieren. Ein Schwerpunkt dieses Kapitels liegt auf der Instandsetzung und Inbetriebnahme eines kapazitiven Dilatometers, wobei die Parameter dieser Messzelle, aber auch deren Kalibrierung als wichtige Aspekte hervorgehoben sind. Zu ersten Testmessungen diente die Versuchsprobe  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$ , anhand dieses Beispiels wurde die Funktion der Messapparatur geprüft und die durch das Anlegen eines Magnetfeldes verursachten Längenänderungen der Probe diskutiert. Das folgende Unterkapitel -3.1 Gerätetechnik- beschreibt den Zusammenhang zwischen dem allgemeinen Messprinzip und den dafür notwendigen Geräten ausführlich.

### 3.1 Gerätetechnik

Die Skizzierung in *Abb. 3.1* zeigt alle Bestandteile des Messaufbaus und deren schematische Vernetzung. Als zentrale Schnittstelle fungiert ein CPU, der das Magnetfeld steuert und zusätzlich alle anfallenden Informationen von der Kapazitätsmessbrücke sowie der Widerstandsmessbrücke aufnimmt. Parallel zu den Messungen kann die große Anzahl an Daten ausgewertet und zum Beispiel auch grafisch dargestellt werden.



**Abbildung 3.1:** Blockschaltbild der gesamten Apparatur zur Messung der Magnetostriktion. Die Pfeillinien markieren die Verbindungen und Funktionsrichtung der einzelnen Geräte.

### 3.1.1 Kryostaten

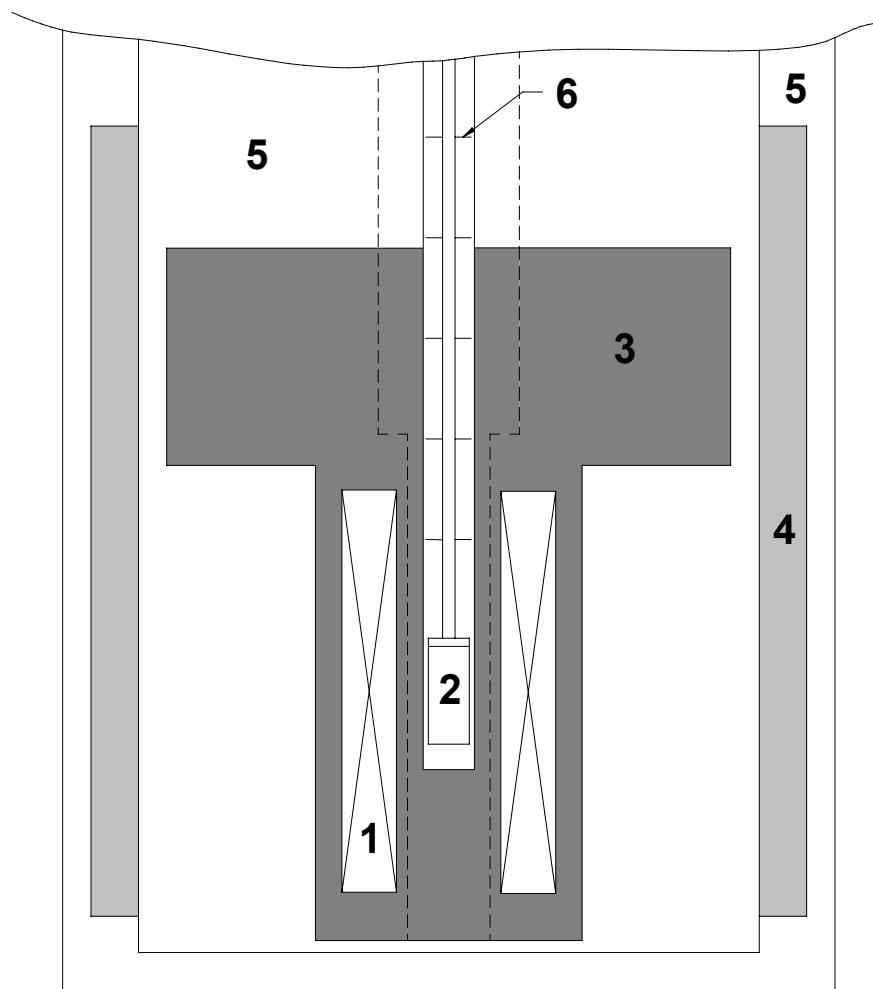
In den ersten Versuchen sollte die Magnetostriktion bei einer Proben­temperatur von  $\sim 4,2$  Kelvin gemessen werden. Um die erforderliche Temperatur zu erreichen, kam ein  $^4\text{He}$ -Badkryostat der Firma Oxford Instruments (Abb. 3.2) zum Einsatz. Kryostaten werden im Allgemeinen genutzt, um tiefe Temperaturen über einen längeren Zeitraum stabil zu halten. Unter der Verwendung kryogener Flüssigkeiten, wie beispielsweise Helium (Siedepunkt: 4,22 Kelvin) oder Stickstoff (Siedepunkt: 77,36 Kelvin) lassen sich sehr niedrige Temperaturen realisieren. Es bot sich an, den Messstab direkt im flüssigen Helium zu positionieren und so eine thermisch konstante Umgebung zu schaffen.



**Abbildung 3.2:** Kryostat zur Magnetfeldmessung für die Tieftemperaturphysik. Erschütterungen oder sonstige mechanische Vibrationen werden über ein unterliegendes Federsystem kompensiert. Die zylinderförmige Tonne hat eine Höhe von 125 cm und einen Durchmesser von 79 cm. Das wärmeisolierte Gefäß ist mit elektronischen Zuleitungen, Druckanschlüssen, diversen Tanks und einer supraleitenden Spule ausgestattet.

In dem gezeigten Kryostaten ist es prinzipiell möglich, die Badtemperatur von 4,2 Kelvin auch zu unterschreiten. Durch das Pumpen am Heliumbad und der integrierten Lambdastufe sind Temperaturen bis 2,2 Kelvin erreichbar.

Eine schematische Anordnung der Messapparatur in dem Kryostaten ist in *Abb. 3.3* aufgeführt. Die supraleitende Magnetspule |1|, im Zentrum des Kühlsystems, erzeugt ein longitudinales Magnetfeld bis zu 15 Tesla, parallel zur Messachse. Sowohl der Magnet als auch der Probenstab |2| befinden sich in einem Heliumbad |3|, wobei das Gesamtvolumen des He-Tankes 95 Liter beträgt. Zur Vorkühlung und um den Heliumverbrauch zu minimieren, dient ein umliegendes Stickstoffgefäß |4| mit 59 Litern Fassungsvermögen. Zwischen den Tanks und am äußeren Rand wird zur Abschirmung ein Isoliervakuum |5| hergestellt. Für eine gute Wärmeanpassung an das Heliumbad ist der Innenraum des Probenstabes zu einem Drittel mit He-Austauschgas befüllt. So dass niedrige Temperaturen erreicht werden können, aber auch ein stabiles thermisches



**Abbildung 3.3:** Prinzipdarstellung des  $^4\text{He}$ -Badkryostaten nach Handbuch [0.1]. Von einer Probenhülle ummantelt, befindet sich das Dilatometer im Zentrum des Magnetfeldes. Die kreisrunden Helium- und Stickstoffreservoirs bilden das Kühlsystem des Kryostaten.

---

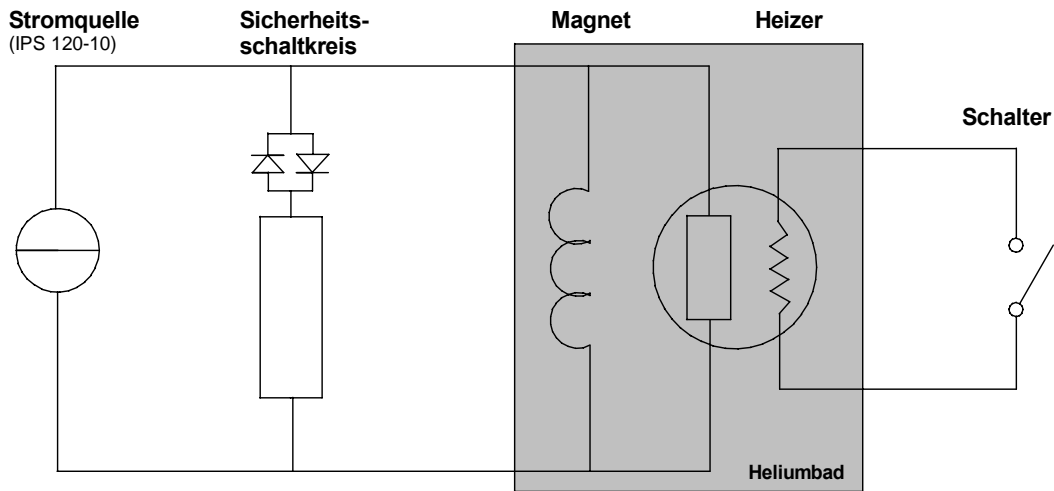
Gleichgewicht entsteht. Hitzeschilde [6] entlang des Stabes verhindern zusätzlichen Wärmeeintrag von außen in Richtung Messzelle. Die Innenbohrung des Magneten ermöglicht das Einbringen von Probeneinsätzen mit einem maximalen Außendurchmesser von 52 mm (~Verhältnis als gestrichelte Linie dargestellt).

Für das Einkühlen des Probenstabes sind ungefähr 5 Liter Helium notwendig. Der Gesamtverbrauch der Messapparatur liegt innerhalb von 24 Stunden bei 4-10 Liter Helium (abhängig vom jeweiligen Magnetbetrieb). Da die Masse des Stabes nur klein und kein zusätzlicher Heizer angebracht ist, entsteht ein relativ **geringer Heliumverbrauch**.

### 3.1.2 Magnetfeldsteuerung

Im Kern des Kryostaten befindet sich der supraleitende Solenoid-Magnet (Oxford Instruments, Typ S15/17/52/13). Die supraleitende Spule bietet gegenüber herkömmlichen Spulen einen Vorteil, nämlich den Strom verlustfrei fließen zu lassen. Unterhalb der für das Spulenmaterial signifikanten Sprungtemperatur ist der elektrische Widerstand quasi null. Allerdings gibt es auch Besonderheiten die mit beachtet werden müssen. Das anliegende Magnetfeld und auch die kritische Stromstärke sollten nicht zu hoch gewählt werden, ebenso ist eine ausreichende Kühlung unerlässlich, sonst besteht die Möglichkeit des so genannten Quenchens. Dabei übersteigt die erzeugte Wärme im Magneten die Kühlleistung des Heliums und bringt es zum verdampfen, was zu einer größeren mechanischen Belastung der Spule und oftmals nachhaltigen Schäden führt.

Der Strom wird über ein externes Netzteil (Oxford Instruments, Typ IPS 120-10) zugeführt, wodurch sich bei einer Stromstärke von 102 Ampere Magnetfelder bis zu 15 Tesla generieren lassen. Um ein Feld aufbauen zu können, wird in den Stromkreis eine ebenfalls supraleitende Brücke parallel zur Spule geschaltet und durch einen Heizer erwärmt. Nach Überschreitung der Sprungtemperatur entwickelt die Brücke einen Ohmschen Widerstand, wonach dann der Strom eingespeist wird und durch die Spule fließen kann. *Abb. 3.4* verdeutlicht das Schema eines solchen Magnetsystems. Für konstante Felder wird, nach Erreichen der gewünschten Feldstärke, der Spulenkreislauf geschlossen und die Spule agiert wieder über den gesamten Bereich supraleitend. Das Magnetfeld ist dann stabil und quasi verlustfrei.



**Abbildung 3.4:** Der schematische Aufbau des Magnetsystems zeigt die notwendigen Bestandteile für den Lade und Entladeprozess des Magneten. Durch Erhitzung eines bestimmten Teiles an der Spule wird dieser elektrisch leitend und dient zur Einspeisung des Stromes.

Die eigentliche Steuerung des Feldes erfolgt manuell an der Stromquelle, oder rechnergestützt (angebunden durch GPIB-Kabel), über die Software LabView (National Instruments). Für die Messungen der Magnetostriktion, werden alle benötigten Geräte einschließlich der Magnetfeldstromquelle an den PC angekoppelt und zentral mit Hilfe von LabView gesteuert (Die Bedienoberfläche der Software ist in der Anlage A dokumentiert). Somit ist es möglich die Änderung des Magnetfeldes, aber auch andere für die Messungen relevante Kennlinien aufzunehmen.

Wie bereits erwähnt, ist bei dem Betrieb des Magneten darauf zu achten, eine gewisse Stromstärke nicht zu überschreiten. Vom Hersteller wird die Änderung des Stromes bezogen auf die Zeit klar definiert [9]:

Stromstärke bis 15 Tesla (amp)	Stromrate (Amp/Minute)	Magnetfeldrate (Tesla/Minute)	Temperatur (Kelvin)
101,699	1	0,147	$\leq 4,2$

**Tabelle 1:** Maximal einzustellende Energierate bzw. Magnetfeldrate bei Inbetriebnahme des Kryostaten

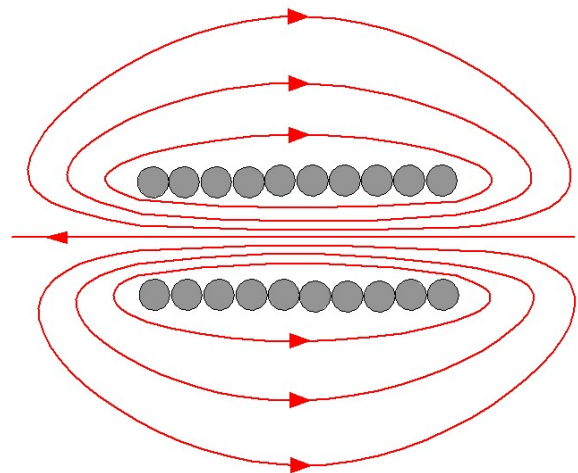
Stromstärke bis 15 Tesla (amp)	Stromrate (Amp/Minute)	Magnetfeldrate (Tesla/Minute)	Temperatur (Kelvin)
101,699	6,78	1	$\leq 4,2$

**Tabelle 2:** Maximal einzustellende Energierate bzw. Magnetfeldrate bei normalen Betrieb

Dennoch wird bei den späteren Messungen die maximal mögliche Magnetfeldrate von 1 Tesla nicht verwendet. Es ergibt sich zwar der Vorteil die Dauer der jeweiligen Experimente zu verringern, allerdings entstehen auch negative Auswirkungen auf das Verhalten der Messzelle. Diese an die Magnetfeldrate gebundenen Eigenschaftsänderungen des Dilatometers werden in dem Kaptitel [3.2.4 Kalibrierung] näher erläutert.

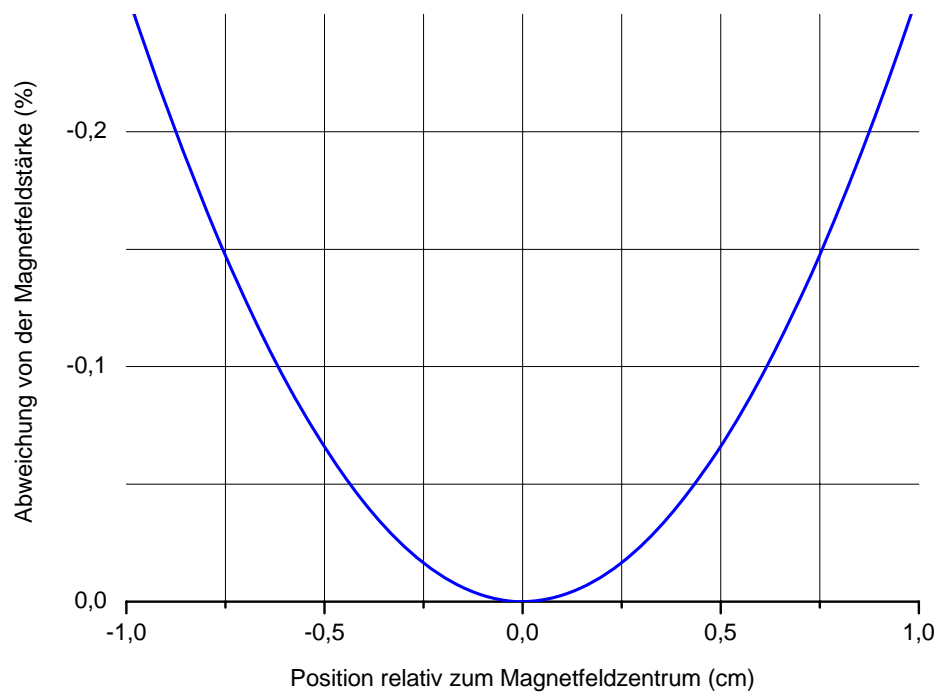
Um bestmögliche Aussagen über die magnetostriktiven Eigenschaften einer Probe treffen zu können, sollte auf den gesamten Prüfkörper ein gleichstarkes Magnetfeld wirken. Im Inneren der langen Spule ist es möglich ein homogenes Feld aufzubauen, was bedeutet, die Änderung der Feldstärke über den jeweiligen Innenraum zu halten. Der prinzipielle Feldlinienverlauf an einer solchen Spule ist in der untenstehenden *Abb. 3.5* aufgeführt.

**Abbildung 3.5:** Das Magnetfeld (rot eingezeichnet) umgibt die Spulenwicklung (grau). In der Spulenmitte verlaufen die Feldlinien parallel, also ist die Flussdichte dort annähernd gleich. Wohingegen am Rand oder außerhalb der Spule die Flussdichte stark abfällt.



Obwohl man allgemein von einem konstanten Feld in langen Spulen spricht, können axial vom Feldzentrum bis hin zum Rand sehr kleine Differenzen auftreten. Um diese Abweichungen genau zu erfassen, hat der Hersteller die Stärke des Magnetfeldes an verschiedenen Punkten im Innenraum der Spule gemessen. Dazu wird eine Hallsonde verwendet. Der so genannte Hall-Effekt erlaubt es, präzise Messungen über viele Größenordnungen der Magnetfeldstärke vorzunehmen. Nach [10] wird der Effekt wie folgt beschrieben: Der physikalische Prozess erklärt sich durch die Krafteinwirkung auf einen sich bewegenden Ladungsträger im Magnetfeld. Die Hallsonde ist ein mit Strom durchflossenes Plättchen (i.d.R. Halbleitermaterial), mit überall gleicher Stromdichte.

Legt man senkrecht zur Plättchenfläche ein Magnetfeld an, entsteht eine Wechselwirkung zwischen dem elektrischen Strom und dem Magnetfeld, was sich in der Hallspannung wiedergibt. Mit einer kalibrierten Hallsonde und den gemessenen Spannungen lässt sich dann die ortsspezifische Magnetfeldstärke ermitteln. Die von Oxford Instruments gemessenen Werte sind in *Abb. 3.6* dargestellt:



**Abbildung 3.6:** Diese Parabel beschreibt die Abweichung vom idealen Magnetfeld nach der Position im Feld. Die Messungen wurden mit einer kalibrierten Hallsonde an der in den Experimenten eingesetzten Magnetfeldspule durchgeführt.

Aus der Abbildung wird ersichtlich, dass die Magnetfeldstärke über eine Länge von 1 cm mit einem maximalen Fehler von 0,1 % behaftet ist. Positioniert man also den zu untersuchenden Probenkörper in diesem Bereich, bleibt der Fehler für die meisten Fragestellungen vernachlässigbar klein. Selbst bei einer sehr großen Probe (maximal  $l = 15$  mm) und mit angepasster Stabausrichtung\* ist das Magnetfeld in dem Abschnitt ausreichend homogen. Am Spulenrand beträgt der Fehler hingegen  $\sim 20\%$ .

\* Die Probe ist von einer Stabhülle umgeben. Da diese Hülle zwischen zwei Gummidichtungen flexibel geführt wird, lässt sie sich in axialer Richtung verschieben und abhängig von der Probengeometrie exakt nach dem Magnetfeldzentrum ausrichten.



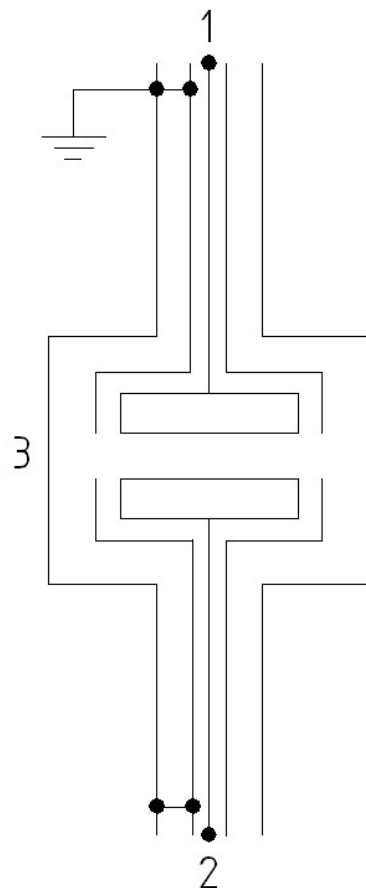
### 3.1.3 Kapazitätsmessbrücke

Für die Kapazitätsmessung des Plattenkondensators wird eine Ultra-Präzisions-Kapazitätsmessbrücke (Typ AH 2500A der Firma Andeen Hagerling) verwendet. Die Brücke hat eine Messfrequenz von  $1 \text{ kHz} \pm 0,005\%$  und benötigt weniger als 0,5 Sekunden um präzise Messpunkte aufzunehmen. Theoretisch können Kapazitäten bis zu einer Genauigkeit von  $5 \cdot 10^{-7} \text{ pF}$  aufgelöst werden, was Längenänderungen von ungefähr  $0,01 \text{ \AA}$  entspricht. Nachzulesen im Handbuch der Firma Andeen Hagerling [11].

Das Messprinzip beruht auf der Drei-Terminal-Technik, wobei alle durch Streuungen oder Zuleitungen verursachten Störkapazitäten weitgehend eliminiert werden. Dieses Prinzip wurde von R.Schefzyk ausführlich in seiner Diplomarbeit beschrieben [5].

Abb. 3.7 zeigt den Aufbau eines Drei-Terminal-Kondensators.

**Abbildung 3.7:** Der Kondensator gliedert sich auf in 3 Terminals: Die Kondensatorplatten |1| und |2|, sowie die auf Masse gelegte Schirmung der Elektroden, Zuleitungen und des gesamten Messaufbaus bilden Terminal |3|. Diese Methode erlaubt nur die interessierende Kapazität zu messen, während Zuleitungskapazitäten, Streukapazitäten, oder sonstige Kapazitäten der Apparatur das Messergebnis nicht verfälschen.



In dem man den Beitrag  $C_{1,3}$  parallel zur Spannungsversorgung und den Beitrag  $C_{2,3}$  parallel zum Detektor schaltet, verbleibt eine geringere Belastung für die

---

Spannungsquelle und zusätzlich wird die Empfindlichkeit des Detektors verkleinert. Die Drei-Terminal-Technik bildet sozusagen die Grundlage für das gute Auflösungsvermögen der Kapazitätsmessbrücke. Ein wesentlicher Bestandteil dieser Technik, ist die optimale Abschirmung der gesamten Apparatur. Beide Kondensatorplatten sind in Schutzringe eingefasst, um Streukapazitäten am Plattrand zu vermeiden. Die Ringe sind durch eine Kunststoffisolation von den Platten getrennt und liegen auf der Masse des Dilatometers. Das eigentliche Messsignal wird über ein Miniaturkoaxialkabel übertragen. Von jeder Kondensatorplatte führt jeweils ein Kabel entlang des Probenstabes hinauf zu SMA - Steckeranschlüssen im Stabkopf. Die zwei sehr dünnen Koaxialkabel sind durch ein Stahlgeflecht einfach abgeschirmt und mit Kunststoff von dem 0,2 mm starken Edelstahl - Innenleiter getrennt. Edelstahldrähte haben beispielsweise den Vorteil gegenüber Kupfer, einen höheren Wärmewiderstand zu besitzen und halten somit den Wärmeeintrag von außen gering. Für die Steckeranschlüsse am Stabkopf sind vakuumdichte SMA-Buchsen in einen Gummiflansch eingearbeitet worden. Hier bleibt aber noch zu überlegen, inwiefern das Flanschmaterial Einfluss auf die Druck- und Temperaturverhältnisse im Inneren des Probenstabes haben könnte. Mit der Fertigung und Verwendung eines Metallflansches verhindert man an dieser Stelle die mögliche Diffusion von Gasen.

Der gesamte Probenstab hat ein Massepotential und die Erdung sollte über die Kapazitätsmessbrücke geschehen. Kommt es zum elektrischen Kontakt mit Teilen des Kryostaten, entstehen mitunter Erdschleifen. Diese beeinflussen jedoch die Messgenauigkeit erheblich, das Rauschen nimmt zu und folglich verschlechtert sich die Auflösung der Kapazität deutlich. Daher muss darauf geachtet werden, den Probenstab elektrisch zu isolieren, in dem man am Kryostat Gummilagerungen oder andere Kunststoffanbindungen verwendet.

Dennoch konnte in späteren Messungen das eingangs erwähnte Auflösungsvermögen (theoretisch = 0,01 Ångström) nicht erreicht werden, tatsächlich war es möglich Längenänderungen von ungefähr 0,15 Ångström zu detektieren. Unterschiedliche Faktoren verändern den theoretischen Wert, sowohl die Kondensatorgeometrie, der Plattenabstand, die Isolierung der Apparatur, als auch äußere Einflüsse (Vibrationen, Schwingungen) wirken sich darauf aus. Das so genannte 'Rauschen' in Kapazitätsmessungen beinhaltet alle diese Ursachen. In den Unterkapiteln [3.2.3 Untersuchung der Eigenschaften und Parameter des Dilatometers], [3.2.4 Kalibrierung-] werden dessen Erscheinungsbild, aber auch diverse Optimierungs-

---

varianten näher diskutiert. Weiterhin gibt es an der Kapazitätsmessbrücke einen verstellbaren Parameter der die Größenordnung des Rauschens beeinflusst. Mit Einstellung der **Averaging Time** lässt sich die Messperiode zeitlich auf das Messsignal abstimmen. Bezogen auf einen bestimmten Zeitraum wird der Mittelwert aus mehreren Messpunkten gebildet und zufällige Abweichungen werden minimiert. Sowohl das am Eingang des integrierten Detektors entstehende als auch das von außen eingebrachte Rauschen (solange es zufällig ist) reduzieren sich dadurch. Im Gegensatz zu einer kurzen Averaging Time wird das Rauschen bei einer langen Averaging Time kleiner ausfallen, da der Betrag der Abweichungen umgekehrt proportional zur Quadratwurzel der Zeit steht. Demzufolge ist beim Einstellen von 4 Sekunden das Rauschen nur halb so groß wie bei einer Averaging Time von 1 Sekunde. Allerdings sollte diese Zeit nicht zu groß gewählt werden, denn sonst werden sehr kleine, schnell auftretende Probeneffekte nicht erfasst. Die Einstellung von 4 Sekunden erwies sich bei den meisten Experimenten als ideal.

### 3.1.4 Thermometer

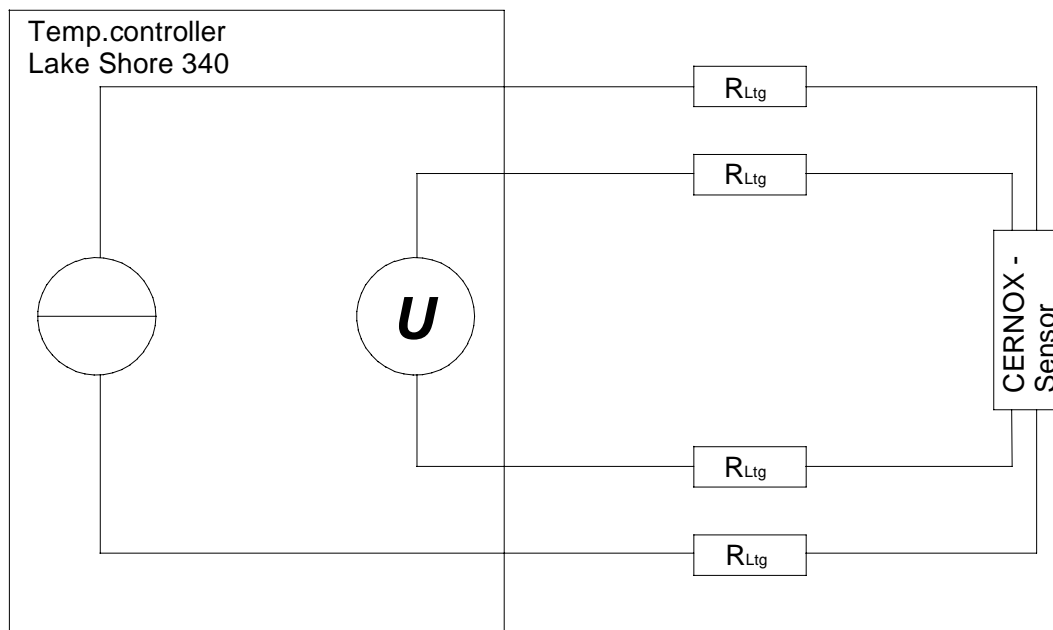
Zur Messung der Proben temperatur wird ein CERNOX-Temperatursensor (CX-1010) der Firma LakeShore verwendet. Dieser Sensor wurde auf einen Temperaturbereich zwischen 2 K - 320K geeicht und ist bei Magnetfeldern bis zu 19 Tesla einsetzbar. Die Temperatur ist dabei abhängig vom dem Widerstand des Cernox-Sensors, welcher bei fallender Temperatur streng monoton ansteigt. Bei der Eichung wird die entsprechende Temperatur in Relation zu dem gemessenen Widerstand gesetzt und als Funktion  $T(R)$  festgehalten. In den späteren Experimenten werden die Temperaturen mit einer Widerstandsmessbrücke (Lake Shore, Temperature Controller Model 340) und der aus der Eichung erhaltenen Kalibrierungskurve bestimmt.

Das eigentliche Messprinzip basiert auf einer 4-Punktschaltung, bei der die Widerstände der Zuleitungen und Kontaktstellen das Messergebnis nicht beeinflussen. Dabei fließt über 2 Kupfer-Drähte ein konstanter Anregungsstrom durch den Cernox-Widerstand. Ein in der Messbrücke integriertes Spannungsmessgerät misst über 2 weitere Kupfer-Drähte die am Widerstand abfallende Spannung. Wird der Strom konstant gehalten, ist

er unabhängig von den Widerständen in den Zuleitungen. Spannungsabfälle in den Stromleitungen können demnach abgegriffen und kompensiert werden. Es gilt nach dem Ohmschen Gesetz:

$$U = I \cdot R_{\text{Sensor}} \quad (3.1)$$

Der prinzipielle Messschaltplan ist in *Abb. 3.8* dargestellt:



**Abbildung 3.8:** 4-Punktschaltung. Mit dieser Anordnung wird die abfallende Spannung an dem mit einem bekannten Strom durchflossenen Sensor gemessen. Somit kann dann der Widerstand über das Ohmsche Gesetz berechnet werden.

Um die Temperatur des Versuchsobjektes möglichst exakt erfassen zu können, ist der Sensor nah an der Probe aufgeklebt worden. Der Abstand beträgt ungefähr 5 mm.

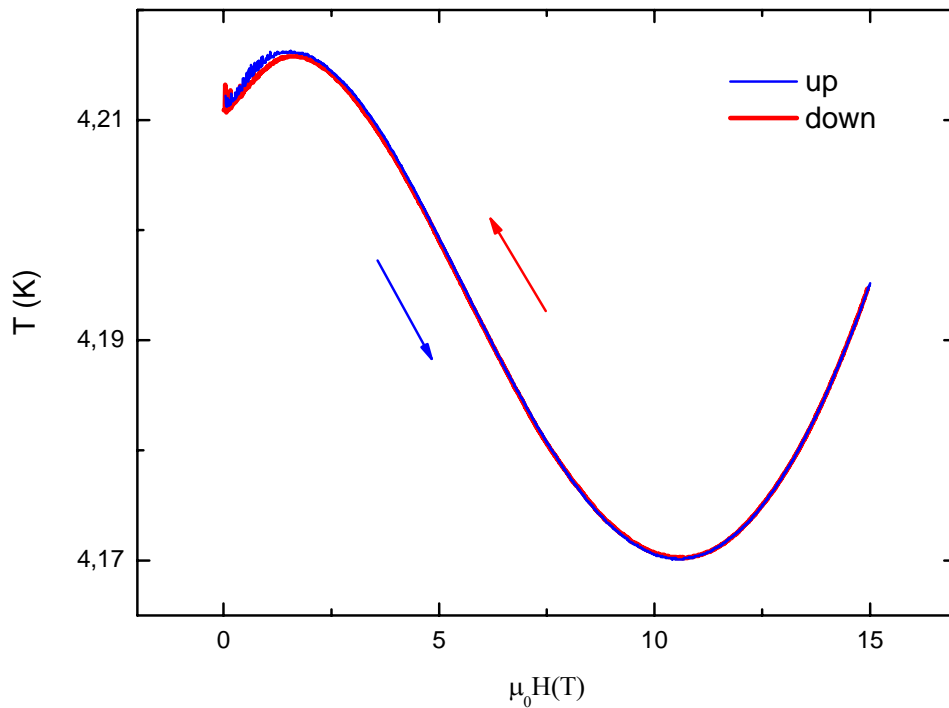
Weiterhin muss die Qualität des ermittelten Messwertes betrachtet werden, wie exakt ist er und welche Faktoren können ihn beeinflussen. In dem Buch -Elektrische Temperaturmessung mit Thermoelementen und Widerstandsthermometern- von Matthias Nau [12], wird der Effekt der **Eigenerwärmung** von Temperaturwiderständen beschrieben. Der durch den Sensor fließende Strom erzeugt eine Verlustleistung, welche wiederum zu einer Erwärmung führt. Verschiedene Dinge tragen zu dem

jeweiligen Erhitzungsgrad bei: Einerseits spielt der Grundwiderstand des Sensors eine Rolle, resultierend aus der elektrischen Leistung ( $P = R \cdot I^2$ ), denn je größer der Widerstand desto höher ist die Wärmeentwicklung. Einflüsse wie die Strömungsgeschwindigkeit des Messmediums, die Gesamtgröße des Thermometers und die Wärmekapazität wirken sich zusätzlich auf den Effekt aus. Aber auch in wie weit die entstandene Verlustleistung vom Messmedium abgeleitet werden kann. Um genaue Aussagen über die Eigenerwärmung des hier verwendeten Cernox-Sensors machen zu können, müsste die Temperatur, unter Realbedingungen, bei verschiedenen Stromstärken gemessen werden. Leider war das im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr möglich. Allerdings bieten die vom Hersteller ausgeschrieben Parameter gewisse Orientierungspunkte. Wird demzufolge der Sensor mit einem Anregungsstrom von  $10 \mu\text{A}$  ( $T = 4,2 \text{ K}$ ) betrieben, ist eine Eigenerwärmung um maximal  $5 \text{ mK}$  möglich [13]. Der Gesamtfehler in einem gemessenen Temperaturwert, einschließlich der auftretenden Abweichungen durch die Widerstandsmessbrücke, wird von Lake Shore wie folgt beziffert:

	Temperature	Genauigkeit
Cernox™ CX 1010	0,5 K	±5 mK
	4,2 K	±11,2 mK
	300 K	±580 mK

**Tabelle 3:** Typischer Fehler des Cernox-Sensors bei verschiedenen Temperaturstufen [13].

Ein weiterer Messfehler entsteht durch das Anlegen eines äußeren Magnetfeldes. Cernox-Sensoren weisen bei niedrigen Temperaturen eine starke Magnetfeldabhängigkeit auf. Dadurch ergab sich in den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten eine gemessene Temperaturabweichung von zirka  $50 \text{ mK}$  bei Magnetfeldern bis zu  $15 \text{ Tesla}$ . Der signifikante Kurvenverlauf ist in *Abb. 3.9* dokumentiert. Es ist davon auszugehen, dass dieser Fehler keine Auswirkungen auf die tatsächliche Proben temperatur hat. Um den Sensor im Magnetfeld zu kalibrieren, müsste dessen Widerstand bei mehreren Feldern bis  $15 \text{ T}$  gemessen werden. Die erhaltenen Widerstandskurven werden dann mit Tschebychev-Polynomen 11-ter Ordnung angefitet. Misst man allerdings bei Magnetfeldern die zwischen den auf-



**Abbildung 3.9:** *Magnetfeldabhängiger Temperaturfehler. Dieser Messschleife (0T - 15T, 15T - 0T) beinhaltet 2 Messkurven, die nahezu gleich verlaufen. Die Schwankung um ungefähr 50 mK ist ausschließlich auf das Magnetfeld zurück zu führen.*

genommenen Widerstandskurven liegen, kann mit Hilfe der Polynomkoeffizienten bezüglich der benachbarten Magnetfelder linear interpoliert werden. Die genaue Vorgehensweise bei der Kalibrierung von Thermometern ist in den Abschlussarbeiten von Zabel [14] und Heyer [15] beschrieben.

## 3.2 Inbetriebnahme eines Dilatometers für die Magnetostriktion

Dieses Kapitel beschreibt das Kernthema der Diplomarbeit: Die Instandsetzung sowie die Wiederinbetriebnahme einer älteren Messzelle für die Magnetostriktion. Bereits 1989 setzte sich Markus Braden, in seiner Diplomarbeit [16], mit dieser Zelle auseinander und nutzte sie zur Messung von Hochtemperatur Supraleitern. Der prinzipielle Aufbau dieser kapazitiven Dilatometer folgt einem Konzept nach Brändli und Griessen [8].

Maßgebliche Zielsetzung dieser Arbeit ist, einen funktionierendes Dilatometer für Messungen, bei konstanter Temperatur = 4,2 Kelvin, zu schaffen. Dazu ist die Überprüfung und Verbesserung der Mechanik, Elektronik, sowie Kompatibilität zu einem geeigneten Kryostaten erforderlich.

Betrachtet man das grundlegende Wirkprinzip dieser Zelle, ist es nicht nur möglich Magnetostruktionsmessungen durchzuführen, sondern auch Materialien hinsichtlich ihrer Ausdehnung bei veränderlicher Temperatur zu überprüfen. Diese materialspezifische Eigenschaft wird als Thermische Ausdehnung bezeichnet. Allerdings ist die Masse und Geometrie des Dilatometers zu groß um die notwendige Temperaturstabilität, bei einem sich ständig ändernden thermischen Gradienten, zu gewährleisten.

Die CuBe-Zelle ist aus einer Kupferlegierung mit einem Zusatz von ca. 2 % Beryllium gefertigt. Das Material hat viele Vorzüge aufzuweisen, z.B. ist es unmagnetisch, was verhindert, dass bei anliegendem Magnetfeld Verformungen auftreten. Außerdem werden bei tiefen Temperaturen dessen gute elastische Eigenschaften benötigt, damit Spannungen reduziert werden. Ein ebenso wichtiger Faktor ist die gute thermische Leitfähigkeit, die für eine schnelle Wärmeverteilung und Temperaturstabilität verantwortlich ist. Mit der Zulegierung von Beryllium erhält man eine höhere Härte und dadurch eine bessere Verschleißfestigkeit, aber auch eine



---

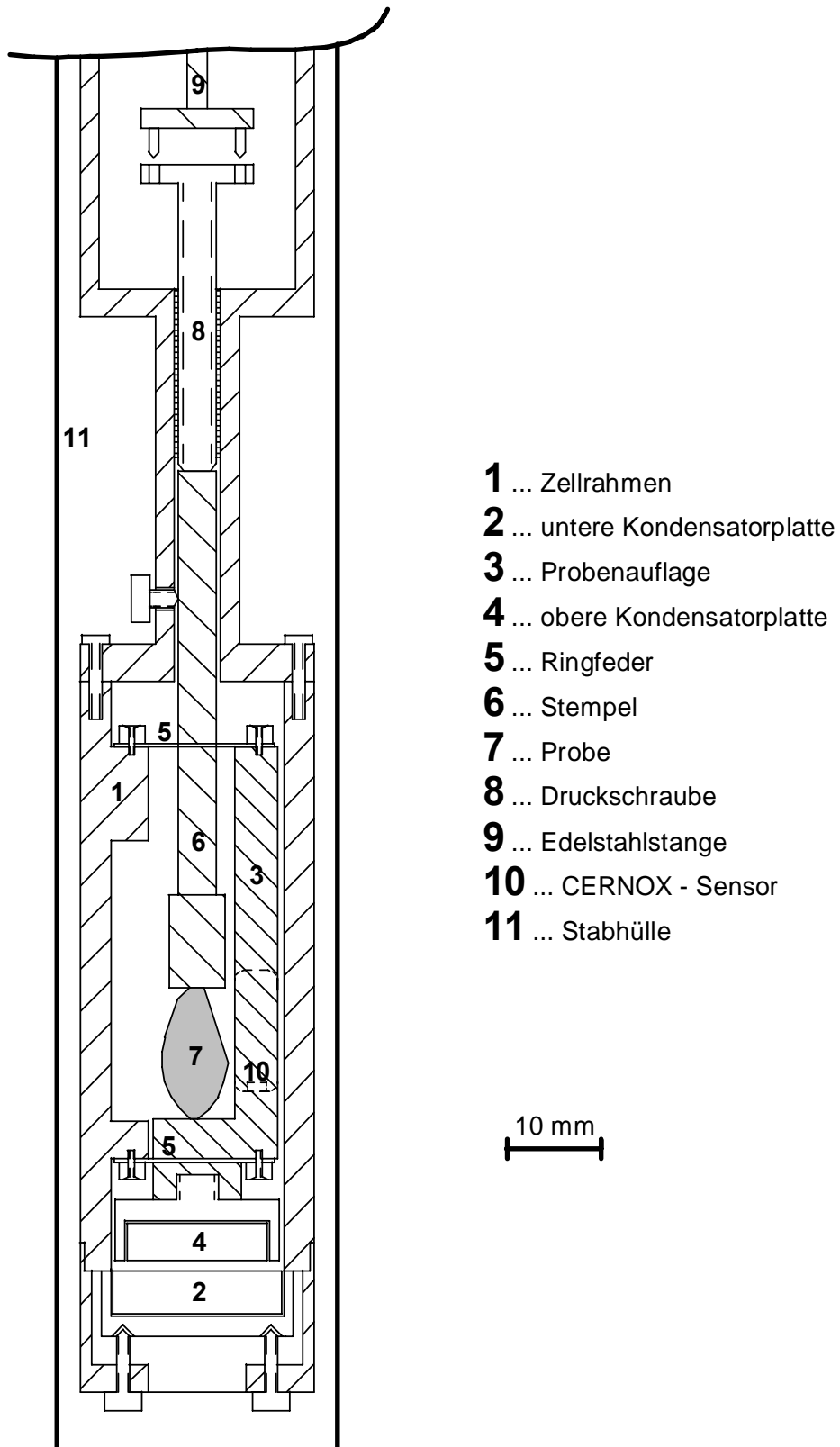
geringere elektrische Leitfähigkeit gegenüber hochreinem Kupfer. Dies bietet den Vorteil, dass die bei Änderungen des Magnetfeldes auftretenden Wirbelströme für eher geringe Aufheizeffekte sorgen, welche thermische Ausdehnungen erzeugen und das Messergebnis beeinflussen können.

### 3.2.1 Zellaufbau

Man hat bei der Grundkonzipierung des Dilatometers darauf geachtet, Proben schnell austauschen bzw. deren Position flexibel ändern zu können. Sowohl Zellkörper als auch Zuleitungen für die elektronischen Bestandteile müssen dazu nicht entfernt werden. Versuchsstücke können eine Höhe von bis zu 15 mm und einen Durchmesser von bis zu 6 mm haben, geht man beispielsweise von einer zylindrischen Probenform aus.

In *Abb. 3.10* wird das funktionelle Schema des, an einen Messstab angekoppelten, Dilatometers aufgezeigt. Elektrische Zuleitungen wurden dabei vernachlässigt. Die weiteren Ausführungen werden nun die einzelnen Bestandteile und die mechanische Wirkungsweise des Aufbaus umreißen. Längenänderungen der Probe führen zu einer Änderung der Kapazität des Plattenkondensators, in vertikaler Richtung. Dabei bilden die Zellhülle |1| und die untere Kondensatorplatte |2| den starren Teil, die Probenaufgabe |3| und die obere Kondensatorplatte |4| den flexiblen Teil des Mechanismus. Um das Ausdehnen bzw. Zusammenziehen der Probe auf den Plattenabstand des Kondensators zu übertragen, ist die bewegliche Probenaufgabe durch zwei Ringfedern |5| fixiert. Mit Auslenkung der Federn verschiebt sich die Aufgabe einschließlich der oberen Kondensatorplatte in der Vertikalen. Die dadurch entstehende rhomboide Anordnung sichert den, für die Genauigkeit der Messmethode wichtigen, planparallelen Plattenabstand. Ein Stempel |6| drückt die Probe |7| gegen die Aufgabe, um ein Verrutschen während den Messungen zu verhindern. Der Stempel wird durch eine Druckschraube |8| bewegt, die wiederum über eine Klauenverbindung mit einer durch den Probenstab nach oben führenden Edelstahlstange |9| verbunden ist. Somit ist es möglich während beziehungsweise zwischen den Messungen die Kapazität von außen zu verstellen. Allerdings können dadurch auch Ungenauigkeiten für bestimmte Messaufgaben entstehen. Auf diese Problematik wird in dem Kapitel [3.2.4 Kalibrierung] näher eingegangen. Ein CERNOX - Temperatursensor |10| ist nahe der

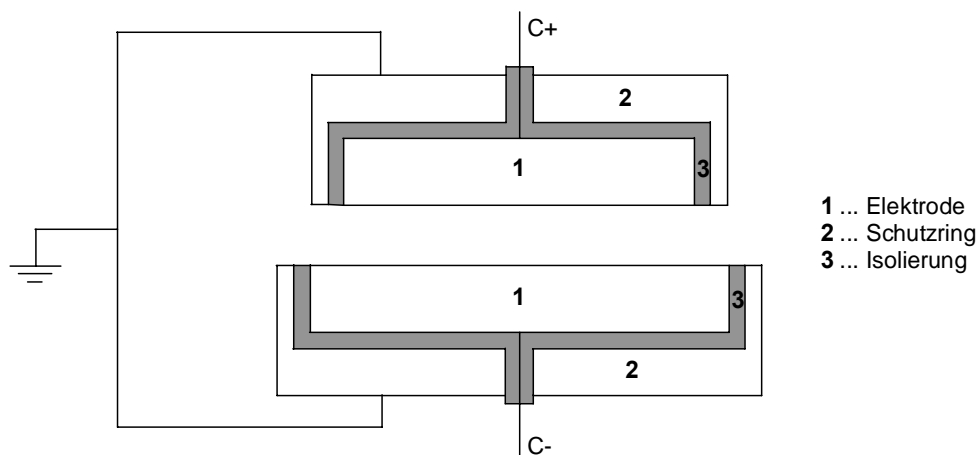




**Abbildung 3.10:** Schematischer Aufbau der Messzelle. Die Probe klemmt zwischen Stempel und der beweglichen Probenauflage, wobei sich Längenänderungen, durch Verschieben der oberen Kondensatorplatte, in der gemessenen Kapazität widerspiegeln.

Probe angeklebt, damit die tatsächliche Probentemperatur möglichst exakt bestimmt werden kann. Das Dilatometer ist mit einem langen Edelstahlstab verschraubt, um es im Magnetfeldzentrum des Kryostaten platzieren zu können. Als Hülle dient ein geschlossenes Edelstahlrohr [11].

Der hier verwendete Kondensator folgt dem Prinzip eines Schutzringkondensators. Über die plane Fläche der zwei Kondensatorplatten ist das elektrische Feld homogen, doch an den jeweiligen Rändern wird das Feld inhomogen. Für die Vermeidung solcher Einflüsse und zur Abschirmung von der Umgebung sind die Elektroden [1], getrennt durch eine Isolationsschicht [3], in einem auf Erdpotential liegenden Schutzring [2] eingefasst, siehe *Abb. 3.11*.



**Abbildung 3.11:** Prinzip eines Schutzringkondensator. Um Streukapazitäten zu reduzieren, sind die Elektroden von einem geerdeten Schutzring umgeben.

Außerdem wurde die obere Platte kleiner dimensioniert um Randeffekte durch geometrische Ungenauigkeiten auszuschließen. Somit ist die Fläche der kleineren Platte ausschlaggebend für die tatsächliche Kapazität.

Eine wichtige konstruktive Eigenheit lehnt sich an das von Brändli und Griessen entwickelte Verfahren an. Damit eine optimale Ebenheit und Parallelität zwischen den Platten gesichert ist, kann die obere Kondensatorplatte in der Zelle verbleibend (*Abb. 3.12*) zusammen mit dem Zellrahmenrand plan geschliffen werden. Dazu demontiert man die untere Platte (*Abb. 3.13*) bringt durch Herunterdrehen der

Druckschraube die obere Platte auf die Höhe des Zellrandes. So ist es möglich die Teile gleichzeitig auf ein Niveau abzuschleifen.



**Abbildung 3.12:** Die obere Kondensatorplatte in einer Ebene mit dem Zellrand.



**Abbildung 3.13:** Der untere Teil der Zelle nach Demontage der zweiten Platte.

### 3.2.2 Vorbereitung für erste Messungen

Um optimale Bedingungen für die folgenden Testmessungen zu schaffen, wurden Teile des Probenstabes erneuert oder auch wiederaufbereitet. Ebenso war es wichtig alle notwendigen Geräte in diesen Versuchsaufbau einzugliedern und aufeinander abzustimmen. Zu Beginn war eine Reinigung und damit verbunden ein Zerlegung des Zellkörpers unabdingbar. Schmutzpartikel und oxidierte Oberflächen der Kondensatorplatten hätten sonst die Messungen erheblich beeinträchtigt. Insbesondere bei den Plattenoberflächen galt es abzuwägen die oben erwähnte Schleifvariante zu nutzen. Denn in diversen Arbeiten von Schefzyk, Heyer [5, 15] beschrieb man Folgeerscheinungen wie Kurzschlüsse zwischen Schutzring und Elektrode. Das heißt in Folge des Schleifens entstandener Span geriet in die Plattenisolierung und schloss Ring mit Elektrode kurz. Als einzige Möglichkeit bleibt dann nur die zeitaufwändige Demontage und Säuberung, einhergehend mit der wohl noch größeren Gefahr diese Teile wieder exakt einzupassen um eine optimale Planparallelität zu gewährleisten. Von daher wurde entschieden die Oberfläche so schonend wie möglich zu bearbeiten und zunächst eine Schleifmethode, mit nur sehr geringem Abrieb, zu nutzen. Die oxidierte Oberschicht wurde schließlich durch Polieren mit einer äußerst feinen Läpppaste abgetragen. Allerdings können damit keine tieferen Kratzer auf den Flächen beseitigt werden. Bei der Reinigung kam Isopropanol zum Einsatz. Es hat den Vorteil gegenüber Aceton, nicht so aggressiv mit Kunststoffen zu reagieren und schont somit die zwischen

---

liegende Isolationsschicht. Es hinterlässt außerdem weniger Rückstände auf dem Untergrund, da es deutlich später verdunstet [17, 18].

Die zwei CuBe-Ringfedern als Verbindung zwischen dem Zellrahmen und der beweglichen Probenaufgabe sind sehr wichtig für die Lage der beiden Kondensatorplatten zueinander. Eine eindeutige Position, ein fester Sitz, sowie die unbeschädigte Geometrie sind Grundlage für ein intaktes System. Die verbauten Federn wiesen starke Biegekanten auf und mussten daher erneuert werden. Beide hatten eine unterschiedliche Dicke, obere 0,23 mm und untere Feder 0,13 mm. Sie wurden durch Federn mit entsprechender Stärke ersetzt.

Im nächsten Schritt musste die Funktionalität des Kondensators geprüft werden. Dazu koppelt man das zusammengesetzte Dilatometer über 4 Schrauben an den Probenstab an. Als Signalkabel kommen Miniatur-Koaxialkabel mit sehr dünnem Edelstahl-Innenleiter und Stahldraht-Außenabschirmung zum Einsatz. Ein Vorteil dieser Verdrahtung ist der geringe Wärmeeintrag von außen bis hin zur Messzelle [19] und resultierend daraus eine bessere Temperaturstabilität während den Messungen. Zwei Kabel werden mit den beiden Kondensatorelektroden verbunden und entlang des Probenstabes hin zu den Steckeranschlüssen, für die Kapazitätsmessbrücke, am Probenstabkopf geführt. Als Messbrücke wird die bereits erläuterte Andeen-Hagerling 2500A, über zwei SMA-Koaxialstecker, angeschlossen. Um die sogenannte Kurzschlusskapazität des Kondensators zu messen wird der Drehgriff am oberen Stab Ende genutzt, so dass der Stempel den beweglichen Zellteil nach unten drückt und sich die Kondensatorplatten annähern. Die maximale Kapazität ist kurz vor dem Plattenkontakt beziehungsweise dem Kurzschluss auslesbar; zu dieser Zeit waren es 250 pF.

Aufgrund der zentralen Bedeutung, die die Proben temperatur für die Messmethode hat, ist es wichtig die Temperatur genau zu bestimmen. Deswegen wurde in dem Probenraum ein kalibrierter CERNOX-Sensor angebracht. Als Zuleitung dient ein mit Lack isolierter Kupferdraht, dessen Widerstand durch eine 4-Punktmessung über einen Temperatur Regler Lake Shore 340 gemessen wird.

Nachdem die Basisfunktionen bei Raumtemperatur überprüft waren, musste der Probenstab für die Verwendung im Kryostat vorbereitet werden. Dazu wird er in eine vakuumdichte Edelstahlhülle eingeführt und diese durch einen Dichtflansch geschlossen. Vor dem Betrieb bei niedrigen Temperaturen ist es erforderlich, die enthaltene Luft aus dem Innenraum zu pumpen. Das folglich entstehende Vakuum ist wichtig um während den Messungen mögliche Oxidationseffekte im Inneren zu

verhindern. Um einen möglichst niedrigen Druck zu erzeugen wird ein 2-Pumpensystem, bestehend aus einer Drehschieberpumpe und einer Turbomolekularpumpe, verwendet. Die Drehschieberpumpe fungiert dabei als Vorpumpe, wobei sie nach dem Prinzip der mechanischen Luftverdrängung einen Unterdruck bis  $\sim 10^{-3}$  mbar erreicht. Für noch niedrigere Drücke, kann die Turbomolekularpumpe ab  $\sim 10^{-1}$  mbar hinzu geschaltet werden. Nach dem Anschließen und zirka einer Stunde Pumpzeit stellte sich im Probenraum ein Wert von  $\sim 2,5^{-4}$  mbar ein. Druckbereiche in der Vakuumtechnik können wie folgt charakterisiert werden:

<b>Großvakuum</b>	(1000) – 1 mbar
<b>Feinvakuum</b>	1 – $10^{-3}$ mbar
<b>Hochvakuum</b>	$10^{-3}$ – $10^{-7}$ mbar
<b>Ultrahochvakuum</b>	$10^{-7}$ – ( $10^{-14}$ ) mbar

*Tabelle 4: Einteilung unterschiedlicher Druckbereiche nach [20].*

Es ist davon auszugehen, dass keine Vakuumvorrichtung absolut dicht ist. Doch man sollte bezüglich der Versuchsaufgaben eine hinreichende Dichtigkeit gewährleisten. Mit der Leckrate  $Q_L$  kann man die dynamische Abweichung vom „perfekten Arbeitsdruck“ sehr gut beschreiben. Undichtigkeiten können genau erfasst und durch Abschätzung ihrer Größe mit der jeweiligen Anforderung verglichen werden. Pumpt man also den Probenstab ab, schließt dann das Pumpventil und betrachtet die Druckdifferenz  $\Delta p$  nach der Zeit  $\Delta t$ , erhält man mit dem freien, inneren Volumen  $V$  die Gleichung:

$$Q_L = \frac{\Delta p \cdot V}{\Delta t} \quad (3.2)$$

Aus dem Stab- plus Zuleitungsvolumen von  $\sim 3$  Litern und einem Druckanstieg von 0,107 mbar innerhalb von 5 Minuten resultierte die Leckrate  $1,07 \cdot 10^{-3}$  mbar · l/sec.

In dem Buch -Grundlagen der Vakuumtechnik- [20] wurde ein interessanter Vergleich über den Zusammenhang zwischen dem Leckdurchfluss und der geometrischen Lochgröße aufgestellt. Die Vergleichswerte sind in *Tabelle 5* zusammengestellt. Als

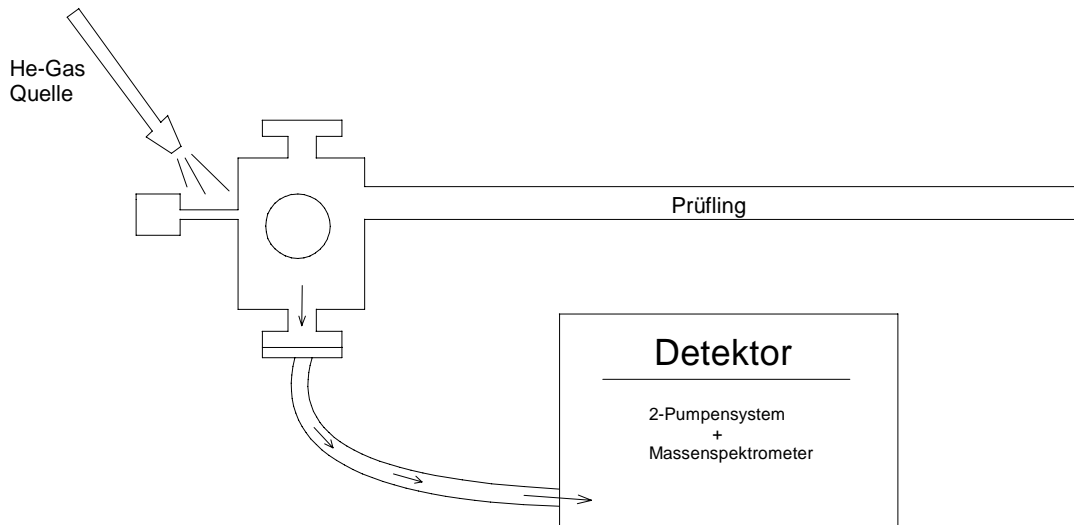
<b>Durchmesser</b> (kreisrundes Loch)	<b>Leckrate</b> mbar · l/sec
1,0 cm	$10^{+4}$
1,0 mm	$10^{+2}$
0,1 mm	$10^0$
0,01 mm	$10^{-2}$
1,0 $\mu\text{m}$	$10^{-4}$
0,1 $\mu\text{m}$	$10^{-6}$
0,01 $\mu\text{m}$	$10^{-8}$
1,0 nm	$10^{-10}$
1,0 Ångström	$10^{-12}$

*Table 5: Verhältnis von Leckrate zur Geometrie des Durchflusses nach [20].*

Maß dienen hier die mit Schallgeschwindigkeit (330 m/s) der durch das Loch strömenden Luftmoleküle bei äußerem Atmosphärendruck und innerem Vakuum.

Zur Verbesserung der Leckrate  $1,07 \cdot 10^{-3}$  mbar · l/sec blieb zu überlegen, wo sich die Problemstellen in der Apparatur befinden. Diverse Dichtflansche am Probenstabskopf, Steckerdurchführungen in das Stabinnere, sowie Füge- oder Materialfehler am gesamten Metallgrundkörper könnten Einfluss auf die Gasdurchlässigkeit haben. Um Problemstellen zu lokalisieren, macht man sich die hohe Durchflussgeschwindigkeit 970 m/s von strömendem Helium zu nutze. Dazu wird ein Leckdetektor mit einem integrierten Pumpensystem über Vakuumanschlüsse an den jeweiligen Prüfkörper angeschlossen und erzeugt durch ständiges Pumpen konstanten Unterdruck im Prüfraum. Nahe kritischen Stellen wird von außen Helium versprüht und von der Pumpe ein gesogen (Abb. 3.14). Ein Massenspektrometer detektiert das Prüfgas und zeigt, je nach ausgewiesener Heliummenge, die jeweilige Leckrate an. Die Nachweisgrenze für Heliumdetektoren liegt bei  $1 \cdot 10^{-12}$  mbar · l/sec, was einem Lochdurchmesser von einem Ångström entspricht. Idealerweise sollte man zur genauen Fehlerlokalisierung die einzelnen zu untersuchenden Bereiche von einander abgrenzen. Günstig dafür sind Plastikbeutel oder ähnliches. Im Verlauf der Prüfung konnten dann auch zwei Problemstellen, in deren Nähe die Leckrate schlagartig um 2-3 Größenordnungen anstieg, ausfindig gemacht werden. Einmal an einer porösen Dichtung in einem Verbindungsflansch, aber auch an einem Steckeranschluss für die Kondensatorkabel. Dichtringe wurden ausgetauscht, Stecker erneuert und generell alle relevanten

Kunststoffteile mit eingefettet. Nach wiederholter Kontrolle auf Dichtigkeit des Probenstabes ergab die Leckrate  $2,1 \cdot 10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{l/sec}$ .



**Abbildung 3.14:** Prinzipielle Anordnung zur Untersuchung von Leckagen. Ein über Druckleitungen verbundenes Lecksuchgerät detektiert kleinste Mengen an Helium (Prüfgas) und gibt an wie groß die Leckrate des Prüfkörpers ist.

Geht man davon aus, dass Hersteller von Vakuumapparaturen (Vacom oder Leybold) die Sicherheit ihrer Flansche bis zu  $1 \cdot 10^{-9} \text{ mbar} \cdot \text{l/sec}$  garantieren und zusätzlich signifikante Lecks beseitigt werden konnten, ist die bestehende Differenz der Raten nun nur noch schwierig zu erklären. Material- und Fertigungsfehler sind aber auszuschließen, daher bleibt die Erkenntnis, dass insbesondere die Teile aus Kunststoff einer gewissen Durchlässigkeit unterliegen müssen. Trotzdem ist festzuhalten, dass die erreichte Leckrate für anstehende Messungen ausreicht.

### 3.2.3 Untersuchung der Eigenschaften und Parameter des Dilatometers

Die Kapazität eines idealen Plattenkondensators mit der Fläche  $A$  und dem Abstand  $d$  ergibt sich zu:

$$C = \epsilon_r \cdot \epsilon_0 \cdot \frac{A}{d} \quad (3.3)$$

Die Dielektrizitätskonstante bildet sich aus der elektrischen Feldkonstante  $\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12}$  F/m und der Permittivitätszahl  $\varepsilon_r$  für Helium (als Austauschgas im Probenraum), welche bei 0°C sowie unter Normaldruck  $\sim 1,000074$  beträgt [21]. In dieser Arbeit wird für  $\varepsilon_r = 1$  verwendet werden. Bezieht man die Formel nun auf einen kreisrunden Plattenkondensator, folgt:

$$C = 1 \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{\pi \cdot r^2}{d} \quad (3.4)$$

Somit lässt sich für Änderungen des Plattenabstandes  $\Delta d$  herleiten:

$$\begin{aligned} \Delta d &= d_1 - d_0 = \varepsilon_0 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot \left( \frac{1}{C_1} - \frac{1}{C_0} \right) \\ \Delta d &= \varepsilon_0 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot \frac{C_0 - C_1}{C_0 \cdot C_1} = \underline{\underline{-\varepsilon_0 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot \frac{C_1 - C_0}{C_0 \cdot C_1}}} \end{aligned} \quad (3.5)$$

Wobei die Änderung der Probenlänge sich hieraus ergibt:

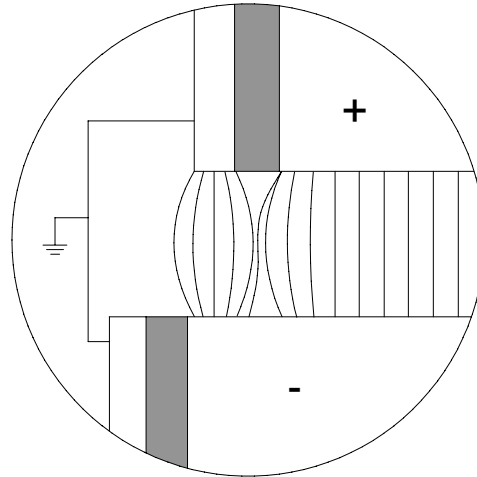
$$\Delta d = -\Delta l \quad (3.6)$$

Man kann also festhalten: Bei Ausdehnung der Probe kommt es zur Annäherung der Platten und einer Erhöhung der Kondensatorkapazität. Ergo zieht sich die Probe zusammen, fällt die Kapazität mit den sich distanzierenden Platten ab.

Für die Genauigkeit der Messungen mit einem kapazitiven Dilatometer sind die geometrischen Eigenschaften des Kondensators, das Auflösungsvermögen der Kapazitätsmessbrücke, äußere Faktoren wie thermische Stabilität oder Magnetfeld, aber auch die richtige Abschirmung des elektrischen Aufbaus entscheidend. Da die Messbrücke AH 2500A eine Auflösung von  $0,5 \cdot 10^{-6}$  pF leistet, könnten theoretisch Längen Änderungen von  $0,05 \text{ \AA}$  gemessen werden. Doch das Zusammenspiel der angesprochenen Einflüsse kann diesen Wert vergrößern beziehungsweise verfälschen. Bezüglich der Geometrie soll nachfolgend auf die Unterschiede zum idealen Plattenkondensator eingegangen werden, beinhaltend die Inhomogenität des elektrischen Feldes am Rand der Kondensatorplatten und die Abweichung der Plattenpositionen zueinander.

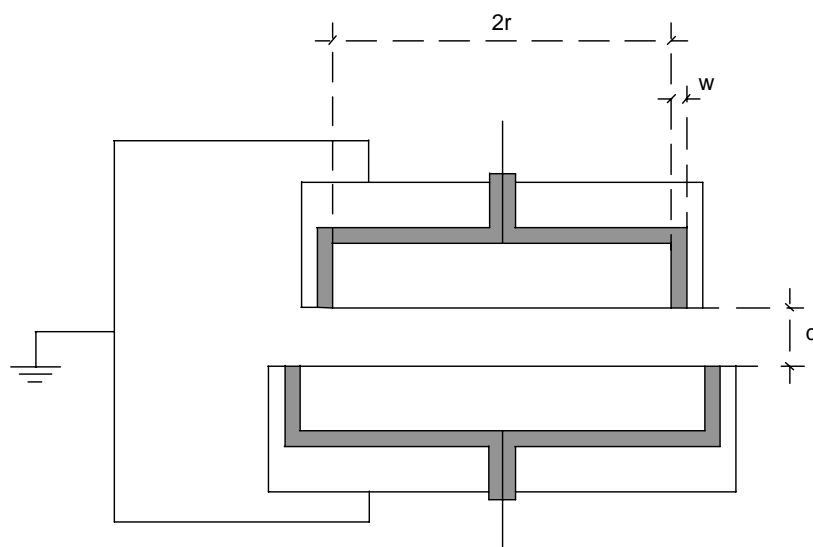


Wie bereits erwähnt sind die Kondensatorplatten von Schutzringen umgeben und unerwünschte Randeffekte werden stark minimiert, dennoch kommt es durch die ungleich großen Platten an den Rändern zu geringen Streufeldern, siehe *Abb. 3.15*.



**Abbildung 3.15:** *Feldlinien am Kondensatorrand. Geringe Streuungen verursachen einen zusätzlichen Anteil an der gemessenen Kapazität.*

Würde man zwei gleichgroße Platten wählen, bestünde die Gefahr der parallelen Versetzung und damit verbunden eine Verzerrung des elektrischen Feldes. So muss man aber dennoch von einem kleinen Streuanteil von der unteren, größeren Kondensatorplatte ausgehen.



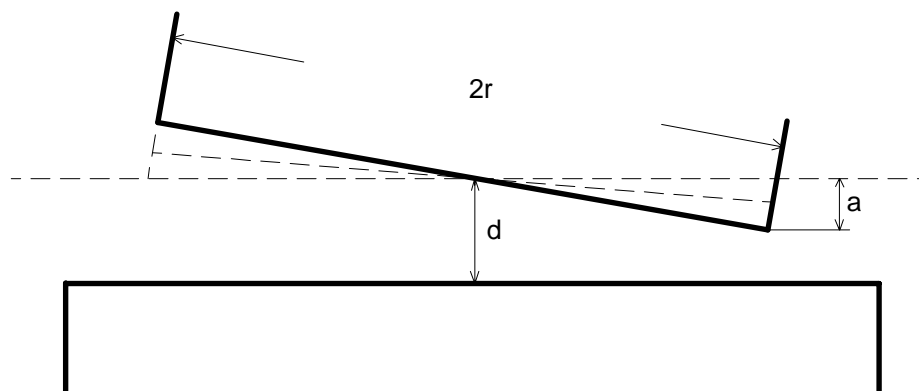
**Abbildung 3.16:** *Geometrie der Kondensatorplatten mit Abschirmung.*

Mit dem Radius der oberen Platte  $r$  und den Abständen zwischen Schutzring und Kondensator  $w$ , als auch zwischen den Platten  $d$ , siehe *Abb. 3.16*, lässt sich zur Gleichung (3.4) ein addierbarer Term nach Maxwell [22] aufstellen:

$$C_{Streu} = \varepsilon_0 \cdot \frac{\pi \cdot r \cdot w}{d + 0,22w} \left( 1 + \frac{w}{2r} \right) \quad (3.7)$$

Setzt man die Parameter des Kondensators ein ( $r = 9 \text{ mm}$ ,  $w = 0,05 \text{ mm}$ ,  $d = 0,075 \text{ mm}$  bei  $C = 30 \text{ pF}$ ), ergibt sich eine Vergrößerung der effektiven Plattenfläche um weniger als 0,5%.

Es kann zusätzlich zu einer Abweichung der Plattenparallelität kommen, da die beiden Flächen zueinander verkippen oder Unebenheiten, Rauigkeiten aufweisen können.



**Abbildung 3.17:** *Verkippung der oberen Kondensatorplatte.*

Schefzyk hat in seiner Diplomarbeit [5] ausführliche Berechnungen zu diesem Fehlerbild vorgenommen. Durch nicht ideal parallele Platten kommt es zur Krümmung der elektrischen Feldlinien. Er ging davon aus, dass diese Verbiegung vernachlässigt werden kann, da die Abweichung verhältnismäßig klein gegenüber dem Plattenradius ist. Nach längerer Rechnung über Flächenintegrationen resultierte die Korrekturgleichung:

$$C = \varepsilon_0 \cdot \frac{\pi \cdot r^2}{d} \cdot \frac{2 \cdot d^2}{a^2} \cdot \left( 1 - \sqrt{1 - \frac{a^2}{d^2}} \right) ; \quad a \dots \text{siehe Abb. 3.8} \quad (3.8)$$

Um die Verkippung experimentell zu erfassen, wird diese aus der maximal einstellbaren Kapazität (kurz vor der Plattenberührung) bestimmt und aus obiger Formel entwickelt:

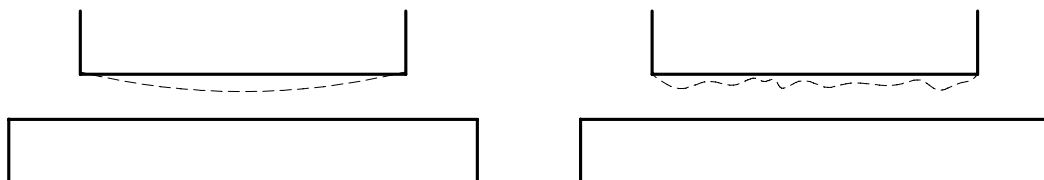
$$C_{\max} = \frac{2 \cdot \varepsilon_0 \cdot \pi \cdot r^2}{d_{\min}} \Rightarrow a = \frac{2 \cdot \varepsilon_0 \cdot \pi \cdot r^2}{C_{\max}} \quad ; \quad a = d_{\min} \quad (3.9)$$

Unter Berücksichtigung der Verkippung kann die Änderung des Plattenabstandes mit

$$\Delta d = -\varepsilon_0 \cdot \pi \cdot r^2 \cdot \frac{\Delta C}{C_1 \cdot C_2} \cdot \left( 1 - \frac{C_1 \cdot C_2}{C_{\max}^2} \right) \quad ; \quad \Delta C = C_2 - C_1 \quad (3.10)$$

bestimmt werden. Mit der zu dem Zeitpunkt praktisch möglichen maximalen Kapazität  $C_{\max} = 200$  pF, einer gewählten Basiskapazität  $C = 30$  pF, der Differenz des Plattenabstandes  $\Delta d$  und der errechneten Verkippung  $a = 0,023$  mm ergibt sich ohne die Korrekturgleichung ein systematischer Fehler von  $\sim 2\%$ .

Zusätzlich zu der Verkippung sind auch Unebenheiten in verschiedener Form möglich, wie beispielsweise in *Abb. 3.18* gezeigt.



**Abbildung 3.18:** Mögliche Abweichungen von einer planparallelen Kondensatorfläche, welche aber nicht so einfach zu berechnen sind, da es schwierig ist die Lage und Größe zu erfassen.

Allerdings ist es schwierig diese mathematisch zu formulieren, denn für mögliche Rechenmodelle ist eine genaue örtliche Zuordnung der Oberflächenfehler notwendig. Als Richtwert kann, nach [23], ein Fehler von 1 % bei einer ungefähren Rauheit von 10  $\mu\text{m}$  angenommen werden. Das heißt die Oberflächenbeschaffenheit der Kondensatorplatten ist ein wichtiger Faktor in der kapazitiven Dilatometrie. Weiterhin erläuterte Schefzyk in seinen Ausführungen den Zusammenhang zwischen Verkippung und Ebenheit so, dass der Korrekturbeitrag für diese geometrischen Abweichungen generell positiv ist. Ergo wird bei Vernachlässigung dieser Faktoren die berechnete

---

Änderung nach der Grundformel (3.5) größer als die absoluten Längenänderungen ausfallen.

Zur Betrachtung möglicher Messfehler gehören ebenso Verformungen der Kondensatorplatten, sowie der Probe oder gar des ganzen Dilatometers aufgrund thermischer Einflüsse. Da bei der Magnetostriktion die Veränderung der Probe in Abhängigkeit eines veränderlichen Magnetfeldes bei konstanter Temperatur gemessen wird, sollte es prinzipiell zu keiner thermischen Ausdehnung kommen. Beeinflussende Temperaturschwankungen könnten aber durch die jeweilige Kühlvariante und den für die Messung erforderlichen Temperaturstufen entstehen. Bei den Kühlvarianten unterscheidet sich zwischen Messungen wobei sich der Probenstab einerseits direkt im flüssigen Helium oder in einem speziellen Verdampfereinsatz, für die Temperaturregelung, befindet. Während des Großteils der Arbeit wurde der Stab im Heliumbad bei 4,2 K eingesetzt. In diesem Temperaturbereich nimmt der thermische Ausdehnungskoeffizient von der Zelle stark ab (normal  $\alpha \sim 10^{-7}\text{K}^{-1}$ ), daher kann der Einfluss von Temperaturschwankungen vernachlässigt werden [16]. Ein weiterer Korrekturfaktor für die Basisformel (3.4) in Folge thermischer Einflüsse ist also nicht notwendig. In dem abschließenden Kapitel der Arbeit wird der Betrieb in dem angesprochenen Verdampfereinsatz, einschließlich der Realisierung verschiedener Temperaturstufen, beschrieben. Mögliche Auswirkungen auf den Messvorgang werden dann in [4.2 Realisierung Temperatursteuerung] genauer erörtert.

Aus der Fehlerbetrachtung heraus muss zusammenfassend ein systematischer Anteil durch Inhomogenität an dem Kondensatorrand und Verkipfung der Kondensatorplatten mit in etwa 2,5 % beziffert werden. Bei einer Kalibrierung unter den üblichen Messvoraussetzungen und mit der Verwendung der aufgezeigten Korrekturgleichungen kann dieser Anteil abgezogen werden. Danach ist der systematische Fehler bei immer gleicher Grundkapazität während den Messungen vernachlässigbar gering. Die Auswirkungen von Unebenheiten oder Rauigkeiten auf exakte Kondensatorkapazitäten sind schwer erfassbar. Es ist darauf zu achten mit Hilfe richtiger Bearbeitungsverfahren eine optimale plane Oberfläche zu wahren, was zum Beispiel durch Flachhonen\* oder Läppen erreicht werden kann.

---

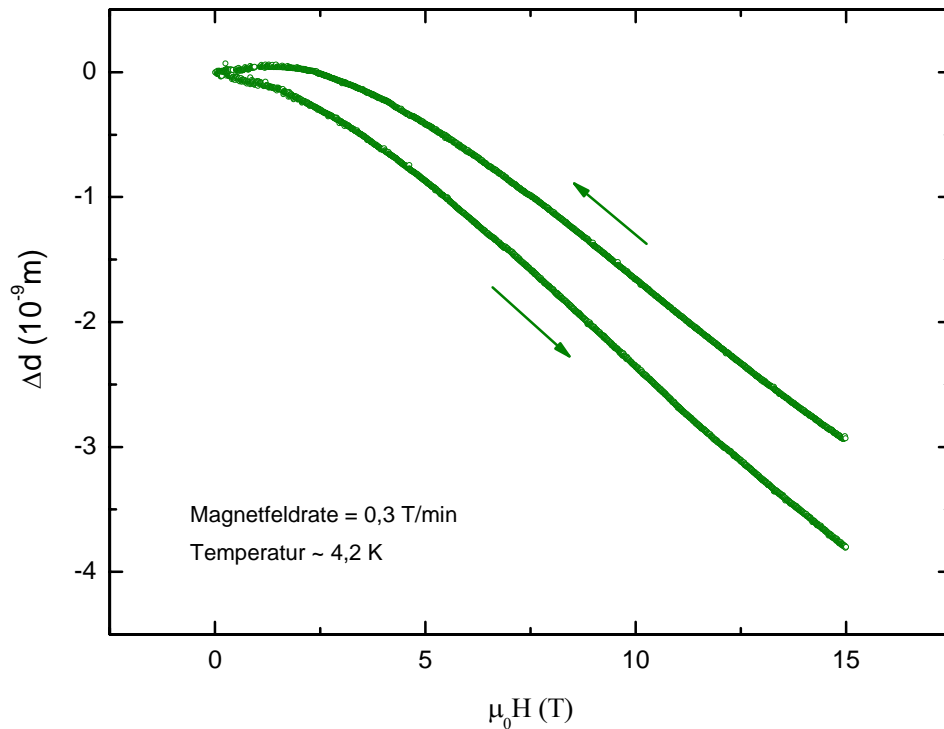
\* Das Flachhonen ist ein Schleifverfahren zur Herstellung feiner Oberflächen mit sehr geringer Rauigkeit. Der Werkstoff wird mit geometrisch unbestimmten Schneiden und einem speziellen Schleifmittel (meist Schleifkörner aus kubisch-Bornitrid oder synthetischen Diamant) bearbeitet.

Der **Zelleffekt** ist ein sehr wichtiger Parameter für die Nutzung des Dilatometers. Er beschreibt die Änderung der Kapazität die auf die Magnetfeldabhängigkeit des Dilatometers zurückzuführen ist. Seine Dimension und Form, sowie die Reproduzierbarkeit sind entscheidende Qualitätsmerkmale einer solchen Apparatur. Dieser Effekt wird nach [16, 24] durch folgende Ursachen erklärt: Einerseits der so genannte „Statische Zelleffekt“, bei dem ferromagnetische Verunreinigungen in der Zelle (zum Beispiel Kobalt) zu Verformungen der Zellteile in sich und untereinander führen. Aufgrund der Größe befindet sich das Dilatometer nie mit seiner ganzen Länge im homogenen Magnetfeld, über und unter dem Probenraum wirkt das inhomogene Feld und übt dementsprechend Kräfte aus. Als zweiter Einfluss wird der „Induktive Zelleffekt“ benannt, wobei durch das dynamische Magnetfeld Wirbelströme induziert werden, die sowohl parallel als auch senkrecht zur Feldrichtung wirken. Weil die Zelle aber aus einer hochohmigen CuBe-Legierung besteht, wird der induktive Anteil wegen der niedrigen elektrischen Leitfähigkeit verringert. Weiterhin besteht die Möglichkeit dass die Kunststoffschicht zwischen Kondensatorplatte und Schutzring vom Magnetfeld beeinflusst wird.

Um die wahren Längenänderungen der Versuchsproben herauszufiltern, muss der Zelleffekt vom gemessenen Plattenabstand abgezogen werden:

$$\Delta l_{\text{Probe}} = \Delta d_{\text{gemessen}} - \Delta d_{\text{Zelleffekt}} \quad (3.11)$$

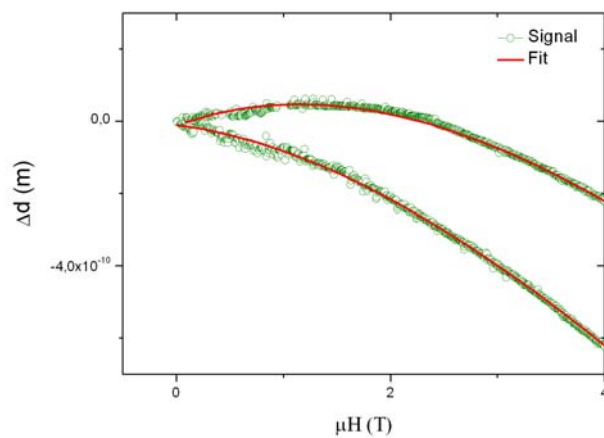
Für diese Korrektur wird mit Hilfe von Leermessungen der Zelleffekt als Funktion vom Magnetfeld bestimmt. Vor den ersten Versuchen wurde der Probenstab abgepumpt und mit 15 mbar Helium befüllt. Das so genannte Austauschgas dient zur Wärmeankopplung an die Probenstabwand beziehungsweise an das Heliumbad innerhalb des Kryostaten. Nur so können niedrige Messtemperaturen erreicht und stabil gehalten werden. An der leeren Zelle wurde testweise die Grundkapazität von 30 pF eingestellt, dabei drückt der Probenstempel den flexiblen Zellteil nach unten auf  $d = 0,075$  mm Plattenabstand. Bei 4,2 Kelvin Messtemperatur und einer Feldrate von  $R = 0,3$  T/min wird das longitudinal ausgerichtete Magnetfeld auf bis zu 15 Tesla gebracht. Der charakteristische Kurvenverlauf des Dilatometers wird bei ansteigenden und abfallenden Feld in *Abb. 3.19* dargestellt.



**Abbildung 3.19:** Plattenabstand der Leerzelle bei dynamischen Magnetfeld.

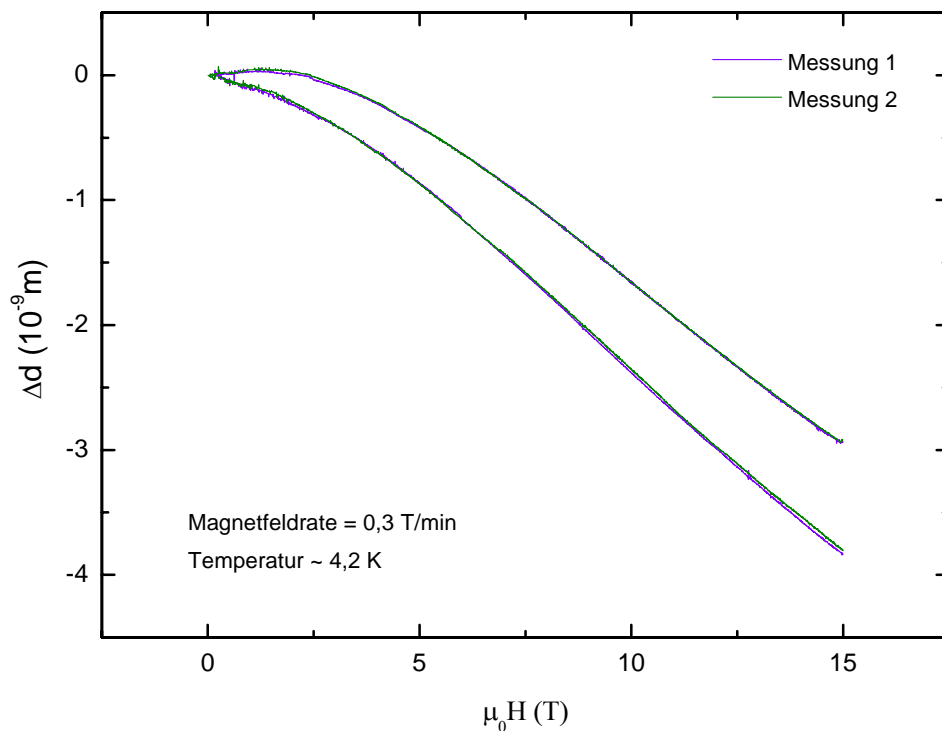
Ersichtlich ist eine kontinuierliche Verkleinerung des Plattenabstandes um bis zu 40 Ångström, resultierend aus der Zellverformung. Gut erkennbar ist die unterschiedliche Form und Dimension der beiden Kurven, was bei der Auswertung von zu untersuchenden Materialien beachtet werden muss. Bis zu einem Magnetfeld von

**Abbildung 3.20:** Durch das Fitten mit einem Polynom kann der Kurvenverlauf besser beschrieben werden. In niedrigen Magnetfeldern bis zu 2 Tesla verursachen bewegliche Flussschläuche in der Magnetspule kleinere Abweichungen von dem eigentlichen Zellverhalten.



zwei Tesla sind zufällige Unregelmäßigkeiten im Kurvenverlauf zu erkennen, welche auf bewegliche Flussschläuche in der supraleitenden Magnetspule zurückgeführt werden können. Der Verlauf der Kurve kann durch ein Polynom 5ten Grades angefitet werden, dargestellt in *Abb. 3.20*.

Der wichtigste Faktor für die Beurteilung der Qualität des Zelleffektes ist dessen Reproduzierbarkeit. Verhält sich die Zelle im Magnetfeld immer identisch, spielt die Größe und Form des Effektes nur eine untergeordnete Rolle. So kann bei der Analyse verschiedener Proben ein präziser Abzug der Messapparatureinflüsse gesichert werden. *Abb. 3.21* zeigt zwei verschiedene Messschleifen bei gleichen Magnetfeldparametern:

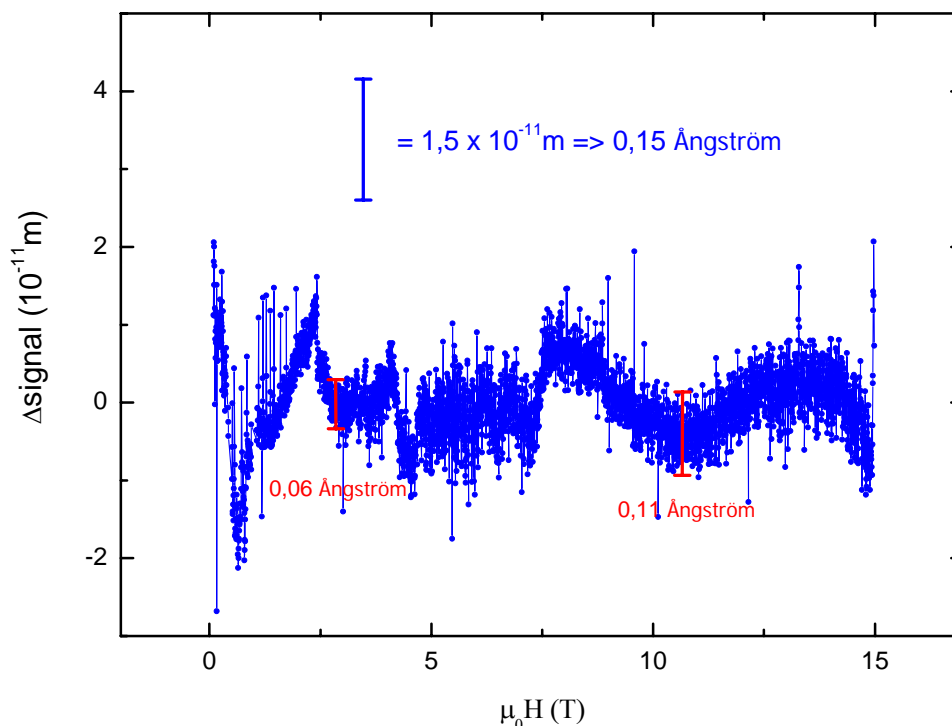


**Abbildung 3.21:** Plattenabstand der Leerzelle bei zwei unterschiedlichen Messungen. Der Zelleffekt weist eine gute Reproduzierbarkeit auf.

Die Kurven verlaufen in beide Richtungen nahezu konvergent und verdeutlichen daher eine gute Reproduzierbarkeit. Auch in weiteren Versuchen wurde dies immer wieder bestätigt, so dass der gezeigte Zelleffekt als Grundlage für zukünftige Messungen

genutzt werden kann. Die hervorragende Reproduzierbarkeit des Zelleffekts stellt eine besondere Stärke des Dilatometers dar.

Insbesondere für Proben bei denen nur kleine Längenänderungen geschehen, ist die maximale Auflösung des Dilatometers maßgeblich entscheidend. Diese ist durch den statistischen Messfehler beschränkt. Nicht nur die Leistung der Kapazitätsmessbrücke bestimmt das Messsignal, sowohl Vibrationen im Laborumfeld als auch der Abstand der Kondensatorplatten (eine nähere Erläuterung erfolgt in Kapitel 3.2.4 Kalibrierung) wirken sich auf die Genauigkeit aus. Um das Messrauschen darzustellen wurde ein Polynom 5-ter Ordnung verwendet, wie in Abb. 3.20 gezeigt, welches die Kurve beschreiben soll. Vergleicht man dann das Messergebnis mit dem Polynom, ergeben sich Abweichungen der einzelnen Messpunkte vom idealen Kurvenverlauf. Als Maß für den statistischen Fehler dient die Breite der Kurve, wie in Abb. 3.22:



**Abbildung 3.22:** Das Messrauschen hat eine maximale Breite von  $\sim 0,15$  Ångström. Damit können bei einer 1mm langen Probe, relative Längenänderungen von  $\Delta l/l = 1,5 \cdot 10^{-8}$  aufgelöst werden. Über den Bereich von 0 T – 15 T lassen sich somit sehr kleine Änderungen der Probenlänge abbilden.



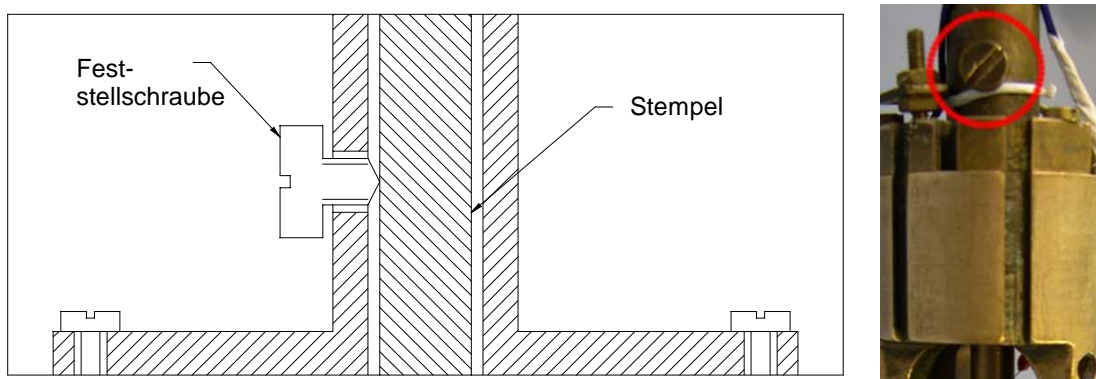
Das wellenförmige Signal ergibt sich aus Überschneidungen zwischen Messkurve und Polynomverlauf, vernachlässigt man diese, verbleiben Streuungen bis höchstens **~0,15 Ångström**. Bezogen auf eine 1 mm große Probe können, bei Signalschwankungen in diesem Bereich, relative Längenänderungen von über  $\Delta l/l = 1,5 \cdot 10^{-8}$  m aufgelöst werden. Sind aber noch kleinere Effekte interessant, wäre dementsprechend die Verwendung größerer Proben sinnvoll. Die hohe Anzahl der Messpunkte erlaubt zu dem eine Mittlung über benachbarte Werte, so dass tatsächlich auch deutlich kleinere Längenänderungen auflösbar sein sollten.

Aufgrund des gleich bleibenden Zellverhalten und des guten Auflösungsvermögen ist es möglich mit diesem Dilatometer sehr geringe Längenänderungen wiederzugeben. Insgesamt betrachtet eignet sich der Messaufbau, hinsichtlich der Magnetostriktion bei  $T = 4,2$  Kelvin, daher auch für die Messung von großen und kleinen Probeneffekten.

### 3.2.4 Kalibrierung

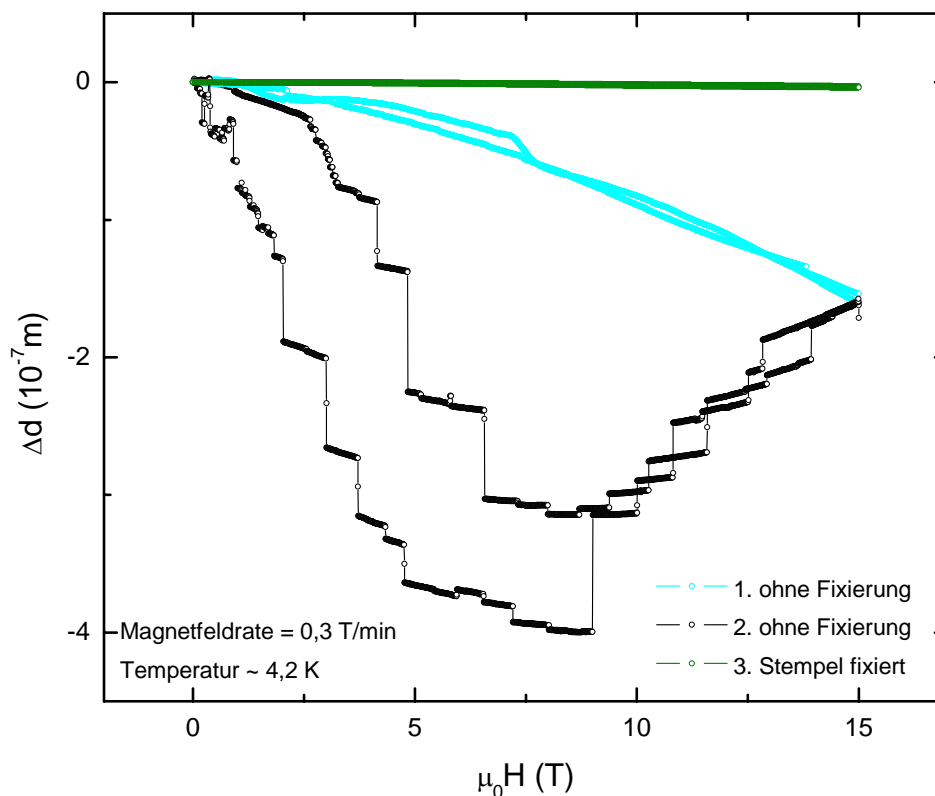
Es bieten sich mehrere Möglichkeiten den Messablauf zu regulieren und damit optimal zu gestalten. Einerseits mit Hilfe mechanischer Einstellvorrichtungen an der Apparatur oder aber durch das Magnetfeld und seine Parameter selbst.

Während den ersten Testmessungen stellte sich heraus, dass die richtige Arretierung des Zellstempels von großer Bedeutung ist. Er wird durch die Druckschraube vertikal verschoben und bringt so die nötige Vorspannung in das System. Über eine Klaue mit



**Abbildungen 3.23:** Horizontale Arretierung des Probenstempels oberhalb der Messzelle. Mit dem Festdrehen dieser Schraube lässt sich die Qualität des Zelleffektes erheblich steigern.

der Druckschraube verbunden verändert der außen platzierte Drehgriff die Kapazität wie gewünscht. In Folge des direkten Kontaktes von Stempel zur Probe beeinträchtigt natürlich jegliche Bewegung des Stempels auch unmittelbar die Auslenkung der Federn und demnach die gemessene Kapazität. Eine zusätzliche Fixierung soll den Bewegungsspielraum der Einspannung in horizontaler Richtung minimieren, dazu drückt eine Feststellschraube seitlich gegen den Stempel, ersichtlich in den *Abb. 3.23*. Um den genauen Einfluss dieser Fixierung zu ermitteln, sind Versuche in zwei Varianten durchgeführt worden, einerseits mit und andererseits ohne Schraube. Drei Messungen verdeutlichen eminente Unterschiede in Form und Größe des Zelleffektes.



**Abbildung 3.24:** Zellverhalten bei unterschiedlicher Stempelfixierung. Für die Messungen 1. und 2. wurde der Probenstempel seitlich nicht verschraubt und bewegt sich deshalb unkontrolliert gegen den flexiblen Zellteil. Im Vergleich zur dritten Messung ist der dimensionale Unterschied der Änderung des Kondensatorplattenabstandes deutlich sichtbar. Abstandsänderungen dieser Art verursachen einen erheblich größeren, nichtreproduzierbaren Zelleffekt.

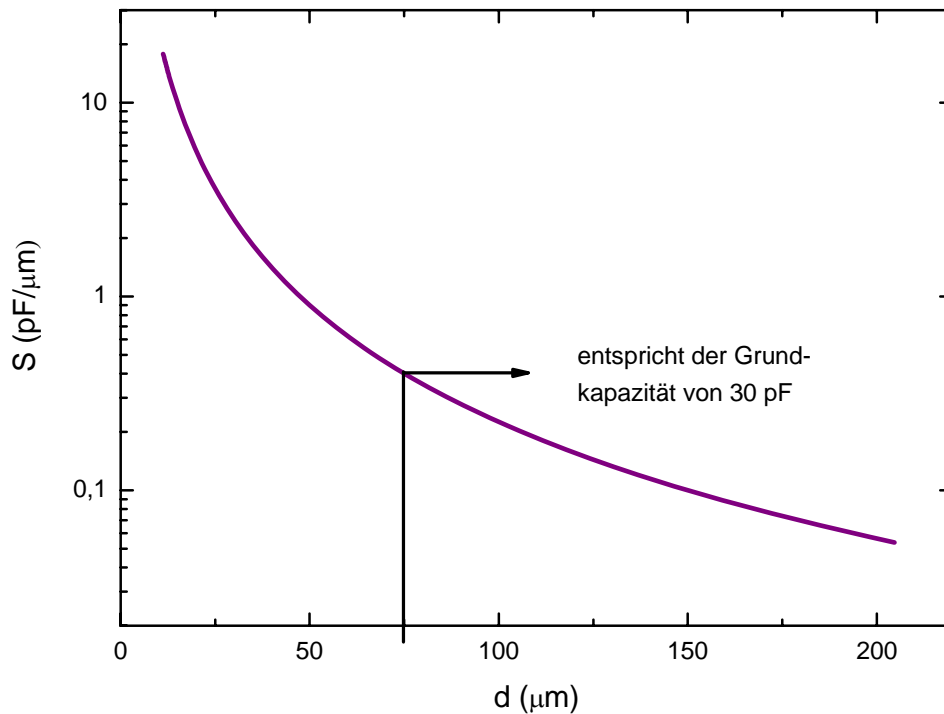
Mit Schraube behält der Effekt die bisher bekannte Gestalt (*Abb. 3.19*), doch ohne diesen weiteren Fixpunkt ändert sich der Plattenabstand auf unkontrollierbare Weise. Beide Messschleifen mit nicht fixiertem Stempel verlaufen unharmonisch, sprunghaft und sind in ihrer gesamten Dimension weitaus größer als die Kurve mit festem Stempel. In *Abb. 3.24* stehen sich die entstandenen Differenzen gegenüber. Die Effekte übertreffen sich um circa das 100 fache. Als Ursache dafür ist zu vermuten dass sich der Stempel, ohne Feststellerschraube, axial in Richtung Probe verschiebt oder verdreht. Daher wurden während dieser Arbeit alle folgenden Messungen nur noch mit festgezogener Schraube durchgeführt. Als Nachteil gilt zu erwähnen, dass ein Verstellen der Kondensatorkapazität dann nicht mehr möglich ist. Wobei dies bei den bisherigen Versuchsanforderungen auch nie nötig war. In den Vorbereitungen zur Messung wird bei der Probenpräparation der Stempel auf das Versuchsobjekt gesetzt, die nötige Basiskapazität eingestellt und danach geschieht die abschließende Fixierung durch die Feststellschraube. Aufgrund des Festziehens kann es zu Veränderungen der Kapazität kommen, was bei der Voreinstellung mit beachtet werden muss.

Ein weiterer wichtiger Punkt für die exakte Justierung des Dilatometers ist die Herleitung der zu verwendenden **Grundkapazität**  $C_{Grund}$ , welche zu einem großen Teil von der maximal erreichbaren Kapazität  $C_{max}$  abhängt. Mit den Ergebnissen aus Gl. (3.9 und 3.10) können Aussagen über die Geometrie der Kondensatorplatten und folglich die damit verbundene Größe des systematischen Messfehlers getroffen werden. Betrachtet man den von Schefzyk [5] entwickelten Korrekturterm aus Gl. (3.10):

$$\left(1 - \frac{C_1 \cdot C_2}{C_{max}^2}\right) ; C_1 = C_{Grund} \quad (3.12)$$

wird deutlich, dass der Fehler mit steigender Kapazität quadratisch zunimmt, sich allerdings verringert je größer die Maximalkapazität ist. Da in den vergangenen Experimenten das Maximum von ~200 pF immer erreicht wurde, ergab der Kompromiss aus Messgenauigkeit und Messfehler eine für alle Messungen anzustrebende Grundkapazität von 30 pF. Behält man diese Ausgangsbasis bei ist der Fehler aufgrund seiner systematischen Natur vernachlässigbar klein.

Des Weiteren sollte nach [5, 25], Gleichung (3.5) der Zusammenhang zwischen der Sensibilität gegen Längenänderungen und der voreingestellten Kapazität beachtet werden. Die Empfindlichkeit  $S$  steht dabei proportional zum Quadrat der Grundkapazität. *Abb. 3.25* zeigt die Funktion  $S = \Delta C/\Delta d$  bezogen auf den jeweiligen Plattenabstand.



**Abbildung 3.25:** Sensibilität im gesamten Kapazitätsbereich. Bei einem kleinen Plattenabstand und einer dementsprechend hohen Kapazität lassen sich sehr geringe Längenänderungen nachvollziehen, allerdings entsteht auch ein quadratischer Fehlerzuwachs aufgrund der Plattengeometrie.

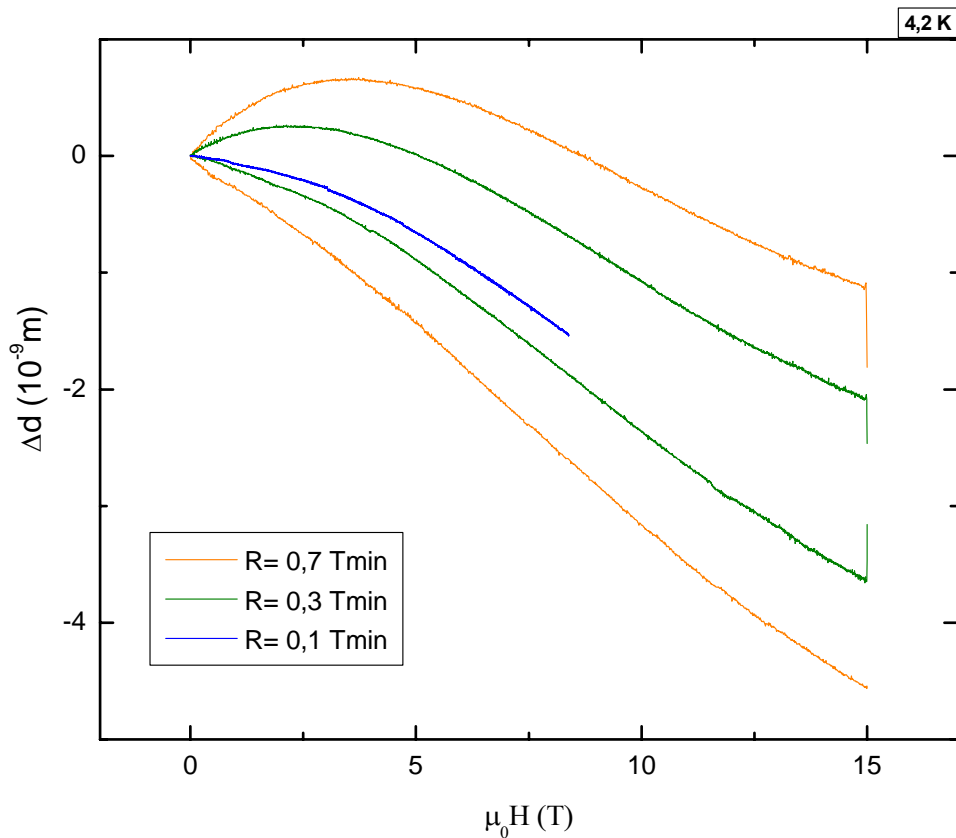
Je größer die gewählte Ausgangskapazität desto empfindlicher oder feiner werden die vollzogenen Längenänderungen aufgenommen. Möchte man also sehr kleine Effekte auflösen und erhöht die Grundkapazität, entsteht ein größerer, geometriebedingter Fehler.

Wie oben bereits erwähnt üben während den Magnetostruktionsmessungen statische Magnetfelder bestimmte Kräfte  $F = m_z \cdot \partial H / \partial z$  auf die Zelle aus. Aber auch zeitlich

veränderte Felder erzeugen Induktionsströme die zu einer Verformung des Dilatometers führen, deren Einwirkung beschreibt man in dieser Weise:  $F = H \cdot \partial H / \partial t$ . Nach [15] können diese Terme zusammengefasst und als gesamt wirkende Kraft angenommen werden:

$$F = c_1 \cdot H \cdot \frac{\partial H}{\partial t} + c_2 \cdot m_z \cdot \frac{\partial H}{\partial z} \quad (3.13)$$

Die Änderung des Magnetfeldes bezogen auf die Zeit ist ein steuerbarer Parameter. Aus diesem Grund lässt sich mit der so genannten Magnetfeldrate die Krafteinwirkung auf den Zellkörper regulieren. Zur Verdeutlichung wird der Zelleffekt bei drei unterschiedlichen Raten im nachstehenden Diagramm *Abb. 3.26* dargestellt:



**Abbildung 3.26:** Zellverhalten bei verschiedenen Magnetfeldraten, wobei sich der Plattenabstand des Kondensators mit zunehmender Feldrate vergrößert. Das bedeutet, je schneller sich das Magnetfeld ändert desto größere Kräfte wirken auf den Zellkörper. Aufgrund eines CPU-Absturzes konnte die letzte Messschleife  $R=0,1 \text{ T/min}$  leider nicht bis zu Ende gefahren werden.

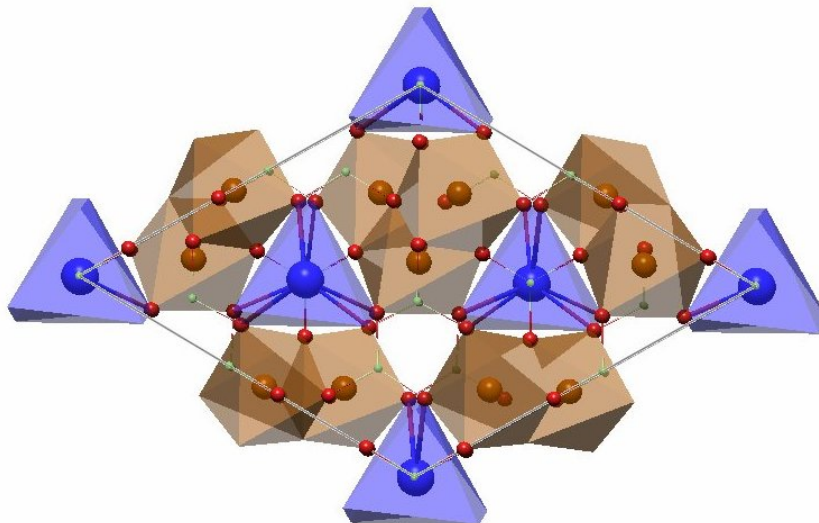
---

Der Abbildung ist zu entnehmen, dass durch die Verringerung der Magnetfeldrate der Zelleffekt systematisch verkleinert wird. Die Kurve bei  $R = 0,3 \text{ T/min}$  hat sich gegenüber vorherigen Messungen leicht in der Form verändert, was auf die Erneuerung der Kupfer-Beryllium-Federn zurück zu führen ist. Dies war für Untersuchungen an einer speziellen Probe,  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$ , notwendig.

### 3.3 Magnetostriktion von $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$

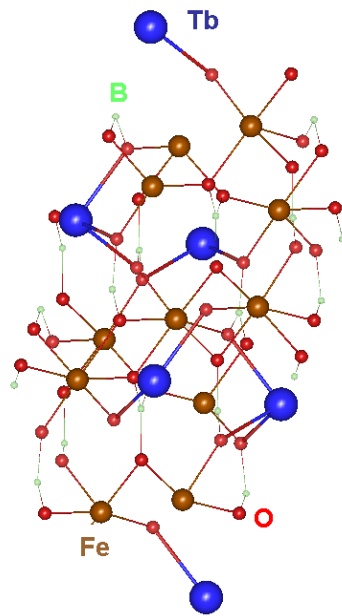
#### 3.3.1 Einführung

Nachdem die Eigenschaften des Dilatometers genau studiert und dokumentiert wurden, galt es dessen Leistungsfähigkeit an einer Probe zu prüfen, für welche bereits erste Magnetostruktionsdaten vorlagen. Verwendet wurde ein hochwertiger  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$ -Einkristall. Dieses Material gehört in die umfangreiche Klasse der Selten-Erd-Borate der chemischen Zusammensetzung  $\text{RM}_3(\text{BO}_3)_4$ , mit dreiwertigen Yttrium- oder Selten-Erd-Ion  $R$  und einem dreiwertigen Ion  $M$  (z.B.  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ga}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ) [26]. Im Fall von  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$  sind aus Sicht der Festkörperphysik insbesondere die Wechselwirkung zwischen den magnetischen Ionen  $\text{Fe}^{3+}$  und  $\text{Tb}^{3+}$  sowie dem Kristallgitter von Interesse.



**Abbildung 3.27:** 3D-Struktur eines  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$ -Einkristalls entlang der  $c$ -Achse (Kettenrichtung). Mittels der Röntgenstrukturanalyse kann die genaue Atomstruktur des Einkristalls dreidimensional dargestellt werden.

Wie in *Abb. 3.27* und *3.28* gezeigt, weist der Kristall entlang der  $c$ -Achse spiralförmige Ketten von  $\text{FeO}_6$ -Oktaedern auf, die durch Bor(B)- und Terbium(Tb)-Ionen separiert werden. Für das magnetische Verhalten sind vor Allem die Fe-Ionen von Bedeutung, die untereinander über Fe-O-Fe-Bindungen gekoppelt sind. Die besondere Bedeutung der Tb Ionen liegt in ihrer ausgeprägten magnetischen Anisotropie. Während sich die

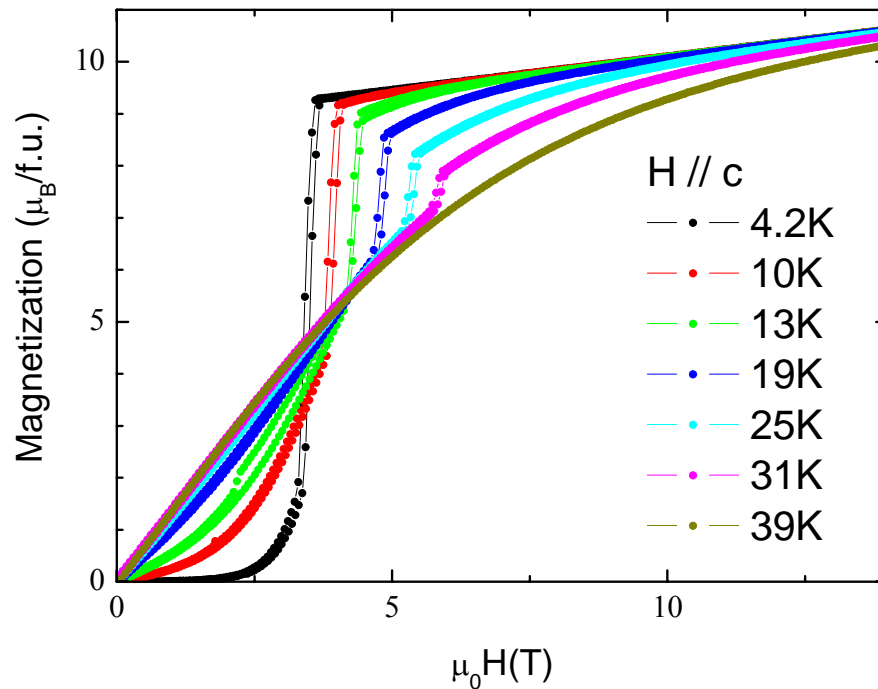


**Abbildung 3.28:** Ausschnitt des  $TbFe_3(BO_3)_4$ -Kristallgitters. Die polyhedrische Struktur ist trigonal angeordnet, wobei sich entlang der  $c$ -Achse  $FeO_6$ -Ketten schraubenförmig ausbilden.

magnetischen Momente der Fe-Ionen frei im Raum orientieren können, bevorzugen die Tb-Momente (aufgrund ihrer starken Kopplung an ihre Sauerstoffumgebung) deutlich eine Ausrichtung entlang der  $c$ -Achse. Die Tb-Ionen wechselwirken untereinander nicht, wohl aber mit den Fe-Ionen in ihrer Umgebung (über jeweils benachbarte Sauerstoffionen) und führen so zu einer Anisotropie der Fe-Momente. Diese ist gut erkennbar in den Magnetisierungsdaten (siehe Abb. 3.29), die bei niedrigen Temperaturen und Magnetfelder entlang der  $c$ -Achse eine stark reduzierte Magnetisierung zeigen. Das beschriebene Modell der magnetischen Wechselwirkung wurde in Ref. [27] ausgearbeitet. Bei tiefen Temperaturen und hinreichend starken magnetischen Feldern zeigt das Material einen magnetischen Phasenübergang, der mit einem starken Anstieg der Magnetisierung einhergeht und durch eine Unorientierung der Fe-Momente (spin-flop-Übergang), sowie gleichzeitige Ausrichtung der Tb-Momente in Feldrichtung hervorgerufen wird. Um die Magnetisierung über den gesamten vermessenen Feldbereich beschreiben zu können, wurde in [27] ebenfalls ein nennenswerter magnetostriktiver Effekt vorgeschlagen, wie er zuvor bereits in  $GdFe_3(BO_3)_4$  beobachtet worden ist.

Diese Vorhersage konnte mittlerweile bestätigt werden. In Ergänzung zu bereits vorliegenden Magnetostriktionsdaten bei Temperaturen  $T \geq 5K$  [28] wurden im Rahmen dieser Arbeit detaillierte Messungen bei  $T = 4,2 K$  durchgeführt und zugleich die hohe Leistungsfähigkeit des Dilatometers demonstriert.



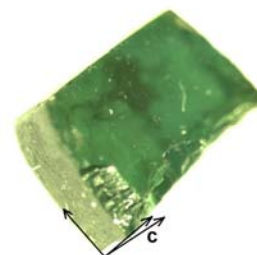


**Abbildung 3.29:** Magnetisierung von  $TbFe_3(BO_3)_4$  bei unterschiedlichen Temperaturen [29]. Mit steigendem Magnetfeld nimmt die Magnetisierung zu, insbesondere je niedriger die Messtemperatur, desto sprunghafter der Anstieg. Jedoch ist ein stärkeres Magnetfeld notwendig um diesen Sprung hervorzurufen.

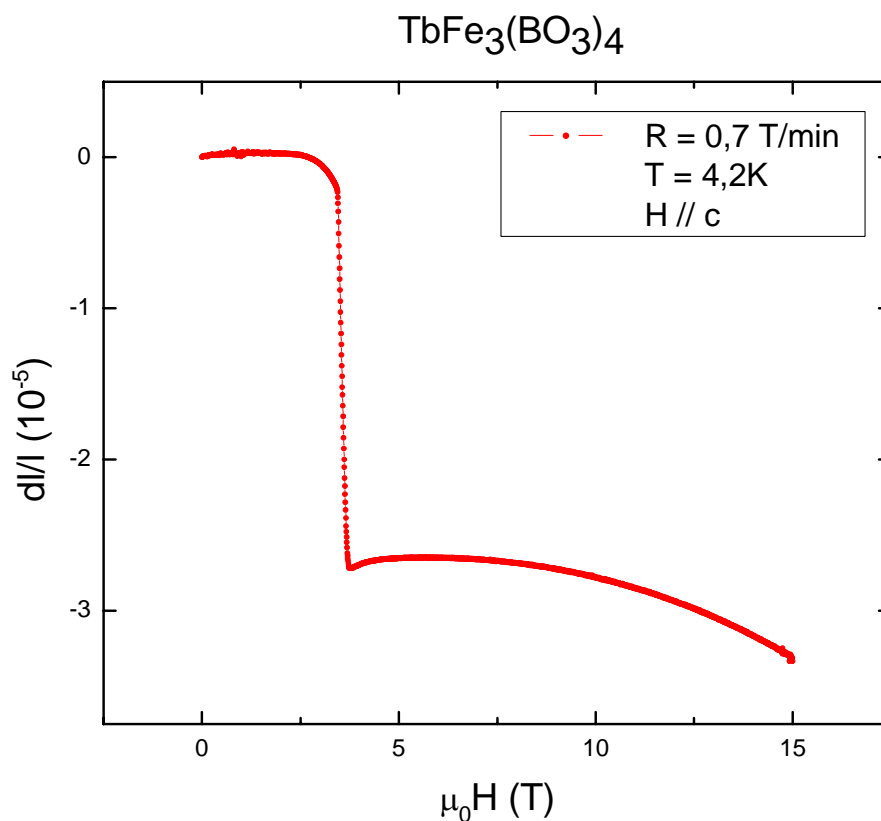
### 3.3.2 Messung der Magnetostriktion

Hinsichtlich der Magnetostriktion wird der Kristall in seine drei Hauptachsen untergliedert. Anhand seiner Magnetisierung zeigt das Material den weitaus größten Effekt entlang der c-Achse. Eine Darstellung der Probe und deren axialer Einteilung ist in Abb. 3.30 zu sehen.

**Abbildung 3.30:** Ausrichtung der einkristallinen Probe  $TbFe_3(BO_3)_4$  bezüglich seiner kristallographischen Hauptachsen. Die Magnetostriktion wurde entlang der c-Achse, also entlang der flachen Seite, gemessen.



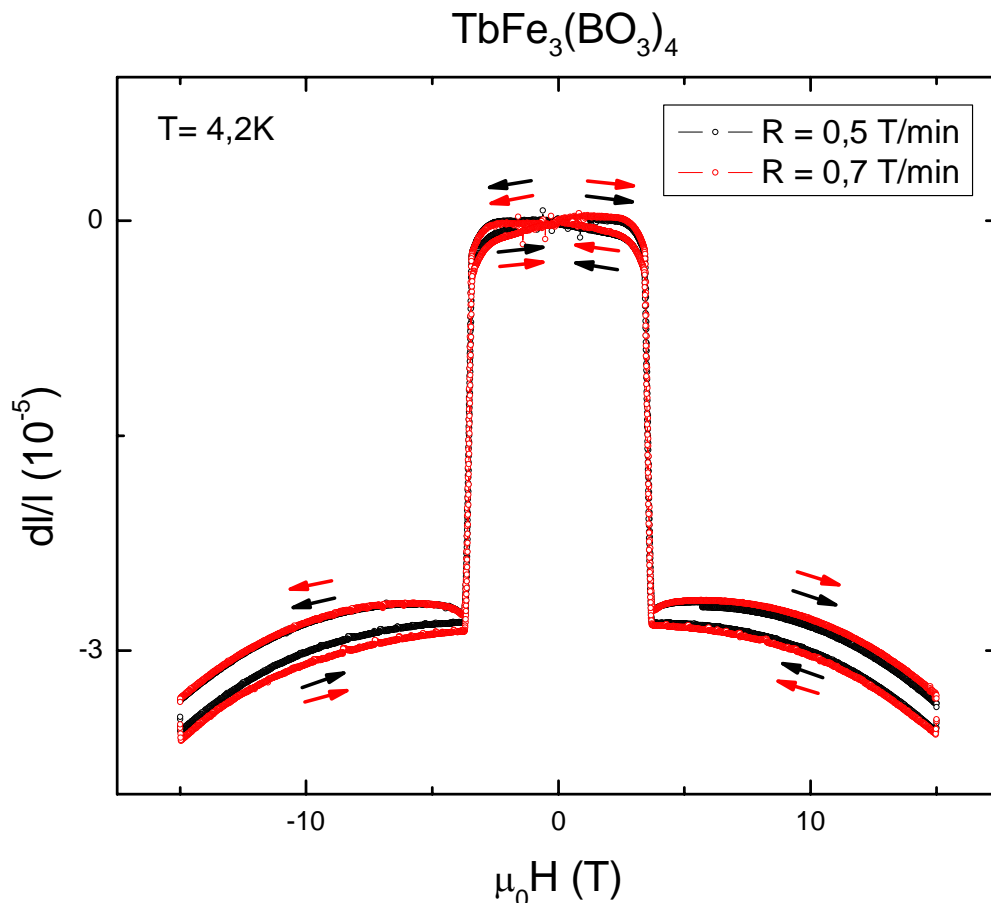
Um die Längenänderung entlang der c-Achse zu bestimmen, wurde die Probe mit ihrer flachen Seite parallel zum longitudinalen Magnetfeld in das Dilatometer eingespannt. Die Magnetostriktion sollte bei dynamischen Magnetfeldern ( $\partial H / \partial t \neq 0$ ) bis zu 15 Tesla und einer Temperatur von 4,2 Kelvin gemessen werden. Während den ersten Versuchen veränderte sich die Probenposition jedoch häufiger. Vermutlich aufgrund des hohen magnetischen Momentes und einer leichten Fehlorientierung der Probe. Durch Verschiebung oder Verdrehung entstanden deshalb verfälschte Messwerte. Auch unterschiedliche Präparationen z.B. mit einer zusätzlichen, seitlichen Fixierung konnten die Probe im Feld nicht hinreichend stabilisieren (Teile der ersten Messungen sind in Anlage B aufgeführt und beschrieben.). Dieses Problem konnte gelöst werden, in dem mit Hilfe stärkerer CuBe-Federn (0,24 mm) die Spannkraft des Dilatometers auf die Probe erhöht wurde. Mit der Neukonfiguration der Messzelle war es möglich die Magnetostriktion zu messen, siehe *Abb. 3.31*, und die Probeneffekte quantitativ sowie



**Abbildung 3.31:** Die lineare Magnetostriktion  $\Delta l/l$  von  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$  entlang  $c$ , als Funktion des Magnetfeldes. Bei einer Probentemperatur von 4,2 Kelvin und einer Magnetfeldrate  $R = 0,7$  T/min. Das Material zeigt ein stark magnetostriktives Verhalten, mit einem auffälligen Sprung bei  $\sim 3,5$  Tesla.

qualitativ zu erfassen. Somit ergibt sich bei einer Ausgangsprobenlänge von 1,15 mm und bis zu einem maximalen Magnetfeld von 15 Tesla, nach Gl. (3.5), eine relative Längenänderung von  $\Delta l/l \approx -3,3 \cdot 10^{-5}$ . Wie aufgrund der Magnetisierungsmessungen bereits vermutet, ist insbesondere bei  $\sim 3 - 3,7$  Tesla, ein starker magnetostruktiver Effekt zu erkennen (*Abb. 3.31*). Dieser ist ein Anzeichen für eine ausgeprägte Phasenübergangsanomalie des Materials.

In Folge wurden weitere Messungen durchgeführt, um den Datensatz auf seine Reproduzierbarkeit zu prüfen. Eine Messschleife beinhaltete 4 Messkurven, jeweils mit ansteigenden und abfallenden Magnetfeld bis 15 Tesla sowie -15 Tesla. Mit der zusätzlichen Unterscheidung zwischen der Magnetfeldrate sollte deren Einfluss untersucht werden. Eine Übersicht aller Daten ist in *Abb. 3.32* zu sehen.



**Abbildung 3.32:** Reproduzierbarkeit der relativen Längenänderung  $\Delta l/l$  von  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$  entlang der  $c$ -Achse. Zwei Messschleifen mit jeweils unterschiedlichen Magnetfeldraten:  $R = 0,7$  T/min (rot),  $R = 0,5$  T/min (schwarz) im positiven und negativen Magnetfeld. Die Kurven verlaufen nahezu konvergent.

---

Für die Messungen mit differierender Magnetfeldrate ergab sich eine gute Reproduzierbarkeit der Kurvenverläufe. Zwischen den einzelnen up- und down-Messungen ist ein hysteretisches Verhalten zu erkennen.

### 3.3.3 Analyse und Ausblick

Die ersten Messungen an einem  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$ -Einkristall zeigen, dass das Dilatometer sowohl qualitativ als auch quantitativ hochwertige Daten liefert. Insbesondere zeichnen sich die Daten durch sehr gute Reproduzierbarkeit, geringes Signalrauschen und im Absolutwert mit bekannten Messdaten gute Übereinstimmung aus. Die Messungen wurden entlang der leichten c-Achse durchgeführt. Aufgrund des recht großen Signals ( $\Delta l/l \approx -3,3 \cdot 10^{-5}$ ) und des großen Kristalls, kann der Zelleffekt als weitgehend vernachlässigbar betrachtet werden.

Für weitere Erkenntnisse wäre es sinnvoll die magnetostriktiven Eigenschaften der Probe bei mehreren Temperaturen zu prüfen. Inwieweit das mit dieser Magnetostriktionszelle möglich ist, wird in dem Kapitel [4.2 Realisierung Temperatursteuerung] untersucht.

Weiterhin bleibt zu erwähnen das die starke Änderung der Magnetisierung bei  $\sim 3,5$  T (4,2K) als Phasenübergang 1. Ordnung auszuweisen ist [27, 28]. Ein Anzeichen dafür ist, dass in Übereinstimmung mit den Magnetisierungsdaten auch die Magnetostriktion eine Hysterese am Phasenübergang zeigt.

---

## 4 Konstruktive Änderungen

Das Kapitel beinhaltet die in dieser Arbeit vorgenommenen Änderungen an der Messapparatur, die damit entstehenden Einsatzmöglichkeiten, sowie konstruktive Überlegungen bezüglich eines neuen Dilatometers.

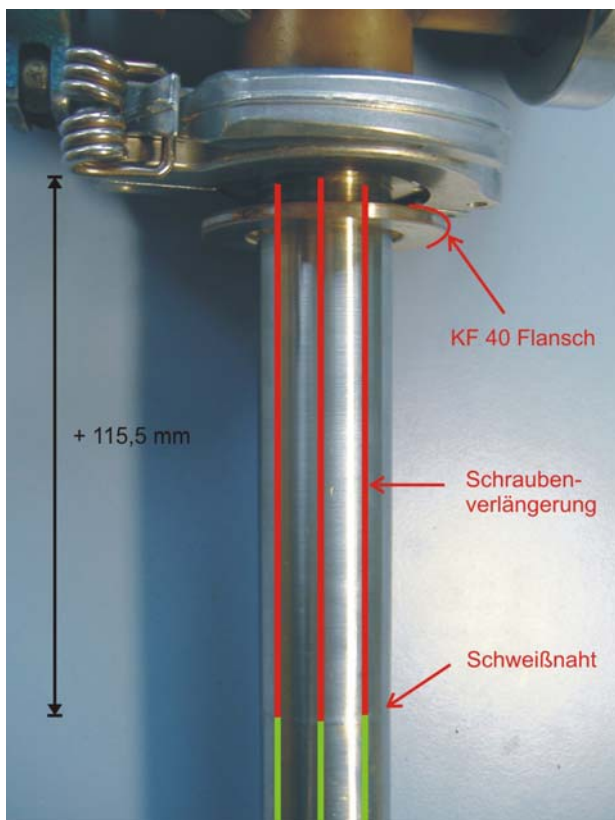
Zu Beginn wird die Anpassung des Probenstabes an andere Magnetkryostaten beschrieben. Um die Magnetostruktionsmessungen so flexibel wie möglich zu gestalten, ist es sinnvoll, die Vorteile verschiedener Kryostaten zu nutzen. Unterschiede ergeben sich beispielsweise durch: Art der integrierten Magnetspule (Longitudinal-, Transversalspule), maximal erreichbare Kühlleistung oder die Temperaturkontrolle. Für diese Arbeit ist letzteres von Bedeutung. Ein Kryostat, ausgestattet mit einem Heliumverdampfereinsatz auch VTI (Variable Temperature Insert) genannt, soll die Messung der Magnetostruktion über einen weiten Temperaturbereich realisieren.

Aus den abschließenden Überlegungen ergeben sich hilfreiche Richtlinien bei der Konzipierung eines neuen vielseitig einsetzbaren Dilatometers. Vergleiche mit anderen Messzellen für die thermische Ausdehnung beziehungsweise der Magnetostruktion liefern ebenso nützliche Informationen, wie die Erkenntnisse der hier durchgeführten Experimente.

## 4.1 Anpassung des Dilatometers an unterschiedliche Magnetkryostaten

Inwiefern Messeinsätze und Kryostaten kompatibel sind, ist abhängig von den jeweiligen geometrischen Gegebenheiten. Typische Merkmale sind: Der Durchmesser des Probenstabes, die Distanz bis in das Magnetfeldzentrum sowie der vakuumdichte Anschluss an den Kryostaten.

Für die im nächsten Abschnitt [4.2 Realisierung Temperatursteuerung] erläuterte Stabilisierung verschiedener Probertemperaturen, wird ein VTI verwendet, welcher wiederum in einen anderen  $^4\text{He}$ -Badkryostaten eingeschraubt ist. Dieser ähnelt prinzipiell dem in Abschnitt [3.1.1 Kryostaten] beschriebenen Modell. Durch eine Verlängerung des kompletten Probenstabes und der Anbringung eines zusätzlichen KF-Flansches konnte der Messeinsatz dem VTI beziehungsweise dem Kryostaten angepasst werden. Um die Probe im Magnetfeld zu zentrieren, wurden sowohl Stabhülle als auch sämtliche innen liegenden Teile (Anbindung des Dilatometers; Verstellstange Kapazität) um 115,5 mm verlängert, siehe *Abb. 4.1*:



**Abbildung 4.1:** Verlängerung Probenstab. Unterhalb des Stabkopfes ist ein hohlzylindrisches Hüllenteil eingesetzt und mit einer Zentriermaschine angepasst worden. Die Halterung der Messzelle wurde durch 3 neue Schrauben ersetzt. Um eine vakuumdichte Verbindung zwischen Stab und VTI zu gewährleisten, dient ein zusätzlich verschweißter KF-Flansch.

---

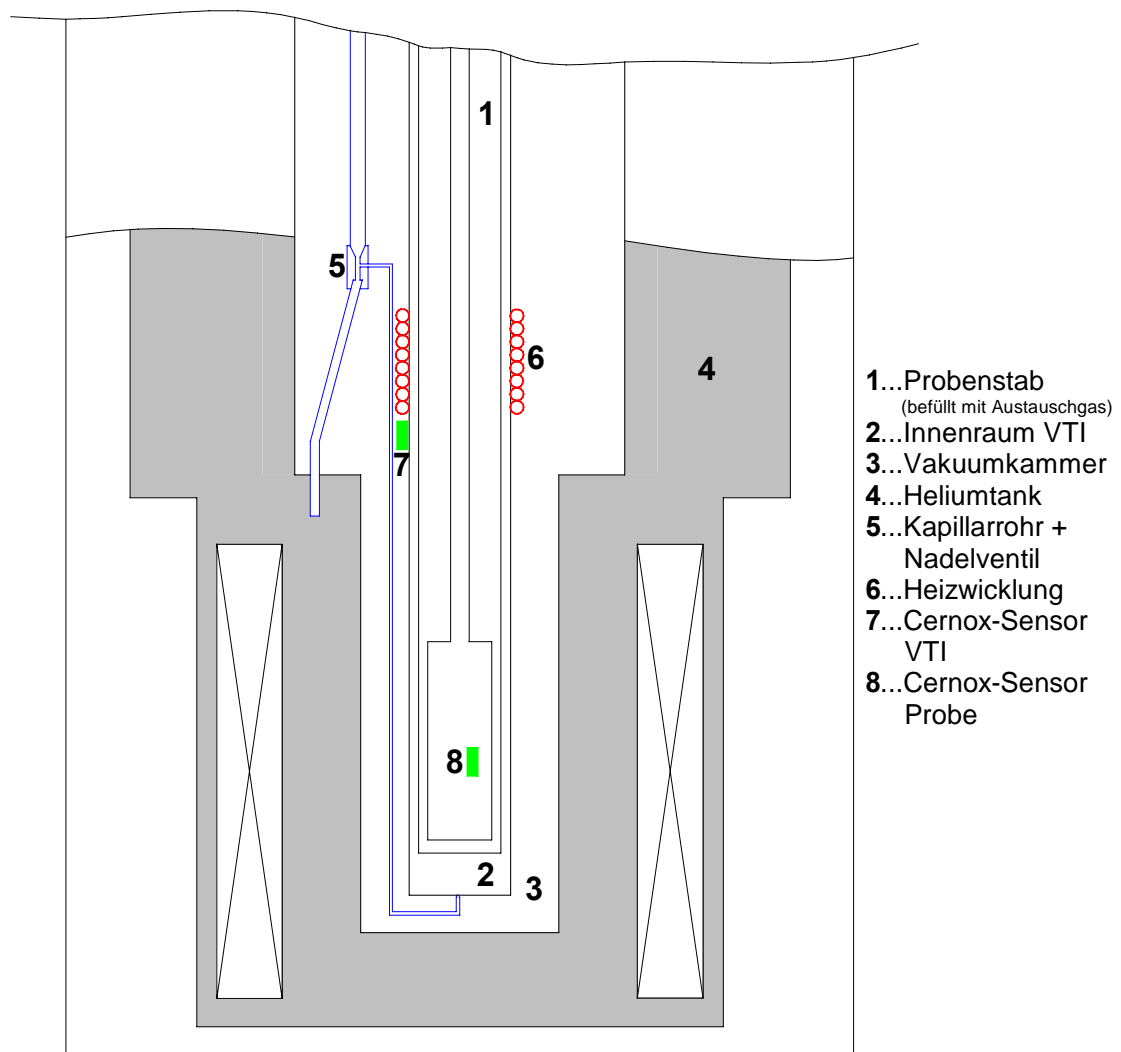
Die vorgenommenen Änderungen, einschließlich aller Maße, sind in der Anlage C zu finden. Nach einer erneuten Dichtigkeitsprüfung (vgl. Unterkapitel 3.2.2 Vorbereitungen für erste Messungen) konnte der Probenstab dann für die Messungen im VTI verwendet werden.

## 4.2 Realisierung Temperatursteuerung

Die Messung der Magnetostriktion bei verschiedenen Temperaturstufen erfolgt in dem oben erwähnten VTI, welcher in einen Badkryostaten eingesetzt ist (beides wurde von der Firma Cryogenic gefertigt). Der schematische Aufbau der Anordnung ist in *Abb. 4.2* zu sehen. Der VTI-Innentank und der äußere Heliumtank sind durch einen evakuierten Zwischenraum thermisch von einander abgekoppelt. Ein Kapillarrohr, welches mit einem Nadelventil gesteuert wird, verbindet beide Tanks. Das Helium kühlt sowohl die supraleitende Spule unter ihre kritische Temperatur  $T_C$  als auch den Probenstab im Innenraum. Bei geöffnetem Nadelventil, gelangt über das Kapillarrohr flüssiges und gasförmiges Helium in den VTI. Die Temperatur des Gasstromes wird mit einem Cernox-Sensor gemessen und über einen Heizdraht reguliert. Ohne Heizleistung und unter Normaldruck hat der Probenraum eine Temperatur von 4,2 Kelvin. Mit einer Pumpe kann der Innendruck und somit die Verdampfungstemperatur des Heliums verringert werden, wodurch sich Temperaturen bis zu 1,5 Kelvin realisieren lassen. Möchte man höhere Temperaturen erreichen, ist das Nadelventil nur leicht zu öffnen und ein konstanter Druck aufzubauen. Des Weiteren wird Pumpleistung durch ein Ventil reguliert, was die Veränderung des Innendrucks ermöglicht. Die jeweiligen Temperaturwerte werden mit einem Temperature Controller der Firma Lake Shore (Model 340) geregelt, welcher mit der Heizwicklung und dem Cernox-Sensor des VTI verbunden ist. Ein integrierter PID-Regler\* stabilisiert die gemessene Temperatur des Sensors über die Änderung der Heizleistung. Wie in *Abb. 4.2* ersichtlich, sind Heizer und Cernox-Sensor nahe bei einander angeordnet, was eine kurze Regelzeit ermöglicht. Zudem muss die Distanz zwischen diesem Regulierungsbereich und dem Probenraum

---

\* Proportional-Integral-Differential-Regler, der mit Hilfe dreier Stellglieder eine dynamische Größe in einem technischen System beeinflusst beziehungsweise kontrolliert.



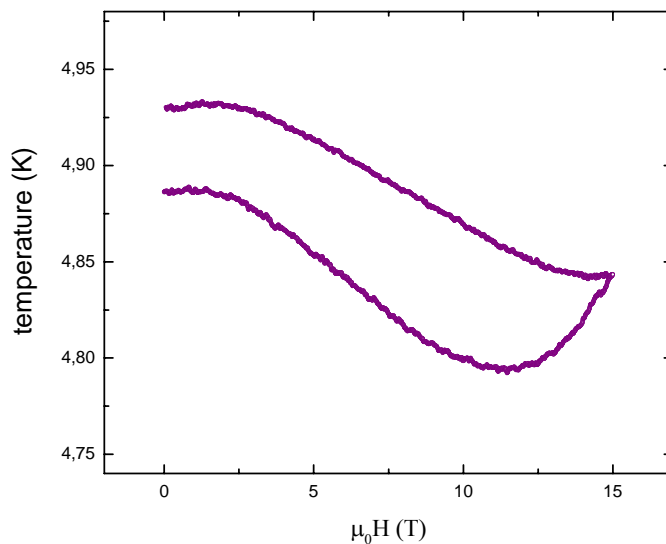
**Abbildung 4.2:** Prinzipielle Darstellung des VTI (Variable Temperature Insert) mit eingesetzter Probe, innerhalb eines  $^4\text{He}$ -Badkryostaten. Zur Erzeugung unterschiedlicher Temperaturstufen wird über ein Nadelventil Helium vom äußeren Tank in den VTI geleitet. Die Regelung der einzelnen Stufen geschieht durch: Die Saugleistung der Pumpe, die Zuführung der Kühlflüssigkeit und der Heizleistung.

beachtet werden, denn dass durchströmende Helium erwärmt sich zusätzlich auf dem Weg zum Probenstab. Daher dient der in Kapitel [3.1.4. Thermometer] beschriebene Temperatursensor, der an der Messzelle befestigt ist, zur Bestimmung der tatsächlichen Proben temperatur.

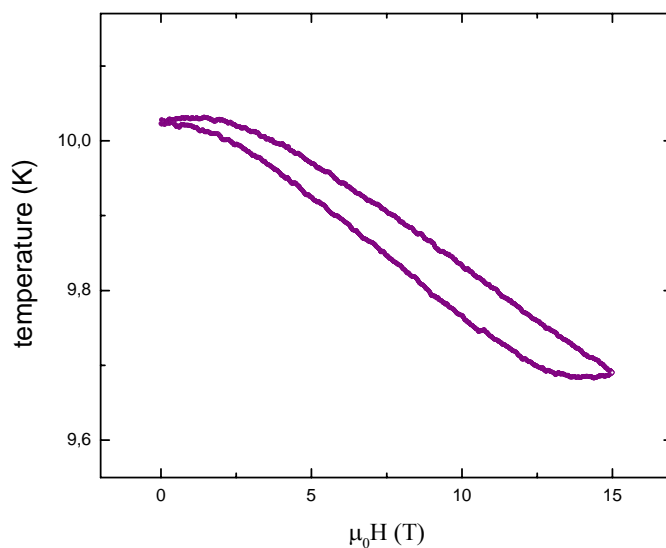
Angesichts der im Rahmen dieser Arbeit verfügbaren Zeit und einem plötzlich entstandenen Defekt am VTI, konnten die nachfolgenden Experimente nur noch im



begrenzten Maße stattfinden. Nach der aufwändigen Instandsetzung des VTI wurden 2 Temperaturstufen eingestellt und gemessen, dargestellt in *Abb. 4.3* und *Abb. 4.4*:



**Abbildung 4.3:** Temperaturverlauf bei einer voreingestellten Temperatur von 5 Kelvin als Funktion vom Magnetfeld. Gemessen mit einem an der Magnetostruktionszelle angebrachten Cernox-Sensor.



**Abbildung 4.4:** Temperaturverlauf bei einer voreingestellten Temperatur von 10 Kelvin als Funktion vom Magnetfeld. Gemessen mit einem an der Magnetostruktionszelle angebrachten Cernox-Sensor.

Die Temperaturmessungen wurden ohne Probe bei ansteigenden und abfallenden Magnetfeld durchgeführt. In beiden Kurvenverläufen ist eine Abweichung von der voreingestellten Temperatur zu erkennen (bei 5 K  $\sim 0,14$  K; bei 10 K  $\sim 0,36$  K). Mögliche Ursachen sind: Die Magnetfeldabhängigkeit des Temperatursensors

---

(vgl. Kapitel 3.1.4. Thermometer), der Abstand zwischen dem Probenraum und der Heizregelung oder die thermische Ankopplung vom Probenraum zum Heliumtank des Kryostaten. Geeignete Maßnahmen, die zu einer besseren Stabilisierung der Proben-temperatur ergriffen werden können sind:

- Nutzung eines speziellen Heizwiderstandes, welcher direkt am Zellkörper angebracht ist, wodurch eine zusätzliche Feinjustierung der Proben-temperatur gegeben wäre. Diese hat sich bei anderen Dilatomern bewährt.
- Bestimmung der für den Temperatursensor spezifischen Magnetfeld-abhängigkeit. Mit der Kalibrierung des Thermometerwiderstandes bei verschiedenen Magnetfeldern ergibt sich ein bezüglich zukünftiger Messungen abziehbarer Korrekturfaktor.
- Verwendung eines Gasflussreglers. Durch die Feineinstellung und genaue Kenntnis des Helium-Gasflusses kann die Kühlung des VTI besser reguliert werden.
- Durchführung umfangreicherer Messungen, bei weiteren Temperaturen zur Optimierung anderer experimenteller Parameter (bspw. PID-Werte, He-Durchflussrate, etc.).

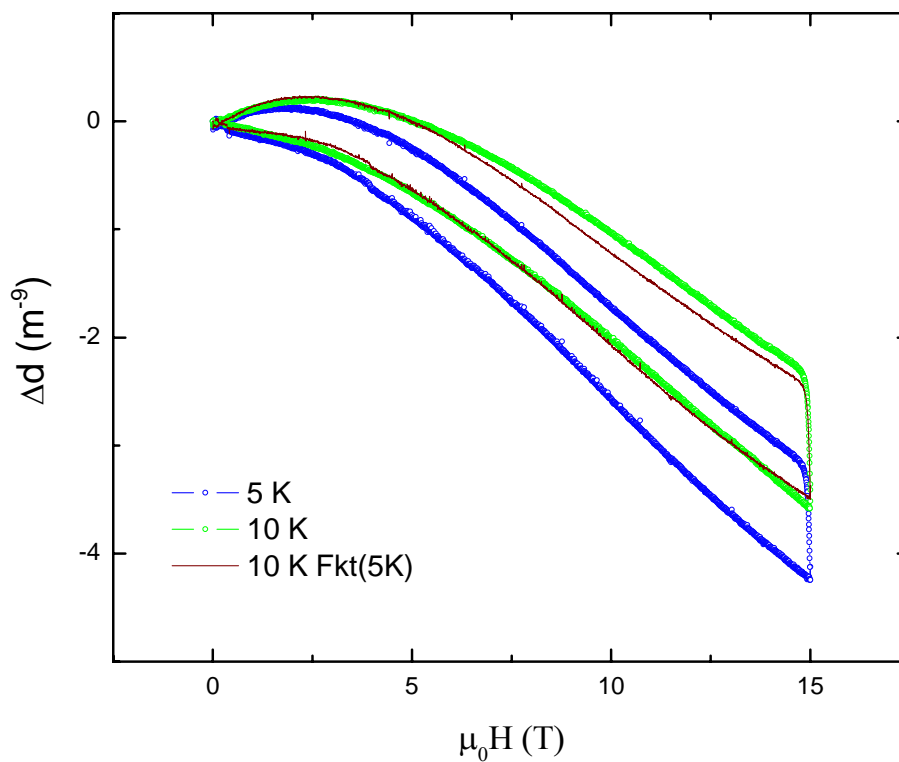
Parallel zu den oben aufgeführten Messungen ist bei beiden Temperaturstufen der Zelleffekt des Dilatomers untersucht worden. Die Messresultate sind in *Abb. 4.5* dokumentiert. Es war zu erwarten, dass durch die Verwendung des neuen Kryostaten auch eine Veränderung des Zellverhaltens eintritt. Verschiedene Magnetspulen weisen Abweichungen (weitestgehend abhängig von der jeweiligen Spulenwicklung) in der Homogenität des Magnetfeldes auf. Vergleicht man die Messung bei 5 K mit dem Zelluntergrund (*siehe Abb. 3.26*) in dem anderen Kryostaten, würden sich nur sehr geringe Unterschiede ergeben. Weiterhin ist in *Abb. 4.5* die Temperaturabhängigkeit des Zelleffektes ersichtlich. Es ist also sinnvoll für die relevante Messtemperatur den jeweiligen Zelleffekt zu bestimmen und bei der Auswertung von Probeneffekten mit einzubeziehen. Dieser kann

einerseits messtechnisch ermittelt werden. Es zeigt sich allerdings, dass mit der Einführung eines Korrekturwertes und der Funktion:

$$\text{Zelleffekt}(T_2) = \text{Zelleffekt}(T_1) + b(T_1 - T_2)H \quad ; T_1 \leq T_2 \quad (4.1)$$

(Für das betrachtete Temperaturintervall beträgt  $b = 10^{-4} \text{ m/KT}$ )

davon ausgegangen werden kann, dass sich damit der Zelleffekt im Temperaturbereich von 5 – 10 Kelvin hinreichend gut linear interpolieren lässt.



**Abbildung 4.5:** Die gemessene Änderung des Plattenabstand  $\Delta d$  abhängig vom Magnetfeld, bei den Temperaturen 5 K und 10 K und einer Feldrate  $R = 0,3 \text{ T/min}$ . Ebenso gezeigt ist mittels Gl. (4.1) aus  $\Delta d$  (5K) ermittelte Zelleffekt  $\Delta d$  (10K).

---

### 4.3 Konzeptionelle Überlegungen zu einer verbesserten Messzelle

Mit der Dilatometrie kann die Längenänderung einer Probe auf verschiedene Art und Weise gemessen werden. Die Anforderungen an den konstruktiven Aufbau stehen in Abhängigkeit zu dem Messverfahren (mechanisch, optisch, elektrisch, etc.), dem zu untersuchenden Phänomen (bspw. Magnetostriktion, Elektrostriktion, Thermische Ausdehnung) und den dazugehörigen physikalischen Größen, wie: Das Magnetfeld, die Temperatur oder das elektrische Feld. Des Weiteren sind Form, Festigkeit und Größe einer Probe entscheidende Kriterien bei der Konzipierung eines Zellkörpers.

Am Leibnitz Institut in Dresden wird derzeit über die Gestaltung eines neuen Dilatometers diskutiert. Für den künftigen Einsatz sollten einige Rahmenbedingungen beachtet werden:

- Das Messen der Magnetostriktion und Thermischen Ausdehnung von Festkörpern mit deutlich unterschiedlicher Probengeometrie (insbesondere auch sehr flache Quader)
- Ein hohes Auflösungsvermögen von relativen Längenänderungen im Bereich:  $\Delta l/l \leq 10^{-10}$  bei einer 1 cm langen Probe.
- Der Einsatz bei veränderlichen thermodynamischen Parametern, in den Bereichen:  $T = 2 - 100 \text{ K}$ ,  $B = 0 - 17 \text{ Tesla}$ . (Besonders wichtig, ist ein schnell erreichbares thermisches Gleichgewicht zwischen Dilatometer und Probe.)
- Drehbarkeit der Zelle, zur Messung der thermischen Ausdehnung und Magnetostriktion senkrecht und parallel zum angelegten Magnetfeld.

Mit diesen Bedingungen und den Erkenntnissen aus den in der Diplomarbeit durchgeführten Experimenten lassen sich folgende Anforderungen an ein neues Dilatometer grob zusammenfassen:

- Die Wahl einer kapazitiven Messzelle mit getrennten Kondensatorplatten nach Brändli und Griessen [8]. Derzeit stellt die kapazitive Dilatometrie

---

immer noch die sensitivste Variante zur Messung von geringsten Längenänderungen dar.

- Ein flexibles Zelldesign, d.h. drehbar, kompakt und klein. Um einerseits in 2 verschiedenen Magnetfeldrichtungen messen zu können und andererseits eine Verwendung in mehreren Probenstäben zu ermöglichen. Zusätzlich ergeben sich durch die geringe Masse Vorteile hinsichtlich der Stabilisierung der Zelltemperatur.
- Reduktion des Zelleffektes durch Thermische Ausdehnung und Magnetostriktion. (Dabei ist die Miniaturisierung wichtig für die Magnetostriktion und die konstruktive Kompensation hinsichtlich der Thermischen Ausdehnung)
- Einfaches Design mit so wenig einzelnen Zellteilen wie nötig. Je komplexer ein Konstrukt, desto mehr Unsicherheitsstellen entstehen. (Bewegung, Verschiebung, Abnutzung, usw.)
- Die Kondensatorplatten sollten oberhalb des Probenraumes angeordnet sein, damit sich keine Probenstückchen oder sonstiger Schmutz zwischen den Platten ansammelt.
- Als Zellmaterial Kupfer-Beryllium [30], da es gesamt gesehen den Anforderungen am ehesten entspricht. Das Material ist unmagnetisch, besitzt eine gute Wärmeleitfähigkeit und hat ausgezeichnete elastische Eigenschaften (besonders wichtig für die Federn). Es ist weniger elektrisch leitfähig als bspw. reines Kupfer, wodurch geringere Aufheizeffekte entstehen. Zudem besitzt es eine hohe Festigkeit und lässt sich gut bearbeiten. Im Vergleich mit anderen öfters verwendeten Materialien ist z.B. Silber weicher und verschleißanfälliger. Hingegen Quarzglas oder Keramik sehr hart und entsprechend schwer zu verarbeiten.
- Zur Isolierung der Kondensatorplatten kann Sapphire, Vespel oder Teflon verwendet werden. Von Epoxidharz und Kapton ist abzusehen, da diese Stoffe die Plattenposition durch Kriechen\* verändern können.
- Bestmögliche Parallelität der Kondensatorplatten. Der systematische Fehler wird dadurch verringert.

---

\* die temperaturabhängige, plastische Verformung eines Materials unter Spannung.

- Wichtig ist die optimale elektrische Abschirmung der Kondensatorplatten und Zuleitungen. Ansonsten entstehen verfälschte Messwerte, aufgrund anfallender Störkapazitäten.
- Die Kondensatorplatten sollten so groß als möglich dimensioniert sein. Denn ein gutes Auflösungsvermögen steht in Abhängigkeit zu einer hohen Kondensatorkapazität.
- Mit einer elektrolytischen Vergoldung des Zellkörpers werden die thermische Ankopplung an die Umgebung zusätzlich verbessert und Oxidationseffekte an der Zelloberfläche verringert.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurde im Leibniz Institut in Dresden eine Apparatur zur Messung der Magnetostriktion aufgebaut. Die zentrale Aufgabenstellung beinhaltete ein älteres kapazitives Dilatometer in Stand zu setzen, zu Kalibrieren und in Betrieb zu nehmen. Die Magnetostruktionsmesszelle wurde überholt und für den Einsatz in einem  $^4\text{He}$ -Badkryostaten von der Firma Oxford Instruments konfiguriert. In dieser Konstellation können Messungen bei einer Temperatur von 4,2 Kelvin und einem Magnetfeld bis 15 Tesla durchgeführt werden.

In ersten Experimenten wurde das Zellverhalten der leeren Messzelle bei zunehmenden und abnehmenden Magnetfeld untersucht. Die Ermittlung des Zelleffektes ist eine notwendige Voraussetzung für eine qualitativ korrekte Beurteilung von magnetostruktiven Probeneffekten, insbesondere von sehr kleinen Effekten. Mit der Bestimmung des Untergrundsignals offenbarte sich die hohe Leistungsfähigkeit des Dilatometers. Bei Magnetfeldern bis 15 T verursacht die Zellverformung eine Änderung des Kondensatorplattenabstandes um nur  $\sim -40$  Ångström. Mehrere Messschleifen zeigten, dass sich diese Änderung sehr gut reproduzieren lässt. Daher ist es bei der Analyse von Proben möglich den systematischen Fehler der Messapparatur präzise zu berücksichtigen. Dazu kommt das hervorragende Auflösungsvermögen des Dilatometers, was die Erfassung relativer Längenänderungen  $\Delta l/l$  von  $1,5 \cdot 10^{-8}$  (Probenlänge = 1mm) und weniger möglich macht. Aufgrund dieser zwei Faktoren können bei der Messung der Magnetostriktion qualitativ und quantitativ hochwertige Daten gewonnen werden.

Zu einer konkreten Auswertung der Messergebnisse gehört außerdem die korrekte Interpretation der ermittelten Kondensatorkapazität des Dilatometers. Zwar werden die von den Zuleitungen oder Streuungen verursachten Störkapazitäten weitestgehend durch die Kapazitätsmessbrücke und dem Messprinzip des Drei-Terminal-Kondensators aufgefangen. Dennoch müssen auch Korrekturen aufgrund der geometrischen Eigenschaften der Kondensatorplatten beachtet werden. Mit den in dieser Arbeit vorgestellten Gleichungen und Hinweisen bezüglich der Verkipfung der Kondensatorplatten, den Streukapazitäten am Kondensatorrand und der Güte der Kondensatorplattenoberflächen, können die tatsächlich entstandenen Längenänderungen der Probenkörper noch exakter beschrieben werden.

---

Um die Funktion und Leistungsfähigkeit des Dilatometers zu prüfen, wurde die Magnetostriktion eines hochwertigen  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$ -Einkristalls gemessen.  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$  eignete sich besonders gut, da bereits erste Magnetostriktions- sowie Magnetisierungsdaten vorlagen. Daher war bekannt, dass das Material einen ausgeprägten magnetostriktiven Effekt bei der für das Dilatometer zugänglichen Messtemperatur aufweist. Die im Rahmen der Diplomarbeit durchgeführten Experimente an  $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$  ergaben, bei einer Probenlänge von 1,15mm, eine relative Längenänderung  $\Delta l/l$  von  $\approx -3,3 \cdot 10^{-5}$  entlang der c-Achse. Aus den detaillierten Messungen geht eine hohe Genauigkeit sowie gute Reproduzierbarkeit hervor. Insbesondere zeigen die Messungen der Magnetostriktion über den gesamten Magnetfeldbereich einen negativen Anstieg, was eine positive Druckabhängigkeit der Magnetisierung nachweist.

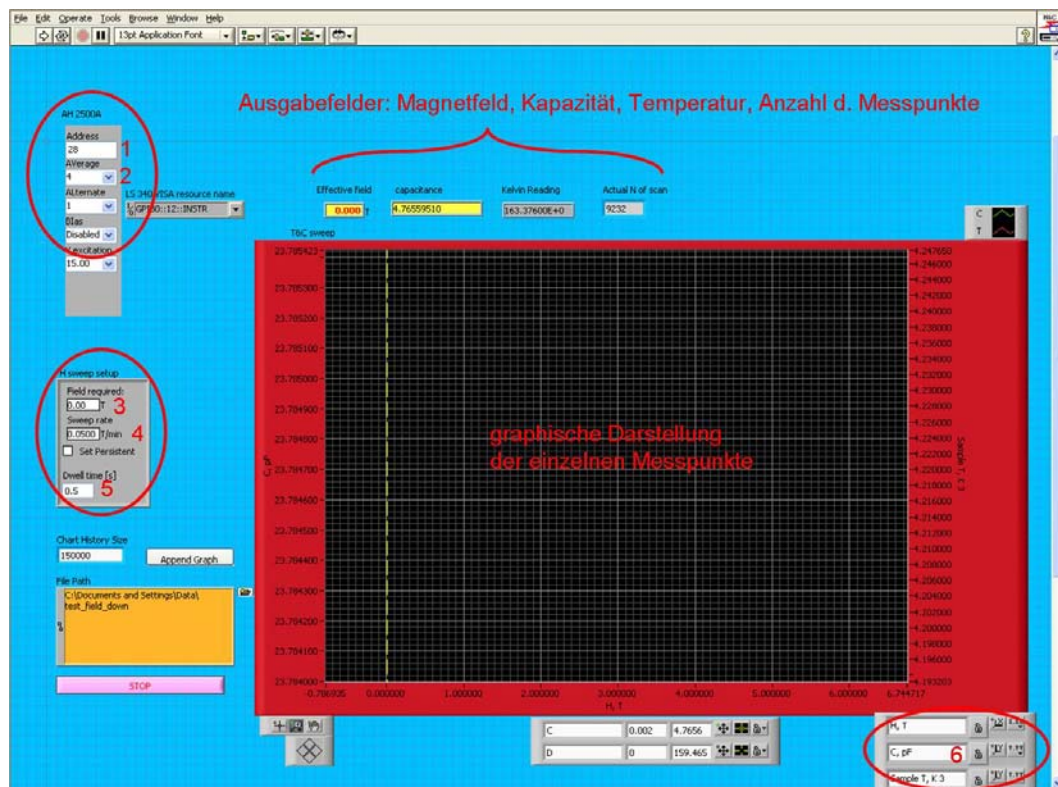
Die Bestimmung der Magnetostriktion bei verschiedenen Messtemperaturen erfolgte in einem  $^4\text{He}$ -Badkryostaten mit integriertem  $^4\text{He}$ -Verdampfereinsatz. Durch das separate Einleiten des Heliumgases und der Regulierung des Innendrucks ist es möglich die Temperatur in dem Probenraum zu verändern. In ersten Versuchen im Magnetfeld konnte die Proben temperatur bis auf  $\sim 0,14$  K (bei 5 K) und  $\sim 0,36$  K (bei 10 K) stabilisiert werden. Ein gewisser Anteil der Ergebnisse wird durch die Magnetfeldabhängigkeit des Temperatursensors hervorgerufen. Weiterführende Messungen und die erwähnten Verbesserungsvorschläge (bspw. Verwendung eines zusätzlichen Heizwiderstandes direkt am Zellkörper) könnten diese Werte weiter optimieren.

Schlussendlich wurden die in dieser Arbeit hervorgetretenen konstruktiven Problemstellen an der Magnetostriktionszelle und auch Erfahrungen bezüglich anderer Konzepte diskutiert. Die erlangten Erkenntnisse dienen für Hinweise zur Konstruktion eines verbesserten, flexibleren Dilatometers.

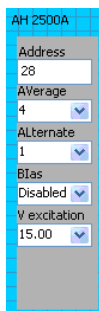


# Anlage A

## Bedienoberfläche der Software LabView



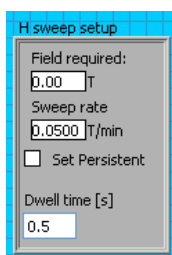
### Eingabefelder



1 ... BUS-Adresse der Kapazitätsmessbrücke

2 ... Average Time

(Erläuterung siehe S. 26)



3 ... Magnetfeldstärke

4 ... Magnetfeldrate

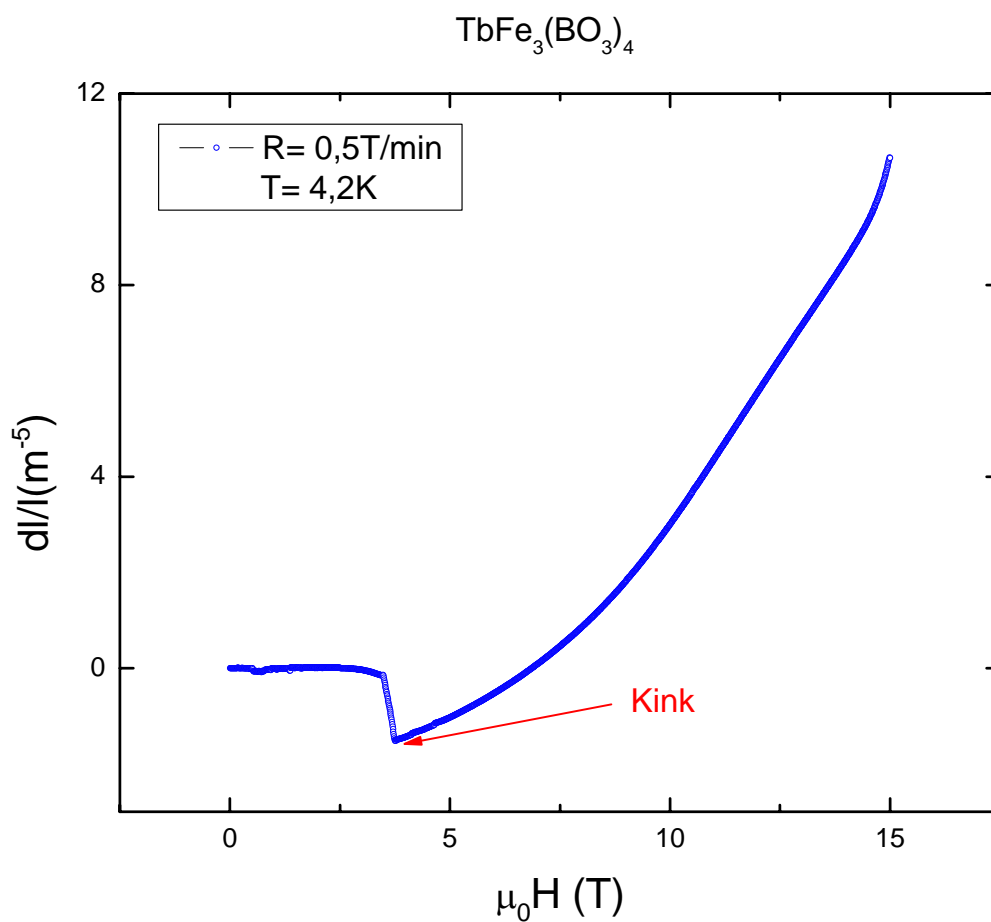
5 ... Abstand zwischen den Messpunkten

6 ... Skalierungsoptionen der Grafikachsen

## Anlage B

### Erste Testmessungen an $\text{TbFe}_3(\text{BO}_3)_4$

In den ersten Versuchen konnte die Probe im Magnetfeld nicht hinreichend stabilisiert werden. Die folgende Grafik zeigt den Beginn des bekannten Phasenübergangs bei  $B \sim 3,5$  Tesla:



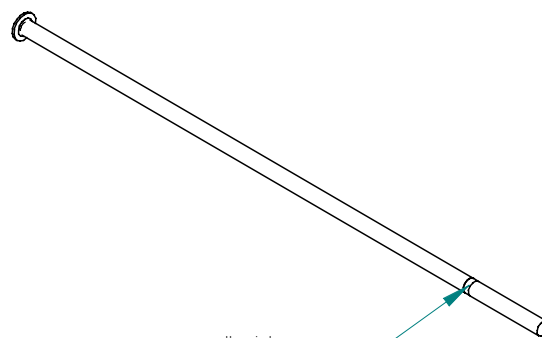
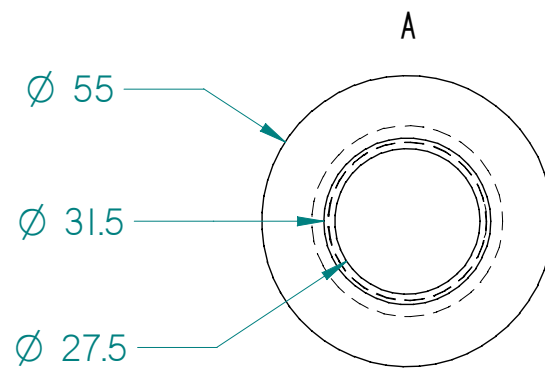
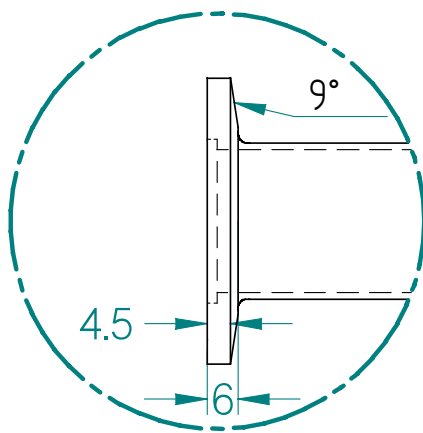
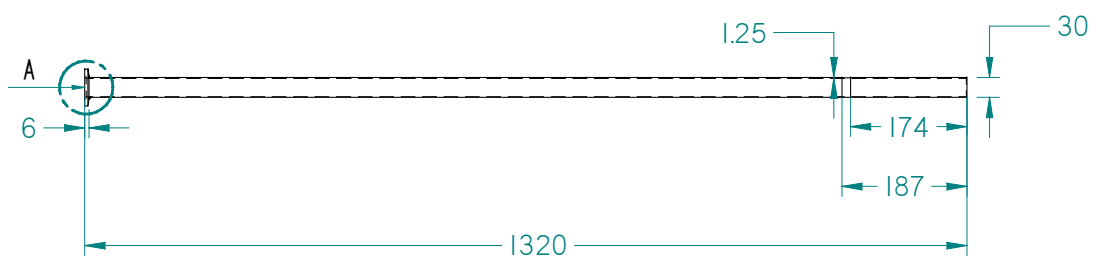
Es war nötig die Spannkraft des Dilatometers auf die Probe zu erhöhen. Durch 2 neue CuBe-Federn (0,24 mm Stärke) war dies möglich. Danach ergaben sich die in Kapitel [3.2.2 Messung der Magnetostriktion] erlangten Ergebnisse. (vgl. Abb. 3.31 und 3.32)

# Anlage C

## Konstruktive Veränderungen am Probenstab

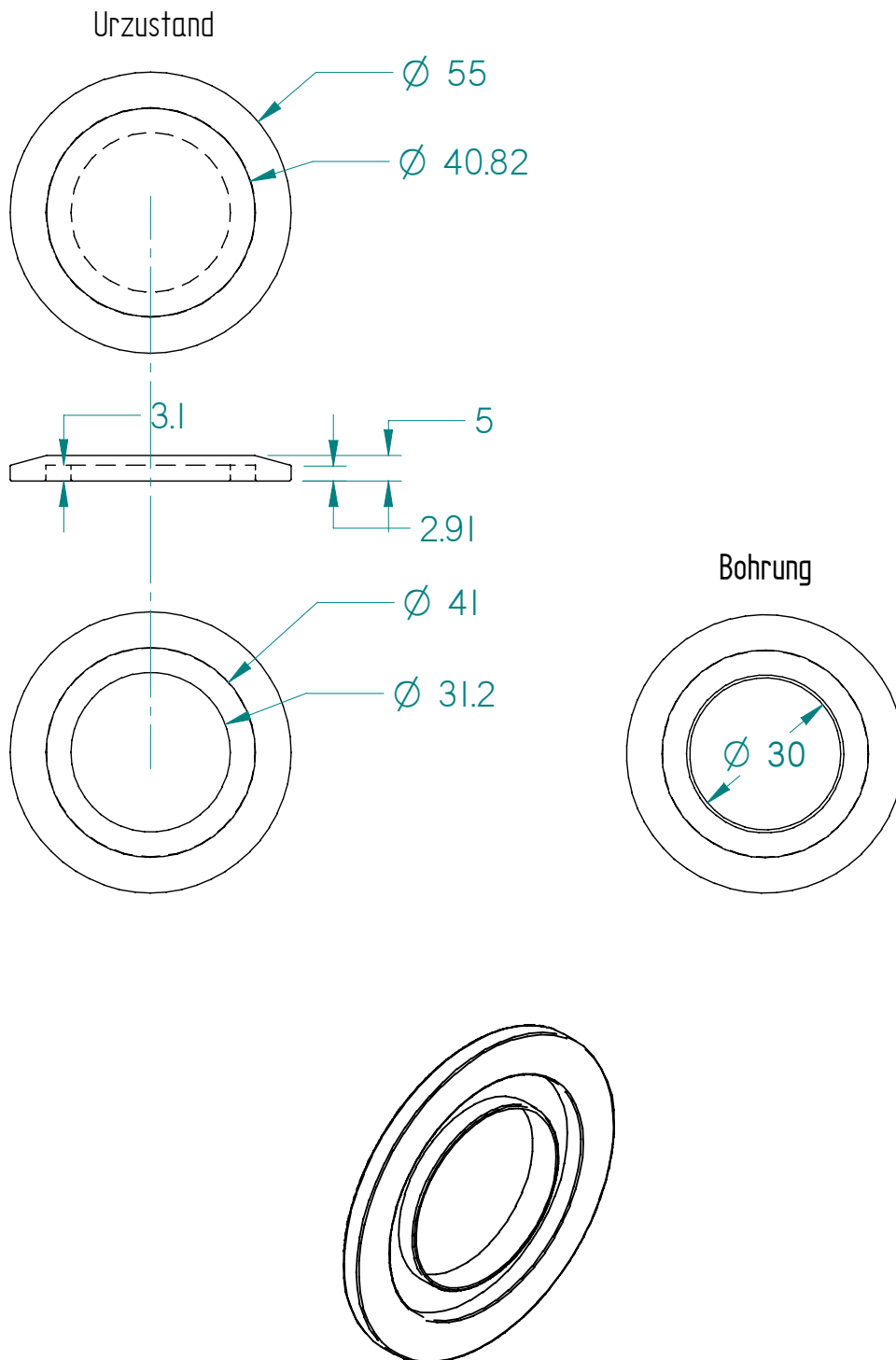
### -Stabhülle-

(Verlängerung um 115,5 mm)



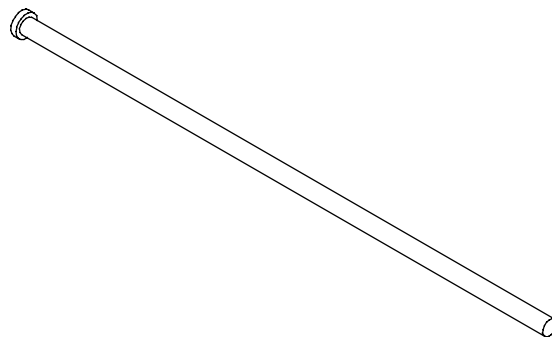
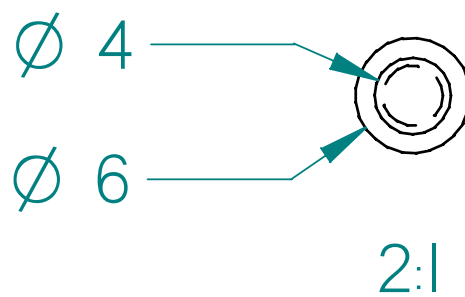
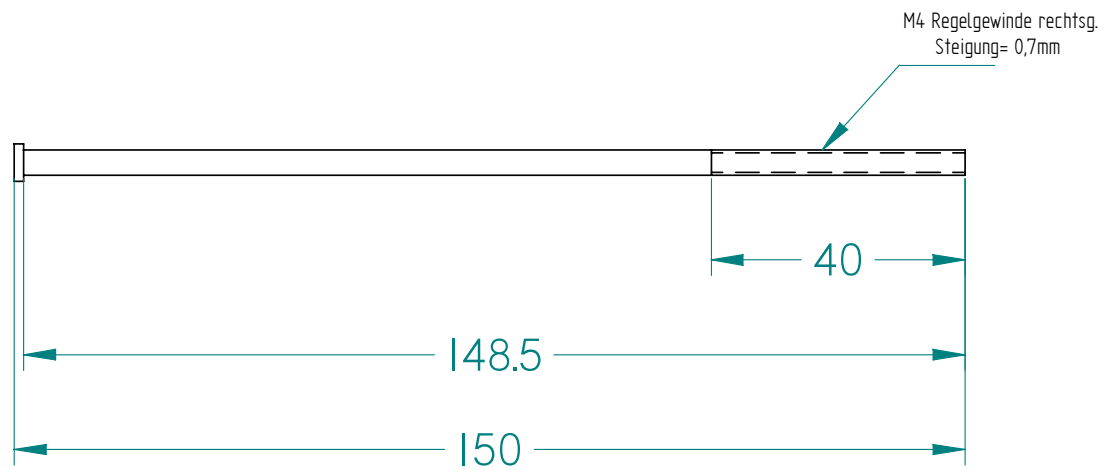
thermische  
Ankopplung

## -Bohrung – Blindflansch-



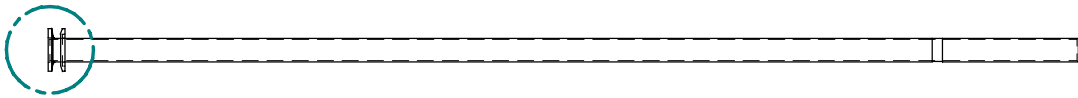
# -Schraube M4-

(Verlängerung um 115,5 mm)

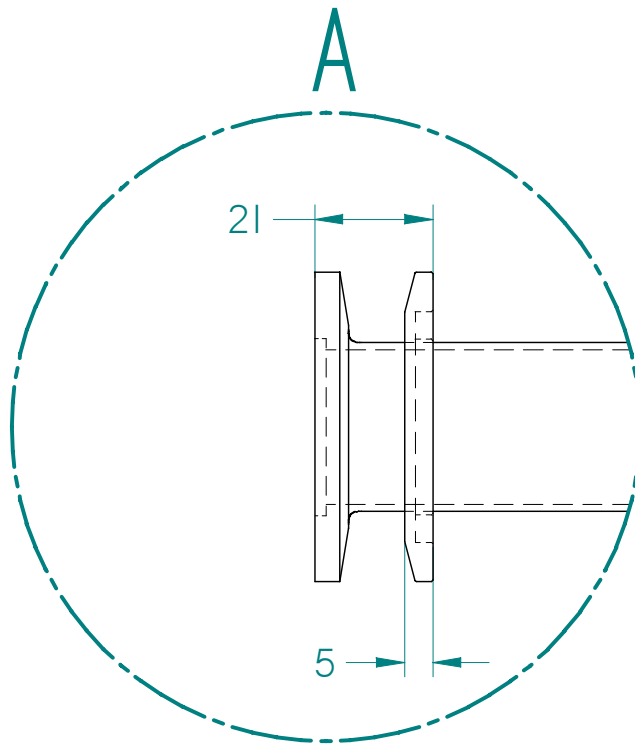


---

-Flanschposition-



A



---

## Quellenverzeichnis

- [1] E. Kallenbach: Elektromagnete: Grundlagen, Berechnung, Entwurf und Anwendung. - 3. Aufl. - Wiesbaden: Teubner, 2008
- [2] W. Heisenberg: Zur Theorie der Magnetostriktion und der Magnetisierungskurve. Zeitschrift für Physik, Volume 69, Issue 5-6, pp. 287-297, Heidelberg: Springer, original publiziert 1931
- [3] E. Schmutzer: Grundlagen der Theoretischen Physik B1. - 3. Aufl. - Weinheim: VILEY-VCH, 2005
- [4] L.D. Landau, E.M. Lifschitz: Elektrodynamik der Kontinua B8. Berlin: Akademie Verlag, 1985
- [5] R. Schefzyk: Thermische Ausdehnung von  $\text{SECu}_2\text{Si}_2$  - Verbindungen. Köln, Universität, II. Physikalisches Institut, Diplomarbeit, 1980
- [6] R.Grössinger; ...: Accurate Measurement of the Magnetostriction of soft Magnetic Materials. Institut für Experimentalphysik, TU Wien, Österreich
- [7] A. Schulze: Eine exakte Methode zur Messung der Magnetostriktion. Zeitschrift: Electrical Engineering, Volume 18, Number 6, Heidelberg: Springer, original publiziert 1927
- [8] G. Brändli, R. Griessen: Cryogenics 13 , S.299, 1973
- [9] Oxford Instruments: Operator`s Handbook: Superconducting Magnet System, Juni 2008
- [10] H. Lindner: Physik für Ingenieure. - 17. Aufl. - Leipzig: Hanser, 2006
- [11] Andeen Hagerling: Operation and Maintenance Manual: AH 2500A 1kHz Ultra-Precision Capacitance Bridge, Juni 1995
- [12] M. Nau: Elektrische Temperaturmessung mit Thermoelementen und Widerstands-thermometern. Fulda: JUMO GmbH und Co. KG, 2007
- [13] Lake Shore Cryotronics, Inc.: User`s Manual: Temperature Controller Model 340, Juli 2007
- [14] T. Zabel: Aufbau eines Tieftemperatur-Kalorimeters und kalorische Messungen an  $\text{TlCuCl}_3$  und  $\text{Ca}_{2-x}\text{Sr}_x\text{RuO}_4$ . Köln. Universität, Mathematisch- Naturwissenschaftliche Fakultät, Dissertation, 2004

- 
- [15] O. Heyer: Entwicklung eines kapazitiven Dilatometers für den Tieftemperaturbereich. Köln, Universität, II. Physikalisches Institut, Diplomarbeit, 2005
- [16] M. Braden: Magnetostriktion von Hoch-Tc-Supraleitern. Köln, Universität, II. Physikalisches Institut, Diplomarbeit, 1989
- [17] J. Strübig, <struebig@uni-mainz.de>: EG - SICHERHEITSDATENBLATT gemäß 91/155/EWG. URL: <http://www.staff.uni-mainz.de/struebig/labor/sicherheit/datenblaetter/acetone.htm>, verfügbar am 27.04.2010
- [18] MicroChemicals GmbH, <sales@microchemicals.eu>: Lösemittel: Theorie und Anwendung. URL: [http://www.microchemicals.de/technische\\_infos/loesemittel.pdf](http://www.microchemicals.de/technische_infos/loesemittel.pdf), verfügbar am 28.04.2010
- [19] Lake Shore Cryotronics, Inc., <sales@lakeshore.com>: Cryogenic Cable: Tech Specs. URL: [http://www.lakeshore.com/temp/acc/am\\_cablets.html](http://www.lakeshore.com/temp/acc/am_cablets.html), verfügbar am 28.04.2010
- [20] W. Umrath; ...: Grundlagen der Vakuumtechnik. Köln, 1997
- [21] J. Berber; ...: Physik in Formeln und Tabellen. - 10. Aufl. - Wiesbaden: Teubner, 2005
- [22] J.C. Maxwell: Lehrbuch der Elektrizität und des Magnetismus. Berlin: Springer, 1883
- [23] R. Pott, R. Schefzyk: Journal of Physics E: Scientific Instruments. - 16. Aufl. -, 1983
- [24] J. Baier: Magnetoelastische Kopplung in multiferroischem  $\text{GdMnO}_3$  und metamagnetischem  $\text{Ca}_{2-x}\text{Sr}_x\text{RuO}_4$ . Köln, Universität, Mathematisch-naturwissenschaftliche Fakultät, Dissertation, 2006
- [25] C. Köckert: Thermische Ausdehnung und Langzeit-Längenrelaxation der Systeme NbTi und NbTi-D im Tieftemperaturbereich. Dresden, Universität; Fakultät Mathematik und Naturwissenschaften, Dissertation, 2001
- [26] A. N. Vasiliev, E. A. Popova, Low Temp. Phys. 32 (8{9), 375 (2006)
- [27] E. A. Popova, D. V. Volkov, A. N. Vasiliev, A. A. Demidov, N. P. Kolmakova, I. A. Gudim, L. N. Bezmaternykh, N. Tristan, Y. Skourski, B. BÄuchner, C. Hess, R. Klingeler, Phys. Rev. B 75, 224413 (2007)
- [28] U. Adem, L. Wang, D. Fausti, W. Schottenhamel, P. H. M. van Loosdrecht, A. Vasiliev, L. N. Bezmaternykh, B. BÄuchner, C. Hess, R. Klingeler, in preparation (2010)



- 
- [29] M.Phillip; ...: Multiferroicity in  $RFe_3(BO_3)_4$  - Structural and Thermodynamic Studies. Poster: Leibnitz Institut Dresden, 17.06.2010
- [30] Deutsches Kupferinstitut e.V., <[www.kupfer-institut.de](http://www.kupfer-institut.de)>: Werkstoffdaten: Kupfer/ Kupferlegierungen. URL: [http://www.kupfer-institut.de/front\\_frame/frameset.php3?client=1&parent=13&idcat=13&lang=1&sub=yes](http://www.kupfer-institut.de/front_frame/frameset.php3?client=1&parent=13&idcat=13&lang=1&sub=yes), Verfügbar am 12.04.2010

---

## **Erklärung zur selbständigen Anfertigung der Arbeit**

Ich erkläre, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel angefertigt habe.

Alle Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus Quellen entnommen wurden, sind als solche gekennzeichnet.

Die Arbeit wurde bisher in dieser oder ähnlicher Form keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

---

Ort, Datum

---

Verfasser

---

## Danksagung

Abschließend möchte ich all denen danken, die mich bei der Anfertigung dieser Arbeit unterstützt haben.

In erster Linie gilt mein Dank Herrn Prof. B. Büchner für die Bereitstellung des interessanten Diplomthemas und der Möglichkeit unter besten Bedingungen lernen und arbeiten zu können.

Herrn Prof. S. Weißmantel danke ich für die spontane Bereitschaft die wissenschaftliche Betreuung meiner Arbeit zu übernehmen.

Bei Prof. R. Klingeler bedanke ich mich für die vielen Hilfestellungen und die hervorragende Betreuung während den vergangenen Monaten. Als Ansprechpartner stand er bei sämtlichen physikalischen Fragen immer zur Verfügung und half mir das interessante Gebiet der Thermodynamik besser zu verstehen.

Ein weiteres Dankeschön gilt Frau Dr. U. Stockert, für die Unterstützung bei den ersten Experimenten und ihrer ständigen Diskussionsbereitschaft bei allen Problemen. Was mir die Einarbeitung in das Thema ungemein erleichterte.

Insbesondere danke ich Herrn Dipl. Ing. W. Lorenz, für seine permanente Hilfsbereitschaft und den vielen ergiebigen Diskussionen, die so manches Verständnisproblem beseitigt haben.

Ein weiterer Dank gilt den Mitarbeitern der Werkstatt, allen voran Falk Herold, der bei der Umsetzung konstruktiver Ideen einen großen Anteil hatte.

Ich danke allen Mitarbeitern des Leibnitz Instituts für Festkörperforschung in Dresden für das angenehme Arbeitsklima und die große Hilfsbereitschaft.

Ein ganz besonderer Dank geht an meine Familie und Freunde, die mir in jeder Phase meines Lebens die nötige Kraft geben diesen Weg zu gehen.

Die Diplomarbeit ist meiner verstorbenen Oma Marianne Schottenhamel gewidmet. Ich merke jeden Tag aufs Neue wie wichtig Du warst.