KfK 3268 April 1982

Untersuchungen an realen Nioboberflächen durch Hochfrequenzmessungen zwischen 12 und 18 GHz

A. Philipp Institut für Kernphysik

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Kernphysik

KfK 3268

UNTERSUCHUNGEN AN REALEN NIOBOBERFLÄCHEN DURCH HOCHFREQUENZMESSUNGEN ZWISCHEN 12 UND 18 GHz*

A. Philipp⁺

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

von der Fakultät für Physik der Universität Karlsruhe genehmigte Dissertation

⁺ Institut für experimentelle Kernphysik der Universität Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

> Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH ISSN 0303-4003

Zusammenfassung:

Es werden supraleitende Hochfrequenzresonatoren aus Niob untersucht. Dabei ergeben sich Frequenz- und Temperaturabhängigkeiten des Oberflächenwiderstandes, die von den Vorhersagen der BCS-Theorie für homogenes Niob abweichen und stark von der Oberflächenpräparation abhängen.

Mit zunehmender Sauerstoff-Verunreinigung der Oberflächen nimmt die Steilheit der Frequenzabhängigkeit R \propto f^{α} von einer mittleren Steigung α = 1.55 auf α = 1.86 zu. Gleichzeitig nimmt die reduzierte Energielücke von $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ = 1.92 auf 1.76 ab.

Die beobachteten Frequenzabhängigkeiten lassen sich gut mit einem Modell einer verschmierten Zustandsdichte beschreiben, bei dem die Wurzelsingularität der BCS-Zustandsdichte durch einen über einen Bereich $2\epsilon\Delta(0)$ konstanten Wert ersetzt wird. Es ergeben sich Verschmierungsbreiten von 0.05 meV bis 0.19 meV.

Die Abnahme der Energielücke kann zu einem beträchtlichen Teil auf die Verschmierung der Zustandsdichte zurückgeführt werden; außerdem wird die Erniedrigung der kritischen Temperatur durch gelösten Sauerstoff und die Bildung schwach supraleitender Gebiete an der Oberfläche berücksichtigt.

Die Messungen an verschieden präparierten Resonatoren zeigen einen linearen Zusammenhang zwischen Energielücke und Verschmierungsbreite $2\epsilon\Delta(0)$ der Zustandsdichte. Die Extrapolation auf $\epsilon = 0$ ergibt eine ungestörte Energielücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.975$, die sehr gut mit dem besten Wert $\Delta(0) = 1.56$ meV übereinstimmt, der aus Tunnelmessungen bestimmt werden konnte. INVESTIGATION OF REAL NIOBIUM SURFACES BY rf-MEASUREMENTS BETWEEN 12 AND 18 GHz

Abstract:

Investigations of superconducting Nb-cavities yield temperature and frequency dependences of the surface resistance, which deviate from the predictions of the BCS-theory for homogeneous Nb and strongly depend on surface treatment.

Increasing oxygen contamination of the Nb-surfaces leads to an increase of the slope of the frequency dependence R \propto f^{α} from α = 1.55 to α = 1.86 and to a decrease of the reduced energy gap $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ from 1.92 to 1.76.

The different slopes of the frequency dependence are interpreted in terms of a model, in which the square root singularity in the BCS density of states is smeared out to a constant value over an interval $2\epsilon\Delta(0)$. The apparent width of this smearing varies from $2\epsilon\Delta(0) = 0.05$ meV to 0.19 meV.

The energy gap reduction can to a large extent be explained by the smeared out density of states. In addition the reduction of the critical temperature by dissolved oxygen and the formation of weak superconducting spots at the surface are taken into account.

The rf results for differently prepared cavities show a linear correlation between energy gap and width of the smearing of the density of states. Extrapolation to zero smearing yields an undistorted energy gap $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.975$, which agrees well with the best result $\Delta(0) = 1.56$ meV from tunneling investigations.

INHALTSVERZEICHNIS

<u>1.</u>	Einleitung	1
2.	Theoretische Zusammenhänge	5
	2.1 Der Begriff der Oberflächenimpedanz	5
	2.2 Elektromagnetische Schwingungen in Hohlraumresonatoren	5
	2.3 Theorie der Messungen	7
	2.4 Die Oberflächenimpedanz von Supraleitern in der Meissnerphase	8
<u>3.</u>	Experimentelles	10
	3.1 Aufbau der Resonatoren	10
	3.1.1 Die Wahl der Resonatorgeometrie	10
	3.1.2 Die Konstruktion der Resonatoren	10
	3.1.3 Herstellung und Oberflächenbehandlung der Resonatoren	12
	3.1.4 Ein dünnwandiger Resonator	13
	3.2 Der Hochfrequenzaufbau	15
	3.3 Der kryotechnische Aufbau	16
	3.4 Die Durchführung der Experimente	18
	3.4.1 Die Präparation der Resonatoren	18
	3.4.2 Meßgrößen und Auswertemethoden	19
<u>4.</u>	Ergebnisse	21
	4.1 Die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes	21
	4.2 Die Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes	24
	4.3 Restwiderstände und Feldstärkeabhängigkeit	28
	4.4 Kritische Feldstärken	31
	4.5 Zusammenfassung der Meßergebnisse	32
	4.6 Fehlerabschätzung	33
<u>5.</u>	Modell einer verschmierten Zustandsdichte	37
<u>6.</u>	Diskussion	43
	6.1 Die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes	43
	6.2 Die Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes	47
-	6.3 Der Zusammenhang zwischen Hochfrequenz- und Tunnel- energielücke von Niob	48
	6.4 Der Einfluß von Sauerstoff auf die Hochfrequenz- eigenschaften von Niob	50

Anhang

Literaturverzeichnis

54

59

1. EINLEITUNG

Nachdem London 1940 über die erste Untersuchung der Oberflächenimpedanz eines Supraleiters berichtet hatte,¹ wurden in der folgenden Zeit bis heute sehr viele Arbeiten auf diesem Gebiet durchgeführt. Zunächst folgten einige weitere Untersuchungen an Zinn von Pippard,² Fairbank³ und Maxwell, Marcus und Slater.⁴

In den sechziger Jahren wurde dann die Anwendung der Hochfrequenzsupraleitung für Teilchenbeschleuniger erwogen,⁵ weil supraleitende Resonatoren eine um den Faktor $10^4 - 10^6$ geringere Absorption als normalleitende Strukturen und Beschleunigungsfeldstärken von mehreren MV/m versprachen. Damit begann die intensive Untersuchung des Oberflächenwiderstandes von Supraleitern. Zuerst wurde Blei untersucht, das man in dünnen Schichten galvanisch auf Kupferresonatoren aufbrachte.⁶ Später bevorzugte man Niob, das von den Elementen die höchste kritische Temperatur besitzt. Dann wurden auch Legierungen und Verbindungen wie Nb₃Sn,⁷ NbTi,⁸ MoRe⁹ und NbN,¹⁰ amorphes Ga¹¹ und dünne PbBi-Filme¹² sowie Tantal¹³ und Vanadium¹⁴ untersucht.

Die ersten Messungen wurden auf der Basis eines Zweiflüssigkeitenmodells¹ und der von Pippard¹⁵ angegebenen Beziehung eines nichtlokalen Zusammenhangs zwischen Strom und Feldern interpretiert. Ein wesentlicher Fortschritt für das Verständnis der Supraleitung ergab sich dann durch die mikroskopischen Theorien von Bardeen, Cooper und Schrieffer¹⁶ und Gorkov.¹⁷ Auf der Basis der BCS-Theorie wurden von Mattis und Bardeen¹⁸ und auf der Basis von ¹⁷ von Khalatnikov und Abrikosov¹⁹ Theorien der Oberflächenimpedanz von Supraleitern entwickelt. Mit den von Turneaure²⁰ für die Mattis-Bardeen-Theorie und von Halbritter²¹ für den Greens-Funktionen-Formalismus von Khalatnikov und Abrikosov entwickelten Computerprogrammen standen dann auch die Mittel bereit, um exakte Vergleiche zwischen Theorie und Experiment durchzuführen.

Insbesondere wegen möglicher Anwendungen in der Beschleunigertechnik ist Niob der am intensivsten untersuchte Supraleiter, da es von allen Elementen das höchste T_c besitzt und niedrigere Restwiderstände und höhere Zusammenbruchsfeldstärken gibt als Verbindungen mit höherem T_c.²²

Während sich in letzter Zeit das Interesse mehr auf technologische Probleme wie Erzielung niedriger Restwiderstände, hoher Zusammenbruchsfeldstärken und einer guten Langzeitstabilität der Oberflächen konzentrierte,²³ sind grundsätzliche Fragen der supraleitenden Eigenschaften von Niob und deren Veränderung bei der Oxydation nach wie vor ungeklärt. Die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von Niob bei 4.2 K ist von verschiedenen Autoren untersucht worden (Abb. 1). Dabei wurden jeweils Resonatoren verwendet, die die Anregung mehrerer Moden erlaubten. Hahn und Halama²⁴ erhielten zwischen 2.5 und 4.5 GHz R \propto f². Kneisel²⁵ untersuchte anodisierte Resonatoren bei 2 - 4 GHz; dabei ergab sich eine f^{1.7}-Abhängigkeit. Bei Frequenzen von 0.1 bis 0.5 GHz wurde von Ceperley²⁶ eine quadratische Frequenzabhängigkeit festgestellt während Piosczyk²⁷ R \propto f^{1.8} beobachtete. Bauer,



<u>Abb. 1:</u> Überblick über experimentelle und theoretische Oberflächenwiderstände von Niob. Neben den Daten anderer Autoren für Frequenzen von 0.1 bis 8 GHz sind 3 repräsentative Meßwerte aus dieser Arbeit für den Frequenzbereich von 12 bis 18 GHz dargestellt. Die durchgezogene Linie durch die experimentellen Werte folgt bis 5 GHz der R \propto f²-Abhängigkeit aus ²⁸, oberhalb davon ergibt die Anpassung an die Daten von Bauer et al. und aus dieser Arbeit eine flachere Frequenzabhängigkeit. Die gestrichelte Linie zeigt den BCS-Oberflächenwiderstand für die angegebenen Parameter. Giordano und Hahn²⁸ interpretierten ihre Messungen zwischen 1.6 und 7.8 GHz wieder mit R « f^2 und konnten zeigen, daß auch alle anderen Messungen recht gut mit demselben R = c· f^2 beschrieben werden können. Oberhalb von etwa 5 GHz zeigen die Werte von Bauer et al. eine etwas flachere Frequenzabhängigkeit, an die sich die in dieser Arbeit mit gleich behandelten Resonatoren gemessenen Oberflächenwiderstände gut anschließen. Von den Ergebnissen dieser Arbeit sind 3 repräsentative Punkte aus Abb. 17 (S. 44) in Abb. 1 mit eingezeichnet. Im Gegensatz zu den experimentellen Ergebnissen sagt die BCS-Theorie für den Bereich von 0.1 bis 10 GHz eine Frequenzabhängigkeit voraus, die mit steigender Frequenz von $f^{1.85}$ auf $f^{1.70}$ abnimmt. Die Vorhersagen der BCS-Theorie sind in Abb. 1 als gestrichelte Linie eingezeichnet, und man sieht, daß die experimentellen Werte unterhalb von etwa 2 GHz zum Teil beträchtlich unter der BCS-Rechnung liegen, während sie bei höheren Frequenzen über den theoretischen Werten liegen.

Aus der Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes wurde für Niob im allgemeinen eine Energielücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C} = 1.85$ bestimmt (s. z.B. ^{13,29}), für anodisierte Resonatoren ergab sich³⁰ 1.78 und von Bauer et al.²⁸ wurde ein Anstieg von 1.85 auf 1.90 mit steigender Frequenz beobachtet. Es liegen jedoch alle aus Hochfrequenzmessungen bestimmten Werte für die Energielücke deutlich unter dem Wert $\Delta(0) = 1.56$ meV ($\cong \Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C} = 1.97$), der aus Tunnelmessungen ermittelt wurde.³¹

Für die Abnahme der Energielücke werden der Einfluß von Sauerstoffverunreinigungen³¹ und von lokalisierten Zuständen³² an der Oberfläche³³ diskutiert, und als mögliche Gründe für die Abweichung der Frequenzabhängigkeit werden die Verschmierung der Energielücke durch Inhomogenitäten,³⁴ stark koppelnde Effekte³⁵ sowie die Anisotropie der Energielücke von Niob³⁶ in Verbindung mit Lebensdauereffekten³⁷ angegeben.

Um näheren Aufschluß über die Abweichungen der Hochfrequenzeigenschaften von Nb von der BCS-Theorie zu erhalten, werden in dieser Arbeit die Temperatur- und Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes im Frequenzbereich von 12 - 18 GHz untersucht. Die Messungen werden mit Hohlraumresonatoren durchgeführt, die so ausgelegt sind, daß sie die Anregung vieler Moden bei verschiedenen Frequenzen erlauben. Zur Untersuchung des Einflusses der Oberflächenverunreinigungen werden die Resonatoren unterschiedlichen Präparationsverfahren unterworfen.

Die Abweichungen der gemessenen Frequenz- und Temperaturabhängigkeiten von den Vorhersagen der BCS-Theorie werden mit einem Modell einer verschmierten Zustandsdichte erklärt, wobei für die Abweichungen der Temperaturabhängigkeit, d.h. die Erniedrigung der Energielücke, neben der Verschmierung der Zustandsdichte durch Anisotropie und Lebensdauereffekte sowie durch Inhomogenitäten auch die T_c^{-38} und Δ -Erniedrigung durch Sauerstoffverunreinigungen berücksichtigt werden.

Die Arbeit gibt in Kapitel 2 einige theoretische Zusammenhänge über die Messung des Oberflächenwiderstandes in Hohlraumresonatoren und über den BCS-Oberflächenwiderstand, mit dem die Meßergebnisse verglichen werden. Die Kapitel 3 und 4 beschreiben die Einzelheiten der Experimente und die Ergebnisse. In Kapitel 5 wird das Modell einer verschmierten Zustandsdichte beschrieben, und in Kapitel 6 werden die Ergebnisse unter Verwendung dieses Modells ausführlich diskutiert. Eine Zusammenfassung ist in Kapitel 7 gegeben.

2. THEORETISCHE ZUSAMMENHÄNGE

2.1 Der Begriff der Oberflächenimpedanz

Das elektromagnetische Verhalten einer nicht "ideal" leitenden Oberfläche läßt sich mit einer von Null verschiedenen Oberflächenimpedanz Z beschreiben. Z hängt von den Materialeigenschaften der metallischen Wände ab und stellt die Beziehung zwischen den elektrischen und magnetischen Feldern an der Grenzfläche Metall-Vakuum her.

Wenn die Eindringtiefe der elektromagnetischen Welle klein gegen den Krümmungsradius der Oberfläche und gegen die Vakuumwellenlänge ist, kann das Feld im Leiter durch eine ebene transversale Welle approximiert werden.³⁹ Die tangentialen Feldkomponenten $\vec{E}_{II}(\vec{r},t)$ und $\vec{B}_{II}(\vec{r},t)$ an der Oberfläche sind dann durch die Beziehung

(1)
$$\vec{E}_{II} = (\vec{B}_{II} \times \vec{n}) Z/\mu_{A}$$

miteinander verknüpft, wobei n der in das Material zeigende Einheitsvektor ist.

Zusammen mit den Maxwell-Gleichungen folgt daraus für eine periodische Zeitabhängigkeit der Form B $\sim e^{i\omega t}$

(2)
$$Z = i\omega\mu_0 \int \frac{B_{\mu}(z)}{B_{\mu}(0)} dz = R + iX$$

Der Oberflächenwiderstand R beschreibt die Verluste, und die Oberflächenreaktanz X hängt mit der Eindringtiefe der Tangentialkomponente des Magnetfeldes

(3)
$$\lambda = \operatorname{Re} \int \frac{B_{\parallel}(z)}{B_{\parallel}(0)} dz$$

über die Beziehung X = $\omega \mu_{\lambda} \lambda$ zusammen.

2.2 Elektromagnetische Schwingungen in Hohlraumresonatoren⁴⁰

Die Eigenschwingungen ("Moden") eines Hohlraumresonators sind die Lösungen der Maxwell-Gleichungen zusammen mit den Randbedingen (1) an der Oberfläche. Da der Betrag der Oberflächenimpedanz von normalen Metallen etwa um einen Faktor 10^4 kleiner ist als die Impedanz des Vakuums, ist E_u an der Oberfläche klein gegen B_u und man verwendet die genäherten Randbedingungen

(4)
$$E_{II} = 0$$
 $B_{\perp} = 0$

Die Lösungen der Maxwellgleichungen sind dann ungedämpfte Schwingungen mit reellen Eigenfrequenzen ω_0 . Die mittlere im Resonator gespeicherte Energie ist

(5)
$$W = \frac{1}{2\mu_0} JB^2(t)dV + \frac{\varepsilon_0}{2} JE^2(t)dV = \frac{1}{2\mu_0} JB^2dV,$$

wobei für $t = t_0$ gilt: $B(t_0) = B$ und $E(t_0) = 0$.

Der Einfluß einer endlichen Oberflächenimpedanz führt zu einer Verschiebung der Resonanzfrequenz. In niedrigster Näherung in Z erhält man

(6)
$$\frac{\omega - \omega}{\omega_0} o = \frac{i}{2\omega_0 \mu_0} \cdot \frac{\oint Z B_u^2 dA}{\int B^2 dV}.$$

Wenn der Materialparameter Z ortsunabhängig ist, erhält man aus (6)

(7)
$$\frac{\Delta\omega}{\omega_0} = i \frac{Z}{2G}, \quad G = \omega_0 \mu_0 \frac{JB^2 dV}{\mathscr{I}B_u^2 dA}.$$

Der Geometriefaktor G hängt nur von der Geometrie des Hohlraumresonators sowie dem jeweiligen Mode ab.

Für einen endlichen Oberflächenwiderstand R wird $\Delta \omega$ komplex. Die Eigenschwingungen sind dann nicht mehr ungedämpft, und die im Resonator gespeicherte Energie W « B² « e^{2iwt} klingt mit der Zeitkonstanten τ ab

(8)
$$W(t) = W(0) \cdot e^{-t/\tau}$$
.

für τ erhält man aus (7)

(9)
$$\tau = {}^{G}/\omega_{o}R = {}^{Q}o/\omega_{o}.$$

Die unbelastete Güte $Q_0 = G/R$ des Resonators ist nach (6) und (7) gegeben durch

(10)
$$Q_o = \frac{2\omega_o W}{R/H^2 dA} = \frac{\omega_o W}{P_{abs}}.$$

P_{abs} ist die in den Resonatorwänden absorbierte Leistung. Die Felder im Resonator und insbesondere das maximale magnetische Feld B_{max} an der Resonatoroberfläche lassen sich nach (7) und (10) darstellen in der Form

(11)
$$B_{\text{max}} = C_{\text{B}} \sqrt{P_{\text{abs}}/R}.$$

Für einfache Geometrien lassen sich für die Resonanzfrequenzen ω_0 und die Geometriefaktoren G der verschiedenen Moden geschlossene Ausdrücke angeben. Für kreiszylindrische Resonatoren, wie sie in dieser Arbeit verwendet werden, sind diese Beziehungen z.B. in ⁴¹ gegeben. Die Proportionalitätsfaktoren C_B aus (11) sind für diese Geometrie in ⁴² angegeben.

2.3 Theorie der Messungen⁴³

Der Oberflächenwiderstand eines Leiters kann nach den Gleichungen (9) und (10) experimentell bestimmt werden, wenn man die Eigenschaften eines Resonators mißt, der aus diesem Material hergestellt ist. Man mißt jedoch nicht die ideale unbelastete Güte Q_0 , sondern der Resonator ist an die Meßapparatur angekoppelt. Diese Ankopplung bewirkt eine Bedämpfung des Resonators; die gemessene Zeitkonstante τ_{\perp} stimmt nicht mehr mit der idealen aus Gleichung (9) überein, da zusätzlich zu der in den Resonatorwänden absorbierten Leistung P_{abs} Verluste durch die in die Koppelleitung abgestrahlte Leistung P_{p} auftreten.

Analog zu Gleichung (10) definiert man die Koppelgüte Q_a , die die abgestrahlte Leistung beschreibt, und die belastete Güte Q_L , die den Gesamtverlusten entspricht und daher unmittelbar aus der Abklingzeit bestimmt werden kann

(12)
$$Q_{L} = \omega_{0}\tau_{L}$$
.

Für den Zusammenhang der Güten erhält man

(13)
$$\frac{1}{Q_L} = \frac{P_{abs}^{+P}e}{\omega_o W} = \frac{1}{Q_o} + \frac{1}{Q_a} = \frac{1}{Q_o}(1+\beta),$$

wobei der Koppelfaktor ß gegeben ist durch

(14)
$$\beta = \frac{P_e}{P_{abs}} = \frac{Q_o}{Q_a}.$$

Wegen R = $G/Q_0 = G/(1+\beta)Q_L$ benötigt man zur Bestimmung des Oberflächenwiderstandes neben der Zeitkonstanten τ_L auch den Koppelfaktor β . Dieser kann aus dem Verhältnis der vom Generator eingestrahlten Leistung P_0 , der im eingeschwungenen Zustand reflektierten Leistung P_r und der unmittelbar nach Abschalten des Generators emittierten Leistung P_e erfolgen. Für Koppelfaktoren $\beta < 1$ ($\beta > 1$) gelten dafür die folgenden Beziehungen

(15)
$$\beta = \frac{1-k}{1+k}$$
 ($\beta = \frac{1+k}{1-k}$) mit $k = \sqrt{P_r/P_o}$

(16)
$$\beta = \frac{k}{k+2}$$
 ($\beta = \frac{k}{k-2}$) mit $k = \sqrt{P_e/P_r}$

und

(17)
$$\beta = \frac{k}{2-k}$$
 mit $k = \sqrt{P_e/P_o}$

Die letzte Beziehung gilt unabhängig von der Größe der Koppelfaktoren.

2.4 Die Oberflächenimpedanz von Supraleitern in der Meissnerphase

Die Meissnerphase eines Supraleiters ist durch einen fast vollständigen Diamagnetismus gekennzeichnet. Wegen der endlichen Dichte der Ladungsträger dringt ein äußeres Feld jedoch ungefähr exponentiell

(18)
$$H(z) = H_0 e^{-Z/\lambda}L$$

in den Supraleiter ein. Dabei ist

(19)
$$\lambda_{L} = \sqrt{m/\mu_{o} n_{s} e^{2}}$$

die London-Eindringtiefe, die von der effektiven Masse m und der Dichte n_s der supraleitenden Ladungsträger abhängt.

Im Gegensatz zum Gleichstromwiderstand ist der Wechselstromwiderstand eines Supraleiters für T > O von Null verschieden, da das Wechselfeld Übergänge zwischen benachbarten Energieniveaus hervorrufen kann, die zu einer Absorption führen.

Ein qualitatives Verständnis des supraleitenden Oberflächenwiderstandes erlaubt das Londonsche Zweiflüssigkeitenmodell.¹ Nach diesem Modell existieren im Supraleiter normalleitende und supraleitende Ladungsträger, deren Dichten n_n und n_s von der Temperatur abhängen. Die supraleitende Komponente trägt verlustlose Ströme, die das Magnetfeld abschirmen. Die normalleitenden Ladungsträger absorbieren Energie wie im normalleitenden Zustand. Dieses Zweiflüssigkeitenmodell beschreibt zwar die Frequenz- und Temperaturabhängigheit des Oberflächenwiderstandes im wesentlichen richtig, kann aber die detaillierten Abhängigkeiten von den Materialparametern nicht erklären.

Eine Klärung dieser Fragen brachten erst die BCS-Theorie¹⁶ und die darauf aufbauenden Theorien der Oberflächenimpedanz von Supraleitern.^{18,19} Ausführlich wurde die BCS-Oberflächenimpedanz von Halbritter⁴⁴ in Abhängigkeit von den Parametern Temperatur T, Frequenz f, reduzierter Energielücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$, London-Eindringtiefe $\lambda_{\rm L}$, Kohärenzlänge $\xi_{\rm F}$ und mittlerer freier Weglänge ℓ untersucht.

- 8 -

Der wesentlichste Beitrag zum Absolutwert von R stammt von der freien Weglänge ℓ . Für $\ell \simeq \xi_0 = (2/\pi)\xi_F$ erreicht der Oberflächenwiderstand sein Minimum und nimmt sowohl für kürzere als auch für längere ℓ beträchtlich zu (vgl. Abb. 19, S. 46).

Die Abhängigkeit des BCS-Oberflächenwiderstandes von Temperatur, Frequenz und Energielücke läßt sich für $\hbar\omega < \Delta/10$ und $2.5 \le T_c/T_s \le 5$ recht gut durch

(20)
$$R \propto \omega^{\alpha} \cdot \exp(\frac{-A(f)}{kT})$$

beschreiben. Der Faktor A(f) im Exponenten läßt sich schreiben als

(21)
$$A(f) = a(f,\Delta) \cdot \Delta(0)$$
.

 $a(f,\Delta)$ ist schwach von der Frequenz und der Energielücke abhängig. Für $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C} = 1.85$ steigt a von <0.90 bei 100 MHz auf >0.95 bei 18 GHz an. Dies bedeutet, daß bei konstanter Energielücke der Verbesserungsfaktor R(4.2 K)/R(1.8 K) mit der Frequenz ansteigt.

Die gesamte Frequenzabhängigkeit des BCS-Oberflächenwiderstandes bei 4.2 K (einschließlich der kleinen Änderung von A(f)) wird bei etwa 100 MHz durch R \propto f^{1.80} beschrieben und nimmt mit steigender Frequenz ab. In dem hier untersuchten Frequenzbereich von 12 – 18 GHz gilt eine mittlere Frequenzabhängigkeit R_{BCS} \propto f^{1.63}.

3. EXPERIMENTELLES

3.1 Aufbau der Resonatoren

3.1.1 Die Wahl der Resonatorgeometrie

Da die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes untersucht werden sollte, mußte eine Resonatorgeometrie gewählt werden, die in dem Frequenzbereich von 12 – 18 GHz eine Anregung möglichst vieler Moden erlaubt. Dies erreicht man durch die Wahl eines sogenannten Obermode-Resonators, bei dem die Eigenfrequenz des niedrigsten anregbaren Modes deutlich unter dem zu untersuchenden Frequenzbereich liegt.

Andererseits zeigt die Erfahrung,⁴⁵ daß durch Fertigungstoleranzen und durch Materialschrumpfung beim Schweißen Frequenzverschiebungen auftreten, die bei zu dicht nebeneinander liegenden Eigenfrequenzen eine Identifizierung der Moden unmöglich machen und wegen der verschiedenen Geometriefaktoren eine Interpretation der Meßergebnisse verhindern.

Als Kompromiß wurde ein kreiszylindrischer Resonator gewählt, dessen Durchmesser und Länge jeweils 34 mm betragen. Eine Zusammenstellung aller Moden, die mit der verwendeten Kopplung (s. 3.1.2) im Frequenzbereich von 12 – 18 GHz angeregt werden konnten, ist in Tabelle 1 gegeben. Neben der Resonanzfrequenz f_o sind der Geometriefaktor G und die Proportionalitätsfaktoren C_B^M und C_B^E zwischen Resonatorverlustleistung, Oberflächenwiderstand und maximaler magnetischer Feldstärke auf der Mantelfläche (M) und den Endplatten (E) aufgeführt (vgl. Gl. (11)). Die Faktoren C_B sind gegeben in mT bei 1 W Verlustleistung und 1 µ Ω Oberflächenwiderstand.

3.1.2 Die Konstruktion der Resonatoren

Für alle im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Resonatoren wurde eine feste Hohlleiterkopplung benutzt. Eine variable Kopplung wäre zwar wünschenswert gewesen, erwies sich aber als unpraktikabel, da an demselben Resonator Messungen sollten. gesamten Frequenzbereich durchgeführt werden Bei den hier im verwendeten hohen Frequenzen ist es praktisch unmöglich, einen koaxialen Hochfrequenzaufbau breitbandig auf geringe Reflexionen abzugleichen. Daher konnte die bei S-Band-Messungen bewährte Kopplungskonstruktion²⁵ nicht übernommen werden. Da eine breitbandige variable Hohlleiterkopplung nicht realisierbar erschien, wurde ein Schema mit festen Koppellöchern gewählt, die so plaziert wurden, daß möglichst viele Moden anregbar sind.

-	1	1	-
---	---	---	---

Mode	f _o /GHz	G/Ω	c ^M B	c ^E B
TE 212	12.31	472	41.1	31.3
TE 311	12.60	414	55.3	15.8
TE 113	14.21	672	21.5	47.2
TM 210	14.42	645	0	36.1
TE 312	14.73	485	47.2	27.0
TM 013	14.86	499	0	33.0
TM 211	15.09	506	0	44.2
TM 020	15.49	694	0	41.1
TE 213	15.77	605	32.1	36.6
TM 021	16.12	541	0	50.4
TM 212	16.91	567	0	44.2
TE 412	17.35	505	50.8	23.7
TE 122	17.38	1125	50.8	43.3
TE 313	17.73	583	39.2	33.7
TM 022	17.84	599	<u></u> 0	50.4
TM 310	17.92	800	0	37.9

<u>Tabelle 1:</u> Zusammenstellung der anregbaren Moden für den Resonatortyp mit D = L = 34 mm. Die Faktoren C_B^M und C_B^E geben die maximale Feldstärke auf dem Resonatormantel (M) und den Endflächen (E) in mT bei 1 W Verlustleistung und 1 $\mu\Omega$ Oberflächenwiderstand an. Die Dimension von C_B ist $\mu\Omega s/m^2$.

Um zu verhindern, daß durch die Koppellöcher Staubteilchen in den Resonator fallen und zu erhöhten Restverlusten führen, wurde der Resonator mit einer sogenannten Überkopfkopplung versehen, bei der die Hohlleiter über zwei 180°-Krümmer von unten an den Resonator herangeführt werden. Aus fertigungstechnischen Gründen lag damit die Kopplung an einer Stirnseite fest, wobei die Hohlleiter für Ein- und Auskopplung mit ihren Breitseiten nebeneinander liegen. Als günstigste Lage für die Koppellöcher ergab sich bei dieser Geometrie ein Abstand von 8 mm von der Mittelachse des Resonators, d.h. ungefähr auf dem halben Radius. Eine schematische Darstellung der Resonatoren zeigt Abb. 2.



Abb. 2: Schematische Darstellung des 34 mm-Resonators mit Strahlrohr. Maße in mm.

Als Durchmesser für die Koppellöcher wurden 1.6 mm für die Einkopplung und 1.0 mm für die Auskopplung gewählt. Die Wandstärke beträgt 1.0 mm. Damit ergeben sich bei niedrigen Restwiderständen Koppelfaktoren $\beta_{\rm E} < 1$ auf der Einkoppelseite und $\beta_{\rm A} < 0.01$ auf der Auskoppelseite.

Bei geflanschten Resonatoren treten durch Ströme über die Flanschebene erhebliche zusätzliche Verluste auf; daher wurden ausschließlich geschweißte Resonatoren verwendet. Um chemische Behandlungen nach dem Zusammenschweißen zu erleichtern, wurden zwei Resonatoren mit "Strahlrohren" versehen. Da die Strahlrohre ebenfalls aus Niob sind und da wegen des geringen Durchmessers von d = 4 mm die Dämpfung sehr hoch ist, sind die zusätzlichen Verluste vernachlässigbar.

3.1.3 Herstellung und Oberflächenbehandlung der Resonatoren

Die Resonatoren bestehen aus zwei Teilstücken, die in ihren inneren Abmessungen identisch sind. Die Teile werden aus massivem, feinkristallinen Niob hoher Reinheit (≃ 99.9 %) hergestellt. Typische Analysen des Herstellers (Wah Chang) enthalten 300 ppm Tantal und 300 ppm sonstige metallische Verunreinigungen.

Nach dem Vordrehen wurden die Resonatorteile bei 1200 °C spannungsfrei geglüht und dann endbearbeitet. Bei den ersten beiden Resonatoren (je einer mit und ohne Strahlrohre) wurden die Rechteckhohlleiter im Koppelteil bis in den Innenraum durchgestoßen und dann durch elektronenstrahlverschweißte Plättchen wieder verschlossen, die nach dem Einschweißen überdreht werden mußten. Dabei ergaben sich Probleme an den Ecken der Plättchen durch Einbrennflecke vom Schweißen oder durch nicht ausreichende Schweißtiefe. Deshalb wurden die Hohlleiterkamine der nächsten Resonatoren durch Funkenerosion hergestellt. Nach Vorversuchen ergab sich, daß die besten Ergebnisse erzielt werden, wenn nach einer Groberosion mit Kohleelektroden die Endbearbeitung mit einer Kupferelektrode durchgeführt wird.

Nachdem die Resonatoren mechanisch fertig bearbeitet waren, wurden sie nach dem üblichen Verfahren⁴⁶ elektropoliert. Anschließend wurden die Schweißlippen angedreht und die Resonatorhälften miteinander verschweißt. Als Schweißverfahren wurde sowohl Schutzgas- als auch Elektronenstrahlschweißen verwendet. Von den Hochfrequenzergebnissen her konnte kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden Schweißverfahren festgestellt werden.

Um die durch das relativ schlechte Vakuum ($p \approx 10^{-4}$ mbar) in der Schweißkammer hervorgerufenen Oberflächenverunreinigungen zu entfernen, wurden die Resonatoren nach dem Schweißen chemisch poliert. Die Politur wurde mit einer 1:1:1-Lösung aus konzentrierter Flußsäure (48 %), Salpetersäure (65 %) und Phosphorsäure (85 %) durchgeführt. Es erwies sich als ausreichend, diese gepufferte Lösung auf ca. 8 °C abzukühlen, um die Reaktionsgeschwindigkeit soweit herabzusetzen, daß eine kontrollierte Materialabtragung möglich wurde.

Bei den Resonatoren mit Strahlrohren wurde die Polierlösung durch das Strahlrohr im Koppelteil eingefüllt, bis die Säure durch die Koppellöcher in die Hohlleiterkamine austrat. Die Aufweitung der Koppellöcher durch den Poliervorgang wurde berücksichtigt, indem bei der mechanischen Fertigung entsprechend kleinere Durchmesser gewählt wurden. Die Resonatoren ohne Strahlrohr wurden mit dem in 47 beschriebenen Verfahren chemische poliert, wobei die Säure über dünne Teflonschläuche durch die Koppellöcher zugeführt und abgesaugt wird. Wegen der geringen Durchmesser dauert dieser Vorgang so lange, daß die Resonatoren zusätzlich in Eiswasser gekühlt werden mußten, um zu verhindern, daß im unteren Teil des Resonators wesentlich mehr Material abgetragen wird als im oberen.

3.1.4 Ein dünnwandiger Resonator

Bei Messungen an den Resonatoren des oben beschriebenen Typs stellte sich heraus, daß teilweise die erreichbaren Güten und Feldstärken thermisch begrenzt waren. Dies war insbesondere der Fall bei Moden, die in der schlecht gekühlten Koppelgegend hohe Feldstärken aufwiesen. Daher wurde noch ein weiterer Resonatortyp konstruiert. bei dem auf gute Kühlbedingungen für die Resonatoroberfläche besonderer Wert gelegt wurde. Zum einen wurde die Wandstärke erheblich reduziert, zum anderen sollten Ein- und Auskopplung räumlich weiter getrennt werden, um die Wärmeleitungswege von der nicht direkt kühlbaren Gegend um die Koppellöcher zum flüssigen Helium zu verkürzen. Da der Resonator außerdem in geflanschter Bauweise ausgeführt werden sollte, um bessere Kontrolle über die Oberflächenpräparation zu haben, mußten Moden der Art ^{TE}_{Opp} gewählt werden, bei denen keine Ströme über die Verbindung von Zylindermantel und Endplatten fließen.

Um den ganzen Frequenzbereich von 12 - 18 GHz abzudecken, wurden die Moden TE_{O1p} , p = 2,3,4 ausgewählt. Daraus ergaben sich Durchmesser D und Länge L des Resonators zu D = L = 39.5 mm. Die maximalen magnetischen Felder fallen bei diesen Moden auf die Endplatten, daher wurden die Kopplungen auf den Zylindermantel gelegt. Die Koppellöcher wurden bei z = 5/12 L plaziert, wo alle drei Moden nur ca. 40 % ihres Maximalfeldes erreichen. Dieser Resonator ist in Abb. 3 schematisch dargestellt. Die Wandstärken betragen 1 mm für den Zylindermantel und 0.6 mm für die Endplatten. Die Bearbeitung des Resonators verlief genauso wie bei den dickwandigen Resonatoren.

Bei den Messungen stellte sich heraus, daß durch Feldverzerrungen auch in den TE_{01p}-Moden Ströme über die Flanschverbindung zwischen Zylindermantel Endplatten und flossen und zu erheblichen Zusatzverlusten führten. Daher wurden die Flansche abgetrennt und der Resonator zugeschweißt. In Abb. 3 ist bereits die geänderte Version dargestellt.

In dem verschweißten Resonator konnten nun auch Moden gemessen werden, bei denen Ströme zwischen Endplatte und Zylindermantel fließen. Wegen der Modefalle an der oberen Endplatte, die zur Trennung der TE_{01p}und der TM_{11p}-Moden eingebaut worden war, haben jedoch Moden, die in den Ecken hohe Feldstärken aufweisen,



<u>Abb. 3:</u> Schematische Darstellung des dünnwandigen Resonators. Maße in mm.

erhebliche zusätzliche Verluste bzw. einen niedrigeren Geometriefaktor. Eine Zusammenstellung der Moden, deren Geometriefaktor nur unwesentlich beeinflußt ist, ist in Tabelle 2 gegeben. Die Definition der C_B-Konstanten ist dieselbe wie bei den 34 mm-Resonatoren in Tabelle 1.

Mode	f _o /GHz	G/Ω	с <mark>М</mark>	c ^E B
TE 012	11.98	934	27.8	32.8
TE 121	13.44	1011	48.7	20.7
TE 013	14.68	1145	22.7	40.2
TE 122	14.96	1125	43.7	37.3
TE 221	16.65	1183	49.4	13.3
TE 123	.17.20	1294	38.0	48.6
TE 021	17.38	1355	35.0	15.2
TE 014	17.79	1387	18.7	44.2

<u>Tabelle 2</u>: Zusammenstellung der auswertbaren Moden für den dünnwandigen Resonator mit D = L = 39.5 mm. Die Faktoren C_B^M und C_B^E geben die maximale Feldstärke auf dem Resonatormantel (M) und den Endflächen (E) in mT bei 1 W Verlustleistung und 1 µ Ω Oberflächenwiderstand an. Die Dimension von C_B ist µ Ω s/m².

3.2 Der Hochfrequenzaufbau

Bei Güten $Q_0 \approx 10^{10}$ (G $\approx 10^3 \Omega$, $R_{res} \approx 10^{-7} \Omega$) beträgt die Bandbreite der Resonatoren nur ungefähr 1 Hz. Eine so hohe Frequenzstabilität kann nur erreicht werden, wenn der Resonator als frequenzbestimmendes Glied in einer Regelschleife dient. Ausgenutzt wird dabei, daß in Resonanznähe die Relativphase zwischen der Hochfrequenzschwingung im Resonator und der vorlaufenden Welle sehr stark von der Frequenz abhängt. Um auch bei kleinen Koppelfaktoren noch ausreichende Regeleigenschaften zu haben, wird der Resonator in Transmission betrieben. Der Phasenvergleich wird dann zwischen vorlaufender und transmittierter Welle durchgeführt.

Die Einzelheiten der Regelung und des Hochfrequenzaufbaus sind in Abb. 4 dargestellt. Ein kontinuierlich durchstimmbarer Gunn-Effekt-Oszillator liefert das Hochfrequenzsignal, dessen Amplitude mit dem ersten PIN-Dioden-Abschwächer geregelt wird. Über einen weiteren PIN-Dioden-Abschwächer kann das Signal rechteckmoduliert werden, um Messungen nach der Dekrementmethode (s. Abschnitt 3.4) durchzuführen. Mit dem Stufenabschwächer D₁ wird eine Grobeinstellung der



Abb. 4: Blockschaltbild des Hochfrequenzmeßplatzes. Die in Hohlleitertechnik aufgebauten Teile des Leistungsweges sind durch dickere Linien gekennzeichnet. Der gestrichelt eingerahmte Bereich umfaßt die Frequenzregelung.

vorlaufenden Leistung durchgeführt, die Feineinstellung erfolgt über die Amplitudenregelung. Die nötige Hf-Leistung wird mit einem Wanderwellenverstärker (TWTA) mit einer maximalen Ausgangsleistung von 20 W erzeugt.

Der Leistungspfad ist wegen der geringeren Dämpfung und der höheren Meßgenauigkeit durch geringere Reflexionen in Hohlleitertechnik aufgebaut (in der Abb. durch einen breiteren Strich gekennzeichnet). Über Richtkoppler wird die vorlaufende Leistung gemessen und das reflektierte Signal zur Koppelfaktorbestimmung beobachtet.

Das transmittierte Signal ist in der Regel so schwach, daß ein weiterer Verstärker notwendig ist, um ausreichende Pegel für die Messung der Abklingzeitkonstanten und für den Betrieb der Frequenzregelung zur Verfügung zu haben. Mit den Abschwächern D_2 und D_4 werden das reflektierte und transmittierte Signal soweit abgeschwächt, daß die Pegel den Linearitätsbereich der Detektordioden nicht übersteigen und somit die Messungen von Koppelfaktor und Abklingzeit nicht verfälscht werden. Mit dem Abschwächer D_3 kann bei Moden mit hohem Koppelfaktor das Eingangssignal des zweiten Verstärkers reduziert werden, um zu verhindern, daß der Verstärker in einem Bereich betrieben wird, wo der Verstärkungsfaktor mit zunehmender Eingangsleistung abnimmt. Dies würde nämlich dazu führen, daß zu lange Abklingzeiten gemessen würden.

Die Frequenzregelschaltung ist in dem Blockschaltbild gestrichelt eingerahmt. Der Phasenvergleich zwischen der vorlaufenden und der transmittierten Welle wird mit einem "Double Balanced Mixer" durchgeführt, der bei korrekter Einstellung des Phasenschiebers ein Regelsignal erzeugt, das den Generator bei Frequenzabweichungen wieder auf die Eigenfrequenz des Resonators zurückführt. Die tatsächliche Realisierung des Phasenvergleichs arbeitet bei einer Zwischenfrequenz von 30 MHz, um durch schmalbandige Verstärkung das Signal-Rausch-Verhältnis des Regelsignals zu verbessern.

3.3 Der kryotechnische Aufbau

Der Meßaufbau ist schematisch in Abb. 5 dargestellt. Die beiden Edelstahlhohleiter für die Ein- und Auskopplung dienen gleichzeitig als Aufhängung des Resonators. Außerdem wird der Resonator durch die Hohlleiter evakuiert, welche dazu in dem Zwischenstück außerhalb des Kryostaten mit Schlitzen versehen sind. Ein Übersprechen zwischen Ein- und Auskopplung wurde durch eine Trennwand und einige Lagen Kupfergeflecht verhindert. Die Abdichtung der Hohlleiter zur Atmosphäre geschieht durch vakuumdichte Mikrowellenfenster. Um eine Verformung der dünnwandigen Hohlleiter beim Evakuieren zu verhindern, sind diese mit Versteifungsstreben versehen.



Abb. 5: Darstellung des Kryostataufbaus.

Nach dem Einbau eines Resonators wird der Aufbau zunächst mit einer Turbomolekularpumpe evakuiert. Anschließend wird nur noch mit einer Ionengetterpumpe weitergepumpt, die fest an den Aufbau angeflanscht und ständig in Betrieb ist. Da der Resonator nur über die beiden sehr kleinen Koppellöcher evakuiert werden kann, dauert es sehr lange, bis ein genügend gutes Vakuum erreicht ist. Optimale Hochfrequenzergebnisse wurden in der Regel erst nach 3 Tagen Pumpzeit erreicht, in Ausnahmefällen verbesserten sich die Ergebnisse auch nach über einer Woche noch.

Anstelle des in der Abbildung gezeigten 34 mm-Resonators mit Überkopfkopplung kann auch der dünnwandige Resonator an den Aufbau angeflanscht werden. Dazu wird die Resonatorträgerplatte mit den 180°-Hohlleiterkrümmern entfernt und der andere Resonator in horizontaler Lage mit zwei 90°-Krümmern zwischen den beiden Hohlleitern montiert. Bei beiden Resonatortypen wird das Erdmagnetfeld durch eine Kryoperm-Abschirmung sehr stark reduziert, um Zusatzverluste durch eingefrorenen magnetischen Fluß zu vermeiden. Zur Verringerung der Temperatur kann das Helium über dem Resonator abgepumt werden. Die tiefste Temperatur, die mit dem hier verwendeten Kryostaten und typischen Hochfrequenzverlustleistungen von insgesamt ca. 0.5 W erreicht werden kann, beträgt ca. 1.4 K. Die Temperatur wird über einen geeichten Germaniumwiderstand gemessen.

3.4 Die Durchführung der Experimente

3.4.1 Die Präparation der Resonatoren

Nach der in Abschnitt 3.1 beschriebenen Oberflächenbehandlung (Elektropolieren und nach dem Zusammenschweißen der Resonatorteile chemisch polieren) zeigten die ersten sehr Resonatoren schlechte Hochfrequenzeigenschaften mit Restwiderständen von ca. 10 $\mu\Omega$. Daher wurden dann alle Resonatoren nach dem Schweißen und Polieren 2 Stunden bei 1850 °C im Ultrahochvakuum ausgeheizt. Damit wurden dann gute Hochfrequenzergebnisse erzielt. Es stellte sich jedoch heraus, daß nach jedem Belüften des Resonators eine erneute Oberflächenpräparation nötig war, selbst dann wenn nur während der Montage ein Leck auftrat und sofort beseitigt werden konnte. Offensichtlich gelangen beim Belüften feinste Schmutzpartikel, die aus den Hohlleitern nicht vollständig entfernt werden können, in den Resonator und führen zu erhöhten Restverlusten.

Ebenso erwies es sich als notwendig, die Resonatoren nach chemischen Behandlungen im UHV auszuglühen. Vermutlich bleiben wegen der kleinen Öffnungen im Resonator auch nach oftmaligem Spülen Chemikalienreste zurück, die die Oberfläche negativ beeinflussen.

Nach diesen Erfahrungen wurde folgendes Standardverfahren für die Präparation der Resonatoren gewählt: Der Resonator wird kurz in der 1:1:1-Lösung aus konzentrierter Fluß-, Salpeter- und Phosphorsäure chemisch poliert. Dabei werden 1 – 2 μ m Material von der Oberfläche abgetragen. Dann folgt ein UHV-Ausheizzyklus von 2 h bei 1850 °C. Danach wird der Resonator möglichst schnell eingebaut und evakuiert. Wenn der Druck in der im Warmen angebrachten Ionengetterpumpe 1 10⁻⁷ mbar erreicht hat – nach ca. 3 Tagen – wird der Resonator zum ersten Mal auf Heliumtemperatur abgekühlt. Da die dünnwandigen Edelstahlhohlleiter eher kalt werden als der Resonator, kondensieren die Restgase an den Hohlleiterwänden und können nicht in den Resonator gelangen.

Von diesem Verfahren wurde nur bei Messungen an anodisierten Resonatoren abgewichen. Beim Anodisieren wird der Resonator mit Hilfe einer durch das Strahlrohr eingebrachten Kathode in einer 12.5 %igen Ammoniaklösung elektrochemisch oxydiert. Es bildet sich dabei eine Schicht von amorphem Nb₂O₅, deren Dicke von der angelegten Spannung abhängt (1 V = 2 nm). Bis zum Erreichen der Endspannung wurde mit einer konstanten Stromdichte von ca. 0.5 mA/cm² gearbeitet; anschließend wurde bei dieser Spannung so lange weiter anodisiert, bis der Strom auf ein Drittel abgesunken war. Dieser Vorgang wurde zweimal als sogenanntes Oxypolieren durchgeführt, wobei die Nb₂O₅-Schicht in Flußsäure wieder abgelöst wird. Danach wurde der Resonator dann endgültig anodisiert, mit destilliertem Wasser und Aceton bzw. Methanol gründlich gespült und anschließend naß, d.h. bevor das Lösungsmittel verdunstet ist, eingebaut.

Obwohl bei den anodisierten Resonatoren auf das Ausheizen verzichtet werden mußte, wurden recht gute Hochfrequenzergebnisse erzielt. Es ist jedoch darauf hingewiesen worden,⁴⁸ daß Resonatoroberflächen durch anodische Oxydschichten sehr gut konserviert werden. Außerdem sind die verwendeten Chemikalien weniger aggressiv als die Polierlösung, die bei der anderen Präparationsart verwendet wird.

3.4.2 Meßgrößen und Auswertemethoden

Wie in Abschnitt 2.3 diskutiert, kann man aus der Messung des Koppelfaktors und der Abklingzeit der im Resonator gespeicherten Energie nach Abschalten des Generators den Oberflächenwiderstand des Resonatormaterials bestimmen. Diese Meßmethode setzt jedoch voraus, daß der Oberflächenwiderstand konstant, d.h. unabhängig von der Feldstärke ist. Dies war in der Regel zumindest bei kleinen und mittleren Feldstärken der Fall, wie ein Vergleich der Abklingzeiten auf die Hälfte und ein Viertel zeigte.

Zur Bestimmung des Koppelfaktors benötigt man die vorlaufende Leistung P_o , die reflektierte Leistung P_r und die unmittelbar nach Abschalten des Generators emittierte Leistung P_e . Da in den Koppelfaktor nur das Verhältnis dieser Größen eingeht (Gln. (15) bis (17)), genügt eine Relativbestimmung dieser drei Leistungspegel. Diese wird durch eine Betrachtung des reflektierten Signals erreicht. Nach dem Einschalten des Generators wird zunächst die volle angebotene Leistung P_o reflektiert, nach dem Fangen der Regelung und dem Einschwingen des Resonators erhält man die reflektierte Leistung P_r , und nach dem Abschalten des Generators entspricht das Signal der emittierten Leistung P_e . Durch dieses Verfahren braucht die Leitungsdämpfung bei der Bestimmung der Koppelfaktoren nicht berücksichtigt zu werden.

Da auch die Messung der Abklingzeit eine Relativmessung ist, können alle Hochfrequenzsignale, die für die Bestimmung von Q_0 benötigt werden, durch

Abschwächer jeweils soweit reduziert werden, daß der Meßverstärker und die Detektordioden im leistungslinearen Bereich betrieben werden können. Damit entfallen Umrechnungen der gemessenen Spannungen in Leistungspegel.

Die Bestimmung des Koppelfaktors β ist mit größeren Fehlern behaftet als die der Abklingzeit. Zum einen kann das reflektierte Signalbild durch Reflexionen auf der Leitung verfälscht werden, zum andern ist es durch Probleme mit der Frequenzregelung bei bestimmten Moden sehr schwierig, den Resonator exakt in Resonanz zu betreiben. Da jedoch mehrere Relationen für die Bestimmung von β zur Verfügung stehen, können inkonsistente β -Werte relativ leicht erkannt werden. Die verbleibenden Fehler wirken sich nur wenig auf die Auswertung der Meßergebnisse aus: Bei 4.2 K beträgt β im allgemeinen nur einige Prozent, so daß wegen $Q_0 = (1 + \beta)Q_L$ Fehler von β in die Bestimmung von Q_0 kaum eingehen.

Bei der Messung der Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes werden dagegen bei tiefen Temperaturen β -Werte von ungefähr 1 erreicht. Um die Auswirkungen der Fehler von β trotzdem klein zu halten, wird bei einigen Temperaturen der Koppelfaktor und daraus nach den Gleichungen (13) und (14) die Koppelgüte Q_a bestimmt. Da bei der hier verwendeten festen Lochkopplung Q_a temperaturunabhängig ist, werden dann die gemessenen belasteten Güten Q_L (G1. (12)) mit einer gemittelten Koppelgüte nach der Formel

(22)
$$Q_0 = \frac{Q_L}{1 - Q_L/Q_a},$$

die sich aus (13) und (14) ergibt, auf unbelastete Güten Q_o zurückgerechnet. Zerlegt man nun die Q_o in einen supraleitenden Anteil Q_s und den Restwiderstandsanteil Q_{res}, der wie Q_a temperaturunabhängig ist

(23)
$$\frac{1}{Q_0} = \frac{1}{Q_s} + \frac{1}{Q_{res}},$$

so erhält man mit (22)

(24)
$$\frac{1}{Q_s} = \frac{1}{Q_o} - \frac{1}{Q_{res}} = \frac{1}{Q_L} - (\frac{1}{Q_a} + \frac{1}{Q_{res}}).$$

Ein Fehler in der Koppelfaktorbestimmung und damit in Q_a wirkt sich also nur auf den Restwiderstand aus, der supraleitende Anteil, insbesondere also $\Delta(0)/k_BT_c$, bleibt davon unberührt.

4. E R G E B N I S S E

Bei den Messungen an den verschiedenen Resonatoren traten Ergebnisse auf, die sich charakteristisch und reproduzierbar in Abhängigkeit von der vorausgegangenen Oberflächenbehandlung unterschieden. Dieser Einfluß zeigte sich sowohl in der Frequenzabhängigkeit bei 4.2 K als auch in der Temperaturabhängigkeit, aus der sich reduzierte Energielücken $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C}$ im Bereich von 1.70 bis 1.92 ergaben. Die Restwiderstände zeigten bei den einzelnen Messungen sehr große Schwankungen von Mode zu Mode, was auf schlechte Stellen hindeutet; die jeweils niedrigsten Restwiderstände bei einer Messung hingen jedoch ebenso von der Präparation ab wie die Energielücke. Bei den Zusammenbruchsfeldstärken konnte eine solche Abhängigkeit nicht nachgewiesen werden. Die erreichten Maximalfelder bewegten sich im Bereich von 30 – 140 mT.

- 21 -

4.1 Die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes

Von den insgesamt 16 anregbaren Moden in den 34 mm-Resonatoren waren nicht immer alle Moden meßbar. Teilweise war die Ankopplung so schwach, daß bei 4.2 K die Güte nicht bestimmt werden konnte. Manchmal war auch bei Koppelfaktoren $\beta >> 1$ im Restwiderstandsbereich die belastete Güte so gering, daß der Restwiderstand nicht bestimmt werden konnte. Da bei einigen ungünstigen Moden Restwiderstände bis zu 2 μ Ω gemessen wurden, mußte damit gerechnet werden, daß sich ein unbekannter Restwiderstand auch bei den 4.2 K-Widerstandswerten noch auswirkt, zumal die im allgemeinen relativ schlechten TM-Moden auch die höchsten Koppelfaktoren hatten. Für die Auswertungen wurden nur solche Moden verwendet, bei denen Oberflächen- und Restwiderstand mit der üblichen Genauigkeit (vgl. Abschnitt 4.6) bestimmt werden konnten.

Nachdem die Messungen an den Resonatoren Nb 34-I und Nb 34-II, bei denen nach dem Schweißen nur chemisch poliert worden war, relativ schlechte Ergebnisse gebracht hatten, wurden an diesen Resonatoren mehrere Versuche nach jeweils zweistündigem Ausheizen bei 1850 °C durchgeführt. Durch die häufige chemische Behandlung waren die Koppellöcher recht groß geworden, so daß bei 4.2 K fast alle Moden gemessen werden konnten. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in Abb. 6 dargestellt. Der Fehlerbalken gibt den geschätzten relativen Fehler der Messungen untereinander an, der für alle Werte ca. 5 % beträgt. Die Messungen wurden bei normalsiedendem Helium durchgeführt; die mittlere Temperatur betrug wegen des Überdrucks im Helium-Rückgewinnungssystem 4.23 K.

Für den Resonator Nb 34-II ergibt eine quadratische Anpassung der Frequenzabhängigkeit R « f^{α} eine Steigung α = 1.81 ± 0.06. Bei dem Resonator Nb 34-II



<u>Abb. 6:</u> Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes bei 4.23 K für die normal behandelten Resonatoren. Die durchgezogenen Kurven sind aus R \propto f^{α} mit den angegebenen Exponenten berechnet worden. Die Messungen sind mit einem konstanten relativen Fehler behaftet, der Fehlerbalken ist also für alle Meßpunkte gleich.

ergeben sich recht unterschiedliche Werte, wenn in den Bereichen 12 - 18 GHz, 12 - 16 GHz und 14 - 18 GHz angepaßt wird. Die in Abb. 6 eingezeichnete Ausgleichskurve mit einer kontinuierlich von 1.80 auf 1.60 abnehmenden Steigung ergab sich aus einer Interpolation zwischen diesen drei Anpassungen.

Bei dem dünnwandigen Resonator Nb 39 waren nur sieben der ca. 20 anregbaren Moden für eine Auswertung der 4.2 K-Ergebnisse zu verwenden. Bei den übrigen Moden, die in den Ecken des Resonators hohe Feldstärken haben, ergaben sich wesentlich zu hohe Widerstandswerte, die auf zusätzliche Verluste in der Modefalle und dem Spalt zwischen Bodenplatte und Zylindermantel zurückzuführen sind. Die Anpassung der Frequenzabhängigkeit ergab für diese Moden R \approx f^{1.45±0.05}. Diese Frequenzabhängigkeit ist wesentlich flacher als bei den 34 mm-Resonatoren. Die Behandlung der Resonatoren war jedoch fast identisch, unterschiedlich war nur die Zeit, die zwischen dem Ausbau des Resonators aus dem UHV-Ofen und dem erneuten Evakuieren am Meßaufbau verging. Während der Umbau sonst gut 30 min. dauerte, war bei diesem Versuch schon nach 10 min. ein Druck von weniger als 10^{-4} mbar erreicht.

Um zu überprüfen, ob die Zeit, die ein Resonator der normalen Umgebungsluft ausgesetzt ist, einen Einfluß auf die Hochfrequenzergebnisse hat, wurde der

- 22 -

ţ.

Resonator Nb 34-II erneut ausgeheizt und ebenfalls sehr schnell eingebaut. Dieser Resonatortyp ist schwieriger zu montieren, so daß bis zum erneuten Evakuieren fast 15 min. verstrichen. Dieser Resonator war schon häufig neu präpariert worden, die Koppellöcher waren daher ziemlich groß. Es konnten deshalb nur noch wenige Moden mit der nötigen Genauigkeit gemessen werden. Da zusätzlich Probleme mit der Einkopplung auftraten, wurden für die Auswertung nur diejenigen Moden gewählt, bei denen nach Vertauschen von Ein- und Auskopplung dieselben Oberflächenwiderstände gemessen wurden. Für diese Moden ergab sich eine Frequenzabhängigkeit R \propto f^{1.55±0.05}. Die Messungen an den beiden schnell eingebauten Resonatoren sind in Abb. 7 dargestellt.



<u>Abb. 7:</u> Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes – wie in Abb. 6 – für die schnell eingebauten Resonatoren.

Um den Einfluß der Oxydation des Niobs auf die Hochfrequenzeigenschaften weiter zu untersuchen, wurde ein Resonator bei 90 °C in reinem Sauerstoff ca. 20 h lang oxydiert. Die Ergebnisse wichen sowohl bei der Frequenz- als auch bei der Temperaturabhängigkeit deutlich von den vorher gemessenen Eigenschaften ab. Bei einer weiteren Messung nach erneuter Präparation konnten diese Abweichungen sehr gut reproduziert werden. Da die Resonatoren insgesamt etwas schlechter waren - im Sinne möglichst hoher Güten - jedoch über die verschiedenen Moden ziemlich gleichmäßige Ergebnisse brachten, konnten fast alle Moden zur Auswertung herangezogen werden. Die Oberflächenwiderstände bei 4.23 K für diese Messungen sind in Abb. 8 dargestellt. Für die Frequenzabhängigkeit R \propto f^{α} ergaben sich $\alpha = 1.84 \pm 0.06$ und $\alpha = 1.88 \pm 0.05$.



<u>Abb. 8:</u> Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes – wie in Abb. 6 – für die bei 90 °C in reinem Sauerstoff oxydierten Resonatoren.

Der mit 20 V anodisierte Resonator zeigte bei 4.23 K Oberflächenwiderstände, die um 5 – 10 % unter den Werten für die anderen Präparationsarten lagen. Die Messungen ergaben eine Frequenzabhängigkeit R \propto f^{1.66±0.03} mit einer deutlich geringeren Streuung als z.B. bei den im Ofen oxydierten Resonatoren. Eine Auftragung der Meßergebnisse ist in Abb. 18, S. 44, mit enthalten.

4.2 Die Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes

Die starke Abhängigkeit der Hochfrequenzeigenschaften von Niob von der Art der Oberflächenpräparation trat auch bei den Messungen zur Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes zu Tage. Bei dem normal behandelten Niob, d.h. mit Resonatoren, die nach dem Ausheizen in ca. 30 min. eingebaut wurden, ergaben sich Energielücken $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C}$ von ungefähr 1.84 mit einer leichten Frequenzabhängigkeit.⁴⁹ Dieses Ergebnis ist in guter Übereinstimmung mit Messungen an Niobresonatoren bei anderen Frequenzen.²⁸ Bei den anderen Präparationen ergaben sich dagegen zum Teil erheblich andere Werte für die Energielücke.

Bei den besonders schnell eingebauten Resonatoren zeigten sich Instabilitäten derart, daß die Abklingzeit unmittelbar nach dem Abschalten des vorlaufenden Hochfrequenzsignals relativ kurz waren und dann mit abnehmender Feldstärke im Resonator sehr hohe Werte annahmen (vgl. Abschnitt 4.3). Bei beiden Resonatoren erreichte der Unterschied zwischen Hochfeld- und Niederfeldgüte einen Faktor von bis zu 10, wobei die höchsten Unterschiede bei besonders geringen Restwiderständen auftraten. Da während des Abpumpens zur Messung der Temperaturabhängigkeit Hochfeld-und Niederfeldgüten nicht immer deutlich getrennt werden konnten und auch der Niederfeldkoppelfaktor nicht genau bestimmt werden konnte, waren nur wenige R(T)-Messungen möglich.

Die Auswertung aller Temperaturabhängigkeiten erfolgte mit dem Programm RFIT (s. Anhang), das unter Verwendung des MINUIT-Programmpakets⁵ eine Chiquadrat-Minimalisierung für eine Anpassungsfunktion der Form $R_{Fit} = C \cdot R_{BCS}(\Delta,T) + R_{res}$ durchführt. Von den Messungen an den schnell eingebauten Resonatoren ist in Abb. 9 diejenige dargestellt, die die beste Anpassung ergab. Es handelt sich um



<u>Abb. 9:</u> Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes für den TM013-Mode des dünnwandigen Resonators. Die Größe der eingezeichneten Meßpunkte entspricht etwa dem relativen Fehler der Einzelmessungen. Die eingezeichneten Kurven sind berechnet worden für $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ = 1.92 und R_{res} = 6.5 n Ω .

den TM013-Mode, der in dem Resonator Nb 39 gemessen wurde. Wie in Abschnitt 3.1.4 beschrieben, hat dieser Mode einen erheblich niedrigeren Geometriefaktor als für ideale Zylindergeometrie. Daher wurden die Meßwerte so skaliert, daß der Widerstand bei 4.23 K mit der Ausgleichskurve aus Abb. 7 übereinstimmt. Als reduzierte Energielücke ergibt sich für diesen Mode $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C} = 1.92$. Bei anderen Moden wurden Werte bis zu 1.95 erreicht, allerdings bei höherem Chiquadrat.

Die bei 90 °C im Ofen oxydierten Resonatoren brachten sehr gleichmäßige Ergebnisse. Bei der ersten Messung wurden bei Restwiderständen zwischen 0.4 und 0.8 $\mu\Omega$ Energielücken im Bereich 1.704 – 1.717 ermittelt. Dabei lagen die mittleren quadratischen Fehler bei ca. 2 %. Drei dieser Messungen sind in Abb. 10 dargestellt. Eine Frequenzabhängigkeit der Δ -Werte wie bei den "normal" behandelten Resonatoren war bei dieser Meßreihe nicht feststellbar. Bei der zweiten Meßreihe mit einem heiß oxydierten Resonator bestätigten sich die Resultate der ersten Messung. Die Restwiderstände lagen auf einem etwas



Abb. 10: Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes für die TE212-, TM210- und TE122-Moden des heiß oxydierten Resonators. Die eingezeichneten Kurven sind mit den angegebenen Parametern berechnet worden.

niedrigeren Niveau, zeigten jedoch ebenfalls keine große Streuung von Mode zu Mode, und die reduzierten Energielücken ergaben geringfügig höhere Werte. Eine Messung, deren Anpassung $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.74$ und R_{res} = 0.17 µ Ω ergab, ist im Anhang (Abb. 22) graphisch dargestellt.

Der anodisierte Resonator hatte bei 4.2 K sehr gute Ergebnisse gebracht, bei tiefen Temperaturen traten jedoch Probleme auf, die genaue Messungen sehr erschwerten. Eine Aussage über die Frequenzabhängigkeit der Energielücke ist daher bei dieser Präparationsart nicht möglich, im TE311-Mode konnte jedoch eine Messung durchgeführt werden, die mit einem mittleren quadratischen Fehler von weniger als 2 % eine sehr geringe Streuung der Meßwerte um die Ausgleichskurve (Abb. 11) zeigte. Die ermittelten Werte $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C} = 1.88$ und $R_{\rm res} = 0.17 \ \mu\Omega$ können daher als sehr zuverlässig angesehen werden.



<u>Abb. 11:</u> Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes für den TE311-Mode des anodisierten Resonators. Die eingezeichneten Kurven sind mit $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C} = 1.88$ und R_{res} = 0.12 µ Ω berechnet worden.

- 28 -

Auch bei geschweißten Resonatoren erhält man noch starke Schwankungen des Restwiderstandes. Bei den hier untersuchten Resonatoren waren im allgemeinen die Unterschiede zwischen den Restwiderständen in den verschiedenen Moden bei einer Messung noch größer als die Abweichungen zwischen den verschiedenen Messungen. In Tabelle 3 sind für einige Messungen die Bandbreite der gemessenen Restwiderstände sowie ein typischer Wert \hat{R}_{res} aufgeführt, der ungefähr einen Mittelwert angibt.

Messung	R _{res} , μΩ	Â _{res} , μΩ	
Nb 34 I d	0.1 - 1.0	0.5	Normalbehandlung
Nb 34 II a	0.08 - 0.53	0.3	11
Nb 34 II b	0.03 - 0.25	0.2	11
Nb 39 a	0.05 - 0.30	0.2	н
Nb 39 b	0.003 - 0.10	0.04	schnell eingebaut
Nb 34 ox a	0.3 - 0.8	0.6	heiß oxydiert
Nb 34 ox b	0.2 - 0.9	0.5	11

Tabelle 3: Zusammenstellung gemessener Restwiderstände. \hat{R}_{res} ist ein typischer Wert für die jeweilige Messung.

Bei der Messung Nb 34-II b (vgl. ⁴⁹) wurden für drei Moden Restwiderstände von weniger als $0.1 \ \mu\Omega$ erreicht; dies sind gleichzeitig die Moden, die an den Koppellöchern die geringste Feldstärke aufweisen. Ähnliche Erfahrungen wurden auch bei den anderen Messungen an den 34 mm-Resonatoren gemacht. Die niedrigsten Restverluste und auch die höchsten Zusammenbruchsfeldstärken wurden immer im TE311-Mode erreicht, der an den Koppellöchern nur ca. 25 % der maximalen Feldstärke erreicht. Da bei diesem Mode das höchste Magnetfeld an der Schweißnaht auftritt, kann man feststellen, daß die Hochfrequenzeigenschaften von Resonatoren durch Schweißnähte nicht wesentlich negativ beeinflußt werden.

Bei dem besonders schnell eingebauten 39 mm-Resonator (Messung Nb 39 b) lag das Restwiderstandsniveau erheblich niedriger als bei den übrigen Messungen. Die Streuung der Restwiderstände zwischen den einzelnen Moden erreichte aber einen Faktor 30. Dies deutet auf einzelne schlechte Stellen hin. Bei den Moden mit besonders niedrigem Restwiderstand R_{res} < 10 n Ω trat ein zusätzliches Phänomen auf: Die Abklingkurve der im Resonator gespeicherten Energie folgte nicht mehr einer einfachen exponentiellen Abhängigkeit, sondern zeigte bei einer bestimmten Feldstärke einen deutlichen Knick. Die Güte wurde von da an um den Faktor 5 – 8 besser. Gleichzeitig trat eine sehr starke Abhängigkeit des Hochfeld-Oberflächenwiderstandes von der Hf-Feldstärke auf. Dabei ergaben sich jedoch gewisse Unterschiede zwischen Puls- und Dauerstrichbetrieb.

Dieses Phänomen trat in fast identischer Form bei vier Moden auf. Es ist hier am Beispiel des TM013-Modes beschrieben, der einen niedrigsten Restwiderstand von 3 n Ω erreichte. Der Koppelfaktor dieses Modes war selbst bei den höchsten Güten so gering, daß Q₀ \simeq Q_L gesetzt werden kann. Im Dauerstrichbetrieb wurde die Güte aus dem Verhältnis von durchgekoppelter zu vorlaufender Leistung bestimmt. Da Ein- und Auskoppelfaktor klein gegen 1 sind, gilt

(25)
$$\frac{P_d}{P_o} = \frac{4\beta_1\beta_2}{(1+\beta_1+\beta_2)^2} = \frac{4Q_o/Q_{a1} \cdot Q_o/Q_{a2}}{(1+\beta_1+\beta_2)^2} \propto Q_L^2 \simeq Q_o^2$$

Der Proportionalitätsfaktor wurde aus der Niederfeldabklingzeit bestimmt.

Die gemessene Feldstärkeabhängigkeit der Güte ist in Abb. 12 dargestellt. Die durchgekoppelte Leistung ist dem Quadrat der Hf-Feldstärke proportional, $P_d \ll B_{Hf}^2$. Bei einer Änderung der vorlaufenden Leistung um fast den Faktor 1000 nahm die durchgekoppelte Leistung nur auf das dreifache zu. Dies bedeutet, daß bei einer knappen Verdopplung der Hf-Feldstärke die Güte auf weniger als ein zehntel abnimmt.



<u>Abb. 12:</u> Abhängigkeit der Güte von der Hf-Feldstärke $B_{Hf}^2 \propto P_d$ im TM013-Mode des dünnwandigen Resonators bei 1.4 K.

Der untere Teil der Kurve konnte reversibel durchfahren werden, wenn jedoch die vorlaufende Leistung soweit reduziert wurde, daß die durchgekoppelte Leistung auf 3.2 zurückging, änderte sich die Güte sprunghaft, und P_d stieg auf ca. 6. Bei weiterer Erniedrigung von P_o fiel dann meist die Regelung aus. Da jedoch aus der Abklingkurve nach dem Knick bis zu sehr niedrigen Pegeln keine Änderung der Zeitkonstanten festgestellt werden konnte, bleibt die Güte bei niedrigen Feldstärken vermutlich konstant (gestrichelte Linie in Abb. 12). Wenn die vorlaufende Leistung aber in der Nähe des kritischen Werts gehalten wurde, konnte der Sprung in der Güte reproduzierbar beobachtet werden. Die Zusammenbruchsfeldstärke konnte nur sehr ungenau bestimmt werden, lag aber vermutlich bei ca. 40 mT.



<u>Abb. 13:</u> Zeitlicher Verlauf des durchgekoppelten Signals und der Güte im TMO13-Mode des dünnwandigen Resonators bei Pulsbetrieb. Für Kurve 1 war die vorlaufende Leistung höher als für Kurve 2.

Das Verhalten dieses Modes im Pulsbetrieb ist in Abb. 13 dargestellt. Bei zu niedriger vorlaufender Leistung sprach die Frequenzregelung nicht an, so daß im Pulsbetrieb die kritische Feldstärke im Resonator immer erreicht wurde, bei der die Güte sprunghaft abnahm. In Abhängigkeit von P_o erreichte der Resonator mehr oder weniger schnell den kritischen Feldwert. Danach nahm die Güte einen Wert an, der den Gleichgewichtswerten aus Abb. 12 entspricht. Nach dem Abschalten des Hf-Signals klang die im Resonator gespeicherte Energie zunächst relativ schnell ab. Nach Erreichen eines bestimmten Pegels änderte sich die Zeitkonstante sprunghaft auf ihren Niederfeldwert und blieb dann konstant. Sowohl der maximal erreichte Pegel des durchgekoppelten Signals als auch die Feldstärke, bei der der Knick auftrat, waren von der Größe des vorlaufenden Signals unabhängig und stimmten mit den Werten überein, zwischen denen das durchgekoppelte Signal im Dauerstrichbetrieb hin und her sprang.

Neben dem zeitlichen Verlauf des durchgekoppelten Signals ist in Abb. 13 auch eine schematische Darstellung der Änderung der Güte gezeigt. Nach dem Abschalten des Hf-Signals ändert sich die Güte mit der Feldstärke erheblich weniger als nach den Gleichgewichtsmessungen aus Abb. 12 zu erwarten wäre. In den typisch 50 ms, die bis zum Erreichen des Knickpunktes vergingen, wurden maximal 50 % Güteänderung gemessen. Dies ist vermutlich auf thermische Effekte zurückzuführen. Der zeitliche Verlauf der Güteänderung konnte nicht aufgelöst werden, nach den anderen Ergebnissen ist jedoch zu erwarten, daß sich die Güte erst sprunghaft ändert und dann durch Erwärmung weiter verringert.

Vermutlich wird bei dem hier beschriebenen Effekt eine schwach supraleitende Stelle durch Erreichen ihres kritischen magnetischen Feldes normalleitend (vgl. ⁵¹) und führt dann durch ihre Verluste zu einer lokalen Erhöhung der Temperatur, was die starke Feldstärkeabhängigkeit der Güte erklären kann. Bei der Abnahme der Feldstärke ist dann die Temperatur dieser schwach supraleitenden Stelle noch erhöht, daher tritt erst bei einer niedrigeren Feldstärke wieder Supraleitung ein.

Ähnlich starke relative Änderungen des Oberflächenwiderstandes wurden bei den anderen Messungen nicht festgestellt. Typisch nahm der Oberflächenwiderstand bis zur Zusammenbruchsfeldstärke um 10 – 50 % zu, in wenigen Fällen wurden Variationen der Güte um den Faktor 2 – 4 gemessen. Im allgemeinen war die Feldstärkeabhängigkeit der Güte um so höher, je niedriger der Restwiderstand in dem betreffenden Mode war. Dies weist wieder auf thermische Effekte hin, da bei niedrigen R_{res} der temperaturabhängige Anteil am Oberflächenwiderstand größer ist.

4.4 Kritische Feldstärken

Wegen der festen Kopplung war es jeweils nur in einigen Moden möglich, die Zusammenbruchsfeldstärke zu erreichen. Einige der Messungen, bei denen auch der Oberflächenwiderstand unmittelbar vor dem Zusammenbruch und der Koppelfaktor recht genau bestimmt werden konnten, sind in Tabelle 4 aufgeführt. Die Messungen wurden bei 1.4 K durchgeführt. Die Zusammenbruchsfeldstärken variieren sehr stark von Mode zu Mode, am Ort der Koppellöcher ergibt sich jedoch eine wesentlich geringe Schwankung. Bei beiden Messungen an den im Ofen oxydierten Resonatoren betrug das Maximalfeld an den Koppellöchern in allen Moden ca. 20 mT, bei der Messung Nb 39 a ca. 25 mT und bei den UHV-ausgeheizten 34 mm-Resonatoren ca. 35 mT. Das höchste Feld, das in der Koppelgegend erreicht wurde, betrug 40 mT in der Messung an dem schnell eingebauten 39 mm-Resonator. Da im allgemeinen auch die höchsten Restverluste bei Moden mit hohen Feldstärken an den Koppellöchern auftraten, liegt es nahe, einen magnetisch-thermischen Zusammenbruch in der schlecht gekühlten Koppelgegend zu vermuten.

Messung	Mode	B _c , mT	R(B _c), μΩ	
Nb 34 I d	TM 210	40	0.43	Normalbehandlung
Nb 34 II b	TE 311	140	0.12	н
Nb 39 a	TE 012	60	0.05	11
	TE 013	70	0.07	11
ND 39 D	TE 013	105	0.03	schnell eingebaut
Nb 34 ox a	TE 212	60	0.40	heiß oxydiert
	TE 312	45	0.40	II .
	TE 122	28	1.0	н.
Nb 34 ox b	TE 311	80	0.30	11
	TM 210	27	0.60	II
	TE 213	40	0.60	11

<u>Tabelle 4:</u> Zusammenstellung der erreichten Zusammenbruchsfeldstärken B_c . $R(B_c)$ ist der Oberflächenwiderstand unmittelbar vor dem Zusammenbruch.

Bei der Messung Nb 34-II b im TE311-Mode konnte nach den ersten Zusammenbrüchen bei 110 mT die Feldstärke langsam erhöht werden. Nach mehreren Schritten wurde ein Wert von 140 mT erreicht, der sich dann nicht mehr änderte. Während sich die Zusammenbruchsfeldstärke erhöhte, nahm der Restwiderstand irreversibel auf ungefähr das Doppelte zu. Außerdem war anschließend im Rahmen der Meßgenauigkeit keine Abhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von der Hf-Feldstärke feststellbar.

4.5 Zusammenfassung der Meßergebnisse

Die Ergebnisse der Messungen an den verschieden präparierten Resonatoren sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengefaßt.

	α	∆(0)/k _B T _c	R _{res} ,μΩ	^B c,mT
Normalbehandlung	1.81	1.84	0.1	40
	1.80 - 1.60	1.84	0.03	140
schnell eingebaut	1.45	1.92	0.003	105
	1.55	-	-	-
90 °C oxydiert	1.84	1.71	0.3	60
	1.88	1.74	0.2	80
anodisiert	1.66	1.88	0.1	-

 α ist die Steigung R \propto f^{α} in der Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes bei 4.2 K (vgl. Abschnitt 4.1). Für die Energielücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C}$ ist der Mittelwert angegeben, wenn bei einer Messung mehrere unterschiedliche Werte bestimmt wurden. Die Einzelheiten sind in Abschnitt 4.2 beschrieben. Für den Restwiderstand R_{res} und die Zusammenbruchsfeldstärke B_c sind die besten Werte angegeben. Eine ausführliche Darstellung der gemessenen Werte ist in den Tabellen 3 und 4 gegeben.

4.6 Fehlerabschätzung

In diesem Abschnitt sollen die Fehler im Oberflächenwiderstand und in der Magnetfeldstärke abgeschätzt werden.

a) Fehler in der R-Bestimmung

Nach den Gleichungen (9), (12) und (13) gilt für einen vernachlässigbar kleinen Auskoppelfaktor

(26)
$$R = \frac{G}{Q_0} = \frac{G}{Q_{\perp}(1+\beta)} = \frac{G}{\omega_0 \tau(1+\beta)}.$$

Daraus folgt nach⁵² für den relativen Fehler von R

(27)
$$\frac{\Delta R}{R} = \sqrt{\left(\frac{\Delta G}{G}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \omega}{\omega_0}o\right)^2 + \left(\frac{\Delta \tau}{\tau}\right)^2 + \left(\frac{\beta}{1+\beta}\cdot\frac{\Delta\beta}{\beta}\right)^2}$$

Da der Geometriefaktor von den geometrischen Abmessungen des Resonators abhängt, führen Abweichungen der realen Gestalt des Resonators zu Änderungen des Geometriefaktors. Jedoch hängt G nur von dem Verhältnis D/L ab, die absoluten Dimensionen gehen nicht ein, so daß die Oberflächenpräparationen, bei denen gleichmäßig einige µm abgetragen werden, keinen Einfluß auf den Geometriefaktor haben. Aus einem Vergleich der gemessenen Resonanzfrequenzen mit den berechneten folgt, daß die Resonatoren - vermutlich durch Schrumpfung beim

- 33 -

Schweißen – 0.2 – 0.3 mm kürzer sind als vorgesehen. Die Abhängigkeit G(D/L) hängt vom Mode ab,⁵³ der Einfluß der Maßabweichung auf den Geometriefaktor beträgt aber in jedem Fall weniger als 0.5 %. Der Einfluß der Koppellöcher kann ebenfalls mit maximal 0.5 % abgeschätzt werden.

Der wesentlichste Einfluß auf den Geometriefaktor stammt von Oberflächenrauhigkeiten. Nach ⁵⁴ ist der Geometriefaktor in erster Näherung umgekehrt proportional zur tatsächlichen Oberfläche. Bei einer optischen Inspektion der Oberflächen ergab sich eine recht gleichmäßige Wellenstruktur, die auf durch Elektropolitur eingeebnete Drehriefen zurückzuführen ist, sowie sehr wenig Kratzer und sonstige Schadstellen. Diese Oberflächenstruktur führt zu einer systematischen Erniedrigung von G, die hier nicht berücksichtigt werden soll, und zu kleinen Schwankungen von Mode zu Mode, die mit 1 % abgeschätzt werden. Insgesamt beträgt damit der Fehler des Geometriefaktors maximal 2 %.

Die Frequenzmessung ist auf mindestens 10⁻⁵ genau, der Fehler fällt daher nicht ins Gewicht.

In den Fehler der Abklingzeit τ gehen Eich- und Ablesefehler des Oszilloskops sowie Linearitätsfehler des Meßverstärkers und der Diode ein. Der Eichfehler des Oszilloskops beträgt 2 %, der Ablesefehler 3 - 4 %. Die Linearitätsbereiche von Meßverstärker und Diode wurden durch Messungen mit zwei Hf-Leistungsmeßgeräten ausgemessen, deren Linearitäts- und Ablesefehler sich mit ca. 3 % auswirken. Da jedoch die allgemeine Form der Kennlinien von Diode und Verstärker bekannt ist, lassen sich diese Fehler durch Anpassung einer Eichkurve auf ca. 1 % verringern. Der Gesamtfehler von τ beträgt somit etwa 6 %.

Bei der Messung der 4.2 K-Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes wurde mit so niedrigen Pegeln gearbeitet, daß die Linearitätsfehler vernachlässigt werden können; außerdem beeinflußt der Eichfehler des Oszilloskops alle Messungen in gleicher Richtung, so daß für die Frequenzabhängigkeit der Fehler von τ mit 4 % angenommen werden kann.

Die größten Unsicherheiten bei der Bestimmung von R treten bei der β -Messung auf. Ursache dafür sind Reflexionen auf der Leitung zwischen Meßstelle und Resonatoreinkopplung, die stehende Wellen auf der Leitung hervorrufen und damit sowohl den Koppelfaktor beeinflussen als auch zu erhöhten Verlusten führen. Außerdem traten gelegentlich Probleme mit der Frequenzregelung auf, die es sehr schwer machten, den Resonator in den voll eingeschwungenen Zustand zu bringen. Hinzu kommen die Fehler der Leistungsverhältnisse P_r/P_o und P_e/P_o , die nach Gln. (15) und (17) für die Bestimmung der Koppelfaktoren benötigt werden. Bei der Messung der 4.2 K-Oberflächenwiderstände betrug der Koppelfaktor in der Regel nur wenige Prozent. Die Größe $\Delta\beta/(1+\beta)$ aus (27) wird daher mit maximal 2 % abgeschätzt. Damit ergibt sich aus (27) für den relativen Fehler des Oberflächenwiderstandes

(28) $\Delta R/R(4.2 \text{ K}) \simeq 7 \%$.

Für die Bestimmung der Frequenzabhängigkeit ist der Fehler etwas kleiner (s.o.): $\Delta R/R < 6\%$.

Bei größeren Koppelfaktoren müssen die Fehler von β genauer abgeschätzt werden. Man erhält für die Größe Δβ/(1+β)

(29)
$$k = \sqrt{P_r/P_o}$$
 $\beta_r = \frac{1-k}{1+k}$ $(\frac{\Delta\beta}{1+\beta})_r = \frac{\Delta k}{1+k}$

und

(30) $k = \sqrt{P_e/P_o}$ $\beta_e = \frac{k}{2-k}$ $(\frac{\Delta\beta}{1+\beta})_e = \Delta k$.

Die Messung der Leistungsverhältnisse P_r/P_o und P_e/P_o wird über eine Diode auf dem Oszilloskop durchgeführt (vgl. Abschnitt 3.4.2). Dabei wird über einen Abschwächer jeweils der gleiche Pegel eingestellt, so daß Eich- und Linearitätsfehler vernachlässigt werden können und nur die Ablesefehler berücksichtigt werden müssen. Der Ablesefehler von P_o betrug in der Regel 3 %, die Fehler von P_r und P_e betragen (absolut) 0.02 P_o . Damit ergeben sich Werte für $\Delta\beta/(1+\beta)$ von 1.5 - 3 %, wenn das jeweils größere Verhältnis zur β -Bestimmung verwendet wird. Die Fehler durch Reflexionsstellen und durch Betrieb im nicht voll eingeschwungenen Zustand können erheblich größere Werte annehmen, jedoch treten dabei starke Inkonsistenzen zwischen den aus reflektierter und emittierter Leistung bestimmten Koppelfaktoren auf, so daß diese Meßwerte aussortiert werden können. Nach den Erfahrungen aus den Messungen kann der gesamte Fehler von β für die Fälle, bei denen keine offensichtliche Inkonsistenz festgestellt wurde, mit $\Delta\beta/(1+\beta) \approx 7$ % abgeschätzt werden.

Für den relativen Fehler von R ergibt sich damit nach Gl. (27)

(31)
$$\Delta R/R \simeq 10 \%$$
.

Diese Abschätzung gilt für Koppelfaktoren $\beta < 1$, für $\beta > 1$ ergeben sich teilweise erheblich höhere Fehler, für diese Arbeit wurden jedoch nur Messungen verwendet, bei denen $\beta < 1$ war.

Für die Bestimmung der reduzierten Energielücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C}$ spielt, wie in Abschnitt 3.4.2 gezeigt, der Fehler des Koppelfaktors keine Rolle, außerdem wirkt sich auch der Fehler des Geometriefaktors nicht aus, so daß für diese Messungen $\Delta R/R \simeq 5\%$ gilt.

Eine Diskussion der Genauigkeit der $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ - und R_{res}-Werte, die aus der Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes bestimmt werden, ist im Anhang bei der Beschreibung des Anpassungsprogrammes durchgeführt.

b) Fehler bei der Bestimmung der Hf-Feldstärke B

Die maximale Oberflächen-Magnetfeldstärke wird nach Gl. (11) $B_{max} = C_B \cdot \sqrt{P_{abs}/R}$ mit den Koeffizienten aus den Tabellen 1 und 2 bestimmt. Somit gilt

(32)
$$\frac{\Delta B}{B} = \sqrt{\left(\frac{\Delta B}{C_B}\right)^2 + \frac{1}{4}\left(\frac{\Delta R}{R}\right)^2 + \frac{1}{4}\left(\frac{\Delta P_{abs}}{P_{abs}}\right)^2}$$

Für praktische Anwendungen von Hochfrequenzresonatoren z.B.in Beschleunigern oder zur Materialuntersuchung kommt es auf die im Resonatorinnenraum erreichbaren maximalen Feldstärken an. Das an der Oberfläche auftretende Magnetfeld tritt nur als begrenzender Faktor – berechnet für ideale Geometrie – auf. Daher sollen auch hier Abweichungen in dem Faktor C_B, wie z.B. Feldüberhöhungen durch Oberflächenrauhigkeiten oder an den Koppellöchern außer acht gelassen werden.

Die Verlustleistung P_{abs} wird bestimmt aus der vorlaufenden Leistung P_o , die mit einem Leistungsmeßgerät bestimmt wird, dem Verhältnis P_r/P_o aus der Koppelfaktormessung und der Hohlleiterdämpfung D zwischen Leistungsmeßstelle und Resonator. Das Leistungsmeßgerät hat eine Absolutgenauigkeit von ca. 7 %. Die Ungenauigkeit des Richtkopplers ist zwar recht beträchtlich (\approx 0.7 dB), braucht jedoch nicht berücksichtigt zu werden, da derselbe Richtkoppler auch bei der Messung der Hohlleiterdämpfung verwendet wurde. Für die Hohlleiterdämpfung D einschließlich der Variation des Richtkopplers ergab sich frequenzunabhängig D = 1.8 ± 0.2 dB. Der relative Fehler der Dämpfung beträgt damit etwa 5 %. Für die Fehler in der P_r/P_o -Bestimmung gilt das in Abschnitt a) gesagte; die Abschätzung ergibt einen relativen Fehler von ca. 14 %. Damit ergibt sich für die Verlustleistung P_{abs} ein relativer Fehler von etwa 17 %. Somit erhält man aus (32) für den relativen Fehler der Magnetfeldstärke

(33) $\Delta B/B = 10\%$.

5. MODELL EINER VERSCHMIERTEN ZUSTANDSDICHTE

Die Messungen der Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von Niob bei 4.2 K ergaben in dieser Arbeit Werte, die sehr stark von der Präparation der Resonatoren abhängen und sich deutlich von den Vorhersagen der BCS-Theorie unterscheiden. Bei Frequenzen unterhalb von 8 GHz wurde mit einer quadratischen Frequenzabhängigkeit ebenfalls eine starke Abweichung von der BCS-Theorie festgestellt (vgl. Abb. 1, S. 2).

Als Gründe, die zu einer abweichenden Frequenzabhängigkeit führen können, sind Inhomogenitäten,³⁴ stark koppelnde Effekte⁵⁵ sowie die Lebensdauerverbreiterung³⁷ bei einer anisotropen Energielücke³⁶ angegeben worden. Alle diese Effekte sind sehr schwierig zu berechnen, sie führen aber im wesentlichen zu einer Verschmierung der Wurzelsingularität, die nach der schwach koppelnden BCS-Theorie in der Zustandsdichte auftritt.

Um untersuchen zu können, welche Auswirkungen eine Verschmierung der Zustandsdichte auf den Oberflächenwiderstand hat, wurde ein Modell entwickelt, das insbesondere eine einfache und definierte Parametrisierung des Ausmaßes der Verschmierung erlaubt.

Für die Modellrechnungen wurde die in Abb. 14 dargestellte Form der Zustandsdichte gewählt. Das Ausmaß der Verschmierung wird durch den Parameter ε beschrieben, und die ungestörte Energielücke ist mit Δ bezeichnet. Die Zustandsdichte stimmt für Energien $E > \Delta \cdot (1+\varepsilon)$ mit der BCS-Zustandsdichte überein (Energien werden von der Fermienergie aus gerechnet, $E = E' - E_{E}$):

(34)
$$N(E) = \frac{|E|}{(E^2 - \Delta^2)^{\frac{1}{2}}} = N_{BCS}(E), E > \Delta \cdot (1 + \epsilon).$$

Für niedrigere Energien wird eine konstante Zustandsdichte N(E) = N($\Delta(1+\epsilon)$) angenommen. Die neue Gapkante $\Delta/(1+\epsilon)$ wurde so gewählt, daß die Gesamtzahl der Zustände konstant bleibt:

(35)
$$\begin{array}{c} \Delta(1+\epsilon) & \Delta(1+\epsilon) \\ \int N(E)dE &= \int N_{BCS}(E)dE. \\ \Delta/(1+\epsilon) & \Delta \end{array}$$

Die Besetzungswahrscheinlichkeit der Zustände wird durch die Fermi-Verteilung beschrieben

(36)
$$f(E) = (1 + e^{E/kT})^{-1}$$
.



des **BCS-Theorie** <u>Abb. 14:</u> Zustandsdichte N(E) Supraleiters nach der (gestrichelte Linie) und nach dem Modell einer verschmierten Zustandsdichte (durchgezogene Kurve). Die Obergrenze $E = \Delta (1+\epsilon)$ des Bereichs konstanter Verschmierungsparameter, Zustandsdichte definiert den die Untergrenze $E = \Delta/(1+\epsilon)$ wurde so gewählt, daß die Gesamtzahl der Zustände konstant bleibt. Im unteren Bereich der Abbildung ist die Fermi-Verteilung f(E) eingezeichnet.

Wir beschränken uns nun auf Temperaturen T < $T_c/2$. Dann ist die Eindringtiefe in guter Näherung konstant und wird – im Sinne eines Zweiflüssigkeitenmodells – nur von den supraleitenden Elektronen bestimmt. Die Gesamtzahl n(ħ ω) der absorbierten Photonen der Energie h ω ist dann durch ein "Goldene-Regel"-Integral gegeben⁵⁶

(37) $n(\hbar\omega) \propto J(f(E) - f(E+\hbar\omega)) \cdot N(E) \cdot N(E+\hbar\omega) \cdot dE$.

Der Oberflächenwiderstand R ist proportional zur absorbierten Leistung. Da das hier betrachtete Modell viele Vereinfachungen enthält, wird nicht versucht, den Absolutwert von R zu berechnen. Für den relativen Oberflächenwiderstand wird daher

(38) $R = c \cdot \hbar \omega \cdot n(\hbar \omega)$ mit |c| = 1

gesetzt, wobei im Rahmen dieses Modells das Verhältnis dieses Werts zum absoluten Oberflächenwiderstand von den Parametern unabhängig ist.

- 38 -

Zunächst wurde mit diesem Modell die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes bei 4.25 K berechnet. Für alle Beträge des Verschmierungsparameters ε wurde dieselbe ungestörte Energielücke $\Delta/kT_c = 1.95$ gewählt, die geringfügig höher liegt als der beste experimentelle Wert 1.92, der in dieser Arbeit gemessen wurde. Die berechneten Frequenzabhängigkeiten des Widerstandes sind in Abb. 15 dargestellt. Zum Vergleich ist auch die Kurve für $\varepsilon = 0$ gezeigt, d.h. für die nicht verschmierte BCS-Zustandsdichte.



<u>Abb. 15:</u> Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes nach dem Modell einer verschmierten Zustandsdichte. Die Kurven sind bei T = 4.25 K für verschiedene Werte des Verschmierungsparameters ε berechnet worden. Für die ungestörte Energielücke wurde der Wert $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ = 1.95 angesetzt.

Aus der Auftragung R/ω^2 sieht man deutlich, daß für Frequenzen $\hbar\omega < \epsilon \Delta$ der Widerstand annähernd quadratisch mit der Frequenz ansteigt. Bei niedrigen Frequenzen ist der Widerstand bei einer Verschmierung zum Teil erheblich geringer als für den Fall $\epsilon = 0$, bei mittleren Frequenzen ist der "verschmierte" Widerstand dann höher, um sich bei hohen Frequenzen dem Wert für die ungestörte Zustandsdichte wieder anzunähern.

Die experimentell gefundene Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von Niob (vgl. Abb. 1, S. 2) läßt sich nach diesem Modell mit Verschmierungsparametern $\varepsilon \simeq 2 - 4 \cdot 10^{-2}$ gut beschreiben. Eine ausführliche Diskussion für den hier untersuchten Frequenzbereich von 12 - 18 GHz wird in Abschnitt 6.1 durchgeführt. Die quadratische Frequenzabhängigkeit des Widerstandes für Frequenzen $\hbar \omega < \epsilon \Delta$ ersieht man unmittelbar aus den Gleichungen (37) und (38). Für $\hbar \omega << kT$ kann die Fermi-Verteilung f(E) in der Nähe der Gapkante linear angenähert werden, d.h. f(E) - f(E+ $\hbar \omega$) « $\hbar \omega$. Wegen der Konstanz der Zustandsdichte N(E) = N(E+ $\hbar \omega$) folgt dann R « ω^2 . Allgemein läßt sich feststellen, daß man eine annähernd quadratische Frequenzabhängigkeit erhält, wenn sich der größte Anteil der Quasiteilchen f(E)·N(E) in einem Bereich mit annähernd konstanter Zustandsdichte befindet. Daher ist auch die mit diesem Modell berechnete Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes relativ unempfindlich gegenüber der genauen Form der Verschmierung der Zustandsdichte.

Die Erhöhung des Oberflächenwiderstandes bei mittleren Frequenzen gegenüber der Rechnung für die ungestörte BCS-Zustandsdichte ist ein realer Effekt, der die Erniedrigung bei tieferen Frequenzen kompensiert, und nicht auf die Vereinfachungen zurückzuführen, die diesem Modell zugrunde liegen. Für die Oberflächenimpedanz Z(ω) = R(ω) + iX(ω) gilt eine Kramers-Kronig-Relation⁵⁷

(39)
$$X(\omega) = -2\frac{\omega}{\pi} P \int \frac{R(\omega') - Z_0}{\omega^2 - \omega'^2} d\omega'$$
,

wobei Z_o die Impedanz des Vakuums ist. Da bei optischen Frequenzen $\hbar \omega >> 2\Delta$ der supraleitende Übergang keine Änderung von X mit sich bringt, d.h. X_s = X_n, vereinfacht sich (39) zu der Summenregel

(40)
$$J(R_s(\omega) - R_n(\omega))d\omega = 0.$$

Diese Summenregel ist für Blei und Blei-Indium-Legierungen experimentell bestätigt worden.⁵⁷

Eine kleine Verschmierung der supraleitenden Zustandsdichte hat erst recht keinen Einfluß auf X bei optischen Frequenzen, so daß (40) auch für die Differenz des Oberflächenwiderstandes bei ungestörter und verschmierter Zustandsdichte gilt.

Das "Überschwingen" des Oberflächenwiderstandes führt nun dazu, daß die Frequenzabhängigkeit R « ω^{α} für Frequenzen $\hbar \omega > 2\epsilon\Delta$ flacher wird als für den Fall $\epsilon = 0$. Genaue Berechnungen des Exponenten sind in Abb. 16 dargestellt. Die Rechnungen wurden mit denselben Parametern durchgeführt wie bei Abb. 15. Der prinzipielle Verlauf der Kurven ist wieder unabhängig von der exakten Form der Verschmierung, die scharfen Knicke bei $\hbar \omega \simeq 2\epsilon\Delta$ sind aber durch die hier gewählte Form der Zustandsdichte bedingt. Man sieht aus der Zeichnung deutlich, daß sich je nach Breite der Verschmierung sehr unterschiedliche Frequenzabhängigkeiten ergeben können. Diese Unterschiede werden in Kapitel 6 benutzt, um die gemessenen Oberflächenwiderstände zu interpretieren.



<u>Abb. 16:</u> Die Frequenzabhängigkeit der Steigung α in der R $\ll \omega^{\alpha}$ -Abhängigkeit des Oberflächenwiderstandes nach dem Modell einer verschmierten Zustandsdichte. Die Werte wurden für T = 4.25 K und eine ungestörte Energielücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ = 1.95 berechnet.

Die Rechnungen für $\varepsilon = 0$ können benutzt werden, um das Modell mit den exakten BCS-Rechnungen zu vergleichen. Für eine mittlere freie Weglänge ℓ = 2 nm ergeben Rechnungen mit dem Halbritter-Programm²¹ eine Frequenzabhängigkeit, die sich nur sehr wenig von dem einfachen Modell unterscheidet, das einen geringfügig stärkeren Anstieg des Widerstandes mit der Frequenz liefert. Bei 15 GHz z.B. gilt für die Steigung α_{BCS} = 1.63 und $\alpha(\epsilon=0)$ = 1.66. Nimmt man an, daß Übergangsdieser Unterschied von der Frequenzabhängigkeit des Matrixelements⁵⁶ stammt, das in Gleichung (37) weggelassen wurde, so sollten die Rechnungen für $\varepsilon \neq 0$ in etwa dem gleichen Maße von einer exakten Rechnung abweichen.

Die Temperaturabhängigkeit R $\propto \exp(-A(f)/kT)$ der $\varepsilon = 0$ -Rechnungen stimmt noch besser mit den exakten BCS-Rechnungen überein. Die Frequenzabhängigkeit von A(f) wird genau reproduziert, und die Absolutwerte von A(ε =0) liegen um 1.5 - 2% unter A_{BCS}. Da A aus den Widerstandswerten bei T_c/T =2.5 und 5 bestimmt wurde, läßt sich die Abweichung mit der Temperaturabhängigkeit der Energielücke erklären,⁵⁸ die in dem einfachen Modell vernachlässigt wurde. Zu berücksichtigen bleibt noch der Einfluß der mittleren freien Weglänge ℓ , da die Vergleiche hier nur für BCS-Rechnungen mit $\ell = 2$ nm gemacht wurden. Es stellt sich jedoch heraus (vgl. Anhang), daß sich der Einfluß von ℓ auf der Oberflächenwiderstand in dem hier untersuchten Frequenzbereich auf eine lineare Skalierung beschränkt. Das heißt, daß dieses Modell die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes unabhängig von ℓ genügend genau beschreibt.

Die Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes bei einer verschmierten Zustandsdichte kann von diesem einfachen Modell jedoch nicht beschrieben werden, da sie im wesentlichen von den energetisch am tiefsten liegenden Zuständen beeinflußt wird. Im Gegensatz zur Frequenzabhängigkeit bei 4.2 K kommt es hier auf die genaue Form der Verschmierung an, die sich voraussichtlich noch unter die hier angenommene Gapkante hinaus erstreckt.

6. DISKUSSION

Die Meßergebnisse zeigen in der Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes R starke Abweichungen von den Vorhersagen der BCS-Theorie. Es ergeben sich beträchtliche Unterschiede im Exponenten bei einer R $\propto f^{\alpha}$ -Anpassung für verschiedene Oberflächenpräparationen. Die aus der Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes bestimmten Energielücken $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm C}$ zeigen ebenfalls eine starke Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung der Resonatoren, wobei die gemessenen Energielücken um so höher liegen, je flacher die Frequenzabhängigkeit in dem Resonator ist. Jedoch liegen alle Δ -Werte noch deutlich unter dem besten bisher aus Tunnelmessungen bestimmten Wert $\Delta(0) = 1.56$ meV,³¹ der für T_c = 9.25 K einer reduzierten Energielücke von 1.97 entspricht. Diese Abweichungen sollen im folgenden analysiert werden.

6.1 Die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes

Wie in Abschnitt 4.1 beschrieben, wurden für die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes R \propto f^{α} Exponenten α zwischen 1.45 und 1.88 bestimmt. Da jedoch nur über ein Frequenzverhältnis von knapp 1.5 gemessen wurde und die Einzelmessungen mit einem Fehler von 6 % behaftet sind, ergaben sich auch für die angepaßten Frequenzabhängigkeiten recht große Unsicherheiten. Die Absolutfehler von α werden je nach Zahl der auswertbaren Moden bei einer Meßreihe und nach Streuung der Einzelmessungen auf $\Delta \alpha = 0.03 - 0.06$ abgeschätzt. Besonders deutlich sieht man die Schwankungen von α bei gleicher Oberflächenbehandlung bei den Messungen an den "normal" behandelten Resonatoren (vgl. Abb. 6). Bei der ersten Messung ergab sich $\alpha = 1.81 \pm 0.06$, bei der zweiten mit wesentlich mehr Meßpunkten zeigte sich ein deutliches Abkrümmen der R(f)-Kurve mit einem α , das von 1.80 auf 1.60 (± 0.06) abnimmt. Werden die beiden Meßreihen gemeinsam ausgewertet, so ergibt sich eine Steigung, die von 1.80 bei 12 GHz auf 1.65 (± 0.05) bei 18 GHz abnimmt. Dieses Ergebnis ist in Abb. 17 dargestellt.

Die verschiedenen Messungen an den bei 90 °C im Ofen oxydierten und an den schnell eingebauten Resonatoren schwankten weniger stark. Auch diese Messungen (vgl. Abb. 7 und 8) sind gemeinsam ausgewertet worden. Die gemittelten Frequenzabhängigkeiten für diese verschiedenen Präparationsverfahren sind in Abb. 18 dargestellt, wobei die Werte für die schnell eingebauten Resonatoren mit "oxydarm" bezeichnet sind. Für die heiß oxydierten Resonatoren ergibt sich eine die schnell mittlere Steigung $\alpha = 1.86 \pm 0.04$ und für eingebauten α = 1.49 ± 0.05. Außerdem ist in Abb. 18 noch die Messung an dem mit 20 V anodisierten Resonator eingezeichnet, die bei geringer Streuung der Einzelmeßwerte eine Steigung $\alpha = 1.66 \pm 0.03$ ergibt.



<u>Abb. 17:</u> Zusammenstellung der in den Resonatoren Nb 34 I und Nb 34 II gemessenen Oberflächenwiderstände bei 4.23 K für die normale Oberflächenpräparation. Die eingezeichnete Kurve ist aus $R \ll f^{\alpha}$ mit den angegebenen Exponenten berechnet worden.



<u>Abb. 18:</u> Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes bei 4.23 K für verschiedene Präparationsarten. Bei den schnell eingebauten Resonatoren – mit oxydarm bezeichnet – und den bei 90 °C oxydierten sind jeweils die Messungen aus den Abbildungen 7 und 8 zusammengefaßt. Die eingezeichneten Kurven sind aus R « f[°] mit den angegebenen Exponenten berechnet worden.

- 44 -

Die BCS-Theorie sagt für den Frequenzbereich von 12 - 18 GHz eine Abhängigkeit R \sim f^{1.63} voraus mit einer sehr geringen Änderung des Exponenten von der unteren festgestellten Abweichungen Die hier der zur oberen Frequenz. Frequenzabhängigkeit lassen sich mit Hilfe des in Kapitel 5 vorgestellten Modells einer verschmierten Zustandsdichte verstehen, wenn man annimmt, daß die Breite der Verschmierung von der Verunreinigung der Oberfläche abhängt. Die sauberste Oberfläche sollten die oxydarmen, schnell eingebauten Resonatoren haben. Auch anodisierte Resonatoren haben recht saubere Oberflächen, da ein Teil der gestörten Oberflächenschicht in Nb₂0₅ umgewandelt wird,⁵⁹ jedoch entsteht zwischen Niob und Niobpentoxyd eine NbO-Zwischenschicht, 6º die aber dünn ist im Eindringtiefe. Suboxydcluster, die bei verschiedenen Vergleich zur Untersuchungen gefunden wurden, 61,62 traten bei dieser Messung wahrscheinlich nicht auf, wie aus der hohen Energielücke (s. u.) geschlossen werden kann (vgl. auch Abschnitt 6.4). Die gestörteste Oberfläche haben die heiß oxydierten hohe Absolutwert relativ des Resonatoren. Zum einen spricht der Oberflächenwiderstandes für eine kurze freie Weglänge (vgl. Abb. 19), zum anderen wurde bei einer der Messungen eine kritische Temperatur $T_c = 8.95$ K gemessen. Diese Erniedrigung gegenüber dem üblichen Wert 9.20 K¹³ deutet auf gelösten Sauerstoff hin.³⁸

Der Einfluß der Verschmierung auf die Frequenzabhängigkeit wird hauptsächlich durch das Verhältnis $\varepsilon/(\hbar\omega/\Delta)$ bestimmt. Da sich die mittlere Steigung der R « f^α-Kurven selbst bei einer 10 %igen Änderung von $\hbar\omega/\Delta$ nur wenig verändert, wird für einen ersten Vergleich ein festes ungestörtes $\Delta/kT_c = 1.95$ gewählt, das etwas über dem höchsten experimentell gefundenen Wert liegt. Damit ergeben sich die in der nachfolgenden Tabelle geführten Werte für den Verschmierungsparameter ε .

	α _{exp}	$\epsilon \cdot 10^2$	α(ε)	$R_{exp}/R^{*}(\epsilon)$
Normalbehandlung	1.80 - 1.65	3.5 ± 0.5	1.80 - 1.67	1.0
90 °C oxydiert	1.86	6.0 ± 0.7	1.88 - 1.82	1.1
anodisiert	1.66	2.5 ± 0.4	1.72 - 1.60	0.9
schnell eingebaut	1.55	1.6 ± 0.3	1.61	1.0

Dabei bedeutet $R^{*}(\varepsilon)$ den Absolutwert des Oberflächenwiderstandes nach dem Verschmierungsmodell, wobei der Skalierungsfaktor so gewählt wurde, daß für die Normalbehandlung der experimentelle Wert resultiert. Für die beiden ersten Präparationsarten der Oberflächen ist die Übereinstimmung zwischen der experimentellen und der angepaßten Frequenzabhängigkeit ausgezeichnet. Die Steigung $\alpha = 1.66$ für den anodisierten Resonator läßt sich sowohl mit $\varepsilon = 0$ als

Steigung $\alpha = 1.66$ für den anodisierten Resonator läßt sich sowohl mit $\varepsilon = 0$ als auch mit $\varepsilon = 2.5 \cdot 10^{-2}$ beschreiben, jedoch folgt aus der Temperaturabhängigkeit und der Oberflächenverunreinigung,⁶³ daß auch für diese Präparationsart eine Verschmierung der Zustandsdichte angenommen werden muß. Die mittlere Steigung für den gewählten Wert $\varepsilon = 2.5 \cdot 10^{-2}$ stimmt mit dem Experiment überein, und auch die Variation von $\alpha(\varepsilon)$ ist mit den Daten verträglich, da die Krümmung der theoretischen Kurve kleiner ist als die Streuung der Meßdaten.

Für die besonders sauberen, schnell eingebauten Resonatoren wurde das ε gewählt, welches die niedrigste Steigung α in der Frequenzabhängigkeit ergibt. Der experimentelle Mittelwert $\alpha = 1.49$ aus den beiden Messungen liegt beträchtlich darunter, wenn man jedoch die Daten des 39 mm-Resonators, bei dem starke Abweichungen der Geometriefaktoren auftraten, außer acht läßt und nur die Ergebnisse des 34 mm-Resonators verwendet, mit dem auch einige der anderen Messungen durchgeführt wurden, so erhält man $\alpha_{exp} = 1.55 \pm 0.05$, und die Abweichung der Exponenten liegt im Rahmen der Ungenauigkeit von α_{exp} , zumal das Verschmierungsmodell für $\varepsilon = 0$ eine um 0.03 zu hohe Steigung ergibt.

Die Abweichungen der Absolutwerte des Oberflächenwiderstandes sind zum Teil auf den Einfluß der freien Weglänge ℓ zurückzuführen. Wie in Abb. 19 gezeigt, hängt der supraleitende Oberflächenwiderstand stark von ℓ ab (genauer von ξ_F/ℓ , wobei ξ_F die Kohärenzlänge ist).⁵⁶ Hinzu kommt bei den heiß oxydierten Resonatoren die T_c^- und damit Δ -Erniedrigung, die eine Erhöhung des Oberflächenwiderstandes um ca. 5 % bewirkt, wenn man davon ausgeht, daß die anderen Materialparameter unbeeinflußt bleiben. Bei dem anodisierten Resonator dürfte der Widerstand zusätzlich dadurch reduziert worden sein, daß beim Anodisieren Oberflächenrauhigkeiten verringert werden.⁶⁴



<u>Abb. 19:</u> Abhängigkeit des BCS-Oberflächenwiderstandes von der mittleren freien Weglänge ℓ für die Kohärenzlänge ξ_F = 62 nm.

6.2 Die Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes

An die gemessenen Temperaturabhängigkeiten des Oberflächenwiderstandes wurden unter Zugrundelegung des Halbritter-Programmes²¹ reduzierte Energielücken $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ angepaßt. Die so bestimmten Werte entsprechen Energielücken, die mit einer skalierten BCS-Theorie (d.h. $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} \neq 1.76$) dieselbe Temperaturabhängigkeit liefern wie das Experiment. Da sich die Hochfrequenzeigenschaften von Niob jedoch nicht mit einer reinen skalierten BCS-Theorie beschreiben lassen, sollen diese Werte als äquivalente BCS-Energielücken bezeichnet werden.

Die Δ -Werte wurden jeweils für ein angenommenes T_c von 9.2 K bestimmt. Berücksichtigt man, daß bei den heiß oxydierten Resonatoren ein T_c von 8.95 K bestimmt wurde, so erhöht sich der Δ -Wert für diese Präparationsart von 1.71 auf 1.76. Somit liegen die äqivalenten Δ -Werte für die verschiedenen Oberflächenpräparationen zwischen 1.76 und 1.92, wobei eine deutliche Korrelation zwischen der Energielücke und der Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes besteht derart, daß mit steilerer Frequenzabhängigkeit bzw. mit größerem Verschmierungsparameter ε die äquivalente BCS-Energielücke kleiner wird. Diese Korrelation sieht man deutlich in Abb. 20.



<u>Abb. 20:</u> Zusammenhang zwischen der äquivalenten BCS-Energie-lücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ und dem Verschmierungsparameter ϵ .

Die starke Abhängigkeit des R(T)-Verlaufs von dem Verschmierungsparameter ϵ kann man nicht alleine mit diesem einfachen Modell erklären. Rechnungen ergaben eine ϵ -Abhängigkeit von Δ , die nur etwa ein Drittel der experimentell gefundenen ausmacht. Bei einem realistischeren Modell mit einer verschmierten Zustandsdichte – etwa hervorgerufen durch die Anisotropie der Energielücke von Nb,³⁶ durch Lebensdauereffekte³⁷ oder durch stark koppelnde Einflüsse⁵⁵ – geht die Zustandsdichte jedoch nicht abrupt bei einem Wert $\Delta/(1+\epsilon)$ gegen Null, sondern nimmt allmählich etwa in Form einer Glockenkurve ab. Diese energetisch tiefer als $\Delta/(1+\epsilon)$ liegenden Zustände wirken sich mit abnehmender Temperatur immer stärker aus und führen so zu einer erheblich flacheren Temperatur-abhängigkeit des Oberflächenwiderstandes.

Von Blaschke ist ein Computer-Programm entwickelt worden,65 mit dem der Oberflächenwiderstand unter Berücksichtigung der Anisotropie und der Lebensdauerverbreiterungen berechnet werden kann. Erste Rechnungen mit diesem Programm⁶⁶ ergaben eine Frequenzabhängigkeit von R, die das Verhalten von normal behandelten Niob-Resonatoren im Frequenzbereich von 0.1 - 18 GHz sehr gut beschreibt. Zur Beschreibung der typischen experimentellen Temperaturabhängigkeit mit einer äquivalenten BCS-Energielücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ = 1.85 mußte dabei ein mittleres Δ von 1.95 angenommen werden. Im Vergleich mit der im nächsten Abschnitt extrapolierten ungestörten Energielücke von Niob können diese Rechnungen also ungefähr 80 % der Erniedrigung der Energielücke erklären. Es ist zu vermuten, daß für die anderen Präparationsarten mit entsprechend geänderten Lebensdauerverbreiterungen ähnliche Ergebnisse erzielt werden können.

Da kleine schwach supraleitende Gebiete³⁴ über den Proximity-Effekt die mittlere Energielücke an der Oberfläche ebenfalls etwas erniedrigen (vgl. Abschnitt 6.4) und dieser Effekt mit steigender (Sauerstoff-) Verunreinigung der Oberfläche zunehmen sollte, lassen sich auch die restlichen 20 % der Δ -Reduzierung erklären, und man kann feststellen, daß sich die gemessenen Temperatur- und Frequenzabhängigkeiten konsistent mit einem Modell beschreiben lassen.

6.3 Der Zusammenhang zwischen Hochfrequenz- und Tunnelenergielücke von Niob

Während aus Hochfrequenzmessungen in der Regel eine (äquivalente BCS-) Energielücke von 1.46 meV, entsprechend $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.85$, für Niob bestimmt wird, ergeben sich aus Tunnelmessungen erheblich höhere Werte. So wird von Bostock und Mitarbeitern⁶⁷ und Wolf und Mitarbeitern³¹ $\Delta(0) = 1.56$ meV angegeben. Dies entspricht einer reduzierten Energielücke $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.97$ bei einem T_c von 9.25 K.

In dieser Arbeit sind nun für die verschiedenen untersuchten Oberflächenpräparationen recht unterschiedliche Δ-Werte gefunden worden. Gleichzeitig konnte diesen Oberflächen aus der Analyse der Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes verschiedene Werte der Verschmierungsbreite ε der Zustandsdichte zugeordnet werden. In Abb. 20 sind für die vier unterschiedlichen Präparationsarten die reduzierten Energielücken und die Verschmierungsparameter dargestellt. Die vier Wertepaare lassen sich gut durch einen linearen Trend beschreiben, der extrapolierte Wert für $\varepsilon = 0$ beträgt $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.975^{+0.025}_{-0.015}$.

Der festgestellte lineare Zusammenhang zwischen ε und Δ bedeutet also, daß sich alle Messungen mit demselben ungestörten $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.975$ beschreiben lassen (bzw. daß eine gewisse Reduktion von Δ auftritt, die aber annähernd linear in ε ist). Dieser ungestörte Wert fällt nun auch bei einer Verschmierung mit dem Maximum der Zustandsdichte zusammen, welches bei Tunnelmessungen zur Bestimmung der Energielücke verwendet wird.

Die U-I-Charakteristiken, die bei Tunneluntersuchungen gemessen werden, zeigen immer eine Temperaturverschmierung der Größenordnung k_B^T . Bei 1.4 K, einer Temperatur, bei der häufig Tunnelmessungen durchgeführt werden, gilt z.B. $k_B^T = 0.125$ meV.

Tatsächlich sind die gemessenen U-I-Charakteristiken jedoch breiter als die theoretisch mit Temperaturverschmierung berechneten. In Abb. 6 aus ³¹ sind experimentelle und theoretische dU/dI-Kurven für einen sehr guten Tunnelkontakt dargestellt, wobei die experimentell Kurve um ca. 50 % breiter ist als die theoretische. Eine solche Verbreiterung läßt sich nur erklären, wenn man annimmt, daß die Zustandsdichte verschmiert ist.

Das bedeutet, daß sich auch die Tunnelmessungen mit dem hier vorgestellten Modell einer verschmierten Zustandsdichte besser beschreiben lassen, als mit einer reinen BCS-Theorie, wobei man für Tunnel- und Hochfrequenzmessungen die gleiche ungestörte – bzw. mittlere – Energielücke Δ_{00} = 1.56 meV erhält.

Die Hochfrequenzenergielücke von Niob, d.h. die äquivalente BCS-Energielücke, die die Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes am besten beschreibt, ist jedoch niedriger als die Tunnelenergielücke, weil die erstere die durch die Verschmierung hervorgerufenen energetisch tiefer gelegenen Zustände mit E $< \Delta_{oo}$ beschreibt, wohingegen die letztere durch das Maximum in der Zustandsdichte bestimmt ist und die Verschmierung nur eine etwas erhöhte effektive Temperatur simuliert.

6.4 Der Einfluß von Sauerstoff auf die Hochfrequenzeigenschaften von Niob

Der Einfluß von Sauerstoff auf die supraleitenden Eigenschaften von Niob ist schon häufig untersucht worden (s. z.B. 25, 31, 38, 61 – 63), daher sollen hier nur einige Punkte erwähnt werden. Bei der Oxydation von Niob entsteht zwischen dem dielektrischen Nb₂O₅ und dem bulk-Niob eine dünne inhomogene Zwischenschicht aus metallischem NbO⁶⁰ und verunreinigtem Niob,⁶² die in Abwesenheit des darunter befindlichen Niobs ein erheblich niedrigeres T_c hätte. Da diese Schicht jedoch dünn ist gegen Eindringtiefe und Kohärenzlänge, ergibt sich bei Hochfrequenzmessungen wegen des Proximity-Effekts und der Mittelung über den gesamten Eindringtiefenbereich nur eine geringfügig verkleinerte effektive Energielücke. Dies könnte den kleinen Rest der Δ -Erniedrigung erklären, der bei der Analyse der Daten mit dem Modell einer verschmierten Zustandsdichte verblieb.

Bei anodisierten Resonatoren wird in der Regel eine niedrigere Energielücke²⁵ gemessen als bei nicht anodisierten Oberflächen. Bei einigen Messungen an stark anodisierten Resonatoren⁶⁸ wurde eine Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes gemessen, die sich nicht mit einer einzigen Energielücke beschreiben läßt. Eine dieser Messungen von Kneisel und Stoltz⁶⁹ wurde erneut analysiert. Mit dem im Anhang beschriebenen Programm wurde an die Meßwerte eine theoretische Kurve der Form $R = C_1 R_{BCS}(\Delta_1) + C_2 R_{BCS}(\Delta_2) + R_{res}$ angepaßt. Die Rechnungen ergaben eine wesentliche Verringerung von Chiquadrat gegenüber einer Anpassung mit einer Energielücke, jedoch war das Minimum von Chiqudrat bezüglich einer Variation von Δ_2 sehr breit, wobei mit steigendem Δ_2 auch C $_2$ und Δ_1 zunahmen. Zur Bestimmung von Δ_2 mußten daher noch andere Daten mit herangezogen werden. Aus Eindringtiefemessungen von Schwarz⁶¹ an ähnlich behandelten Nb-Proben ergab sich für die schwach supraleitenden Stellen ein T_c von ungefähr 7 K. Nimmt man für diese Gebiete schwache Kopplung an, d.h. $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ = 1.76, so erhält man Δ_2 = 1.06 meV. Mit diesem Wert folgt C₂ = 0.04 und Δ_1 = 1.52 meV bzw. für T_c = 9.2 K Δ_1/k_BT_c = 1.93.

Nach der Diskussion in Abschnitt 6.1 ist dieser Wert gut mit den hier gefundenen Δ -Werten für die unterschiedlich sauberen Niob-Oberflächen verträglich. Die experimentellen Daten und theoretischen Kurven mit den angegebenen Parametern sind in Abb. 21 dargestellt. Zum Vergleich ist auch die BCS-Rechnung für die beste Anpassung, die mit einer Energielücke erreicht werden kann, mit eingezeichnet.



<u>Abb. 21:</u> Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes für einen stark anodisierten Resonator. Erläuterungen im Text.

Schwarz hat bei seinen Untersuchungen Suboxydcluster mit einer Zusammensetzung von ungefähr NbO_{O O2} gefunden, $^{\circ 1}$ deren Größe mit ungefähr 50 nm angegeben wurde, was in etwa der Kohärenzlänge & von Niob entspricht. Wenn diese Cluster mit zunehmender Oxydation des Niobs größer werden als &, dann verliert der Proximity-Effekt an Wirksamkeit, und diese schwach supraleitenden Gebiete verhalten sich wie ein separater Teil der Oberfläche mit einer geringeren Energielücke. Dieses Anwachsen der Suboxydcluster mit zunehmender Oxydationsdauer ist die wahrscheinlichste Erklärung dafür, daß zwei separate Energielücken nur bei zu sehr hohen Spannungen anodisierten Resonatoren auftreten. In dieser Arbeit wurde nur sehr schwach anodisiert (20 V), und es ergab sich ein relativ hohes $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.88$, wobei keine Hinweise auf eine zweite Energielücke, d.h. auf große schwach supraleitende Gebiete auftraten.

- 51 -

7. Z U S A M M E N F A S S U N G

Bei der Untersuchung der Hochfrequenzeigenschaften von supraleitenden Niob-Resonatoren im Frequenzbereich von 12 - 18 GHz ergaben sich Frequenz- und Temperaturabhängigkeiten des Oberflächenwiderstandes, die von den Vorhersagen der BCS-Theorie für homogenes Niob abweichen und sehr stark von der Oberflächenpräparation abhängen.

Mit zunehmender Sauerstoff-Verunreinigung der Oberflächen nimmt die Steilheit der Frequenzabhängigkeit R \propto f^{α} von einer mittleren Steigung α = 1.55 auf α = 1.86 zu. Gleichzeitig wird die Temperaturabhängigkeit erheblich flacher. Die äquivalente BCS-Energielücke, d.h. diejenige Energielücke, die nach der BCS-Theorie dieselbe Temperaturabhängigkeit liefert, nimmt von $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ = 1.92 auf 1.76 ab.

Die beobachteten Frequenzabhängigkeiten lassen sich gut mit einem Modell einer verschmierten Zustandsdichte beschreiben, bei dem die Wurzelsingularität der BCS-Zustandsdichte durch einen über einen Bereich $2\epsilon \Delta(0)$ konstanten Wert ersetzt wird. Für den Verschmierungsparameter ϵ ergeben sich Werte von $1.6 \cdot 10^{-2}$ bis $6 \cdot 10^{-2}$. Dies entspricht Verschmierungsbreiten $2\epsilon \Delta(0)$ von 0.05 meV bis 0.19 meV.

Die Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes wird im wesentlichen durch die energetisch am tiefsten liegenden Zustände bestimmt. Daher muß hier eine Form der Verschmierung angenommen werden, bei der die Zustandsdichte innerhalb der ungestörten Energielücke langsam gegen Null geht.

Eine solche Verschmierung erhält man z.B., wenn man die Anisotropie der Energielücke von Niob³⁶ und den Einfluß der Lebensdauer der Quasiteilchen³⁷ berücksichtigt. Dabei hängt die Verschmierungsbreite der Zustandsdichte und damit die Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von der Lebensdauer bzw. der mittleren freien Weglänge ab. Dieses Modell kann einen beträchtlichen Teil der Reduzierung der Energielücke erklären.

Ein weiterer Effekt, der zu einer Erniedrigung der Energielücke führt, ist die Bildung sauerstoffhaltiger schwach supraleitender Gebiete³⁴ an der Oberfläche. Wenn diese Gebiete groß genug werden, daß der Proximity-Effekt keine wesentliche Rolle mehr spielt, lassen sich diese Gebiete unmittelbar an der Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes nachweisen.

Bei den Messungen mit den verschiedenen Oberflächenpräparationen wurde ein linearer Zusammenhang zwischen der äquivalenten BCS-Energielücke und dem Verschmierungsparameter ε festgestellt. Die Extrapolation auf $\varepsilon = 0$ ergibt $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.975^{+0.025}_{-0.015}$. Diese ungestörte Energielücke stimmt sehr gut mit dem besten Wert $\Delta(0) = 1.56$ meV überein, der aus Tunnelmessungen³¹ bestimmt werden konnte und allgemein als Energielücke von reinem Niob akzeptiert wird.

Die Verschmierung der Zustandsdichte erklärt auch, weshalb bei Tunnelmessungen breitere U-I-Charakteristiken gemessen werden, als nach der BCS-Theorie unter Berücksichtigung der Temperaturverbreiterung vorhergesagt wird.

Der Unterschied, der zwischen den aus Tunnel- und Hochfrequenzmessungen bestimmten Energielücken besteht, kann, wie diese Arbeit gezeigt hat, auf den unterschiedlichen Einfluß zurückgeführt werden, den die Verschmierung der Zustandsdichte auf die beiden Meßmethoden hat.

Der niedrigste Restwiderstand, der in dieser Arbeit gemessen wurde, betrug $R_{res} = 3 n\Omega$, und als höchste Zusammenbruchsfeldstärke wurde $B_c = 140 mT$ erreicht.

Die Anpassung von Energielücke und Restwiderstand an die gemessene Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes

Der Oberflächenwiderstand, der in supraleitenden Resonatoren gemessen wird, setzt sich aus einem temperaturabhängigen supraleitenden Anteil R_s und einem temperaturunabhängigen Restwiderstand R_{res} zusammen. Der supraleitende Anteil R_s soll hier im Rahmen der Vorhersagen der BCS-Theorie ausgewertet werden (vgl. Abschnitt 6.2).

Der BCS-Oberflächenwiderstand ist eine komplexe Funktion der Materialparameter kritische Temperatur T_c , reduzierte Energielücke $\Delta(0)/k_BT_c$, London-Eindringtiefe λ_L , Kohärenzlänge ξ_F und mittlere freie Weglänge ℓ sowie von Frequenz f und Temperatur T. Die Berechnung von R_{BCS} kann problemlos mit dem von Halbritter entwickelten Computerprogramm²¹ durchgeführt werden, jedoch ist dieses Programm erheblich zu rechenzeitintensiv, um direkt für die Auswertung der Meßergebnisse verwendet werden zu können. Die gelegentlich verwendete Näherung^{45,56} $R_{BCS} \propto 1/T \cdot e^{-\Delta/kT}$ ist sehr ungenau und führt in dem hier untersuchten Frequenzbereich zu Δ -Werten, die um bis zu 10 % zu hoch liegen. Auch die in Abschnitt 2.4 besprochene Abhängigkeit $R_{BCS} \propto e^{-A(f)/kT}$ ist bestenfalls in dem Bereich reduzierter Temperaturen $T_c/T = 2.5 - 5$ genauer als die mittlere Schwankung der experimentellen Daten.

Meßwerte des Oberflächenwiderstandes wurden in dieser Arbeit für reduzierte Temperaturen zwischen 2.16 und 6.8 erzielt, die typische mittlere quadratische Streuung der Meßwerte (Definition s.u.) betrug dabei 2 %. Um die Qualität der Anpassung nicht wesentlich zu beeinflussen, sollten daher die theoretischen Werte R_{BCS} mit einer Genauigkeit von ca. 0.5 % bestimmt werden können. Da eine analytische Näherung, die über den gesamten Temperatur- und Parameterbereich diese Genauigkeit erreicht, nicht existiert, wurde ein Verfahren gewählt, bei dem die theoretischen Werte aus einer einmalig berechneten Tabelle interpoliert werden.

Um den Rechenaufwand für die Erstellung der Tabelle und die spätere Interpolation möglichst gering zu halten, wurde die Abhängigkeit von R_{BCS} von den verschiedenen Parametern untersucht. Dabei konnte zum Teil auf Arbeiten von Halbritter⁴⁴ und Lyneis¹³ zurückgegriffen werden. Die Materialparameter T_c = 9.2 K, λ_{L} = 32 nm und ξ_{F} = 62 nm gelten als gesichert^{13,56} und werden daher nicht variiert. Der Einfluß der mittleren freien Weglänge ℓ auf den Oberflächenwiderstand ist in Abb. 19 gezeigt. Trotz der beträchtlichen absoluten Änderung von R_{BCS} ist in dem hier untersuchten Temperatur- und Frequenzbereich die relative Änderung, d.h. die Abweichung von einer linearen Skalierung, kleiner als 0.2 %. Für die Anpassungsrechnungen wurde $\ell = 10$ nm gewählt, weil bei diesem Wert die Skalierungsfehler über den gesamten sinnvollen Bereich $\ell = 5 - 100$ nm am geringsten sind.

Für die verbleibenden variablen Parameter f, Δ und T stellte es sich heraus, daß eine Darstellung von ln R über ln f, Δ und T_c/T am günstigsten ist, weil sich in dieser Darstellung ein annähernd linearer Zusammenhang ergibt, der bei relativ wenigen Stützpunkten eine genaue Interpolation erlaubt.

Auf der Basis dieser Untersuchungen wurde eine Tabelle R(f, Δ ,T) berechnet, in der mit dem weiter unten beschriebenen Auswerteprogramm interpoliert wurde. Ein stichprobenartiger Vergleich zwischen interpolierten und mit dem Halbritterprogramm berechneten Widerstandswerten ergab typische Abweichungen von 0.1 % und einen maximalen Fehler von 0.5 %.

Nachdem ein Verfahren zur Verfügung stand, mit dem die theoretischen Oberflächenwiderstände genügend schnell und genau berechnet werden können, konnte eine Anpassung von $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c}$ und R_{res} an die experimentellen Daten mittels einer Chiquadrat-Minimalisierung durchgeführt werden. Als Anpassungsfunktion wurde gewählt

(A-1)
$$R_{Fit} = C \cdot R_{BCS}(f, \Delta, T) + R_{res}$$

Mit dem Skalierungsfaktor C werden die Einflüsse der freien Weglänge £, der Oberflächenrauhigkeiten und der Fehler des Geometriefaktors (vgl. Abschnitt 4.6) sowie der Verschmierung der Zustandsdichte (Abschnitt 6.1) zusammengefaßt.

Die Anpassung wird mit dem MINUIT-Programmpaket durchgeführt, das eine Chiquadrat-Funktion bezüglich mehrerer Parameter minimalisiert. Da die Meßwerte mit einem konstanten relativen Fehler behaftet sind und diese Fehler so klein sind, daß $ln(1+x) \simeq x$ gilt, wird die Funktion FCN wie folgt definiert

(A-2) FCN =
$$\frac{1}{N}\Sigma(\ln R_{exp} - \ln R_{Fit})^2$$

wobei N die Zahl der Meßpunkte ist.

Die Interpolation in der R_{BCS}-Tabelle wird nun so durchgeführt, daß zunächst die gesamte Tabelle bezüglich der Frequenz f_o , bei der die Messung durchgeführt wurde, interpoliert wird. Wenn dann die Funktion FCN für einen Parametersatz C', Δ ' und R'res berechnet werden soll, wird durch Interpolation bezüglich Δ ' die

eindimensionale Tabelle $R_{BCS}(f_0, \Delta', T)$ erzeugt, mit deren Hilfe die N Werte $R_{Fit,i} = C'R_{BCS}(f_0, \Delta', T_i) + R'_{res}$ berechnet werden.

Das Programmpaket MINUIT bestimmt nun diejenigen Werte C_o, Δ_o und R_{res,o}, für die FCN minimal wird. Ein Beispiel einer Messung und der durch Minimalisierung erhaltenen Anpaßkurve R_{Fit}(T) = C_oR_{BCS}(f_o, Δ_o , T) + R_{res,o} ist in Abb. 22 dargestellt. Die Parameter sind $\Delta_o = 1.740$, R_{res,o} = 0.174 µ Ω und C_o = 0.982. Außerdem ist die Kurve R_{Fit}(T) - R_{res,o} mit eingezeichnet. Für dieses Beispiel ergab sich FCN_{min} = $3.50 \cdot 10^{-4}$. Wegen $\ln(1+x) \approx x$ für |x| << 1 beschreibt die Größe F = $100 \cdot \sqrt{FCN}$ die mittlere quadratische Abweichung der Meßwerte von der Anpassungskurve in Prozent. Für das obige Beispiel gilt F ≈ 1.9 %.



<u>Abb. 22:</u> Beispiel einer Messung der Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes und der durch Chiquadrat-Minimalisierung errechneten Anpassungskurven.

Über die Genauigkeit der angepaßten Parameter und über die Abhängigkeit der Funktion FCN von den Parametern erhält man Aufschluß aus Konturdarstellungen von FCN. Zwei solche Darstellungen, in denen Konturen mit konstanten FCN-Werten gegeben sind, zeigen die Abbildungen 23 und 24. Die Werte für die Konturen wurden so gewählt, daß gilt

<u>Abb. 23:</u> Konturdarstellung der Funktion FCN in der GAP-C-Ebene für festes R_{res}.

In Abb. 23 ist die Abhängigkeit von FCN von den Parametern Δ (in der Abb. mit dem Programmnamen GAP bezeichnet) und C für festes R_{res} dargestellt. Man erkennt deutlich ein langgestrecktes Minimum, das typisch ist für die Anpassung einer Geraden, wenn sowohl Steigung als auch Achsabschnitt als unabhängige Variable betrachtet werden. Setzt man für die Bestimmung der Fehlerschranken FCN = 2FCN_{min}, so ergibt sich mit ±0.03 ein erheblich zu großer Fehler für Δ , da der Parameter C nicht tatsächlich völlig unabhängig ist. Fehler des Geometriefaktors können z.B. aus der Untersuchung der Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes bei 4.2 K erkannt werden, und die mittlere freie Weglänge ℓ , die stark in C eingeht, hängt über den Verschmierungsparameter ϵ mit Δ zusammen. Wenn zusätzlich mehrere Messungen für dieselbe Präparation des Resonators vorliegen, so müssen für die verschiedenen Moden ziemlich gleiche Einflüsse von ℓ und der Oberflächenrauhigkeit vorliegen, so daß sich diese

Messungen nach Berücksichtigung der anderen Korrekturen mit annähernd dem gleichen korrigierten C beschreiben lassen müssen. Wenn diese Einflüsse auf den Parameter C berücksichtigt werden, erhält man für die heiß oxydierten Resonatoren eine Unsicherheit von Δ von ± 0.01 , bei den anderen Messungen ist die Unsicherheit insbesondere wegen der größeren freien Weglänge mit ± 0.02 größer.





Aus Abb. 24 ersieht man, daß die Wahl von R_{res} auf Δ keinen wesentlichen Einfluß hat. Da sich eine Änderung von R_{res} nur bei tiefen Temperaturen nennenswert auf die relative Größe des gesamten Widerstandes R_{Fit} auswirkt, bringen auch große Änderungen wegen Gl. (A-2) nur eine geringe Zuname von FCN. Daher gibt die Kontur 1 aus Abb. 24 einen zu großen Fehler für R_{res} . Andererseits sind jedoch in R_{res} nach der Diskussion in Abschnitt 3.4.2 die Fehler der externen Güte Q_a , d.h. der Koppelfaktoren β , enthalten. Diese Fehler waren in der Regel größer als die Unsicherheit in der Anpassung, so daß im allgemeinen der Restwiderstand mit einem Fehler von ca. 10 % behaftet ist.

Für die Interpretation der Messungen von Kneisel an stark anodisierten Resonatoren (vgl. Abschnitt 6.4) und zur Überprüfung, ob auch bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen Hinweise auf separate Gebiete mit abweichender Energielücke auftreten, wurde das Programm erweitert. Es wurde bei der Anpassung zusätzlich ein gewisser Anteil CS schwach supraleitender Gebiete mit $\Delta(0)/k_{\rm B}T_{\rm c} = 1.76$ und kritischer Temperatur TCS berücksichtigt. Die Anpassungsfunktion lautet dann

(A-4)
$$R_{Fit} = C \cdot R_{BCS}(f, \Delta, T) + CS \cdot R_{BCS}(f, TCS, T) + R_{res}$$
.

LITERATURVERZEICHNIS

- ¹ H. London, Proc. Royal Soc. 176A (1940) 522
- ² A. B. Pippard, Proc. Royal Soc. 191A (1947) 370,385
- ³ W. M. Fairbank, Phys. Rev. 76 (1949) 1106
- ⁴ E. Maxwell, P.M. Markus, J.C.Slater, Phys. Rev. 76 (1949) 1332
- ⁵ A. Citron, Proc. 1970 Proton Lin. Acc. Conf., Batavia, Illinois 239; T. I. Smith, Adv. Cryog. Eng. 13 (1968) 102; P. B. Wilson, R. B. Neal, G. A. Loew, H. A. Hogg, W. B. Hermannsfeldt,
- R. H. Helm, M. A. Allen, Part. Acc. 1 (1970) 223
- L. Szeci, Dissertation (Universität Karlsruhe, 1970) und Externer Bericht 3/70-8 (Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1970)
- ⁷ P. Kneisel, O. Stoltz, J. Halbritter, Adv. Cryog. Eng. 22 (1977) 341;
 B. Hillenbrand, H. Martens, J. Appl. Phys. 47 (1976) 4151;
 G. Arnolds, R. Blaschke, H. Piel, D. Proch, IEEE Trans. MAG-15 (1979) 437
- ⁸ S. Giordano, H. Hahn, H. J. Halama, T. S. Luhman, W. Bauer, IEEE Trans. MAG-11 (1975) 437
- ⁹ K. Agyeman, Ph. D. thesis (MIT, Cambridge, 1976)
- ¹⁰ S. Isagawa, J. Appl. Phys. 52 (1981) 921
- ¹¹ J. Goebbels, J. Hasse, Z. Phys B27 (1977) 233
- ¹² W. Buckel, J. Hasse, V. Reichert, Phys. Letters 37A (1971) 457; J. Hasse, J. Lachmann, Z. Phys. 258 (1973) 136
- ¹³ C. M. Lyneis, Ph. D. thesis (Stanford University, 1974)
- R. Borst, Diplomarbeit (Universität Freiburg, 1979); R. Borst, 14 T. Dreyer, N. Schröder, M. Stallmann, H. E. Stier, Z. Phys. B42 (1981) 205
- ¹⁵ A. B. Pippard, Proc. Royal Soc. A 216 (1952) 547
- ¹⁶ J. Bardeen, L. N. Cooper, J. R. Schrieffer, Phys. Rev. 108 (1957) 1175
- ¹⁷ L. P. Gorkov, Sov. Phys. JETP 7 (1958) 505
- ¹⁸ D. C. Mattis, J. Bardeen, Phys. Rev. 111 (1958) 412
- ¹⁹ I. M. Khalatnikov, A. A. Abrikosov, Adv. Phys. 8 (1958) 45
- ²⁰ J. P. Turneaure, HEPL report 507 (Stanford, 1967)
- ²¹ J. Halbritter, Externer Bericht 3/70-6 (Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1970)
- ²² H. Pfister, Cryogenics 16 (1976) 17
- ²³ Eine umfangreiche Zusammenfassung der laufenden Aktivitäten auf dem Gebiet der Hf-Supraleitung für Beschleunigeranwendungen findet sich in Proceedings of the Workshop on rf-Superconductivity, KfK-3019 (1980)
- ²⁴ H. Hahn, H. J. Halama, IEEE Trans. NS-16 (1969) 1013
- ²⁵ P. Kneisel, Dissertation (Universität Karlsruhe, 1972) und KFK-1645 (1972)
- ²⁶ P. H. Ceperley, Ph. D. thesis (Stanford University, 1971) und HEPL report 655 (Stanford, 1971)
- ²⁷ B. Piosczyk, Dissertation (Universität Karlsruhe, 1974) und KFK-1991 (1974)
- ²⁸ W. Bauer, S. Giordano, H. Hahn, J. Appl. Phys. 45 (1974) 5023
- ²⁹ J. Halbritter, Z. Phys. 238 (1970) 466

- ³⁰ P. Kneisel, O. Stoltz, J. Halbritter, Proc. 1972 Appl. Supercond. Conf., Annapolis (IEEE, New York, 1972) 657
- ³¹ E. L. Wolf, J. Zasadzinski, J. W. Osmun, J. Low Temp. Phys. 40 (1980) 19

³² A. B. Kaiser, J. Phys. C3 (1970) 410

³³ J. Halbritter, Solid State Comm. 34 (1980) 675

- ³⁴ A. I. Larkin, Y. N. Ovchinnikov, Sov. Phys. JETP 34 (1972) 1144
- ³⁵ R. Blocksdorf, private Mitteilung
- ³⁶ M. Peter, J. Ashkenazi, M. Dacorogna, Helv. Phys. Acta 50 (1977) 267
- ³⁷ R. Blaschke, Recent Developments in Condensed Matter Physics 4 (1980) 425
- ³⁸ W. DeSorbo, Phys. Rev. 132 (1963) 107
- ³⁹ L. D. Landau, E. M. Lifshitz, Elektrodynamik der Kontinua (Akademie Verlag, Berlin, 1967)
- ⁴ R. Collin, Foundations for microwave engineering (McGraw Hill, New York, 1966)
- ⁴¹ W. Meyer, "Geometriefaktoren kreiszylindrischer Hf-Resonatoren", (Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1976) unveröffentlicht
- ⁴² W. Meyer, "Maximale Feldstärken in einem kreiszylindrischen Hf-Resonator", (Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1976) unveröffentlicht; für einige TE-Moden wird in dieser Arbeit versehentlich das höhere, im Innern des Resonators auftretende maximale B-Feld angegeben.
- ⁴³ M. Sucher, J. Fox, Handbook of microwave measurements I III (Polytechnic Press, Brooklyn, 1963)
- ⁴⁴ J. Halbritter, Dissertation (Universität Karlsruhe, 1969) und Externer Bericht 3/69-2 (Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1969)
- ⁴⁵ W. Meyer, Dissertation (Universität Karlsruhe, 1978) und KfK-2676 (1978)
- ⁴⁶ H. Diepers, O. Schmidt, H. Martens, R. K. Sun, Phys. Letters 37A (1971) 139
- ⁴⁷ W. Meyer, F. Kröner, unveröffentlichter Bericht (Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1978)
- ⁴⁸ K. Schnitzke, H. Martens, B. Hillenbrand, H. Diepers, Appl. Phys. 5 (1974) 77
- ⁴⁹ A. Philipp, J. Halbritter, IEEE Trans. MAG-17 (1981) 951
- ⁵ F. James, M. Roos, MINUIT-Programmbeschreibung D 506, CERN Computer Centre, Program Library (Genf, 1978)
- ⁵¹ H. Piel, in ²³, S. 85
- ⁵² R. Zurmühl, Praktische Mathematik für Ingenieure und Physiker (Springer Verlag, Berlin, 1963)
- ⁵³ Eine ausführliche graphische Darstellung der Abhängigkeit der Geometriefaktoren vom D/L-Verhältnis ist in ⁴¹ gegeben.
- ⁵⁴ S. P. Morgan, J. Appl. Phys. 20 (1949) 352
- ⁵⁵ S. B. Nam, Phys. Rev. 156 (1967) 470
- ⁵⁶ J. Halbritter, Z. Phys. 266 (1974) 209
- ⁵⁷ G. Brändli, Phys. Rev. Letters 28 (1972) 159
- ⁵⁸ B. Mühlschlegel, Z. Phys. 155 (1959) 313
- ⁵⁹ H. Martens, H. Diepers, R. K. Sun, Phys. Letters 34A (1971) 439
- ⁶⁰ I. Lindau, W. E. Spicer, J. Appl. Phys. 45 (1974) 3720

- ⁶¹ W. Schwarz, Diplomarbeit (Universität Karlsruhe, 1976) und KFK-Ext. 3/76-4 (1976); W. Schwarz, J. Halbritter, J. Appl. Phys. 48 (1977) 4618
- ⁶² M. Grundner, Dissertation (Universität Karlsruhe, 1977) und KFK-2565 (1977); M. Grundner, J. Halbritter, J. Appl. Phys. 51 (1980) 397
- ⁶³ J. Halbritter, unveröffentlichter Bericht (Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1981)
- ⁶⁴ J. P. S. Pringle, Electrochimica Acta 25 (1980) 1403
- ⁶⁵ R. Blaschke, unveröffentlicht
- ⁶⁶ R. Blaschke, private Mitteilung
- ⁵⁷ J. Bostok, V. Diadiuk, W. N. Cheung, K. H. Lo, R. M. Rose, M. L. A. MacVicar, Phys. Rev. Letters 36 (1976) 603
- ⁶⁸ P. Kneisel, unveröffentlicht
- ⁶⁹ P. Kneisel, O. Stoltz, unveröffentlicht; die Meßdaten wurden mir freundlicherweise von O.Stoltz zur Verfügung gestellt.