

**Forschungszentrum Karlsruhe**  
Technik und Umwelt

**Wissenschaftliche Berichte**  
FZKA 5881

**Kritische Ströme und  
Granularität von  
schmelztexturiertem  
 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$**

**R. P. Kresse**

Institut für Technische Physik

Februar 1997

---



**Forschungszentrum Karlsruhe**

**Technik und Umwelt**

Wissenschaftliche Berichte

FZKA 5881

Kritische Ströme und Granularität von  
schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-8}$

Robert P. Kresse

Institut für Technische Physik

Von der Fakultät für Physik der Universität Karlsruhe (TH)  
genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

1997

**Als Manuskript gedruckt  
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor**

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe**

**ISSN 0947-8620**

## Zusammenfassung

Im Hauptteil dieser Arbeit wird der Einfluß der Granularität auf den Stromfluß im Hochtemperatursupraleiter  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (schmelztexturiert, ohne Korngrenzen) mit AC-Flußprofil- und DC-Magnetisierungsmessungen untersucht. Die Messungen wurden bei Temperaturen bis 85 K und in Feldern bis 12 T durchgeführt. Für Stromfluß parallel zu den  $ab$ -Ebenen kann bis zur Irreversibilitätslinie keine Granularität nachgewiesen werden.

Durch die speziell gewählte Probengeometrie kann auch der Stromfluß entlang der  $c$ -Achse der Proben gemessen werden. Hier hängt die beobachtete Granularität unerwarteterweise stark vom elektrischen Feld ( $\propto dB/dt$ ) ab. So detektiert die DC-Magnetisierungsmessung den Übergang zu inhomogenem Stromfluß schon ab 60 K, während die Flußprofilmessung mit wesentlich höherem E-Feld erst bei 85 K granulares Verhalten anzeigt.

Im weiteren wird der Einfluß von Anisotropie und Kohärenzlänge auf die Lage und Kriteriumsabhängigkeit der Irreversibilitätslinie der anisotropen HTSL  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  untersucht. Vergleichshalber werden auch Messungen an den isotropen Tieftemperatursupraleitern NbTi und  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  ausgeführt. Mit diesem Vergleich wird gezeigt, daß bei  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  nicht die Anisotropie und das hohe  $T_c$ , sondern das Verhältnis von London'scher Eindringtiefe zur Kohärenzlänge im wesentlichen die relative Größe des reversiblen Bereiches im B,T-Phasendiagramm bestimmt. Für  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  andererseits, weist hier vor allem die hohe Anisotropie einen entscheidenden Einfluß auf.

## Critical Current and Granularity of Melt-Textured $Y_1Ba_2Cu_3O_{7-\delta}$

### **Abstract**

In the main part of this work the influence of the granularity on the current flow of melt textured  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  without grain boundaries is studied by means of AC flux profile and DC magnetization measurements. The measurements are performed at temperatures up to 85 K and in fields up to 12 T. In case of current flow parallel to the *ab*-plane no granularity can be detected up to the irreversibility line.

The current flow in *c*-direction can be determined from the special samples with a large length along *c*. In that case the observed transition to inhomogeneous current flow depends unexpectedly strongly on the electric field due to the field sweep  $dB/dt$  of the measurement. Thus the DC magnetization measurement detects the transition to inhomogeneous current flow already at 60 K, whereas the AC flux profile method, operating at much higher electric field, detects granular behavior not before 85 K.

Furthermore the influence of anisotropy and coherence length on the position of the irreversibility line and its dependence on the criterion chosen to determine it, is examined for the anisotropic high- $T_c$  superconductors  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  and  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ . For comparison measurements on the isotropic low- $T_c$  superconductors NbTi and  $PbMo_6S_8$  are performed. From this comparison it is shown for  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  that neither the anisotropy nor the high  $T_c$  value, but the London penetration depth to coherence length ratio  $\kappa$  is determining the relative size of the magnetic reversible region in the B,T-phase diagram. In the case of  $Bi_2Sr_2CaCu_2O_{8+\delta}$ , on the other hand, the large anisotropy has a strong influence.

# Inhaltsverzeichnis

Einleitung	1
<b>1 Experimentelles</b>	<b>4</b>
1.1 Die DC-Magnetisierungsmessung . . . . .	4
1.2 Die AC-Flußprofilmethode . . . . .	6
1.2.1 Ausführung der Messungen . . . . .	9
1.2.2 Das reversible Displacement $d_i$ . . . . .	11
1.2.3 Die reversible AC-Eindringtiefe $\lambda'$ . . . . .	14
1.3 Exemplarische experimentelle Ergebnisse . . . . .	16
1.4 Probenherstellung und Charakterisierung . . . . .	17
<b>2 Granularität</b>	<b>20</b>
2.1 Einführung . . . . .	20
2.2 Untersuchung von Granularität . . . . .	23
2.2.1 Experimentelle Methoden . . . . .	23
2.3 Granularität von schmelztexturiertem $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . . . . .	27
2.3.1 Überblick . . . . .	27
2.3.2 DC-Magnetisierungsmessungen . . . . .	29
2.3.3 AC-Flußprofilmessungen . . . . .	33
2.3.4 Zusammenfassung der Ergebnisse . . . . .	38
<b>3 Einfluß der Relaxation auf die Flußprofilmessung</b>	<b>40</b>
3.1 Zeitlicher Zerfall der kritischen Ströme . . . . .	41
3.1.1 Relaxation im Anfangszeitbereich . . . . .	42
3.2 Elektrodynamik der Flußprofilmessung . . . . .	45
3.3 Auswirkung der Relaxation auf die Flußprofile . . . . .	48
3.3.1 Einfluß der Zeitkonstanten $\tau_o$ . . . . .	49
3.4 Form der Flußprofile im reversiblen Bereich . . . . .	50
<b>4 Die Irreversibilitätslinie</b>	<b>52</b>
4.1 Einführung . . . . .	52
4.2 Messungen . . . . .	55
4.2.1 NbTi . . . . .	55
4.2.2 $\text{PbMo}_6\text{S}_8$ . . . . .	56

4.2.3	$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . . . . .	57
4.2.4	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ . . . . .	58
4.3	Diskussion und Vergleich . . . . .	59
	<b>Zusammenfassung</b>	<b>63</b>
<b>A</b>	<b>ANHANG: Stromtragfähigkeit und Relaxation</b>	<b>65</b>
<b>B</b>	<b>ANHANG: Thermisch aktiviertes Flußkriechen</b>	<b>66</b>
B.1	Kim-Anderson Modell . . . . .	66
B.2	Kollektives Flußkriechen . . . . .	67
B.3	Die Vortex-Glas Phase . . . . .	67
B.4	Power-law $E(J)$ -Charakteristik . . . . .	68
B.5	Relaxation im Langzeitbereich . . . . .	68
<b>C</b>	<b>ANHANG: Probenherstellung NbTi, <math>\text{PbMo}_6\text{S}_8</math>, Bi-2212</b>	<b>69</b>
C.1	NbTi . . . . .	69
C.2	$\text{PbMo}_6\text{S}_8$ . . . . .	69
C.3	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8-\delta}$ . . . . .	69
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>70</b>

## Einleitung

Die Entdeckung der oxidischen Hochtemperatursupraleiter (HTSL) durch Müller und Bednorz [Bed 86] hat intensive Forschungsaktivitäten auf dem Gebiet der Supraleitung ausgelöst. So gelang es, innerhalb kurzer Zeit beachtliche Fortschritte bei der Steigerung der kritischen Temperatur  $T_c$  zu erzielen. Diese wurde von etwa 30K bei LaBaCuO auf über 135K bei den HgCaBaCuO-Systemen erhöht. Darüber hinaus weisen die HTSL sehr hohe kritische Magnetfelder  $B_{c2}$  auf, die bei 4.2K weit über denen der bisher technisch eingesetzten konventionellen Tieftemperatursupraleiter (TTSL) liegen. Die hohen Werte von  $B_{c2}$  resultieren aus den sehr kurzen Kohärenzlängen  $\xi^2 = \phi_0 \mu_0 / 2\pi B_{c2}$ , die im Bereich weniger Nanometer und damit um ein bis zwei Größenordnungen unter denen der konventionellen Supraleiter liegen. Durch die kurzen Kohärenzlängen werden die Stromtrageigenschaften der HTSL entscheidend beeinflusst.

Eine schnelle Realisierung technischer Anwendungen in der Hochstromsupraleitung wurde bisher, außer durch die mechanische Sprödigkeit der HTSL-Oxidkeramiken, durch spezifische Eigenschaften erschwert, die bei den konventionellen Supraleitern nicht oder wesentlich weniger ausgeprägt vorhanden sind: **Anisotropie, Granularität, Relaxation.**

Die **Anisotropie** z.B. von  $\xi$  und  $B_{c2}$  oder der kritischen Stromdichte  $j_c$  bei den HTSL folgt aus der Kristallstruktur, die von CuO-Ebenen senkrecht zur kristallographischen  $c$ -Achse geprägt ist. Die Supraleitung wird hauptsächlich von den CuO(ab)-Ebenen getragen. Die Kohärenzlängen  $\xi_{ab}$  liegen bei den HTSL im Nanometer-Bereich und werden vergleichbar mit der Elementarzellendimension, das kürzere  $\xi_c$  kann mit wenigen Å sogar kleiner sein, als der Abstand der CuO-Ebenen. Im letzteren Fall wird 2-dimensionale Supraleitung mit besonders hoher Anisotropie von  $B_{c2}$  und  $j_c$  beobachtet (Bi-, Tl-, Hg-Systeme, s.[Kle 94, Son 94]).

**Granularität**, d.h. Degradation oder sogar Unterbrechung des makroskopischen Stromflusses, wird durch Entkopplung der supraleitenden Wellenfunktion an kristallinen Defekten hervorgerufen, die größer sind, als die Kohärenzlänge [Deu 87]. Da die Kohärenzlängen der HTSL im nm-Bereich liegen, kann Granularität bei vergleichbarer Defektstruktur wesentlich eher auftreten, als bei den konventionellen TTSL.

**Relaxation** durch thermische Aktivierung verursacht das Auftreten von Widerständen im supraleitenden Zustand. Experimentelle Beobachtungen dazu sind:

- meßbare Spannungen beim Fließen von Supraströmen
- der zeitliche Zerfall von induzierten Abschirmströmen
- die Verbreiterung des resistiven Übergangs im Magnetfeld
- die Abhängigkeit der Stromdichte bei induktiven Messungen von der *Sweep-rate*  $dB/dt$  des äußeren Feldes bzw. bei Transportstrommessungen vom verwendeten *Spannungskriterium*.

Eine weitere Besonderheit ist das Auftreten einer **Irreversibilitätslinie (IL)** im  $B, T$ -Phasendiagramm der HTSL deutlich unterhalb von  $B_{c2}(T)$ , die den magnetisch irreversiblen vom reversiblen Bereich trennt, in dem keine Dauerströme eingepreßt werden können [Yes 88]. Ein Zusammenhang mit thermisch aktivierter Relaxation ist naheliegend, aber auch intrinsische Eigenschaften des Flußliniengitters, wie etwa ein Schmelzübergang, werden als Ursache der IL in der Literatur diskutiert. (An dieser Stelle wird auf eine kurze Einführung in den Zusammenhang von Stromtragfähigkeit und Relaxation mit den Flußverankerungseigenschaften verwiesen, die sich im Anhang A auf S.65 befindet.)

Im Rahmen dieser Arbeit wird der Einfluß der Granularität und der Relaxation auf die Stromtragfähigkeit von schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  untersucht, das sich unter den HTSL für mögliche Anwendungen bei  $T=77\text{K}$  durch hohe Stromdichten im  $B$ -Feld und die vergleichsweise niedrige Relaxation auszeichnet. Dazu werden DC-Magnetisierungs- und AC-Flußprofilmessungen durchgeführt. Der Einfluß der Relaxation auf die AC-Flußprofilmessung wird eingehend behandelt, da hier die vorhandene Literatur bisher noch keine zufriedenstellende Erklärung für die experimentellen Beobachtungen liefert. Die Irreversibilitätslinie von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  wird im Vergleich mit dem sehr anisotropen HTSL  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  und isotropen Tieftemperatursupraleitern untersucht. Daraus ergibt sich die folgende Gliederung:

Der erste Teil der Arbeit beginnt mit einer Einführung zu den verwendeten experimentellen Methoden: DC-Magnetisierungsmessung (DCM) und AC-Flußprofilmessung (FPM). Die zusätzlich zur Stromdichte erhaltenen Meßgrößen reversible AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  und reversibles Displacement  $d_i$  werden anschaulich dargestellt. Es folgt ein kurzer Abschnitt zur Probenherstellung und Charakterisierung.

Der zweite Teil behandelt die Granularität, die besonders für schmelztexturiertes  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  ein großes Hindernis auf dem Weg zu einer technischen Nutzung darstellt. Nach einer vergleichenden Übersicht der zur Detektion üblicherweise verwendeten Meßmethoden wird daher speziell dieser Supraleiter mit der DCM und der FPM eingehend untersucht. Es wird erstmals gezeigt, daß die Korrelation der reversiblen AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  mit der gemessenen Stromdichte eine besonders sensitive Möglichkeit zur Detektion von Granularität bietet, die über die normalerweise verwendeten Experimente hinausgeht. Dabei wird an den speziell in  $c$ -Richtung langen, korngrenzenfrei hergestellten Proben auch die Stromtragfähigkeit in  $c$ -Achsenrichtung, senkrecht zu den CuO-Ebenen, betrachtet. Eine diesbezügliche Untersuchung ist sonst wegen der herstellungsbedingten kurzen Abmessung solcher Proben in  $c$ -Achsenrichtung schlecht durchführbar, spielt aber für eine mögliche Anwendung z.B. bei nicht vollständig texturierbaren Leitern eine wichtige Rolle. Die Messungen zeigen unerwarteterweise, daß das

elektrische Feld für die Detektion und das Auftreten der Granularität, besonders bei Stromfluß entlang der c-Achse, eine entscheidende Rolle spielt.

Im dritten Teil werden die Relaxation und die resistiven  $E(j)$ -Charakteristiken behandelt, die auch unterhalb der IL zum Zerfall der induzierten Dauerströme führen (Eine kurze Einführung in die Theorie thermisch aktivierten Flußkriechens von Anderson und Kim befindet sich mit weiteren Modellen im Anhang ab S.66). Der erwartete Einfluß der Relaxation auf die DC-Magnetisierungsmessung und im besonderen auf die Flußprofile wird diskutiert. Die entwickelte Modellvorstellung für die speziellen AC-Randbedingungen wird durch Flußprofilmessungen bestätigt.

Der Einfluß von Anisotropie und Kohärenzlänge auf die Lage und Kriteriumsabhängigkeit der Irreversibilitätslinie der anisotropen HTSL  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  wird im vierten Teil untersucht. Dazu werden auch Messungen an den isotropen Tieftemperatursupraleitern NbTi und  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  vorgenommen. Aus dem Vergleich mit NbTi und  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  wird gezeigt, daß bei  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  die Anisotropie und das hohe  $T_c$  nicht die wesentlichen bestimmenden Parameter für die relative Größe des magnetisch reversiblen Bereichs im B,T-Phasendiagramm sind, während bei  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  vor allem die Anisotropie einen sehr großen Einfluß aufweist. Die Ergebnisse werden mit aktuellen Modellen zur IL verglichen.

# 1 Experimentelles

## 1.1 Die DC-Magnetisierungsmessung

Die Magnetisierung  $M$  der Proben wurde mit einem *Vibrating Sample Magnetometer* (Oxford LTD, Typ 3001) gemessen. Der Zusammenhang mit den induzierten Strömen ist über das magnetische Moment  $m = M \cdot V_{Probe}$  gegeben:

$$m = \frac{1}{2} \int_{V_{Pr.}} j(r) \times r \, dV . \quad (1)$$

Im Experiment wird das Magnetfeld  $B$  mit einer konstanten *Sweep*rate  $dB/dt$  z.B. von Null auf einen bestimmten Endwert  $B_2$  gefahren. Die Feldänderung induziert Abschirmströme und dringt nach dem Modell des kritischen Zustandes (S.65) von der Oberfläche her in den Supraleiter ein (Abb.1). Aus den Abschirmströmen resultiert ein negatives magnetisches Moment. Wird das Feld vom Endwert um

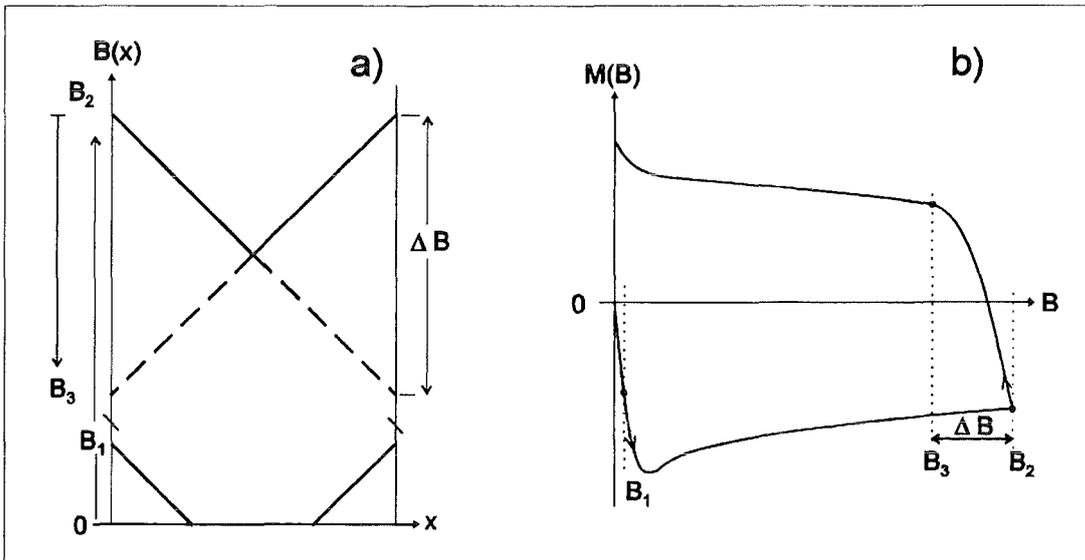


Abbildung 1: a) Flußverteilung in der Probe und b) zugehörige Magnetisierungskurve beim Auf-(1,2) und Abmagnetisieren(3):  $B_1$  unvollständiger,  $B_2, B_3$  (- -) vollständiger kritischer Zustand der Probe.

mindestens  $\Delta B = B_2 - B_3$  zurückgefahren, kehrt sich die Richtung der Abschirmströme bzw. das Flußprofil von außen her vollständig um, es resultiert dann ein positives magnetisches Moment. Aus der Aufspaltung der Magnetisierungskurven für Auf- und Abmagnetisierung  $\Delta M(B)$  können, falls  $j(T, B, x)$  als Funktion des Ortes und innerhalb des Feldintervalls  $\Delta B$  in der Probe nicht variiert, die korrespondierenden Stromdichten für zylinderförmige Probengeometrien nach dem Beanschen Modell [Bea 64] berechnet werden.

Bei den gemessenen rechteckigen  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ -Proben wurde zur Auswertung das anisotrope Bean-Modell verwendet [Gyo 89]. Dieses geht von einem

vollständigen kritischen Zustand und anisotropem  $j_c$  entlang der senkrecht zum Feld orientierten Kristallachsen in der Probe aus. Das resultierende walmdachartige Flußprofil ist in Abb.2 dargestellt.

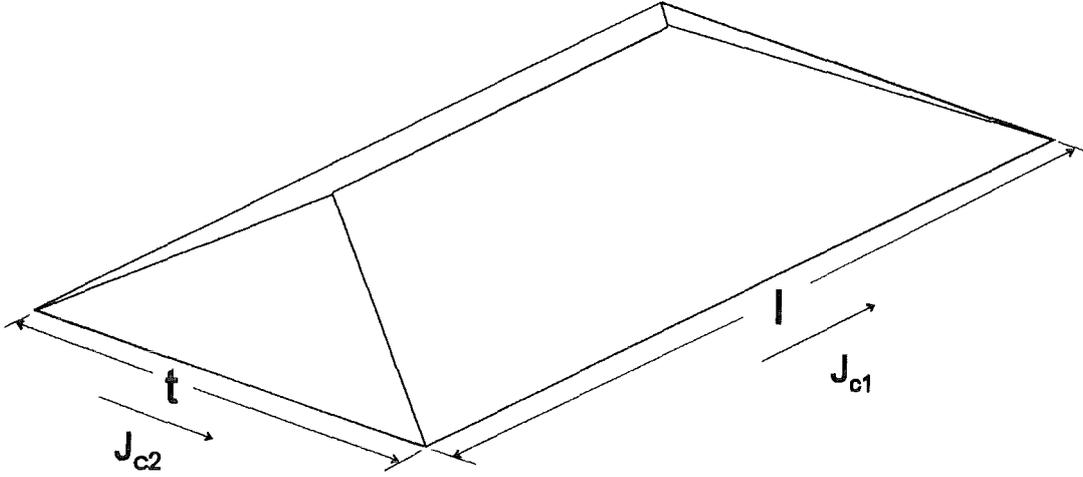


Abbildung 2: Zum anisotropen Bean-Modell: Flußprofil für eine rechteckige Probe mit anisotroper Stromdichte  $J_{c1}/J_{c2} < l/t$ .

Das magnetische Moment wird durch Integration der korrespondierenden Stromdichten (Gl.47) über das Volumen berechnet. Mit der Bedingung  $J_{c1}/J_{c2} < l/t$  (s.Abb.2) folgt für die Aufspaltung der Magnetisierungskurve:

$$\Delta M = \frac{\Delta m}{V} = \frac{J_{c1}t}{2} \left( 1 - \frac{t}{3l} \frac{J_{c1}}{J_{c2}} \right) \quad (2)$$

In der Geometrie  $B \parallel c$  gilt  $J_{c1} \approx J_{c2}$ , da die induzierten Ströme in den  $ab$ -Ebenen fließen. Damit beträgt hier die Korrektur der Ströme für die gemessenen Proben aus den Abmessungen  $\perp B$  (s.S.18) etwa +10%. Für  $B \parallel ab$  erhält man aus der Probengeometrie mit im Verhältnis zu  $l_{ab}^{\perp B}$  langer  $c$ -Dimension  $l_c^{\perp B}$  (vgl.Abb.11b, S.19):  $t/3l = l_{ab}^{\perp B}/3l_c \approx 1/9$ . Mit  $j^{\parallel c}/j^{\parallel ab} = J_{c1}/J_{c2} \approx 1/4$  (DCM: 77K, 1T) resultieren entsprechend Abb.2 steile Flanken an den Schmalseiten und der Korrekturterm in Gl.2 kann mit  $\approx 1/36$  vernachlässigt werden. Man erhält  $\Delta M = j^c t/2 = j^c l_{ab}^{\perp B}/2$ .

Solche induktiven Messungen der Stromkomponente  $j^c$  in  $c$ -Achsenrichtung sind an den plättchenförmigen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristallen schwer durchführbar, da deren Ausdehnung in  $c$ -Richtung wachstumsbedingt i.a. kleiner als  $300\mu\text{m}$  ist.

## 1.2 Die AC-Flußprofilmethode

Der Meßaufbau dieser zuerst von A.M.Campbell [Cam 69] angegebenen und von Rollins, K pfer und Gey [Rol 74] weiterentwickelten AC-Methode gleicht prinzipiell dem einer AC-Suszeptibilit tsmessung (Abb.3).

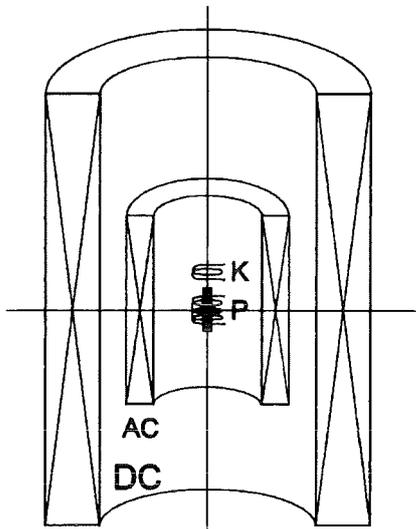


Abbildung 3: Spulenanordnung f r die Flu profilmessung: Die Probe befindet sich in der Pickup-Spule (P) oberfl chenparallel zur Mittelachse der DC- und AC-Feldspule. Da die Eindringtiefe des AC-Feldes im supraleitenden Zustand bestimmt wird, entspricht der Referenzpunkt dem Meißner-Zustand der Probe: Eindringtiefe = 0  $\rightarrow$  induziertes Me signal = 0; Voraussetzung:  $d_{Probe} \gg \lambda_L$ . Das dann im Totvolumen der Spule P induzierte Signal wird durch eine f r jede Probe angepa te Kompensationsspule (K) kompensiert. Mit dieser Spule werden auch Phase und Amplitude des angelegten AC-Feldes gemessen.

Im Gegensatz hierzu wird aber die im Aufnehmerspulensystem induzierte Spannung zeitaufgel st und, ohne Frequenzfilterung, die vollst ndige Signalform mit einem schnellen Digitalvoltmeter abgetastet. Der verf gbare Frequenzbereich ist dabei durch die k rzeste Integrationszeit, bei vorgegebener Zeitauflosung des erfa ten Signals, nach oben beschr nkt. Im Verlauf dieser Arbeit wurde daher ein Transientenrecorder zur Speicherung schneller Signale in den Me aufbau integriert (s.Abb.5, S.10). Damit sind jetzt auch frequenzabh ngige Messungen im Bereich von ca. 1 – 1000 Hz m glich.

Im Experiment wird bei konstanter Temperatur einem station ren DC-Feld eine im Vergleich dazu kleine Wechselfeldamplitude  berlagert. Durch den quantitativen Vergleich der aufgenommenen Signalformen f r die Probe im normalleitenden und im supraleitenden Zustand wird die zeitabh ngige Eindringtiefe der AC-Amplitude berechnet. Damit kann der Verlauf der Flu dichte (*Flu profil*) als Funktion des Abstandes von der Oberfl che bis zur maximalen AC-Eindringtiefe rekonstruiert werden. Die Herleitung soll nun schrittweise erfolgen. Anschließend wird die experimentelle Durchf hrung der Messungen beschrieben.

### Theoretische Grundlagen

Eine sich im Mischzustand befindende, in yz-Richtung ausgedehnte, plattenf rmige Probe mit der Dicke  $d$  in x-Richtung und Breite  $l_y$  soll sich parallel zum in z-Richtung orientierten DC- und AC-Feld in der Pickup-Spule befinden. Die Pickup Spule ist etwas k rzer als die Probe, um nichtaxiale Feldkomponenten

durch Randeﬀekte zu vermeiden. Ebenso sollen die durch die Haftzentren verursachten Auslenkungen der Flußlinien aus der z-Richtung und z-abhängige Inhomogenitäten der Probe vernachlässigbar sein. Die magnetische Induktion  $B$  besitzt dann nur eine Komponente in z-Richtung und die induzierte Spannung ergibt sich zu

$$U_i = K \frac{d}{dt} \iint_A B \, dA = K \frac{d}{dt} \int_0^{d/2} 2l_y B(x, t) \, dx \quad (3)$$

Die Integration braucht wegen der Symmetrie von  $B(0 \leq x \leq d/2) = B(d-x)$  nur bis  $d/2$  ausgeführt zu werden. Die Konstante  $K$  beschreibt die Spulengeometrie, d.h. im wesentlichen die Windungszahl der Pickup-Spule. Der Übergang von  $dA$  nach  $dx$  beinhaltet, daß über Inhomogenitäten in y-Richtung gemittelt wird. In Abb.4 ist der ortsabhängige Verlauf der Flußdichte von der Probenoberfläche bis zur korrespondierenden AC-Eindringtiefe  $x^*(t)$  zum Zeitpunkt  $t$  für  $db/dt < 0$  dargestellt.

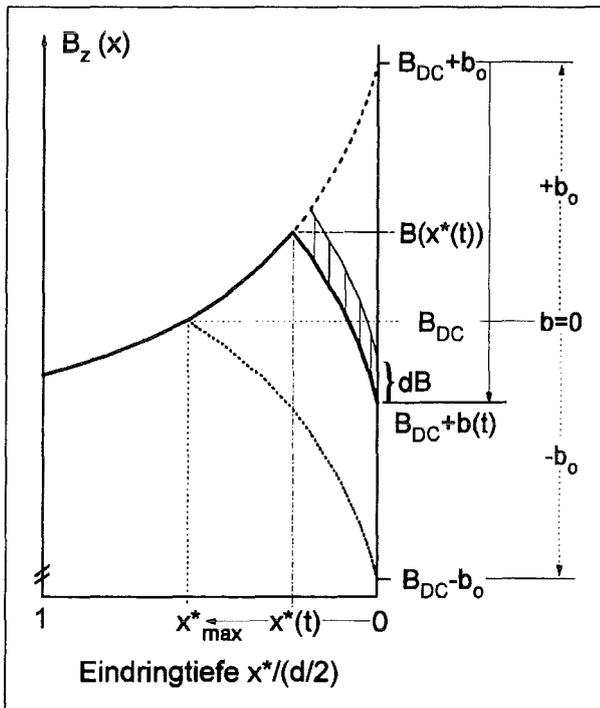


Abbildung 4: Flußprofil  $B(x)$  zum Zeitpunkt  $t$  mit Flußänderung  $dB$  für  $db/dt < 0$  (—). Die gestrichelten Linien zeigen das Flußprofil bei maximaler AC-Eindringtiefe  $x^*_{max}$  im oberen (---) und im unteren (- -) Umkehrpunkt des Wechselfeldes.

Die Flußdichte am Ort  $x^*(t)$  den die eindringende Flußfront gerade erreicht hat, ist mit  $B(x^*(t))$  bezeichnet. Die obere Extremale zeigt  $B(x)$  am oberen Umkehrpunkt bei Erreichen der Maximalamplitude für  $t = 0$ , die untere zeigt  $B(x)$  für  $t = T/2$ . Dazwischen variiert  $x^*(t)$  von  $0 (t = 0)$

bis  $x^*_{max} (t = T/2)$ . Daraus kann die zeitliche Änderung von  $B(x, t)$  innerhalb der Amplitude abgeleitet werden:

$$B(x, t) = \begin{cases} B(x) & x \geq x^*_{max} \\ B(x, t) \text{ mit } dB/dt = 0 & x^*(t) < x < x^*_{max} \\ B(x, t) & 0 \leq x \leq x^*(t) \end{cases} \quad (4)$$

Da sich die Flußdichte nur innerhalb der AC-Eindringtiefe  $0 \rightarrow x^*(t)$  zeitlich ändert, folgt

$$U_S(t) = 2Kl_y \frac{d}{dt} \left\{ \int_0^{x^*} B(x, t) \, dx + \int_{x^*}^{d/2} B(x, t) \, dx \right\}$$

$$U_S(t) = 2Kl_y \int_0^{x^*} \frac{dB(x,t)}{dt} dx . \quad (5)$$

Unter der Voraussetzung, daß sich  $j_c(B)$  innerhalb der AC-Amplitude nicht ändert, d.h.

$$j_c(B_{DC} + b(t), x, T) \approx j_c(B_{DC}, x, T) \quad (6)$$

oder weniger präzise  $b_o \ll B_{DC}$ , kann  $B(x, t)$  in einen orts- und einen zeitabhängigen Teil zerlegt werden. Dazu geht man von der Gleichung des kritischen Zustandes (Gl.47, S.65) aus, mit welcher

$$\frac{dB}{dx} = \mu_o j_c \implies \int_{B(0,t)}^{B(x,t)} dB = \int_0^x \mu_o j_c d\hat{x} \quad (7)$$

folgt. Differentiation nach der Zeit ergibt  $dB(x, t)/dt - dB(0, t)/dt = 0$ . Das bedeutet, daß die zeitliche Änderung von  $B(x, t)$  überall in der Probe nur durch die Änderung von  $B(0, t)$  an der Oberfläche bestimmt wird. Die zeitliche Entwicklung des Flußprofils (Abb.4) folgt damit aus der Parallelverschiebung des Extremalprofils  $B(x, T/2)$  für  $db/dt < 0$  und aus  $B(x, t=0)$  für  $db/dt > 0$ :

$$B(x < x^*(t), t) = \begin{cases} B(x, T/2) + b_o + b(t) & db/dt < 0 \\ B(x, t=0) - b_o + b(t) & db/dt > 0 \end{cases} \quad (8)$$

Somit folgt aus Gl.(5)

$$U_S(t) = 2Kl_y \frac{db(t)}{dt} x^*(t) . \quad (9)$$

Für das AC-Feld erhält man als Randbedingung  $b(t) = \mu_o \mu_{rev} h(t)$ , wobei  $\mu_{rev}$  die Steigung der reversiblen Magnetisierungskurve ist. Für  $B$  nicht zu nahe bei  $B_{c1}$  kann diese Randbedingung innerhalb der Wechselfeldamplitude wegen  $b_o \ll B_{DC}$  als konstant betrachtet werden. Für Hochfeldsupraleiter gilt dann praktisch  $\mu_{rev} \approx 1$ . Die Spulenkonstante  $K$  kann durch Messung des Normalleitungs-Signals  $U_N(t) = Kl_y d \mu_o dh/dt$  ersetzt werden<sup>1</sup>:

$$U_S(t) = U_N(t) \left( \frac{x^*(t)}{d/2} \right) \quad (10)$$

Damit kann  $x^*(t)$  aus den gemessenen Spannungen  $U_S(T < T_c)$  und  $U_N(T > T_c)$  berechnet werden. Zur Rekonstruktion des Flußprofils ist noch die Kenntnis von  $B(x^*(t))$  notwendig. Unter der Voraussetzung von (6) sind die Flußprofile zu  $B(x^*(t))$  symmetrisch (für  $\dot{B} < 0$  in Abb.4 dargestellt) und es folgt:

$$B(x^*(t)) = \begin{cases} B_{DC} + \frac{b(t) + b_o}{2} & db/dt < 0 \\ B_{DC} + \frac{b(t) - b_o}{2} & db/dt > 0 \end{cases} \quad (11)$$

<sup>1</sup>Hierfür ist die benutzte Frequenz so niedrig zu wählen, daß der Einfluß des Skin-Effekts vernachlässigt werden kann ( $\delta \gg R$ ).

Die Auftragung von  $B(x^*(t))$  über  $x^*(t)$  mit  $t$  als Parameter ergibt das gemessene Flußprofil. Aus der Steigung  $dB/dx$  erhält man nach der Gleichung für den kritischen Zustand (47) die Ortsabhängigkeit der Stromdichte in x-Richtung.

Der Vorteil dieser zeitaufgelösten Messung gegenüber AC-Methoden, die die induzierte Signalform integrieren (übl. Lock-in-Technik), liegt darin, daß die Voraussetzungen – Konstanz der kritischen Stromdichte  $j_c(B)$  und von  $\mu_{rev}(H)$  innerhalb der Amplitude – experimentell nachgeprüft werden können. Nur wenn diese Bedingungen erfüllt sind, ist  $U_S(t)$  für beide Halbperioden  $\dot{b} < 0$  und  $\dot{b} > 0$ , die getrennt ausgewertet werden, betragsmäßig gleich, was in identischen Flußprofilen resultiert. Dieses kann durch Übereinanderauftragen bei der Auswertung sehr leicht überprüft werden. Für die integrierenden Methoden ist diese Möglichkeit nicht gegeben, da die Integrale über die Halbperioden auch bei Unsymmetrie wegen der Flußerhaltung immer betragsmäßig gleich sein müssen.

Gegenüber der zuerst von A.M.Campbell benutzten Methode [Cam 69], bei der das Flußprofil aus der Amplitudenabhängigkeit der mit einem Lock-in im *wideband*-Mode gemessenen Verluste bestimmt wurde, steht bei der hier beschriebenen Messung die Amplitude – wie auch die Frequenz – als freier Parameter zur Verfügung.

### 1.2.1 Ausführung der Messungen

Nach dem im vorhergehenden Abschnitt hergeleiteten Meßprinzip müssen also zwei verschiedene Signale, nämlich  $U_S(T_S < T_c)$  und  $U_N(T_N > T_c)$  phasengleich und amplitudenskaliert miteinander verarbeitet werden. Damit die AC-Eindringtiefe mit höchster Auflösung bestimmt werden kann, muß das in der Aufnehmerspule außerhalb des Probenvolumens induzierte Signal möglichst vollständig eliminiert werden.

Daher wird im Meißnerzustand bei  $T = T_S$  dieses Restsignal aus der Probenspule durch eine entgegengeschaltete Kompensationsspule mit entsprechend gewählter Windungszahl möglichst gut abgeglichen. (Ein einfach durchzuführender Abgleich von außerhalb, z.B. mit einer Widerstandsdekade, führt zu starkem Signalrauschen und zu frequenzabhängigen Phasenverschiebungen zwischen beiden Spannungen und ist daher nicht zu empfehlen.) Nach dem Abgleich der Spulen verbleibt erfahrungsgemäß noch ein unkompensierter Signalanteil von etwa 3% bis max. 10% des Probensignals in der Normalleitung. Dieses muß rechnerisch kompensiert werden. Dazu wird im Meißnerzustand eine Kompensationsmessung mit kleiner Amplitude ( $b_o = 0.1-1\text{mT}$ ) ausgeführt und die vom Transientenrecorder gespeicherte Signalform  $U_K(T_S, B = 0)$  jeweils von  $U_S$  und  $U_N$  abgezogen, bevor die zeitabhängige AC-Eindringtiefe nach Gl.10 berechnet wird.

Die Phasengleichheit und Amplitudenskalierung zur Verarbeitung dieser drei verschiedenen Signale wird durch die jeweils parallele Erfassung der an der Kompensationsspule induzierten Spannung gewährleistet (diese wird nur durch das äußere Wechselfeld bestimmt). Zur Messung werden zwei der vier Eingangskanäle des Transientenrecorders parallel benutzt (Zeitgewinn gegenüber Digitalvoltmeter: Faktor 2). Da hierbei von den Einstellungen der Vorverstärker und der Eingangsverstärker des Transientenrecorders abhängige Phasenverschiebungen zwischen den Signalen auftreten, werden diese durch entsprechende Werte aus Eichmessungen korrigiert. Temperaturabhängige Phasenverschiebungen, die durch die Differenz zwischen  $T_N$  und  $T_S$  eingehen, werden ebenfalls korrigiert.

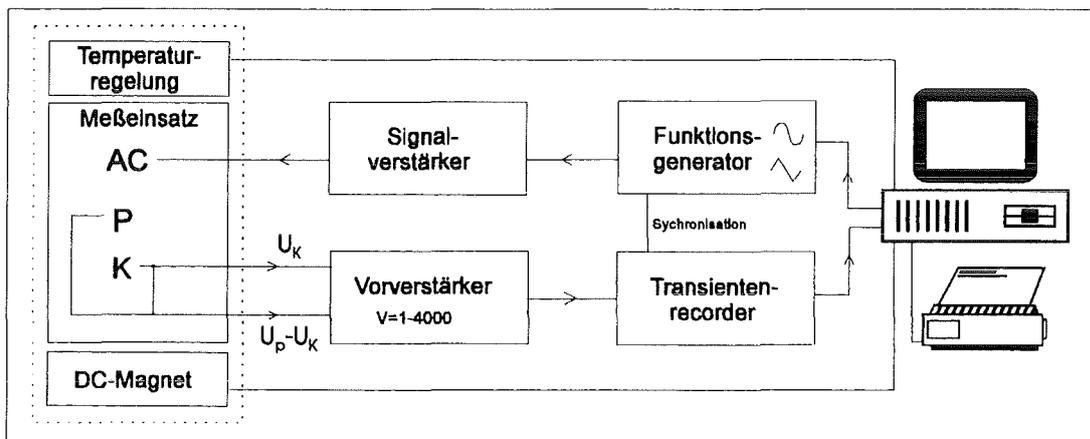


Abbildung 5: Blockdiagramm des Flußprofilmeßaufbaus

Zur Durchführung einer Meßreihe werden bei  $T_N > T_c$  für die gewählten Frequenzen bei jeweils einer Amplitude Normalleitungsdaten aufgenommen und danach die Probe im Nullfeld auf die Meßtemperatur  $T_S$  abgekühlt. Hier werden zuerst Kompensationsdaten wieder für jeweils eine Amplitude und dann Supraleitungsdaten für die entsprechenden Frequenzen, Amplituden und DC-Felder aufgezeichnet.

Die Wahl der Frequenz (1-1000 Hz) und der Amplitude (0.01-40 mT) ist durch die mindestens erforderliche AC-Eindringtiefe zur Induktion einer über dem Rauschpegel liegenden Spannung nach unten begrenzt, nach oben durch Probenaufheizung (Hystereseverluste) mit  $\dot{Q} \sim h_o^3 f / j_c$ . Probenaufheizung kann durch den auf dem Probenhalter nahe der Probe angebrachten Temperatursensor und mit zunehmender Frequenz abnehmende Stromdichten detektiert werden.

### 1.2.2 Das reversible Displacement $d_i$

Die Flußprofilmessung liefert neben der Stromdichte  $j$  auch noch die für eine Beurteilung des Pinning-Mechanismus wichtigen Parameter *reversibles Displacement*  $d_i$  und *reversible AC-Eindringtiefe*  $\lambda'$ . Die Größe  $d_i$  kennzeichnet die Reichweite der effektiven (statistisch gemittelten) Wechselwirkung zwischen den Flußlinien und der Defektstruktur, während  $\lambda'$  die Länge angibt, über die eine Verformung des FLG's noch elastisch reversibel verläuft. Beide Parameter können aus einer reinen Stromdichtemessung (z.B. DC-Magnetisierung) nicht erhalten werden. Bei homogenem Pinning bzw. homogener Stromdichte können das gemessene  $d_i$ ,  $\lambda'$  und  $j$  miteinander korreliert werden (Gl.24, S.15). Eine Einführung in den Zusammenhang wird in diesem und im folgenden Abschnitt 1.2.3 gegeben.

Ein irreversibler TypII-Supraleiter mit homogener Stromdichte soll sich im Mischzustand genügend weit oberhalb von  $B_{c1}$  befinden und mit der Oberfläche parallel zum Feld orientiert sein. Beim Anlegen von kleinen AC-Amplituden stellt man, entgegen der Vorhersage für die Ausbildung des kritischen Zustands, linear reversibles Antwortverhalten fest. Erst für größere Amplituden findet der Übergang zur erwarteten Irreversibilität durch Hystereseverluste statt. Dieses Verhalten wird dadurch verursacht, daß die Flußlinien innerhalb und zwischen den Haftpotentialen reversibel verschoben werden (oszillieren) können. Das reversible Displacement entspricht der Wirklänge des effektiven Pinning-Potentials und gibt etwa die maximale reversible Auslenkung der Flußlinien in diesem Potential unter der Einwirkung der Lorentzkraft  $j \times B$  an. Bei unverändertem Pinningmechanismus ist  $d_i$  proportional zum mittleren Abstand  $a_o$  zweier Flußlinien:  $d_i = a_o/a$ ,  $a > 2$ ; (für Dreiecksgitter:  $a_o = (2.4 \times 10^{-15} \text{Tm}^2/B [\text{T}])^{-\frac{1}{2}}$ ;  $a_o(0.1, 1, 10 \text{ T}) = 155, 49, 16 \text{ nm}$ ).

Der Herleitung von Campbell in [Cam 71] folgend soll hier der einfache Fall einer unendlich ausgedehnten Platte parallel zur Feldrichtung mit der anfangs homogenen Flußdichte  $B_o$  und somit ohne Kräfte auf die Flußlinien betrachtet werden. Im weiteren soll  $x$  den Abstand von der Oberfläche und  $b(x)$  die Differenz der Flußdichte am Ort  $x$  zu  $B_o(t=0)$  mit  $b \ll B_o$  bezeichnen. Die Flußdifferenz pro Längeneinheit ist dann  $\phi = \int_0^\infty b(x) dx$ , der Index  $o$  kennzeichnet alle Werte für  $x = 0$ . Werden die Flußlinien am Ort  $x$  um  $u(x)$  verschoben ( $u$ : Displacement), dann üben die Pinningzentren die der Bewegung entgegengerichtete Kraft  $F(u)$

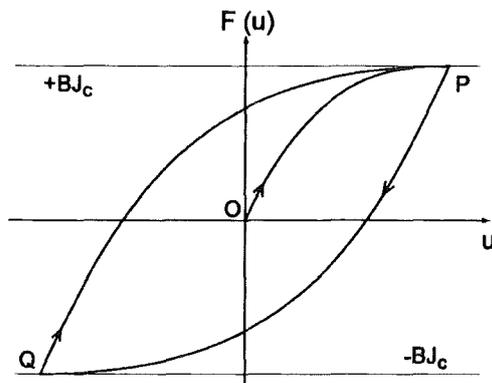


Abbildung 6: Auf die Flußlinien wirkende Rückstellkraft  $F(u)$  als Funktion der Verschiebung  $u$ .

aus. Anfangs ist diese Kraft proportional zu  $u$ , geht dann aber für größere Verschiebungen in die von  $u$  unabhängige maximale Pinningkraft  $j_c B$  über.

Diese Variation von  $F(u)$  mit  $u$  zeigt die Kurve  $OP$  in Abb.6. Nach Erreichen des kritischen Zustandes bei  $P$  oder an einem beliebigen Punkt auf der Asymptote  $j_c B$  wird die Bewegungsrichtung der Flußlinien umgekehrt. Die anfangs wirkende lineare Rückstellkraft ist dieselbe wie im Punkt  $O$ , daher ist die Anfangssteigung identisch zu  $OP$ . Im Mittel kann sich jetzt aber jede Flußlinie doppelt so weit bewegen, bevor sie entpinnt wird. Dies führt zur Verdoppelung beider Skalen bei der sonst mit  $OP$  identischen Rückstellkurve. Der entgegengesetzt orientierte kritische Zustand wird im Punkt  $P$  erreicht, wenn  $F(u) = -Bj_c$  gilt. Bei erneuter Richtungsumkehr wird die Hysteresekurve  $QP$  durchlaufen, so daß an jedem Punkt in der Probe die Flußlinien einer Hystereseschleife  $QPQ$  folgen, wobei die Grenzen  $P$  und  $Q$  jeweils von der am Ort vorhandenen Amplitude abhängen.

Wird die äußere Flußdichte von  $B$  auf  $B + b$  erhöht, gelten folgende Relationen an jedem Punkt in der Probe:

1. Flußerhaltung:  $Bdx = (B + b)(dx + du)$   
woraus für  $b \ll B$

$$\frac{du}{db} = -\frac{b}{B} \quad (12)$$

folgt.

2. Statisches Gleichgewicht von Lorentzkraft und Pinningkraft:

$$B \frac{db}{dx} = -\mu_o F(u) \quad (13)$$

Mit Gl.12 und Gl.13 folgt

$$b \frac{db}{du} = \mu_o F(u) \implies \frac{1}{2} b_o^2 = \mu_o \int_0^{u_o} F(y) dy \quad (14)$$

da für  $x = \infty$ :  $u = b = 0$ . An der Oberfläche gilt dann

$$b_o \frac{db_o}{du_o} = \mu_o F(u_o) \quad (15)$$

Den Fluß pro Längeneinheit erhält man durch Integration von Gl.12:

$$u_o B = \int_0^\infty b(x) dx = \phi. \quad (16)$$

Für die Platte mit Breite  $l$  groß gegen die Dicke folgt für die Flußverschiebung an der Oberfläche bei Variation von  $b$

$$u_o(t) = \frac{\phi(t)}{2lB}. \quad (17)$$

Umformung von Gl.14

$$b \frac{db_o}{d\phi} \frac{d\phi}{du_o} = \mu_o F(u_o) \quad (18)$$

liefert mit Gl.17

$$b_o \frac{db_o}{d\phi} 2l B = \mu_o F(u_o) . \quad (19)$$

Mit Gl.9, wobei  $\dot{\phi} = U_S/K$ , erhält man

$$\frac{d\phi_o}{db_o} = \frac{\dot{\phi}(t)}{\dot{b}_o(t)} = 2l x^*(t) . \quad (20)$$

$x^*(t)$  bezeichnet die zeitabhängige AC-Eindringtiefe (s.1.2). Einsetzen in Gl.18 liefert das Ergebnis:

$$F(u_o(t)) = \frac{B b(t)}{\mu_o x^*(t)} . \quad (21)$$

Auftragen von  $F(u_o(t))$  über  $u_o(t)$  ergibt die Force-Displacement-Kurve (Abb.7). Das *reversible Displacement*  $d_i$  wird aus dem Schnittpunkt der Extrapolation des linearen Verlaufs für kleine Verschiebungen mit der Asymptote  $F_P = B j_c$  für die maximale Pinningkraft bestimmt.

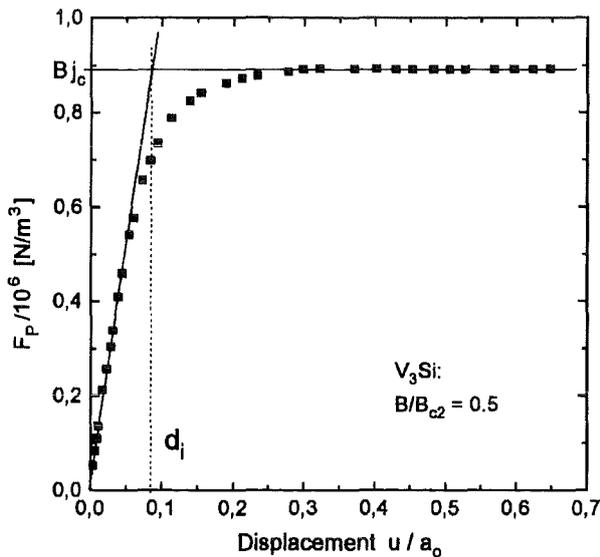


Abbildung 7: Die Force-Displacement-Kurve zeigt die auf die Flußlinien im effektiven Pinning-Potential wirkende Rückstellkraft als Funktion der relativen Verschiebung  $u/a_o$ ,  $a_o$ : Flußgitterkonstante; entnommen [Cam 85].

Aus der linearen Anfangssteigung erhält man den *Labusch-Parameter*  $\alpha_L = B j_c / d_i$ , der den Anfangsgradienten des *effektiven* Pinning-Potentials angibt, aber außer von den elastischen Konstanten des FLG's auch noch von  $j_c$  abhängt. Das gemessene  $d_i$  gibt nicht notwendigerweise die geometrische Ausdehnung des Defekts wieder, da das *effektive* Potential eine Mittelung nach der Summation darstellt (s.Anhang A). Daher ist  $2d_i$  i.a. nicht mit der Defektmaßung identisch.

Typische  $d_i$ -Werte sind zum Beispiel für  $V_3Si$ -Punktdefekte:  $d_i \approx a_o / 2\pi$ , [Cam 85]. Für ausgedehnte Defekte in NbTi wurde  $d_i \approx a_o / 4$  angegeben (s.[Mat 92a]), an Pb-Bi und Pb-Tl wurden aber auch sehr kleine Displacement-Werte  $d_i \approx a_o / 30$  gemessen (s.[Mat 90]).

### 1.2.3 Die reversible AC-Eindringtiefe $\lambda'$

Wie im vorhergehenden Abschnitt 1.2.2 beschrieben wurde, erfolgt für kleine AC-Amplituden die Flußbewegung in den Haftpotentialen im reversiblen Verschiebungsbereich. Diese reversible Verschiebung führt zu einer endlichen Abschirmlänge des FLG's für lokale Flußdichteänderungen, die nicht dem Modell des kritischen Zustandes (Anhang S.65: Gl.47) folgt.

Zur Beschreibung wurde von A.M.Campbell die *reversible AC-Eindringtiefe*  $\lambda'$  eingeführt [Cam 71]. Sie gibt die Länge des reversiblen Bereichs im gepinnten FLG an, über den eine Flußlinie bei der Amplitudenumkehr (d.h. beim Übergang in den entgegengesetzten kritischen Gradienten  $dB/dx$ ) verschoben werden muß, um wieder verankert zu werden. In Abb.8 ist dieses Verhalten für  $dB/dt > 0$  dargestellt. Ist die Amplitudenänderung  $\Delta b(t) = b_o - b(t)$  kleiner als  $\Delta b^*(t) = \mu_o j_c \lambda'$  nach Gl.47, so resultiert vollständig reversibles Verhalten. Innerhalb des reversiblen Verschiebungsbereichs ( $x_o, x_o + \lambda'$ ) folgt dann die Flußänderung  $\Delta b(x, t)$  nicht dem bei  $x_o$  vorgegebenen  $db/dt$  (Gl.7), sondern die Amplitude der Störung  $\Delta b(x_o, t)$  klingt exponentiell mit der *Abschirmlänge*  $\lambda'$  ab:

$$\Delta b(x_o + \Delta x, t) = \Delta b(x_o, t) \exp(-\Delta x/\lambda') \quad (22)$$

Die induzierte Spannung  $U_S(t)$  ist dann für  $b(t) < b^*(t)$  wie  $U_N(t)$  proportional zu  $db/dt$ , was nach Gl.9 für das Flußprofil die konstante AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  ergibt.

Erst für  $\Delta b(t) > \Delta b^*(t)$  geht die mit der Amplitudenänderung verbundene Flußverschiebung für  $x = 0$  über den reversiblen Bereich  $\lambda'$  hinaus, die Flußlinien werden nun im entgegengesetzten kritischen Gradienten  $db/dx$  verankert.

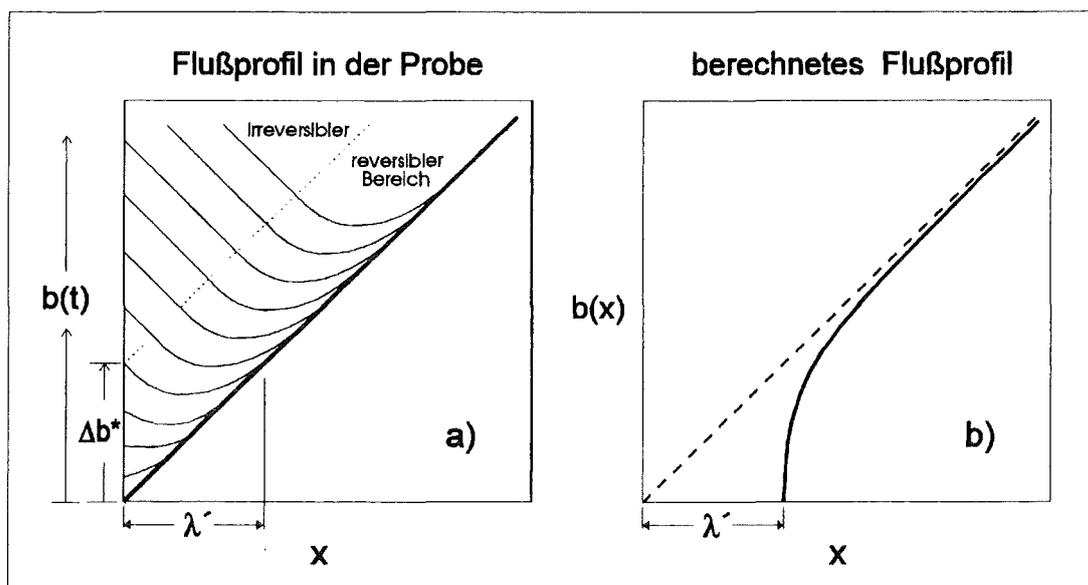


Abbildung 8: Schematisch: a) Flußprofil  $b(x)$  in der Probe als Funktion des AC-Feldes für  $\dot{b} > 0$ . b) Mit der AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  (s.S.7) berechnetes Flußprofil.

Der dadurch erzeugte nichtlineare Anteil in  $U_S(t)$  führt im Flußprofil zu  $x^*(t) > \lambda'$  und damit zu endlicher Steigung mit  $j > 0$ . Wird die AC-Eindringtiefe  $x^*(\Delta b)$  groß gegen  $\lambda'$ , dann überwiegt der irreversible Anteil in  $U_S(t)$  gegen  $U_{S,rev}(t)$  und das berechnete  $db(x)/dx$  repräsentiert  $j_c$  (Abb.8).

Mit der von Campbell [Cam 71] angegebenen Korrelation für einen homogenen Supraleiter mit räumlich konstanter Stromdichte wird die elastische Abschirmlänge  $\lambda'$  über den Labusch-Parameter  $\alpha_L$  (S.13) mit dem Anfangsgradienten des *effektiven* Pinningpotentials verknüpft:

$$\lambda' = \sqrt{\frac{B^2}{\mu_o \alpha_L}} \quad . \quad (23)$$

Als Funktion von Displacement  $d_i$  und  $j_c$  ausgedrückt:

$$\lambda' = \sqrt{\frac{B d_i}{\mu_o j_c}} \quad . \quad (24)$$

$\lambda'^2$  verhält sich also umgekehrt proportional zur Stromdichte  $j_c$ , bzw. zu  $\alpha_L$ . Das letztere bedeutet, daß bei kleinem  $\alpha_L$ , was einem kleinen Anfangsgradienten des effektiven Pinningpotentials entspricht, die Abschirmlänge des FLG's für Störungen groß ist, und umgekehrt. Die Messung von  $\lambda'$  liefert nach Gl.24 keine neue Information, wenn  $j$  und  $d_i$  bekannt sind. Unter bestimmten Bedingungen aber, z.B. bei plastischem Deformationsverhalten des FLG's (s.3.4), ist die unverfälschte Bestimmung der Anfangssteigung der Force-Displacement-Kurve (s.Abb.7, entspricht einer Differentiation des Flußprofils) zur Extrapolation von  $d_i$  nicht möglich. Hier erlaubt die weniger stark beeinträchtigte direkte Bestimmung von  $\lambda'$  aus dem Verlauf des Flußprofils (s.Abb.34, S.50) einen Zugang.

Allgemein ergeben sich folgende Zusammenhänge:

- der kritische Gradient des FLG's  $dB/dx$  und die damit verbundene Stromdichte  $j_c$  sind nicht lokal invertierbar, sondern nur über eine vom Pinning und den elastischen Eigenschaften des FLG's abhängige Abschirmlänge  $\lambda'$
- für genügend kleine AC-Amplituden verhält sich der irreversible TypII-SL daher reversibel, aber mit der Abschirmlänge  $\lambda' > \lambda_L$ , da die kritische Stromdichte immer kleiner ist als der Paarbrechungsstrom
- für größere Amplituden ergibt sich irreversibles Verhalten, das den kritischen Zustand mit  $dB/dx = \mu_o j_c$  repräsentiert
- ist die Ausdehnung des SL senkrecht zur Feldrichtung kleiner als  $\lambda'$ , dann können keine irreversiblen kritischen Ströme eingepreßt werden

### 1.3 Exemplarische experimentelle Ergebnisse

Zur Veranschaulichung der eingeführten Methoden und Meßgrößen sollen hier exemplarisch einige Meßergebnisse an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  vorgestellt werden. Dazu wird die Feldgeometrie  $B\parallel c$  betrachtet, in der die induzierten Ströme entlang der ab-Ebenen fließen und die Proben kein granulares Verhalten aufweisen.

Abb.9 zeigt die für 77K in der Feldorientierung  $B\parallel c$  aus den gemessenen Flußprofilen erhaltene Stromdichte  $j(B)$  und reversible AC-Eindringtiefe  $\lambda'$ . Die Messung wurde mit konstanter AC-Amplitude (1 mT) und einer Frequenz von 106 Hz durchgeführt. Das inverse Verhalten von  $\lambda'$  und  $j$  entspricht Gl.24, was durch die gute Übereinstimmung mit dem berechneten  $\lambda'_R(d_i = a_o/24)$  belegt wird.

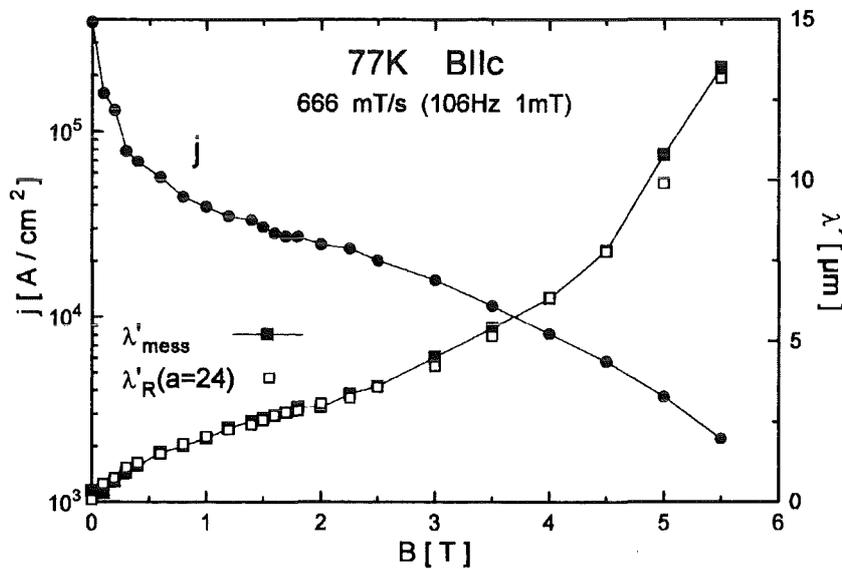


Abbildung 9: An schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  für  $B\parallel c$  und 77K mit der Flußprofilmessung erhaltene Stromdichte  $j$  und reversible AC-Eindringtiefe  $\lambda'_{mess}$ .  $\lambda'_R(j, d_i, B)$  wurde mit konstantem  $d_i/a_o = 1/24$  aus Gl.24 berechnet (s.Text).

Die Temperaturabhängigkeit der für  $B\parallel c$  mit der Flußprofilmethode (FPM) und der DC-Magnetisierung (DCM) gemessenen Stromdichten ist in Abb.10a dargestellt. Zu den unterschiedlichen Sweepraten von 666 mT/s (FPM) und 4 mT/s (DCM) korrespondieren elektrische Felder von 1.69 und 0.01  $\mu\text{V}/\text{cm}$  an der Probenoberfläche (s.3). Die gemessenen Ströme zeigen im beobachteten Temperaturbereich gute Übereinstimmung, weil die  $E(j)$ -Charakteristik dort steil bleibt. Die Feldabhängigkeit der gemessenen Stromdichten ist für 77K in der Geometrie  $B\parallel c$  in Abb.10b dargestellt. Diese stimmen für  $B\parallel c$  im Bereich genügend steiler  $E(j)$ -Charakteristik (Abb.26a,S.41) gut überein. Bei höheren Feldern wird die Abhängigkeit der gemessenen Stromdichte vom E-Feld-Kriterium sichtbar, da dieses sich für die beiden Messungen um mehr als zwei Größenordnungen unterscheidet (s.o.) und die  $E(j)$ -Charakteristik Abb.26a zur IL hin flacher wird (s.Abschnitt 3: Relaxation).

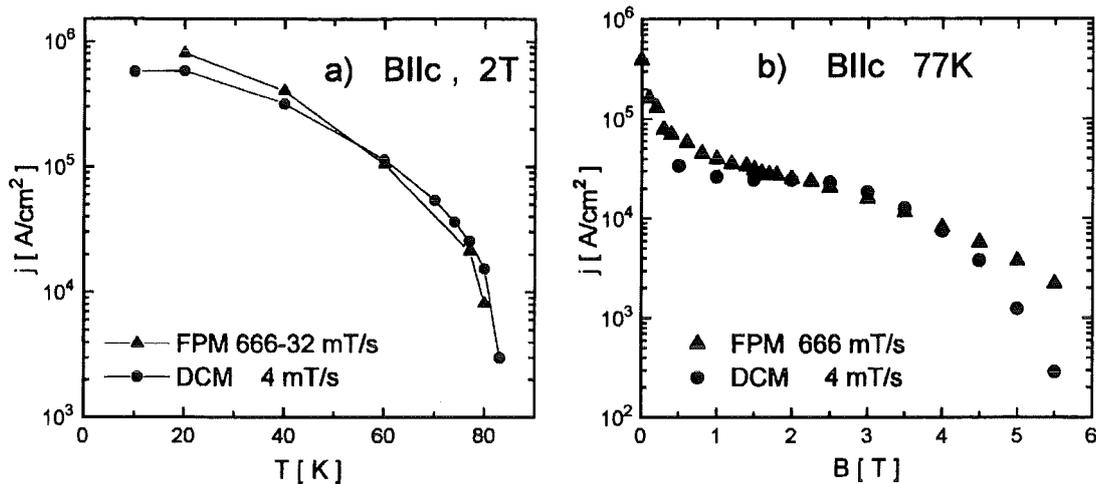
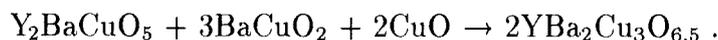


Abbildung 10: An schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  in der Geometrie  $B||c$  mit der Flußprofilmessung (FPM) und der DC-Magnetisierung (DCM) erhaltene Stromdichte: a) Temperaturabhängigkeit bei  $B=2\text{T}$ , b) Feldabhängigkeit bei  $77\text{K}$ . Für  $T > 77\text{K}$  (a) mußten Amplitude und Frequenz verringert werden, um mit abnehmender Stromdichte Probenaufheizung bei großer AC-Eindringtiefe zu verhindern (s.1.2).

## 1.4 Probenherstellung und Charakterisierung

Die erste der hier vorgestellten schmelztexturierten  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Proben wurde nach einem von Salama et al. angegebenen Flüssigphasenprozess hergestellt [Sal 89]. Danach werden vorgesinterte, stöchiometrische ( $\text{Y}:\text{Ba}:\text{Cu}=1:2:3$ )  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Massivproben vertikal in einen Ofen eingeführt, unter Luft schnell auf  $1100^\circ\text{C}$  aufgeheizt und dort etwa 10-15 min gehalten. Die Proben schmelzen dabei *inkongruent* in die feste  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ -Phase (211: halbleitend, grüne Farbe) und in die flüssigen Phasen  $\text{BaCuO}_2$  und  $\text{CuO}$  auf. Um ein Auslaufen der Schmelze zu verhindern, werden die Proben dann schnell auf  $1025^\circ\text{C}$ , und folgend langsam mit  $1-4^\circ\text{C/h}$  durch das Peritektikum bei etwa  $1015^\circ\text{C}$  auf ca.  $925^\circ\text{C}$  abgekühlt. Die Abkühlung auf Raumtemperatur erfolgt dann wesentlich schneller mit ca.  $60^\circ\text{C/h}$ . Beim Durchlaufen des Peritektikums bildet sich die 123-Phase nach der Reaktion



Da diese Reaktion in schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  in endlicher Zeit nie vollständig abläuft, d.h. sich in den Körnern (=Kristallite) immer 211-Partikel und an den Korngrenzen  $\text{BaCuO}_2$  und  $\text{CuO}$  abscheiden, wird bis zu 40% überschüssiges 211 zugesetzt, um größere Körner zu erhalten. Die Größe der sich bildenden 211-Ausscheidungen nimmt mit zunehmender Abkühlrate ab, wobei aber auch die Körner kleiner werden. Um die 211-Ausscheidungen klein ( $< \mu\text{m}$ ) zu halten und eine homogenere Verteilung zu erzielen (hohe Stromdichten durch

Pinning an feinverteilten 211-Partikeln erzielbar [Mir 93]), wird den Ausgangsmischungen oft auch noch z.B. bis zu 2% feinverteiltes Platinpulver beigemischt. Durch den Zusatz von Silber, das die supraleitenden Eigenschaften nicht degradiert, wird die Leitfähigkeit an den Korngrenzen und die mechanische Festigkeit der Proben verbessert: Im Zusammenwirken mit den 211-Ausscheidungen wird die Bildung von Mikrorissen beim Abkühlen besonders effektiv unterdrückt [Mir 93, San 94]. Die Rißbildung wird hauptsächlich durch die beim Übergang der sauerstoffarmen tetragonalen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6-\delta}$ -Phase zum orthorhombischen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (bei ca.  $650^\circ\text{C}$ ) auftretenden Spannungen in der Kristallstruktur verursacht. Bei diesem Übergang bilden sich auch die für  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  typischen Zwillingsdomänen in  $ab$ -Richtung, die sich durch Spiegelung an deren  $[110]$ - oder  $[\bar{1}10]$ -Grenzflächen (*twin-boundaries*) ineinander überführen lassen.

Der Schmelztexturierungsprozeß liefert allgemein Proben aus in  $c$ -Richtung übereinander gestapelten  $10\text{--}30\ \mu\text{m}$  dicken  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Plättchen, die aber in der  $ab$ -Ebene Korngrößen bis zu einigen cm aufweisen können.

Für die Herstellung der ersten  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Probe mit 15 Gew.% 211 und 8 Gew.% Ag Zusatz wurde der obige Temperaturzyklus wegen des Anteils an Silber-Niedrigtemperaturphase insgesamt etwas abgesenkt [Lee 92]: Maximaltemperatur war  $1075^\circ\text{C}$ , es folgte schnelles Abkühlen auf  $995^\circ\text{C}$ , danach mit  $1^\circ\text{C}/\text{h}$  bis auf  $925^\circ\text{C}$  und mit  $60^\circ\text{C}/\text{h}$  auf Raumtemperatur.

Die zweite hier vorgestellte schmelztexturierte  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Probe wurde von Kimura et al. mit der ebenfalls verbreiteten Quench-Melt-Grown(QMG)-Methode [Mor 91] mit 30 Gew.% 211 hergestellt. Dabei wird die direkt aus den vorgemischten Pulvern bei ca.  $1450^\circ\text{C}$  erzeugte Schmelze aus  $\text{Y}_2\text{O}_3$  und flüssiger Phase zwischen zwei kalten Kupferplatten abgeschreckt, um die  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -Ausscheidungen möglichst klein zu halten. Danach wird bei  $1100^\circ\text{C}$  wieder partiell aufgeschmolzen, wobei sich die homogen verteilten  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -Ausscheidungen in 211 umwandeln, und von  $1000$  bis  $950^\circ\text{C}$  in einem Temperaturgradienten (welcher das gerichtete Kristallwachstum unterstützt) langsam abgekühlt. Es folgt schnelle Abkühlung auf Raumtemperatur.

Beide Proben wurden speziell mit langer  $c$ -Dimension hergestellt und geschnitten (Probe (1):  $l_{1,ab} \times l_{2,ab} \times l_{3,c} = 3.3 \times 1.05 \times 3.0\text{mm}^3$ , Probe (2):  $3.3 \times 0.6 \times 2.0\text{mm}^3$ ), um in der Feldrichtung  $B \parallel ab$  die induktive Bestimmung der Stromkomponente  $j^c$  in  $c$ -Richtung zu ermöglichen (Abb.11, s.1.1). Durch den entsprechenden Zuschnitt sind keine Korngrenzen in der  $ab$ -Ebene enthalten (zum Einfluß der Korngrenzen auf  $j_c$  siehe [Hed 95, Wil 92]).

Das  $T_c$  der Proben wurde induktiv aus dem Verlauf von  $\chi'(T)$  bestimmt. Der Übergang liegt danach für beide Proben zwischen  $93$  und  $91\ \text{K}$ .

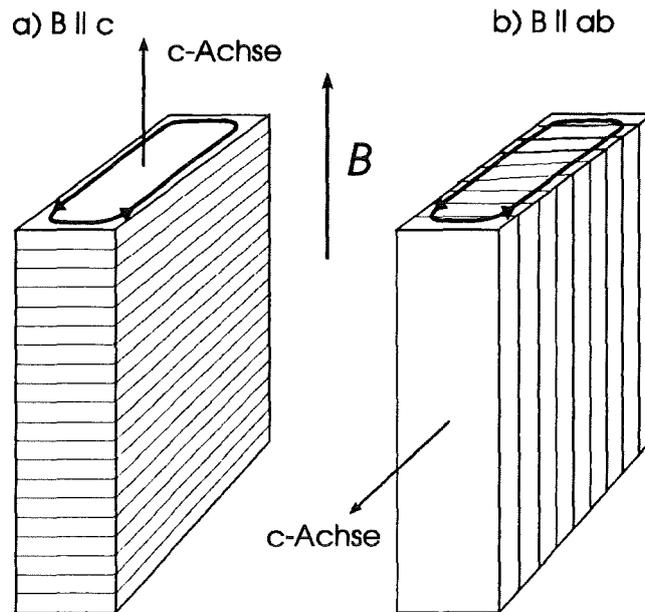


Abbildung 11: Die schmelztexturierten  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Proben wurden speziell mit einer großen Abmessung in  $c$ -Richtung hergestellt, um in der Feldorientierung  $B \parallel ab$  die Stromkomponente  $j \parallel c$  messen zu können. Für  $B \parallel c$  fließen die induzierten Ströme in  $ab$ -Richtung entlang der  $\text{CuO}$ -Ebenen (a), in der Geometrie  $B \parallel ab$  fließen die Ströme auch senkrecht zu den  $ab$ -Ebenen entlang der  $c$ -Achse (b). Die Schraffur deutet schematisch die Lage der  $ab(\text{CuO})$ -Ebenen an.

## 2 Granularität

### 2.1 Einführung

Granularität stellt vor allem für schmelztexturiertes  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , das sich unter den HTSL bei  $T=77\text{K}$  durch niedrige Relaxation und hohe Stromdichten im  $B$ -Feld auszeichnet, auf dem Weg zu einer technischen Nutzung ein großes Hindernis dar. Dazu sollen im folgenden Proben ohne Korngrenzen genauer

Granularität wird durch die Entkopplung der supraleitenden Wellenfunktion an planaren bzw. ausgedehnten Defekten über eine Distanz, die mindestens der Kohärenzlänge  $\xi$  entspricht, verursacht. Da die Kohärenzlänge bei den HTSL in die Größe der Ausdehnung der kristallographischen Einheitszelle fällt, können hier schon kleinste Abweichungen von der idealen Kristallstruktur zur Entkopplung und damit zur Verminderung oder Unterbrechung von Strömen führen, die diese planaren Defekte (sog. *weak links*) passieren müssen [Deu 87].

Solche strukturellen Defekte sind z.B. in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  (s.[Mur92, Mir 93]):

1. Korngrenzen in nicht einkristallinen Proben (auch Mißorientierung)
2. Zwillingsgrenzen senkrecht zur  $ab$ -Ebene
3. Stapelfehler
4. Versetzungen
5.  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ -Ausscheidungen in schmelztexturierten Proben (s.u.)
6. Gebiete unterstöchiometrischen Sauerstoffgehaltes [Mar 93]
7. Risse

Die an den planaren Defekten (für 3-7: nur bei Netzwerkbildung) verminderte Stromdichte führt zum Auftreten zweier Stromsysteme [Küp 88], wenn die Stromtragfähigkeit der *weak links* kleiner wird, als der intrinsische Pinning-Strom<sup>2</sup>:

1. Des sogenannten *interkorn*-Stromes, der makroskopisch die Probe abschirmt und dabei Defekte passiert. Die Höhe des Stromes wird durch das Kopplungsverhalten der *weak links* begrenzt, die topologisch die Verbindungen der nichtgranularen Subbereiche bilden, und entspricht einem Transportstrom durch die Probe.
2. Des *intrakorn*-Stromes innerhalb der nichtgranularen Subbereiche, der nur durch die Pinningeigenschaften des Materials bestimmt wird.

Abb.12 zeigt schematisch die aus der Feldabhängigkeit der *weak-link*-Kopplungseigenschaften resultierende Stromverteilung für eine aus schwach gekoppelten Bereichen (Körnern) bestehende granulare Probe.

<sup>2</sup>Im weiteren werden keine Stromdichten, sondern Ströme verwendet, da sich für granulare Proben die stromdurchflossene Querschnittsfläche i.a. nicht ermitteln läßt.

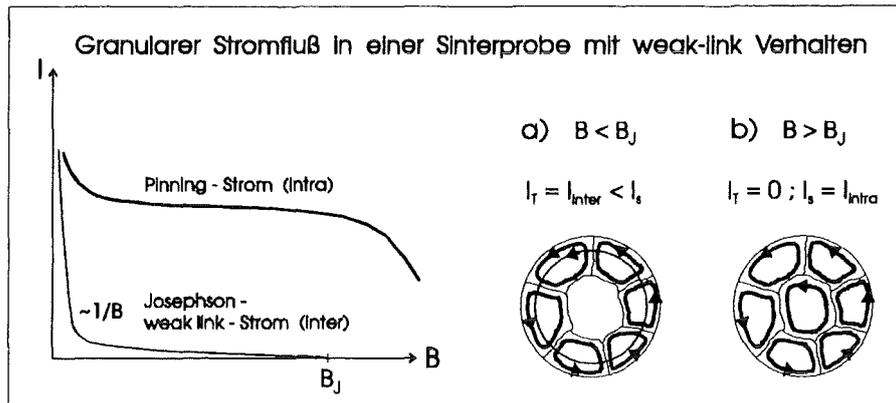


Abbildung 12: Zur Granularität (schematisch): Feldabhängigkeit der Stromtragfähigkeit der *weak links* und des Pinning-Stromes, sowie daraus resultierende inter- und intrakorn-Stromverteilungen für eine granulare Sinterprobe: a)  $B < B_J$ : Der maximale interkorn-Strom  $I_{inter}$  über die *weak-links* ist kleiner als der intrakorn-Strom  $I_{intra}$  in den Körnern. Ein Transportstrom  $I_T = I_{inter}$  ist daher kleiner als der Abschirmstrom  $I_S$ . b)  $B > B_J$ : Vollständige Entkopplung mit  $I_{inter} = I_T = 0$ . Es fließen nur noch Abschirmströme innerhalb der Körner.

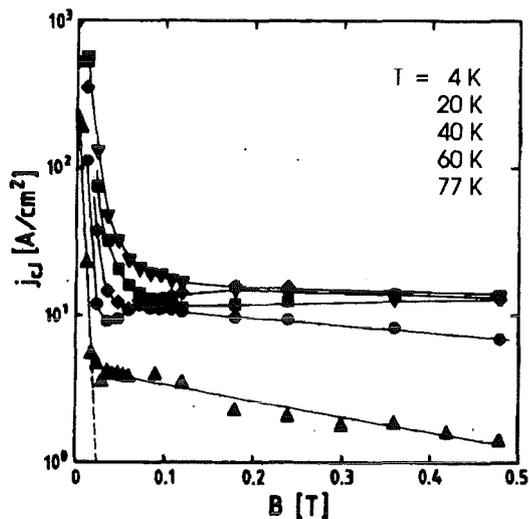


Abbildung 13: Gesintertes  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  mit ausgeprägten Korngrenzen zeigt schon bei kleinsten Feldern einen drastischen Abfall der interkorn-Stromdichte und damit Granularität. Bei höheren Feldern wird nur noch ein Perkolationsstrom über die starken Brücken zwischen den Körnern beobachtet (nach [Küp 88]).

An gesintertem polykristallinem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  gemessene Abschirm- oder Transportströme zeigen einen charakteristischen Abfall der interkorn-Stromdichte schon bei kleinsten  $B$ -Feldern unter 0.1 T (s. Abb. 13). Dieser starke Abfall der Stromtragfähigkeit  $j \sim 1/B$  über die Korngrenzen wird durch das statistisch gemittelte Verhalten von Josephson-Kontakten verschiedener Ausdehnung und Orientierung gut beschrieben [Pet 88]. Ein solche Abnahme der Stromdichte schon im Niedrigfeldbereich wird aber an guten schmelztexturierten  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Proben, die bei entsprechendem Zuschnitt auch keine makroskopischen Korngrenzen mehr enthalten, nicht beobachtet. Untersuchungen des Stromflußverhaltens entlang der  $c$ -Achse für  $B \parallel ab$  im Hinblick auf intrinsische Josephson-Effekte wurden für verschiedene HTSL z.B. von Kleiner und Müller durchgeführt [Kle 94]. Ausgegangen wurde dabei von der Annahme, daß sich der Supraleiter für  $j \parallel c$  – falls  $\xi_c$  kürzer

ist, als der Abstand der supraleitenden CuO-Doppelebenen – wie ein Stapel hintereinandergeschalteter SIS-Josephson-Kontakte verhalten sollte. Charakteristische Effekte, wie der spezifische Verlauf der Strom-Spannungs-Kennlinie, deren Feld- und Temperaturabhängigkeit sowie Mikrowellenemission wurden an Bi-2212 und Tl-2223-Einkristallen nachgewiesen. An den wesentlich weniger anisotropen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristallen wurden bisher keine intrinsischen Josephson-Effekte beobachtet.

Die an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , vor allem für Stromfluß senkrecht zu den  $ab$ -Ebenen auftretende Granularität wird höchstwahrscheinlich durch inhomogene Bereiche der Probe mit schlechteren supraleitenden Eigenschaften, die hier *weak-link-ähnliche Defektstrukturen* bilden, verursacht. Diese Defekte haben aber *grundsätzlich andere Kopplungseigenschaften als die Josephson-weak-links*, mit denen sich der Stromtransport über die Korngrenzen von Sinterproben beschreiben läßt: 1) *Entkopplung tritt an den inhomogenen Defektstrukturen nur graduell und erst in wesentlich höheren Feldern auf.* 2) *Diese Entkopplung führt nicht zu einem abrupten Abfall der Stromdichte, sondern über eine zunehmend inhomogene Stromverteilung zu einem allmählichen Abfall von  $j(B)$ .* Der Unter-

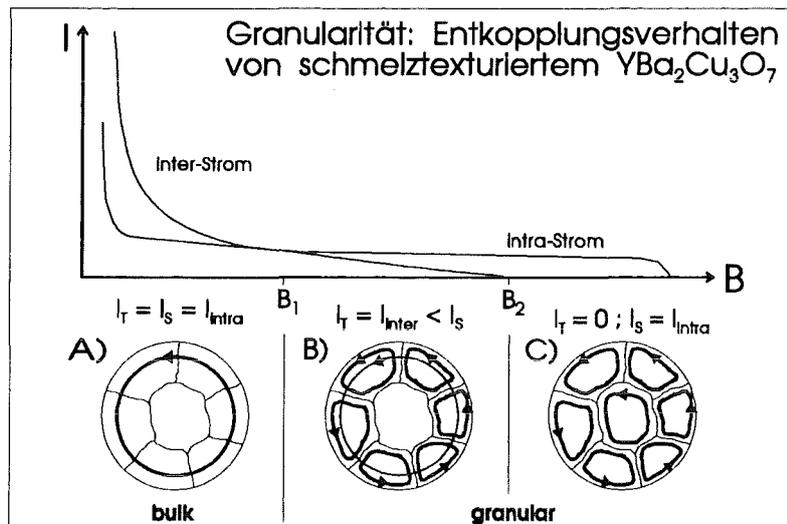


Abbildung 14: Zur Granularität: Schematische Feldabhängigkeit des inter- und des Pinning-Stromes, sowie resultierende inter- und intra-Stromverteilungen für schmelztexturiertes  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ : A) Für  $B < B_1$  ist die Stromtragfähigkeit über die inhomogenen Bereiche (s.Text) größer, als der intra-Strom. Ein Transportstrom  $I_T$  durch die Probe entspricht daher dem Abschirmstrom  $I_S$ . B) Ist  $B_1 < B < B_2$  so wird  $I_{\text{inter}} = I_T$  kleiner als  $I_{\text{intra}}$ , die Probe beginnt allmählich zu entkoppeln. C) Der entkoppelte Fall mit  $I_{\text{inter}} = I_T \approx 0$  tritt für  $B > B_2$  auf. Hier fließen nur noch Abschirmströme in den weniger gestörten Bereichen.

schied zu den Kopplungseigenschaften der Sinterproben ist schematisch in Abb.14 dargestellt. Während der inter-Strom über die Korngrenzen (Josephson-weak-links) schon bei kleinen Feldern steil unter den Pinningstrom in den Körnern

abfällt (Abb.12,13), ist bei den durch Inhomogenität verursachten Defektstrukturen (Abb.14) erst bei wesentlich höheren Feldern allmähliche Entkopplung mit  $I_{inter} < I_{intra}$  zu beobachten. Ein oberhalb von  $B_2$  völlig verschwindender Interkornstrom (Transportstrom = 0) wird nicht beobachtet, was auf einen Perkolationsstrom wie bei Sinterproben hindeutet (vgl. Abb.13).

## 2.2 Untersuchung von Granularität

Ob Granularität überhaupt detektiert wird, hängt davon ab, ob bei dem zur Messung benutzten Strom die an den Defektstrukturen abfallende Spannung gegenüber der Gesamtspannung vernachlässigbar ist, oder nicht. Im letzteren Fall wird der Strom an den Defekten degradiert. Dies hängt damit von der Temperatur- bzw. Feldabhängigkeit sowohl der  $E(I)$ -Charakteristik der Defektstruktur als auch der intrakorn-Ströme ab (s. Abschnitt 3: Relaxation).

Zur Untersuchung der Granularität können verschiedene Wege eingeschlagen werden: Möglich ist ein direkter Vergleich von Transport- und Abschirmstrom, oder experimentell leichter ausführbare rein induktive Methoden, bei denen zum Nachweis außer der Stromdichte aber noch eine zweite Meßgröße erforderlich ist. Diese besondere Vorgehensweise bei induktiven Messungen wird im folgenden erläutert.

Üblicherweise werden die Stromdichten aus magnetischen Messungen mit dem Bean-Modell berechnet, wobei die äußeren Probenabmessungen (s.1.1) als Skalierungslänge für die induzierten Kreisströme eingesetzt werden. Bei allen induktiven Messungen ist das Hauptproblem die Unkenntnis der Skalierungslänge auf der die Ströme fließen, da diese wesentlich kleiner als die makroskopischen (äußeren) Probenabmessungen sein kann. Das Einsetzen der Probendimension in Gl.1,S.4 ergibt dann im Fall der Entkopplung eine kleinere als die tatsächliche Stromdichte der nichtgranularen Subbereiche. Daher wird hier, um eine definitive Aussage über granulares Verhalten zu ermöglichen, außer der Stromdichte noch eine zweite Meßgröße benötigt, z.B. bei Hallsondenmessungen die Ortsabhängigkeit der Magnetisierung oder bei der DC-Magnetisierungsmessung die Partikelgröße einer pulverisierten Probe. Geeignete Methoden werden im folgenden vorgestellt und anschließend bewertet.

### 2.2.1 Experimentelle Methoden zur Untersuchung von Granularität

Die wichtigsten zum Nachweis der Granularität verwendeten Methoden sind in der folgenden Übersicht zusammengestellt. Anschließend findet eine Diskussion statt, um prinzipielle Anwendungsbereiche, sowie Vor- und Nachteile herauszustellen. Die in dieser Arbeit verwendeten Methoden sind mit \* gekennzeichnet.

## Methoden zur Untersuchung von Granularität:

- **Vergleich Transport- und Abschirmstromdichte**
- **Hallsondenmethode**
- **DC-Magnetisierung:**
  - M(B)-Hysterese für  $B < B_{c1}$  (Mota et.al)
  - Pulverisieren der Probe
  - $\Delta B/\Delta m$  (Küpfer et al.) \*
  - $dm/dB$  am Feldumkehrpunkt:
    - Angadi et al. \*
    - Matsushita et al. \*
- **AC-Messungen:**
  - AC-Suszeptibilität:  $\chi''(T)$
  - höhere Harmonische  $\chi_n(T)$
  - Flußprofilmessung:
    - inter/intra-Stromsystem \*
    - Korrelation  $\lambda', j$  \*
  - HF-London-Eindringtiefe

## Diskussion und Einordnung der Methoden

Bei allen Methoden wird bei der Vorhersage der jeweiligen Meßgröße von der Annahme ausgegangen, daß die Skalierungslänge für die Ströme der Probenabmessung entspricht, also bulk-Verhalten vorliegt. Im Experiment wird dann überprüft, ob Abweichungen auftreten.

### **Vergleich von Transport- und Abschirmstromdichte**

Ein einfacher Nachweis von Granularität ist prinzipiell der Vergleich von Transport- und Abschirmstrommessungen. Dieser ist aber an massiven HTSL-Proben wegen der experimentellen Schwierigkeiten bei der Anbringung von Stromkontakten mit ausreichend niedrigen Übergangswiderständen (sonst Aufheizeffekte) nur schwer durchzuführen. Zudem liegen experimentell bedingt die elektrischen Felder bei Transportstrommessungen um Größenordnungen über denen der induktiven Methoden, was im Bereich einer flachen  $E(j)$ -Charakteristik einen Vergleich verhindern kann (s.3: Relaxation). In diesem Fall liegen die gemessenen Transportströme bei granularen Supraleitern nur dann definitiv unterhalb der induktiv bestimmten Stromdichte, wenn bei beiden Messungen das gleiche elektrische Feld benutzt wird. Bei anisotropen Supraleitern ist beim Vergleich zu berücksichtigen, daß der Stromfluß bei den induktiven Messungen in einer Ebene stattfindet und die Orientierung von  $j$  und  $B$  eingeht. Der gemessene Abschirm-

strom setzt sich dann u.U. aus verschiedenen Komponenten zusammen.

### Abschirmstrommessung: allgemeine Voraussetzungen

Da die Skalierungslänge der Ströme nicht direkt aus der induktiven Messung erhalten werden kann, ist hierfür eine zweite Meßgröße erforderlich. Die verschiedenen Ansätze dazu werden im folgenden diskutiert. Grundvoraussetzung für die entsprechende quantitative Auswertbarkeit magnetischer Messungen in der Shubnikovphase ist, daß die Probendimension wesentlich größer als die reversible AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  ist (s.1.2.3).

### Ortsabhängige Hallsondenmessung

Für eine schnelle Untersuchung großer Proben auf Granularität z.B. durch Korn-grenzen, eignet sich die ortsabhängige Messung der von den induzierten Abschirmströmen erzeugten Magnetfeldverteilung (z.B.[Boe 92, Win 92]). Dazu muß aber die zu untersuchende weak-link-Struktur ausreichend große Änderungen der Stromverteilung hervorrufen, damit diese bei gegebener Ortsauflösung der Hallsonde nachgewiesen werden können. Die Messung kann nur in einem Bereich durchgeführt werden, in dem die Resistivität des Materials und die daraus folgende Zerfallsrate des magnetischen Moments nicht zu groß ist.

### DC Magnetisierung

#### M(B)-Hysterese für $B < B_{c1}$

Von Mota et. al wurde bei sehr kleinen Feldern unterhalb von  $B_{c1}$  an granulareren  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Sinterproben das Auftreten einer  $M(B)$ -Hysterese beobachtet [Mot 88]. Diese Hysterese wird auf das Eindringen und nachfolgendes Verankern von *Josephson-vortices* in die schwach abgeschirmten interkorn-weak-links der Probe zurückgeführt. Das  $B_{c1}^{Jos}$  der weak links liegt dabei deutlich unter dem  $B_{c1}$  der Körner.

#### Pulverisieren der Probe

Eine Methode mit der zumindest eine obere Grenze für die Skalierungslänge  $l_S$  bestimmt werden kann, ist das sukzessive Pulverisieren der Probe in immer kleinere Partikelgrößen  $d_P$ . Das gemessene magnetische Moment  $m(d_P)$  ist konstant solange  $d_P > l_S$  und zeigt für das Unterschreiten der Skalierungslänge einen linearen Abfall, der dem nichtgranularen Fall entspricht. Die daraus mit  $d_P$  berechnete Stromdichte steigt zuerst stark an [Küp 89] und sollte für  $d_P < l_S$  konstant werden. Da aber die Proben beim Pulverisieren verändert und zerstört werden, wird diese Methode weniger angewendet.

### Verlauf der Magnetisierungskurve $M(H)$ bei der Feldumkehr (\*)

Abweichungen vom homogenen Stromfluß können über den Verlauf der Magnetisierungskurve  $M(H)$  bei der Feldumkehr mit drei verschiedenen Methoden untersucht werden: mit dem  $\Delta B/\Delta m$ -Verhältnis (Küpfer et al.), oder mit der Steigung  $dm/dH$  am Feldumkehrpunkt (Angadi et al., Matsushita et al.).

Die Abhängigkeit dieses Verlaufs von der Geometrie der Stromverteilung ('Liegt bulk-Verhalten vor?') ist die Grundlage dieser Methoden. Voraussetzung sind einfache Probengeometrien und geringe Feldabhängigkeit der Stromdichte im Feldumkehrintervall für die Anwendbarkeit des Bean-Modells. Mit diesen Methoden kann nur eine qualitative Aussage über die Abweichung vom homogenen Stromtragverhalten getroffen werden. Eine quantitative Aussage würde die vollständige Entkopplung der Probe in stromtragende Bereiche gleicher Größe voraussetzen (Transportstrom = 0) und ist daher unrealistisch. Die drei Methoden werden im Abschnitt 2.3.2 zur Auswertung der DC-Magnetisierungsmessungen an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  verwendet.

### AC-Messungen

#### HF-London-Eindringtiefe

Mit der Hochfrequenzmessung der London-Eindringtiefe wird die Oberfläche des Supraleiters sensitiv auf weak-links untersucht [Hal 92]. Bei dieser Messung wird – im Gegensatz zu den anderen Methoden – als Referenzstrom der Paarbrechungsstrom in der Meißner-Phase induziert. Dieser ist immer größer als die Stromtragfähigkeit vorhandener weak links und der von den Pinningeigenschaften des Materials bestimmte Strom in der Shubnikov-Phase. Daher wird hier u.U. Granularität detektiert, die bei anderen Methoden und Anwendungen nicht in Erscheinung tritt.

#### AC-Suszeptibilität: $\chi''(T)$

Granularität kann auch durch das Auftreten zweier Maxima im Verlauf von  $\chi''(T)$  nachgewiesen werden. Diese lassen sich jedoch nur bei schlechten gesinterten Proben mit genügend großem Korndurchmesser  $R_K > \lambda'$  und ausreichendem intergrain-Volumen zwischen den Körnern (niedrige Probendichte) beobachten. Information erhält man nur bei großen AC-Eindringtiefen und entsprechend niedrigen Stromdichten nahe der Irreversibilitätslinie. Allgemein müssen sich inter- und intra-Stromdichte deutlich voneinander unterscheiden, damit zwei Maxima detektiert werden können.

#### Höhere Harmonische $\chi_n(T)$

Über den Verlauf der temperaturabhängig gemessenen höheren Harmonischen  $\chi_2(T)$  kann ebenfalls Abweichung vom bulk-Verhalten detektiert werden [Ish 81].

Die Information wird wie bei  $\chi''(T)$  nur im Übergangsbereich mit großen AC-Eindringtiefen erhalten (s.Bem.zu  $\chi''(T)$ ).

### Flußprofilmessung:

#### – inter/intra-Stromsystem (\*)

Diese Messung wird bei konstantem  $T, B_{DC}$  durchgeführt. Granularität kann z.B. an schlechten Sinterproben über das amplitudenabhängige Eindringen des Signals in das durch den weak-link Strom schwach abgeschirmte inter-Volumen besser als mit der AC-Suszeptibilitätsmessung detektiert werden. Die Amplitudenabhängigkeit der AC-Eindringtiefe kann direkt aus nur einer Messung erhalten werden. Voraussetzungen: Das inter-Volumen muß für den Nachweis ausreichend groß sein. Weiterhin müssen sich inter- und intra-Stromdichte deutlich voneinander unterscheiden (s. $\chi''(T)$ ).

#### – Korrelation von $\lambda'$ und $j$ (\*)

Die Korrelation von  $\lambda'$  und  $j$  (Gl.24) stellt eine sensitive Möglichkeit zur qualitativen Untersuchung von Granularität auch bei hohen Strömen und kleinen AC-Eindringtiefen dar. Absolute Aussagen über Entkopplung aus nur einer Messung können nur gemacht werden, wenn das reversible Displacement  $d_i$ , das in die Korrelation eingeht, bekannt ist. Da dies nicht der Fall ist, wird in dieser Arbeit die Veränderung der Korrelation in einem gemessenen Feldintervall bei  $d_i/a_o = const.$  untersucht, d.h. der Pinningmechanismus wird als unverändert vorausgesetzt.

Die Flußprofilmessungen werden im Bereich elektrischer Felder von  $E \approx 10^{-1}$  bis  $E < 10^2 \mu\text{V}/\text{cm}$  durchgeführt. Dieser liegt oberhalb der Felder der DC-Magnetisierungsmessung ( $10^{-8} - 10^{-2} \mu\text{V}/\text{cm}$ ) und erstreckt sich bis zu den Feldern von Transportstrommessungen ( $E > 10^{-1} \mu\text{V}/\text{cm}$ ).

## 2.3 Granularität von schmelztexturiertem $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

### 2.3.1 Überblick

Die an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  gemessenen Transportströme stimmen mit den Abschirmströmen in der Feldgeometrie  $B||c$ , d.h. für Stromfluß in den  $ab$ -(CuO)-Ebenen, gut überein. Daher kann für  $B||c$  der Einfluß von Granularität auf makroskopischer Längenskala vernachlässigt werden.

Anders stellt sich die Situation für die Feldrichtung  $B||ab$  dar. Die hier etwa für  $T = 77\text{K}$  und  $B = 2\text{T}$  gemessenen Abschirmströme, die entlang der  $ab$ -Richtung

und auch in  $c$ -Richtung fließen müssen, sind trotz des für diese Geometrie wesentlich höheren Irreversibilitätsfeldes um den Faktor 4-5 niedriger als für  $B||c$ . Transportströme parallel zu den  $ab$ -Ebenen weisen in der Feldorientierung  $B||ab$  höhere Stromdichten auf, als für  $B||c$  [Eki 92]. Granularität wird daher durch Entkopplung der Ströme in  $c$ -Richtung hervorgerufen. Eine Ursache dafür ist die wesentlich kürzere Kohärenzlänge  $\xi_c \approx \xi_{ab}/5$  in  $c$ -Richtung. Dadurch wird für Stromfluß in  $c$ -Achsenrichtung eine Entkopplung durch Defekte wahrscheinlicher, als dies für die  $ab$ -Richtung entlang der Ebenen der Fall ist.

Messungen der AC-Suszeptibilität, die von Matsushita et al. [Mat 92a] an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  durchgeführt wurden, ergeben für  $B||ab$  eine Höhe des Verlustpeaks unter dem für irreversibles bulk-Verhalten mit den Bean-Modell berechneten Wert. DC-Magnetisierungsmessungen zeigen ebenfalls für die Feldorientierung  $B||ab$  Abweichungen [Mat 93a]. Hier ist die Steigung  $dM/dH$  der Magnetisierungskurve bei der Feldumkehr kleiner als der nach dem Bean-Modell erwartete Wert. Für  $B||c$  wurden keine Abweichungen dieser Art beobachtet.

Eine solche Abnahme des irreversiblen Verhaltens wurde schon früher an sehr dünnen supraleitenden Filamentdrähten gemessen [Sum 86] und dort auf den Einfluß der reversiblen AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  zurückgeführt, da die Ausdehnung des Supraleiters senkrecht zum Feld mit  $\lambda'$  vergleichbar wird (s.1.2.3). Daher liegt die Vermutung nahe, daß im Fall des schmelztexturierten  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  das reversible Verhalten durch ausgedehnte Defekte entlang der  $ab$ -Richtung, die zur Entkopplung des Stromflusses in  $c$ -Richtung führen, verursacht wird. Dies sind z.B. Stapelfehler durch die für schmelztexturiertes  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  typische Domänengröße von nur  $20\text{-}30\mu\text{m}$  in  $c$ -Richtung. Oder aber übliche Mikrorisse in den Proben, die bei der Herstellung durch innere Spannungen während des Abkühlvorganges durch leichtes Abscheren parallel zu den  $ab$ -Ebenen entstehen (s.1.4). Das Feld kann in der Geometrie  $B||ab$  entlang der Defekte leicht eindringen, da die Abschirmströme dann dort unterbrochen oder degradiert sind. Für  $j||ab$  wird kein Einfluß erwartet.

Granularität wurde an zwei schmelztexturierten  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Proben unterschiedlicher Zusammensetzung und Herstellung (s.1.4) mit den oben angegebenen und mit (\*) gekennzeichneten Methoden untersucht. Die Proben enthalten keine Korngrenzen (s.1.4 S.18) Da die Meßergebnisse an beiden Proben sich qualitativ und quantitativ kaum unterscheiden, wird im folgenden auf eine besondere Unterscheidung verzichtet.

Transportströme wurden aus den oben genannten Gründen nicht gemessen.

### 2.3.2 DC-Magnetisierungsmessungen

#### 1) Inhomogenes Stromsystem aus dem $j_c(\Delta B)/j_c(\Delta M)$ -Verhältnis

Die Homogenität des Stromflusses kann durch die spezielle Auswertung der Magnetisierungskurven bei der Feldumkehr untersucht werden. Dafür wird herangezogen, daß die Stromdichte hieraus nach dem Bean-Modell über zwei grundsätzlich verschiedene Ansätze erhalten werden kann:

- erstens über den Feldhub  $\Delta B$ , der zur vollständigen Umkehr des Flußprofils in der Probe notwendig ist (s. Abb. 1, S. 4)
- zweitens aus der Aufspaltung  $\Delta M$  der Magnetisierungskurve (Gl. 2, S. 5)

Stellt man sich eine granulare, aus entkoppelten Körnern mit Radius  $r_i$  bestehende Probe vor, dann liefert  $\Delta B$  das *Maximum* aus der Menge  $\{\Delta B_i = 2\mu_0 j_i r_i\}$ . Das gemessene  $\Delta M$  ist aber die *Summe* der  $m_i/V$  (Gl. 1), entspricht also einer Mittelwertbildung über die gesamte Stromverteilung.

Bildet man den Quotienten der mit dem Bean-Modell für bulk-Verhalten berechneten Ströme  $j_c(\Delta B)/j_c(\Delta M)$ , so wird dieser bei Entkopplung oder einer inhomogenen Stromverteilung größer als 1 [Küp 91b] (Platte  $\parallel B$ , Dicke  $d$ ):

$$\frac{j_c(\Delta B)}{j_c(\Delta M)} = \frac{\Delta B / \mu_0 d}{2\Delta M / d} \geq 1 \quad (25)$$

Die Auswertung der Messungen zeigt für  $B \parallel ab$  und  $B = 2T$  schon ab  $T = 60K$   $j_c(\Delta B)/j_c(\Delta M) > 1$  und damit beginnenden inhomogenen Stromfluß oder Entkopplung an (Abb. 15a). In der Geometrie  $B \parallel c$  aber wird der Quotient z.B. bei 77K erst oberhalb von  $B = 4T$  nahe der IL größer als 1 (Abb. 15b).

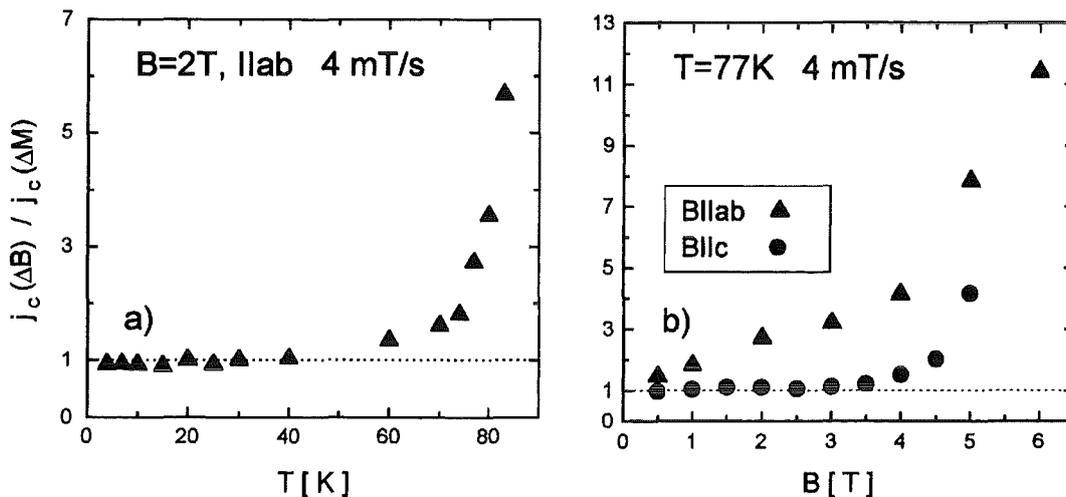


Abbildung 15: Das  $j_c(\Delta B)/j_c(\Delta M)$ -Verhältnis  $> 1$  zeigt für  $B \parallel ab$  bei 2T oberhalb von 60K Entkopplung (a), während diese für  $B \parallel c$  erst bei höheren Temperaturen und Feldern nahe der Irreversibilitätsline auftritt (b).

## 2) Skalierungsradius der Ströme aus der Anfangssteigung der Magnetisierungskurve $dm/dB$ bei der Feldumkehr (Angadi et al.)

Physikalische Grundlage der von Angadi et al. angegebenen Methode [Ang 91, Cap 92] ist die bei der Umkehr der Feldhubrichtung von der Oberfläche der stromtragenden Strukturen her stattfindende Umkehrung der Abschirmströme nach dem Modell des kritischen Zustandes (s.A).

Diese Stromänderung bestimmt die Anfangssteigung der Magnetisierungskurve bei der Feldumkehr. (Die in der Originalarbeit gegebene Herleitung für die Geometrie einer dünnen Kreisscheibe senkrecht zum Feld wird hier für eine Plattengeometrie parallel zur Feldrichtung ausgeführt.) Der Zusammenhang der Stromänderung mit dem Feldhub wird über die geometrieabhängige Induktivität  $L$  der Probe hergestellt ( $A$  Querschnittsfläche der Probe  $\perp B$ ):

$$-A \frac{dB}{dt} = U = -L \frac{dI}{dt} \quad . \quad (26)$$

Für eine Platte der Dimension  $x, y, z = a \times b \times c$  parallel zum Feld in z-Richtung mit Dicke  $a$  ergibt sich damit

$$ab \, dB = L(a, b) \, 2j_c \, c \, dx \quad . \quad (27)$$

Die Magnetisierung der Platte folgt aus Gl.1, wobei in die weitere Rechnung nur  $dm/dx$  eingeht:

$$\left. \frac{dm}{dx} \right|_{x=a} = -2abc \, j_c \quad . \quad (28)$$

Für die Ableitung  $dm/dB$  am Feldumkehrpunkt  $B_U$  folgt mit Gl.27 und Gl.28

$$\left. \frac{dm}{dB} \right|_{B_U} = \left. \frac{dm}{dx} \right|_{x=a} \left. \frac{dx}{dB} \right|_{x=a} = -\frac{a^2 b^2}{L(a, b)} \quad . \quad (29)$$

Der analytische Ausdruck für die Induktivität einer dünnen Platte wurde der Zusammenstellung von Grover entnommen [Gro 46] und ist hier wegen des erheblichen Umfangs nicht aufgeführt. Mit Gl.29 kann dann  $dm/dB$  für den bulk-Fall aus der Probengeometrie berechnet werden.

Die experimentell ermittelten Werte für 77K liegen für beide Feldorientierungen unter den für diese Probe berechneten bulk-Werten von -3.93 emu/T für  $B||c$  und -3.61 emu/T für  $B||ab$ . Für  $B||c$  bleibt  $dm/dB$  bis 3.5T etwa konstant und nimmt dann deutlich ab.

In der Geometrie  $B||ab$  zeigt sich vergleichbar zum im vorhergehenden Abschnitt für  $j_c(\Delta B)/j_c(\Delta M)$  diskutierten Verhalten für  $B = 2T$  eine kontinuierliche Abnahme von  $dm/dB$  oberhalb von  $T=40K$ , für  $T=77K$  zeigt die Feldabhängigkeit von  $dm/dB$  ebenfalls deutliche Abweichung vom bulk-Wert (Abb.16).

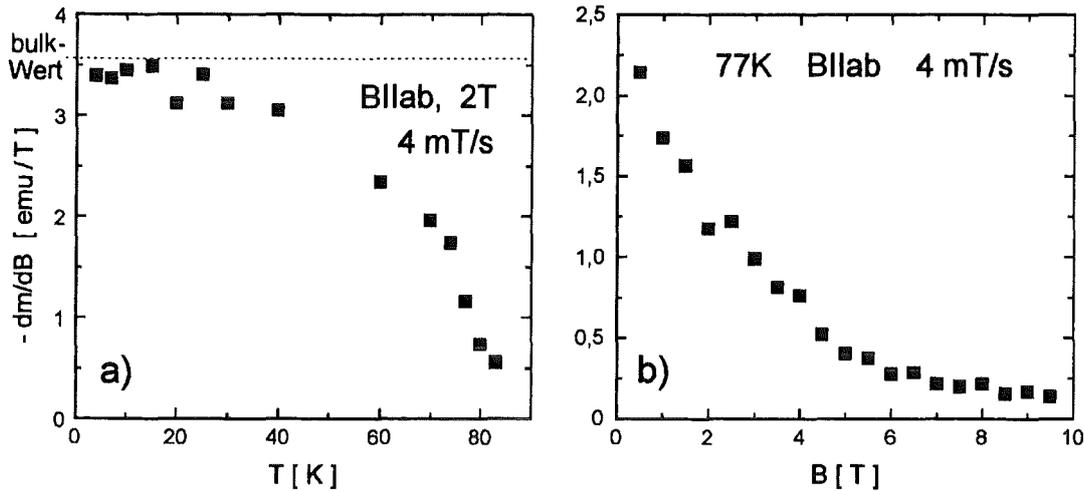


Abbildung 16: Die am Feldumkehrpunkt gemessene Steigung  $dm/dB$  liegt in der Geometrie  $B||ab$  bei  $B=2\text{T}$  schon oberhalb von  $40\text{K}$  deutlich unter dem nach Angadi et al. berechneten bulk-Wert von  $-3.61\text{ emu/T}$  (gestrichelte Linie in (a)). Somit tritt für  $T=77\text{K}$ ,  $B||ab$  Entkopplung schon bei kleinsten Feldern auf (b).

### 3) Abweichung der Anfangssteigung $dM/dH$ von 1 unter dem Einfluß von $\lambda'$ bei Entkopplung (Matsushita et al.)

Von Matsushita et al. wurde an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  in der Geometrie  $B||ab$  die Abweichung der Steigung  $dM/dH$  am Feldumkehrpunkt vom bulk-Wert  $dM/dH=1$  untersucht [Mat 92a, Mat 93a]. Es wird angenommen, dass durch den Einfluß der reversiblen AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  (s.1.2.3) eine Verringerung des magnetischen Moments bewirkt wird. Über Defekte entlang der  $ab$ -Ebenen, wie z.B. Mikrorisse (s.1.4) kann das Feld in der Geometrie  $B||ab$  leicht in den Supraleiter eindringen, wodurch sich die effektive Oberfläche und unter dem Einfluß von  $\lambda'$  der magnetisch reversible Volumenanteil vergrößern.

Als stark vereinfachtes Modell zur quantitativen Beschreibung wurde die vollständige Entkopplung der Probe in parallele Platten gleicher Dicke  $d$  parallel zu den  $ab$ -Ebenen angenommen (s.Abb.19,S.34). Der Einfluß von  $\lambda'$  auf die Steigung  $dM/dH$  ist als Funktion von  $d/2\lambda'$  in Abb.17 dargestellt.

Das gemessene  $dM/dH$  zeigt in der Geometrie  $B||ab$  bei  $77\text{K}$  schon bei kleinen Feldern Entkopplung, während diese für  $B||c$  erst bei höheren Feldern an der IL auftritt (Abb.18).

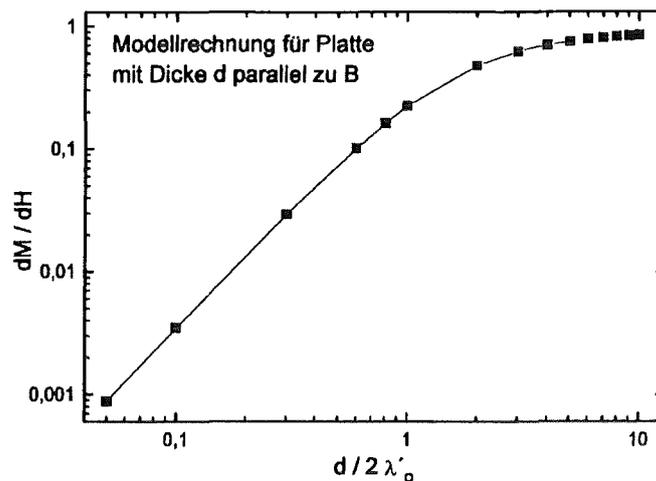


Abbildung 17: Steigung  $dM/dH$  der Magnetisierungskurve am Feldumkehrpunkt für eine Platte der Dicke  $d$  unter dem Einfluß der reversiblen AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  nach [Mat 93a].

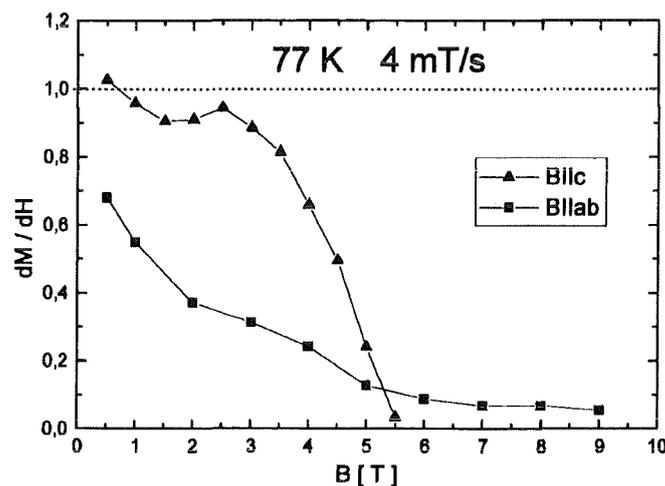


Abbildung 18: Die an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  bei 77K am Feldumkehrpunkt gemessene Steigung  $dM/dH$  weicht in der Geometrie  $B||ab$  schon für kleine Felder vom bulk-Wert 1 ab und zeigt damit beginnende Entkopplung an.

### Ergebnisse der DC-Magnetisierungsmessungen

Alle drei Auswertemethoden zeigen übereinstimmend für die Geometrie  $B||ab$  bei  $B = 2\text{T}$  oberhalb von 60 K und bei 77 K schon für sehr kleine Felder Entkopplung bzw. inhomogenen Stromfluß.

In der Geometrie  $B||c$  dagegen wird Abweichung vom bulk-Verhalten erst nahe der Irreversibilitätslinie, z.B. bei 77 K ab etwa 3-4 T detektiert.

### 2.3.3 AC-Flußprofilmessungen

#### 1) Inter/Intra-Stromsysteme aus der Form der Flußprofile

Alle bis 85K und  $B=12T$  gemessenen Flußprofile zeigen keine offensichtliche Granularität durch die Auftrennung in inter/intra-Stromsysteme, wie das bei früheren Messungen an granularen Einkristallen und Sinterproben beobachtet wurde [Küp 88]. Dies wurde hier auch bei sehr kleinen AC-Amplituden und entsprechend hoher Auflösung untersucht. Obwohl die Form der gemessenen Flußprofile im Bereich kleiner AC-Eindringtiefen vom konventionellen Verlauf (Abb.8) abweicht, wird die Anfangssteigung  $db/dx$  im Bereich  $0 < x < 3\mu m$  in Abb.34 nicht durch ein inter-Stromsystem verursacht (s.3.4). Die  $db/dx$  entsprechende Stromdichte in diesem Bereich ist wesentlich kleiner als die gemessenen Transportstromdichten, die in der Größenordnung der Abschirmstromdichte liegen. Außerdem sollte hier  $db/dx$  bei einer Amplitudenvariation annähernd konstant bleiben, wie es für den inter-Strom in granularen Proben erwartet wird [Küp 88]. Beobachtet wird dagegen stets dieselbe Form, die nicht mit der Amplitude skaliert ( $\rightarrow$  nicht granular).

Für eine im Flußprofil sichtbare Trennung von inter- und intra-Stromsystem ist allerdings Voraussetzung, daß die inter- klein gegen die intra-Stromdichte ist und außerdem genügend interkorn-Volumen vorhanden ist (s.2.2.1). In dieses Volumen kann das durch das inter- $j_c$  dann schwächer abgeschirmte AC-Feld leicht eindringen (geringe Steigung im Flußprofil), bis es durch das intra- $j_c$  wieder stärker abgeschirmt wird (Übergang zu großer Steigung im Flußprofil). Falls die granulare Probe aus sehr dicht gepackten Körnern besteht, kann demnach keine solche Steigungsänderung als sichtbarer Eindringtiefeffekt in das inter-Volumen auftreten. Diese Methode ist daher für schmelztexturiertes  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  ungeeignet.

#### 2) Korrelation von $\lambda'$ mit $j$ für homogenen Stromfluß

Um homogenen Stromfluß und eventuell bei hohen Feldern und Temperaturen auftretende Entkopplung (Granularität) genauer zu untersuchen, wurden Flußprofilmessungen bei Temperaturen bis 85K mit jeweils konstanter Frequenz und Amplitude im Feldbereich bis zu 12T durchgeführt. Aus den gemessenen Flußprofilen erhält man bei entsprechender Wahl der Amplituden die Stromdichte  $j$  und die reversible AC-Eindringtiefe  $\lambda'$ .

Um zu prüfen, ob im jeweils gemessenen Feld- bzw. Temperaturbereich Entkopplung auftritt, wurde das aus dem gemessenen  $j_{mess}$  mit Gl.24, S.15 berechnete

$$\lambda'_R = \sqrt{\frac{B d_i(a)}{\mu_o j_{mess}}}$$

durch Variation von  $d_i = a_o/a$  (s.S.11) jeweils bei den kleinsten Feldern an das gemessene  $\lambda'_{mess}$  angepaßt. Der Parameter  $a$  wurde im weiteren konstant gehalten.

Das durch das Auftreten von Granularität vor allem in der Geometrie  $B||ab$  erwartete Verhalten für  $\lambda'_R$  im Vergleich zu  $\lambda'_{mess}$  soll anhand eines qualitativ zu betrachtenden Modells veranschaulicht werden. Beim Einsetzen von

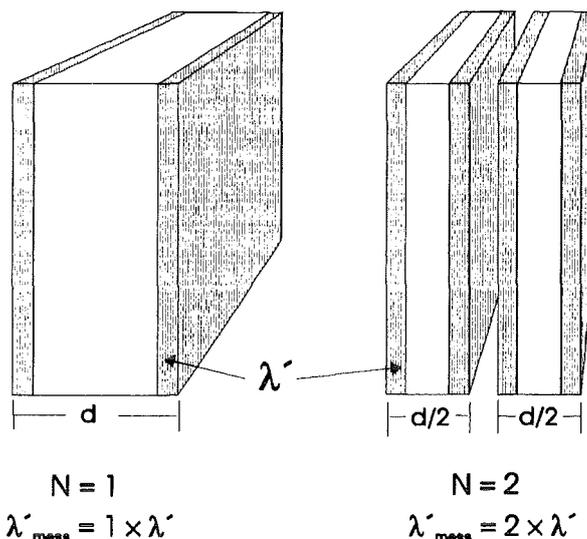


Abbildung 19: Plattenmodell um den Einfluß von Entkopplung durch Granularität auf die Meßgrößen  $\lambda'_{mess}$  und  $j_{mess}$  zu verdeutlichen. Der dunkel schraffierte Volumenanteil entspricht der reversiblen AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  (s.Text).

Granularität findet eine Zunahme der inneren, nur noch schwach oder gar nicht mehr abgeschirmten Oberflächen in der Probe statt. Das Feld kann dort nun leichter eindringen. Dies führt zu einem vergrößerten reversiblen Signalanteil (s.1.2.3, Abb.8), der nicht mehr mit dem Strom (Gl.24) korreliert. In einem sehr vereinfachten Modell wird der Supraleiter daher in  $N$  parallel zum Feld orientierte, entkoppelte Platten zerlegt (Abb.19). Dieses Modell stellt natürlich nur eine grobe Näherung des Realfalls dar, da vollständige Entkopplung mit verschwindenden Transportströmen an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  auch für  $j \parallel c$  nicht beobachtet wird. Bei vollständiger Entkopplung der  $N$  gleichen Platten wird die effektive Oberfläche, die für das Eindringen des AC-Feldes zur Verfügung steht, um den Faktor  $N$  vergrößert. Dadurch vergrößert sich analog die induzierte Spannung  $U_S(t) \rightarrow N U_S(t)$  und damit die nach Gl.10, S.8 berechnete AC-Eindringtiefe  $x^*(t)$ . Dies führt zu  $N$ -fachem  $\lambda'$  und um den Faktor  $N$  niedrigerem  $j$ , wenn weiterhin die Probenabmessung als Skalierungslänge benutzt wird. Um festzustellen, welche Abweichungen zwischen gemessenem  $\lambda'_{mess}$  und berechnetem  $\lambda'_R$  zu erwarten sind, werden die Meßgrößen (Index  $_{mess}$ ;  $\lambda', j$  für den *bulk*-Fall)

$$\begin{aligned} \lambda'_{mess} &= N \times \lambda' \\ j_{mess} &= j/N \end{aligned} \quad (30)$$

in Gl.24 (s.S.33) eingesetzt. Man erhält

$$\begin{aligned} N \times \lambda' &= \lambda'_R = \sqrt{\frac{B d_i}{\mu_o (j/N)}} \\ &= \sqrt{N} \times \sqrt{\frac{B d_i}{\mu_o j}} \end{aligned} \quad (31)$$

bzw.

$$\lambda'_{mess} = N \times \lambda' \geq \lambda'_R = \sqrt{N} \times \lambda' \quad . \quad (32)$$

Das bedeutet, daß das gemessene  $\lambda'_{mess}$  bei festgehaltenem  $a = a_o/d_i$  nur für den nicht entkoppelten Fall  $N=1$  mit dem berechneten  $\lambda'_R(j_{mess})$  übereinstimmt und sonst mit zunehmendem Entkopplungsgrad nach oben abweicht. Für den Fall, daß sich der Grad der Entkopplung im betrachteten Feld- oder Temperaturintervall nicht verändert, wird keine Abweichung erwartet.

### Meßergebnisse und Diskussion

Die Flußprofilmessungen wurden an zwei schmelztexturierten  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Proben bei Temperaturen im Bereich von 10 bis 85K mit konstanter Frequenz und AC-Amplitude in Feldern bis zu 12T durchgeführt. Der Parameter  $a = a_o/d_i$  wurde jeweils durch Anpassen von  $\lambda'_R(a, j, B)$  an  $\lambda'_{mess}$  bei kleinen Feldern bestimmt, da in diesem Bereich Entkopplung am unwahrscheinlichsten ist. Die Frequenz- und Amplitudenabhängigkeit von  $a$  ist nur sehr gering und kann daher im folgenden vernachlässigt werden.

Die **feldabhängigen Messungen** bei 77K (Abb.20) zeigen, wie auch alle bei tieferen Temperaturen bis 12T erhaltenen Ergebnisse, gute Übereinstimmung von  $\lambda'_{mess}$  und  $\lambda'_R$  sowohl für  $B||c$  als auch für  $B||ab$ . Der starke Anstieg von  $\lambda'$  für  $B||c$  bei 77K ab 2.5T ist auf den Einfluß der IL und die damit, wegen der flacher werdenden  $E(j)$ -Charakteristik, abnehmende Stromdichte zurückzuführen (s.Abschnitt 3: Relaxation).

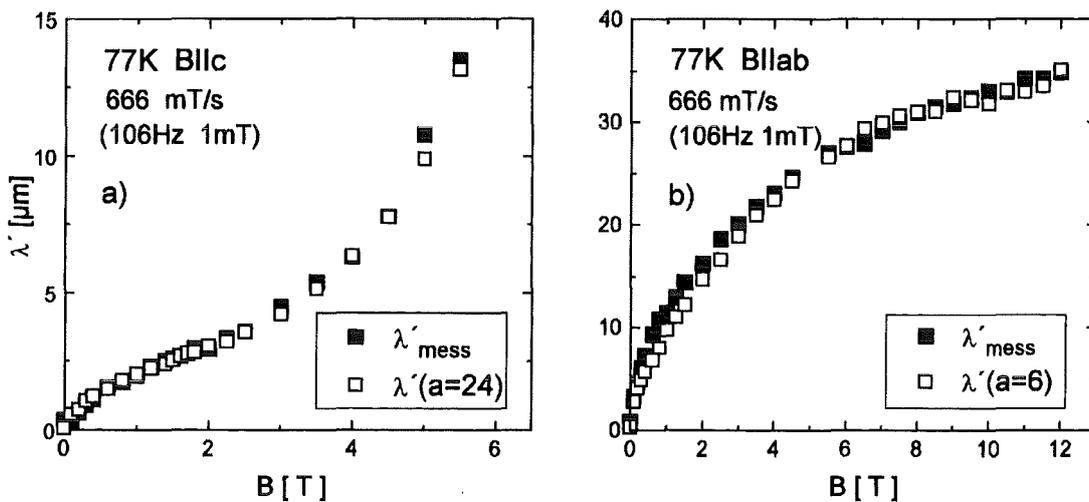


Abbildung 20: Gemessenes und berechnetes  $\lambda'$  bei 77K : Die Übereinstimmung zeigt unveränderten Stromfluß an. Der Verlauf von  $\lambda'$  reflektiert die inverse Abhängigkeit von der Stromdichte aus Abb.10b, S.17 und Abb.23, S.38 nach Gl.24.

Die **Temperaturabhängigkeit** von  $\lambda'$  bei 2T zeigt Abb.21. Die gute Übereinstimmung von  $\lambda'_{mess}$  und  $\lambda'_R$  schließt Entkopplung sowohl für  $B||c$  als auch für  $B||ab$  aus. Für  $B||ab$  wird im gesamten Bereich mit einem konstanten  $a = a_o/d_i = 6$  Übereinstimmung von  $\lambda'_R$  mit  $\lambda'_{mess}$  erreicht. Das läßt auf einen im beobachteten Temperaturbereich unveränderten Pinningmechanismus schließen.

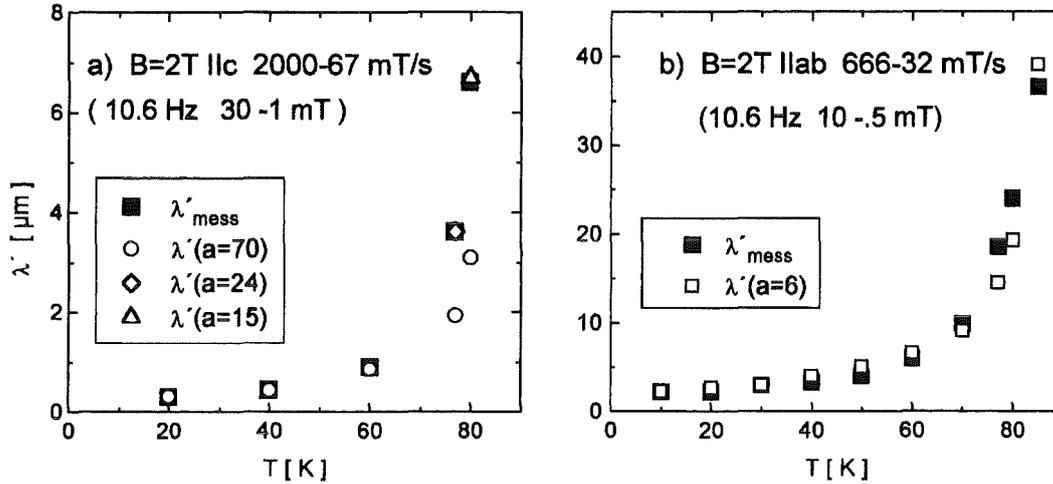


Abbildung 21: Temperaturabhängigkeit von  $\lambda'$  für  $B=2T$ . Die Amplituden mußten zu hohen Temperaturen hin verringert werden, um mit abnehmender Stromdichte Probenaufheizung durch große AC-Eindringtiefen zu verhindern.

Das Displacement beträgt danach bei 2T  $d_i=6\text{nm}$  (2.6nm bei 12T) und ist damit wesentlich größer als der Abstand der CuO-Ebenen (ca. 1nm) zwischen denen der Ordnungsparameter unterdrückt ist. In diesem Bereich mit intrinsisch (nicht durch Defekte) erniedrigter Kondensationsenergie können die Flußlinien daher für  $B||ab$  *intrinsisch* gepinnt werden. Bei einer Interpretation ist aber zu berücksichtigen, daß bei einer induktiven Messung in der Geometrie  $B||ab$  die Lorentzkraft  $j \times B$  auf die Flußlinien nicht nur senkrecht zu den CuO-Ebenen, sondern auch parallel dazu wirkt. Das hier gemessene Displacement ist demnach durch Kombination beider möglichen Verschiebungen vergrößert.

Eine Untersuchung intrinsischen Pinnings durch Messung von Force-Displacement-Kurven (s.1.2.2) ist danach nur mit einer resistiven AC-Messung möglich, bei der Strom und Magnetfeld parallel zu den Ebenen orientiert sind. Solche Messungen sind von Doyle et. al. an  $c$ -Achsen-orientierten, epitaktischen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Filmen bei 77K und 68K ausgeführt worden [Doy 93]. Das Displacement beträgt danach für  $B||ab$  bei 68K und 2T etwa 1nm, bei 77K, 1T wurde  $d_i=1.6\text{nm}$  gemessen. Diese Werte sind mit der Annahme intrinsischen Pinnings verträglich (s.o.).

In der Geometrie  $B||c$  muß der Parameter  $a$  oberhalb von 60K kontinuierlich verkleinert werden, um Übereinstimmung von  $\lambda'_R$  mit  $\lambda'_{mess}$  zu erreichen. Die Ursache dafür ist eine Zunahme des reversiblen Displacements  $d_i$ , das die Reichweite des effektiven Pinning-Potentials angibt (s.1.2.2). Die Ausdehnung des reversiblen Displacements  $d_i = a_o/60$  für tiefe  $T$  liegt bei höheren Feldern in der

Größenordnung der Kohärenzlänge  $\xi$ , was auf *core*-Pinning an Punktdefekten hoher Konzentration, keinesfalls aber auf wenige ausgedehnte, starke Pinningzentren schließen läßt. Solch kleine Werte für  $d_i$  in der Feldrichtung  $B\parallel c$  wurden auch resistiv (s.o.) von Tomlinson et al. bei 15K und von Doyle et al. bei 77K an  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Filmen gemessen [Tom 93, Doy 93]. Der von Tomlinson für 15K, 2T und  $j=1.7 \times 10^6 \text{ Acm}^{-2}$  mit  $d_i=a_o/17$  berechnete Wert von  $\lambda'=230\text{nm}$  stimmt gut mit dem in dieser Arbeit für 20K, 2T und  $j=8 \times 10^5 \text{ Acm}^{-2}$  erhaltenen  $\lambda'=300\text{nm}$  überein. Diese Werte sind nicht wesentlich größer als die London'sche Eindringtiefe  $\lambda_L(T=0)=100\text{nm}$ , was ebenfalls auf eine hohe Dichte der Pinningzentren hindeutet (s.o.). Mit wachsendem  $T > 60\text{K}$  weicht  $d_i$  vom temperaturabhängigen Verlauf der Ginzburg-Landau-Kohärenzlänge  $\xi_{GL}(T) = \xi_o(1 - T/T_c)^{-\frac{1}{2}}$  zunehmend nach oben ab. Die Ursache könnte ein Übergang von der Verankerung an Punktdefekten zu der an größeren 211-Ausscheidungen oder Zwillingsgrenzen sein, wie er von Matsushita et al. angenommen wird [Mat 93b, Mat 92a].

### Entkopplung bei 85K

Erst bei 85K weicht der Verlauf von  $\lambda'_{mess}$  für beide Feldgeometrien vom berechneten  $\lambda'_R$  nach oben ab (für  $B\parallel ab$  in Abb.22 dargestellt), was nach dem Modell Gl.32 Granularität anzeigt. Das *Entkopplungsfeld*  $B_E$ , oberhalb dessen  $\lambda'_{mess}$  von  $\lambda'_R$  abweicht, hängt vom elektrischen Feld bei dem die Messung durchgeführt wird ab und liegt in der Geometrie  $B\parallel c$  mit 1.2–1.4 T sehr nahe an der IL. Die zugehörigen elektrischen Felder von 0.13 – 12.1  $\mu\text{V/cm}$  ergeben sich aus den Frequenz/Amplitude-Kombinationen 10.6Hz – 1000Hz / 0.5mT (s.3.2). Die Abhängigkeit  $B_E(E)$  ist in der Geometrie  $B\parallel ab$  wesentlich stärker ausgeprägt (Abb.22). Hier läßt sich das Entkopplungsfeld bei Variation von  $E$  zwischen 0.05 und 1.45  $\mu\text{V/cm}$  von  $B_E=4\text{T}$  auf  $B_E=8\text{T}$  schieben.

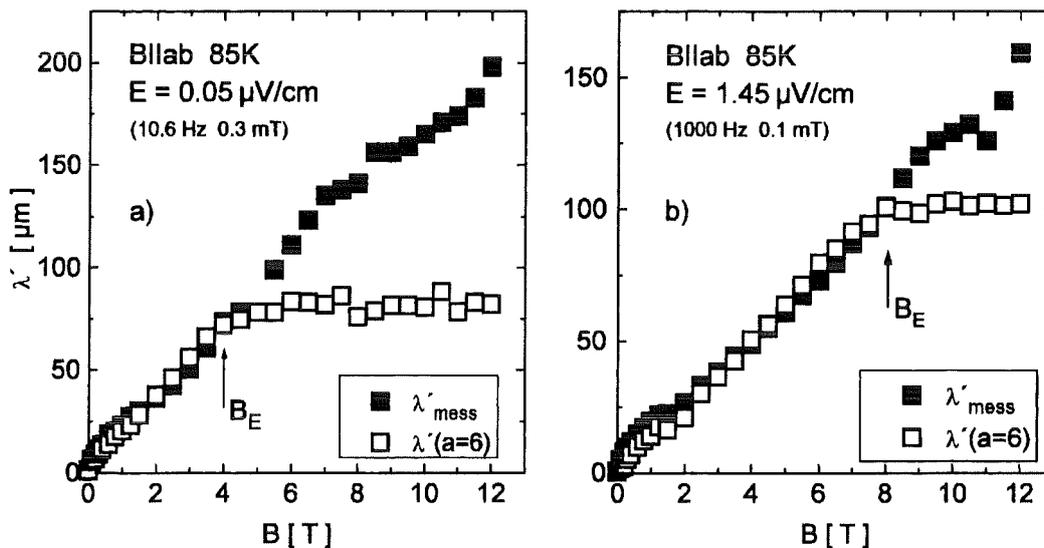


Abbildung 22: Die Abweichung von  $\lambda'_{mess}$  und  $\lambda'_R$  bei 85K zeigt Entkopplung nach dem im Text beschriebenen Modell. Das Entkopplungsfeld  $B_E$  hängt dabei deutlich vom elektrischen Feld ab, mit dem die Messung durchgeführt wird.

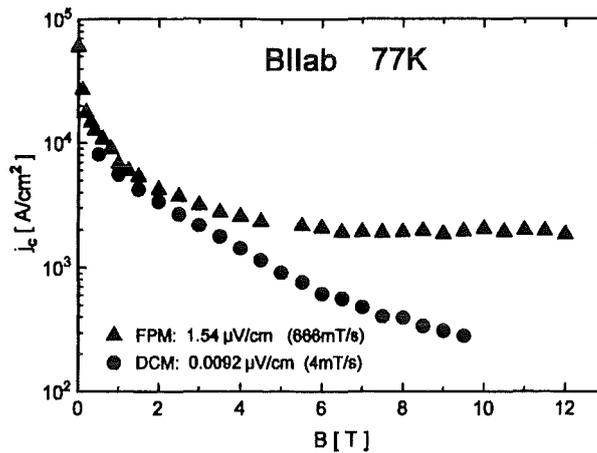


Abbildung 23: An schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  für 77K,  $B\parallel ab$  mit der Flußprofilmethode (FPM) und dem Magnetometer (DCM) gemessene Stromdichte.

### 2.3.4 Zusammenfassung der Ergebnisse

Die Auswertung der DC-Magnetisierungsmessungen (DCM) mit drei verschiedenen Methoden ergibt bezüglich der Granularität qualitativ übereinstimmende Ergebnisse. Diese zeigen für die Feldrichtung  $B\parallel c$  Entkopplung (Abweichung vom homogenen Stromfluß) erst für hohe  $B, T$ -Werte nahe der Irreversibilitätslinie. Für  $B\parallel ab$  wird dagegen Entkopplung bei  $B = 2\text{T}$  schon ab etwa 60K und für sehr kleine Felder unterhalb von 0.5T bereits ab 77K detektiert.

In der Geometrie  $B\parallel ab$  zeigen die Flußprofilmessungen (FPM) für  $T > 60\text{K}$ , im Gegensatz zu den Magnetometermessungen, ein Plateau für die Ströme bei höheren Feldern (s. Abb. 23). Diese Differenz kann nicht wie für  $B\parallel c$  auf den Einfluß einer flacher werdenden  $E(j)$ -Charakteristik zurückgeführt werden, da diese über den gesamten Feldbereich ausreichend große Steilheit aufweist (Abb. 26b). Entkopplung wird für beide Feldgeometrien durch Abweichung des gemessenen vom berechneten  $\lambda'$  erst bei 85K detektiert, was für  $B\parallel ab$  im Widerspruch zum Ergebnis der Magnetisierungsmessungen steht (s.o.). Für  $B\parallel c$  liegt das  $B$ -Feld, oberhalb dessen Entkopplung beobachtet wird, nahe der IL. In der Geometrie  $B\parallel ab$  kann dieses in Abhängigkeit vom elektrischen Feld bei dem gemessen wird, über mehrere Tesla verschoben werden. Das zeigt, daß das E-Feld hier ein wichtiger Parameter für das Auftreten von Granularität ist.

Die Diskrepanz der Ströme in Abb. 23 kann damit so erklärt werden, daß dort Ergebnisse, die bei unterschiedlichen E-Feldern erhalten wurden, miteinander verglichen werden. Der beobachtete Entkopplungsgrad hängt dabei vom E-Feld ab.

Ein mögliches Modell zum Verständnis der Diskrepanz der experimentellen Beobachtungen zeigt Abb. 24: In dem Feld- bzw. Temperaturbereich in dem die Ströme voneinander abweichen und mit DC-Methoden, nicht aber mit der Flußprofilmessung Entkopplung detektiert wird, wird die intrakorn- $E(j)$ -Charakteristik von der flacheren  $E(j)$ -Charakteristik der Defektstrukturen geschnitten. Der Schnittpunkt

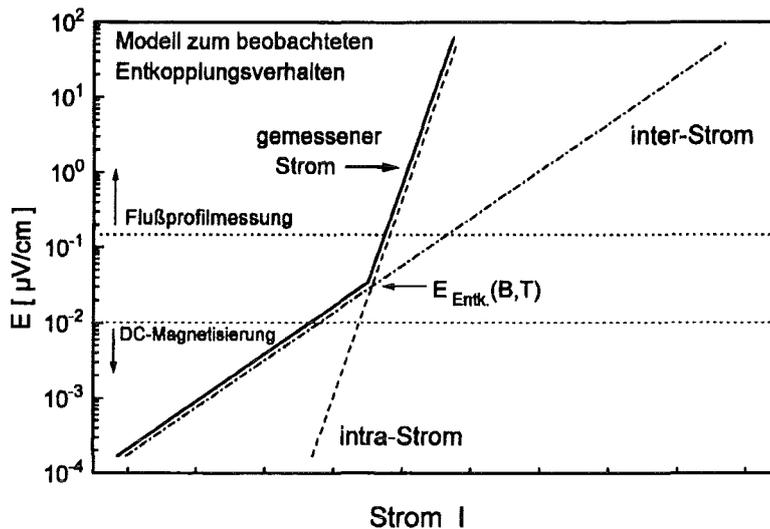


Abbildung 24: Modell für die Diskrepanz der am schmelztexturierten  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  für  $B||ab$  mit der Flußprofilmessung und der DC-Magnetisierung beobachteten Übergänge zur graduellen Entkopplung.

liegt im Bereich der E-Felder oberhalb der DCM und unterhalb der FPM. Im DCM-Meßbereich ist damit der interkorn-Strom über die Defektstrukturen kleiner als der intrakorn-Strom. Daher wird Granularität detektiert. Für die Flußprofilmessung mit um mehr als zwei Größenordnungen höheren elektrischen Feldern ist dagegen die Stromtragfähigkeit über die Defektstrukturen größer als der intrakorn-Strom, der somit ungehindert über die Defekte fließen kann. Die Probe zeigt hier bulk-Verhalten.

Die beobachtete E-Feldabhängigkeit des Entkopplungsfeldes  $B_E(E)$  entspricht in diesem Modell einer mit  $B$  (oder  $T$ ) flacher werdenden intra-Strom  $E(I)$ -Charakteristik, wobei sich der Schnittpunkt  $E_{Entk.}(B,T)$  in Abb.24 zu immer höheren  $E$  verlagert.

Die Messungen zeigen, daß das elektrische Feld für das Auftreten von Granularität bei schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , vor allem für Stromfluß entlang der  $c$ -Achse in der Geometrie  $B||ab$ , eine wesentliche Rolle spielt. Ist bei vorgegebenem  $B, T$  das verwendete E-Feld unterhalb des Schnittpunktes der inter/intra- $E(I)$ -Charakteristik, dann wird der inter-Strom an den Defektstrukturen degradiert bzw. die auftretenden Verluste werden hauptsächlich von den Defekten verursacht.

### 3 Einfluß der Relaxation auf die Flußprofilmessung

Bei der Untersuchung von Granularität (2.3) wurde der Einfluß der Relaxation durch thermisch aktiviertes Flußkriechen (s. Anhang B) vernachlässigt und für die  $E(j)$ -Charakteristik nach den Voraussetzungen für den kritischen Zustand ( $j(0 < E \leq E_c) = j_c$ ) als Stufenfunktion angenommen ( $E(j) \sim j^n$ ,  $n \rightarrow \infty$ , Abb. 25a).

Für die konventionellen Niedrig- $T_c$  Supraleiter mit großem  $U/kT$ -Verhältnis ist die Voraussetzung großer  $n$ -Werte über den größten Bereich des Phasendiagramms unterhalb  $B_{irr}(T)$  in guter Näherung erfüllt. Bei den Hoch- $T_c$ -Supraleitern führen aber die hohen Einsatztemperaturen zu einem um mindestens eine Größenordnung kleineren  $U/kT$ . Bei der Annäherung an die IL wird der Exponent  $n \sim U/kT$  immer kleiner und die  $E(j)$ -Charakteristik flacher (Abb. 26a). Damit wird die Abhängigkeit der Stromdichte vom zur Messung verwendeten elektrischen Feld immer ausgeprägter und die Angabe dieses  $E$ -Kriteriums für Vergleiche von  $j(E)$  entscheidend (Abb. 25b, Abb. 26). In welchem Bereich die

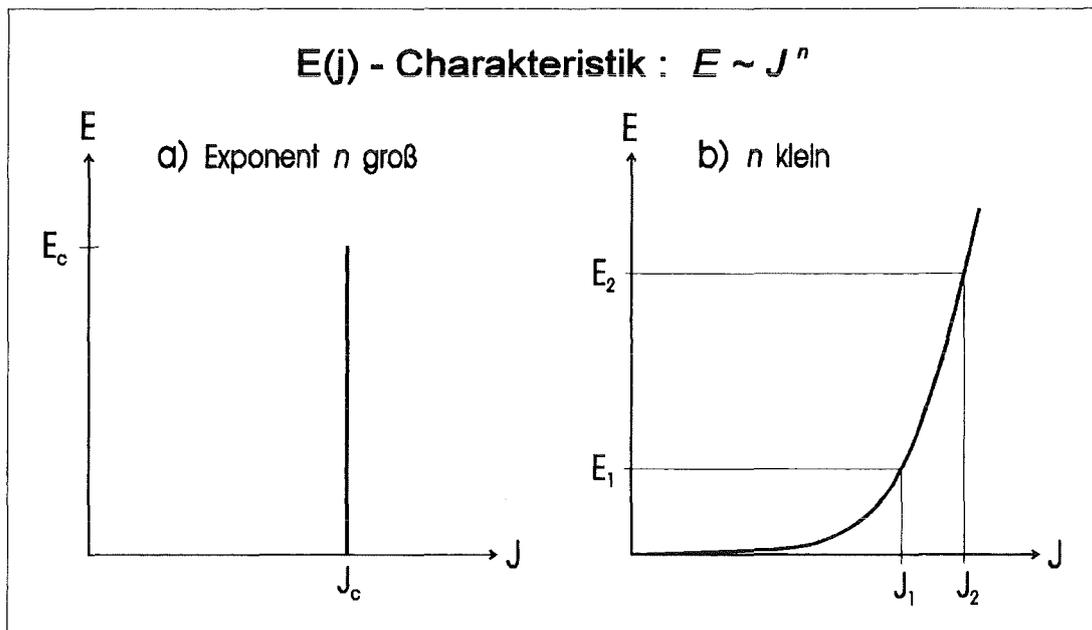


Abbildung 25: Abhängigkeit der gemessenen Stromdichte vom elektrischen Feld: a)  $E(j) \sim j^n$  Stufenfunktion für  $n \rightarrow \infty$ , kein Einfluß für  $E < E_c$ ; b) bei endlicher Steilheit ( $n$  klein) ist  $j$  deutlich vom gewählten  $E$ -Kriterium abhängig.

vereinfachte Annahme einer stufenförmigen  $E(j)$ -Charakteristik zulässig ist, soll im folgenden behandelt werden. Zuerst wird dazu eine kurze Einführung in die Theorie des Zerfalls der kritischen Ströme gegeben (3.1). Die nichtlineare Diffusionsgleichung, die allgemein den Zerfall beschreibt, ist für beliebige  $E(j)$ -Charakteristiken unter der variierenden zeitlichen Randbedingung des AC-Feldes nicht lösbar. Wesentlichen Aufschluß hierzu gibt aber die von Gurevich et al.

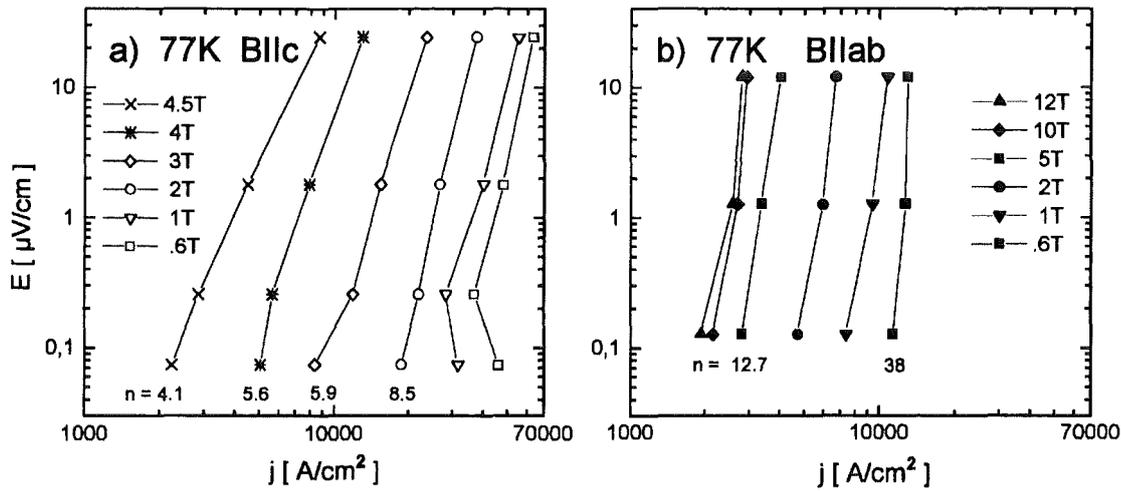


Abbildung 26: Feldabhängigkeit der mit der Flußprofilmethode für schmelztexturiertes YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> gemessenen E(j)-Charakteristik bei 77K in der Geometrie  $B||c$  (a) und  $B||ab$  (b). Die Steigung  $d \log E / d \log j$  entspricht dem Exponenten  $n$  für  $E \sim j^n$ . Die Meßdatenstreuung für  $B||c$  wird durch verstärktes Signalrauschen bei kleiner AC-Eindringtiefe (große  $j$ ) und niedriger Frequenz verursacht.

speziell für die Randbedingungen von Relaxationsmessungen erhaltene Lösung und die experimentellen Ergebnisse für den Anfangszeitbereich (3.1.1). Um eine zumindest qualitative Übertragung dieser Ergebnisse auf die Flußfilmmessung zu erhalten, wird hier zur Beschreibung der Elektrodynamik der Grenzfall der stufenförmigen E(j)-Charakteristik verwendet (3.2). Der erwartete Einfluß der Relaxation wird dann mit Meßergebnissen verglichen und diskutiert (3.3). Abschließend folgt ein spezieller Abschnitt (3.4) zur Form der Flußprofile im reversiblen Signalbereich  $x^* < \lambda'$ , die vom nach 1.2.3 erwarteten Verlauf abweicht.

### 3.1 Zeitlicher Zerfall der kritischen Ströme

Die durch die thermisch aktivierte Flußbewegung hervorgerufene Resistivität  $\rho(B, T, j) = E(B, T, j) / j$  führt zum zeitlichen Zerfall (Relaxation) der induzierten Dauerströme bzw. der Magnetisierung. Mit Hilfe der Maxwellgleichungen  $\partial B / \partial t = -\text{rot} E$  und  $\text{rot} B = \mu_0 j$  erhält man eine inhomogene Differentialgleichung für die zeitliche Entwicklung des durch die Flußbewegung in der Probe erzeugten elektrischen Feldes:

$$\Delta E = \mu_0 \frac{\partial j}{\partial E} \frac{\partial E}{\partial t} \quad (33)$$

Der Vorfaktor  $\partial j / \partial E$  auf der rechten Seite ist über die jeweilige E(j)-Charakteristik (s. Anhang B) zu erhalten. Die der Wärmediffusionsgleichung ähnliche Gl. 33 wird damit i. a. nichtlinear. Das magnetische Moment  $m(t)$  erhält man durch Konvertierung der Lösung  $E(x, t)$  mit der jeweiligen E(j)-Charakteristik in  $j(x, t)$  und Integration über das Probenvolumen nach Gl. 1.

Wegen der Nichtlinearität von Gl.33 ist aber eine exakte analytische Lösung für den allgemeinen Fall nicht angebar, sondern nur für spezielle, einfache Geometrien und Anfangsbedingungen, so z.B. für einen Hohlzylinder [And 64, Zhu 92a] oder für eine Ringgeometrie [Win 92], für die die Ortsabhängigkeit  $E(r,t)$  bzw.  $j(r,t)$  vernachlässigt werden kann. Die in der Literatur diskutierten Lösungen, etwa für einen langen Stab oder einen Zylinder parallel zur Feldrichtung stellen daher Näherungen dar.

Die erste in dieser Art erfolgte Lösung für einen Vollzylinder wurde von Beasley, Labusch und Webb [Bea 69] für das Kim-Anderson-Modell (KAM, s.Anhang B.1) angegeben. Dabei wurde die Ortsabhängigkeit der Flußkriechrate unter der Voraussetzung  $U_o \gg kT$  und somit genügend langsamer Relaxation vernachlässigt. Sie erhielten den im Experiment an Tieftemperatursupraleitern beobachteten zeitlogarithmischen Zerfall (s.S.43, Gl.(34)):

$$M(t) = M_c(j_c) - M_c kT/U_o \ln(t/t_o) \quad .$$

Diese Lösung wird aber für  $t=0$  singulär und schließt daher gerade den für die Flußprofilmessungen an HTSL wichtigen Bereich der Kurzzeitrelaxation nicht vollständig ein. Von Gurevich et al. wurde eine vollständige Lösung für die zeitlichen Randbedingungen von Relaxationsmessungen  $M(t)$  angegeben. Diese wird im folgenden beschrieben, da sie für das Verständnis der AC-Messungen grundlegende Information beinhaltet.

### 3.1.1 Relaxation im Anfangszeitbereich

Für den typischen Fall einer Relaxationsmessung, bei der das äußere Feld mit konstanter Sweep rate  $\dot{B}$  erhöht wird und dann für  $t \geq 0$  konstant bleibt, konnten Gurevich et al. theoretisch und auch experimentell zeigen [Gur 93, Gur 91], daß die Relaxation von  $E(x, t > 0)$  nach Gl.33 und damit auch  $M(t)$  *universelles Verhalten* aufweist. Dies gilt unabhängig von der Art der betrachteten  $E(j)$ -Charakteristik für den Bereich  $j(t=0) < j_c$  (kein flux flow) und weit genug unterhalb der IL, wo  $U(j \approx j_c)$  etwa linear angenähert werden kann und die Zerfallsrate klein ist.

Dieses Verhalten wird durch die abrupte Änderung der Randbedingung des äußeren Feldes  $\dot{B}_{ext}(t \leq 0) > 0$  nach  $\dot{B}_{ext}(t > 0) = 0$  verursacht, woraus sich für eine Platte der Dicke  $2a$  die in Abb.27 gezeigten Abhängigkeiten  $E(x, 0) = x \dot{B}_{ext}$  und  $E(x, t > 0)$  ergeben.

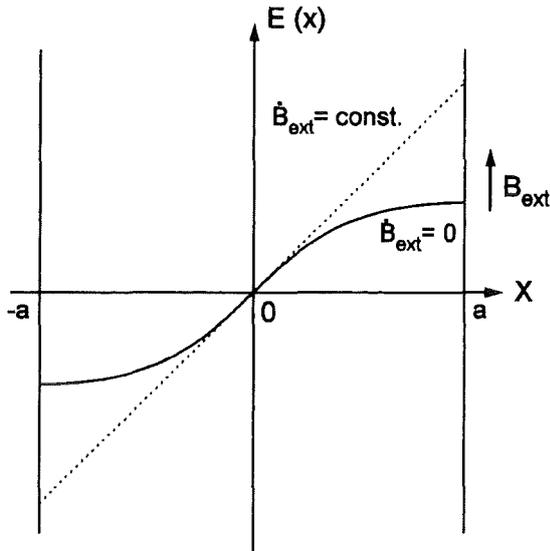


Abbildung 27: Elektrisches Feld  $E(x, t)$  in einer plattenförmigen Probe vor und nach der Beendigung des Feldsweeps  $\dot{B}_{ext}$ .

Durch die damit einhergehende Flußumverteilung in der Probe für  $0 \leq t < \tau_o$  resultiert ein schwächerer Zerfall in diesem Zeitraum. Daran anschließend, bis zu einem von der jeweiligen  $E(j)$ -Charakteristik abhängenden Zeitpunkt  $t^*$  (s.u.), ergibt sich ein ebenfalls universeller, zeitlogarithmisch linearer Zerfall [Gur 93]:

$$t \gg \tau_o : \quad M(t) = M_c - M_1 \ln(t/t_o) \quad . \quad (34)$$

$M_c$  ist hierbei das unrelaxierte  $M(j_c)$  nach dem Bean-Modell (s.1.1),  $M_1$  ist durch die Flußkriechrate  $R = -dM/d \ln t = M_c kT/U_o = M_1$  nach dem KAM gegeben, welche direkt aus dem Abfall von  $M(t)$  für  $t \gg \tau_o$  (s.u.) bestimmt werden kann. Die intrinsische Zeitkonstante  $t_o$  nimmt Werte im Bereich von  $10^{-1}$ - $10^{-4}$  s an [Gur 93]. Für andere Modelle können  $M_c$  und  $t_o$  durch eine geeignete Kombination von  $M'_c, t'_o$ :  $M'_c = M_c + M_1 \ln(t_o/t'_o)$  ersetzt werden. Für den Anfangszeitbereich erhält man

$$0 \leq t < \tau_o : \quad M(t) = M(0) - M_1 \ln(1 + t/\tau_o) \quad . \quad (35)$$

$M(0)$  ist hierbei das magnetische Moment für  $t = 0$ , welches über die  $E(j)$ -Charakteristik von der Sweeprate  $\dot{B}_{ext}$  abhängt. Die Zeitkonstante  $\tau_o$  wird nicht nur durch die mikroskopisch intrinsische Relaxationsrate  $R$ , sondern auch durch makroskopische Größen, wie einen Probengeometriefaktor  $G$  und die Anfangsbedingung der Sweeprate  $\dot{B}_{ext}(t \leq 0)$  (bzw.  $E \sim \dot{B}_{ext}$ ) bestimmt:

$$\tau_o = G (dM/d \ln t) 1/\dot{B}_{ext} \quad . \quad (36)$$

Abb.28 zeigt schematisch die zeitliche Relaxation von  $M(t)$  nach Gl.34 und Gl.35: Für  $0 \leq t < \tau_o$  erhält man in logarithmischer Auftragung nahezu ein Plateau für  $M(\ln t)$ . Für  $t \gg \tau_o$  folgt ein anfangs universeller, von der verwendeten  $E(j)$ -Charakteristik unabhängiger, zeitlogarithmisch linearer Zerfall. Erst für längere Zeiten  $t > t^*$  macht sich u.U. die Nichtlinearität von  $U(j)$  durch eine Abweichung vom linearen Verlauf des KAM bemerkbar. Die Zeitkonstante  $\tau_o$  kann über die inverse Abhängigkeit von der Sweeprate  $\dot{B}_{ext}$  in einem geeigneten Feld- und Temperaturbereich in das zur Messung zur Verfügung stehende Zeitfenster gebracht und bestimmt werden. Für schmelztexturiertes  $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$  erhält man z.B. bei 20K,  $B=6T$  für  $\tau_o$  Werte von  $1-10^4$ s, bei Sweepratzen von  $10^{-2}-10^{-6}$  T/s [Gur 93]. Für 77K werden diese Werte oberhalb von  $B=2T$  mit durch zunehmende Relaxation abnehmendem  $dM/d \ln t$  kleiner (Abb.29).

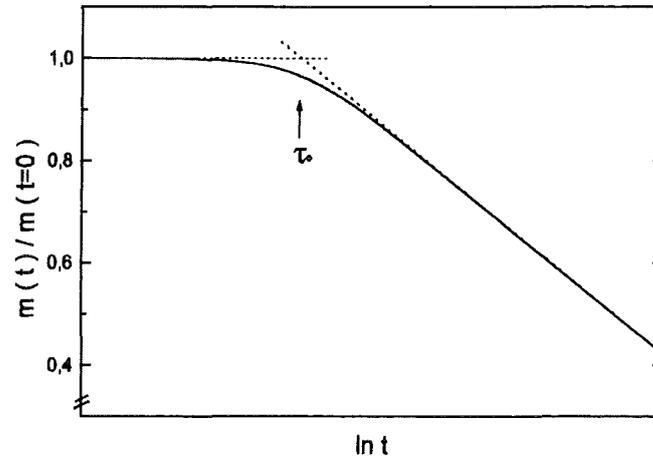


Abbildung 28: Schematisch: Der zeitliche Zerfall des magnetischen Moments nach Gl.35 zeigt unabhängig von der jeweiligen  $E(j)$ -Charakteristik in zeitlogarithmischer Darstellung für  $t < \tau_0$  nahezu ein Plateau und daran anschließend den Übergang zu linearer Relaxation.

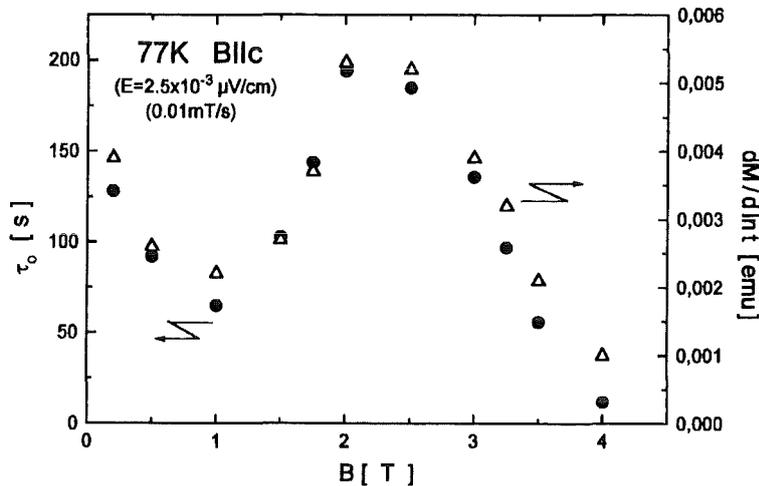


Abbildung 29: Die für  $B||c$  bei 77K an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  aus Relaxationsmessungen bestimmten  $\tau_0$ -Werte (●) zeigen die nach Gl.36 vorhergesagte Proportionalität zu  $dM/d \ln t$  (Δ).

### 3.2 Elektrodynamik der Flußprofilmessung

Der Einfluß der nicht stufenförmigen  $E(j)$ -Charakteristik ist wegen der zeitlich variablen Randbedingung des AC-Feldes und der Probengeometrie, die keine vereinfachenden Annahmen zuläßt, nicht als exakte analytische Lösung von Gl.(33) zugänglich. In der Literatur werden daher lediglich Lösungen  $E(x, t)$  bzw.  $M(t)$  für DC-Magnetisierungsmessungen mit der Randbedingung  $\dot{B}_{ext} = \text{const.}$  (Rampe) und anschließender freier Relaxation  $\dot{B}_{ext} = 0$  mit verschiedenen  $E(j)$ -Charakteristiken diskutiert [Gur 93, Yam 92]. Numerische Lösungen für  $j(x, t)$  bzw.  $M(t)$  unter diesen Randbedingungen finden sich z.B. in [Bee 92, Gou 93]. In der Arbeit von Gough et al. wird auch der Einfluß der Zeitkonstanten  $\tau_o$  (s.3.1.1) auf die AC-Magnetisierung erwähnt, diese geht aber bei der Berechnung von  $M(H_{ac})$  für eine Ringgeometrie wegen des resultierenden komplexen Einflusses der Orts- und Zeitabhängigkeit von  $E(x, t)$  nicht ein.

In den Arbeiten über AC-Suszeptibilität (z.B.[Göm 93, Bee 93]) werden im wesentlichen nur die Grenzfälle linearer  $E(j)$ -Charakteristik (TAFF oder flux flow), die zu einem normalen, frequenzabhängigen Skin-Effekt-Verhalten wie bei Metallen führen [Kes 89, Bra 90], oder aber des streng nichtlinearen Bereichs  $U \gg kT$  mit großen Exponenten  $n$  (s.o.), innerhalb dessen das Antwortverhalten nur von der Amplitude abhängt (quasistatisches Bean-Modell), diskutiert. Die Zeitkonstante  $\tau_o$  (s.3.1.1) ist in den bisher vorliegenden Veröffentlichungen nicht berücksichtigt.

Da kein analytisches oder numerisches allgemeines Lösungsmodell für die AC-Randbedingungen vorliegt, wird im folgenden die Elektrodynamik der Flußprofilmessung für den Grenzfall der stufenförmigen  $E(j)$ -Charakteristik betrachtet. Anhand dieses Modells wird dann unter Anwendung der Ergebnisse aus 3.1.1 der Einfluß einer endlichen Steilheit von  $E(j)$  qualitativ dargestellt und diskutiert. Die Zeitkonstante  $\tau_o$  und die reversible AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  werden zunächst nicht berücksichtigt.

Für  $U \gg kT$  bzw.  $n \gg 1$  und nicht zu hohe elektrische Felder (flux-flow Verluste vernachlässigbar,  $E \leq E_c$ ) kann  $E(j)$  in guter Näherung durch die Stufenfunktion Abb.25a angenähert werden. Diese beschreibt den kritischen Zustand  $0 < E \leq E_c: j = j_c$ . Die Flußänderung innerhalb der AC-Eindringtiefe  $x^*(t)$  wird dann nur durch die zeitliche Änderung des äußeren Feldes bestimmt (s.Gl.(7)):  $\dot{b}_{int} = \dot{b}_{ext}$ . Für diesen Fall kann  $E(x, t)$ , sonst nur als zeitlich asymptotische Lösung von Gl.33 unter der Randbedingung  $\dot{B}_{ext} = \text{const.}$  oder  $\dot{B}_{ext} = 0$  angebbbar [Yam 92], in einfacher Weise mit der Maxwellgleichung  $db_{ext}/dt = -\text{rot}E$  berechnet werden.

Für eine ausgedehnte Platte der Dicke  $d$  parallel zur Feldrichtung folgt in integraler Form, wobei  $x^*(t)$  die zeitabhängige AC-Eindringtiefe entsprechend Abb.4 bezeichnet, für das elektrische Feld als Funktion des Ortes  $x$  mit  $x \leq x^*(t) \leq d/2$ :

$$E(x, t) = \int_{x^*(t)}^x \dot{b}(x) dx \quad . \quad (37)$$

Für  $x \geq x^*(t)$  ist  $E(x, t) = 0$ , da in diesem Bereich keine Flußbewegung stattfindet (4). Der Verlauf von  $E(x, t)$  ist für verschiedene AC-Eindringtiefen für  $\dot{b} = \text{const.}$  in Abb.30 dargestellt. Die Zeitabhängigkeit von

$$B_{ext}(t) = B_{DC} + b_o \cos \omega t \quad (38)$$

führt einerseits zu einer Variation des elektrischen Feldes  $E(t, x < x^*(t)) \sim \sin \omega t$ , dabei muß nach Gl.(37) aber auch die Amplitudenabhängigkeit der AC-Eindringtiefe  $x^*(t)$  nach Abb.4 bzw. Gl.(47) berücksichtigt werden.

Mit der stufenförmigen  $E(j)$ -Charakteristik kann in der allgemeinen Integration der Maxwellgleichung  $\text{rot} B = \mu_o j$

$$\int_{b(x=0)}^{b(x^*(t))} db = \int_0^{x^*(t)} \mu_o j(x, E(x, t)) dx \quad (39)$$

$j(x, E(t))$  durch  $j_c(x)$  ersetzt werden und diese unter der Voraussetzung (6) nach (7) in die Form

$$\frac{1}{2} \int_{b_o}^{b_{ext}(t)} db = \int_0^{x^*(b_{ext}(t))} \mu_o j_c(x) dx \quad (40)$$

überführt werden. Nach der Amplitudenumkehr gilt dann für  $\dot{b} < 0$  mit isotropem  $j_c(x) = \text{const.}$  und ein AC-Feld der Form (38)

$$x^*(t) = \Delta b / 2\mu_o j_c = b_o(1 - \cos \omega t) / 2\mu_o j_c \quad (41)$$

Mit Gl.(37) folgt für das zeitabhängige elektrische Feld in der Probe

$$E(x, t) = \dot{b}(t)(x - x^*(t)) = b_o \omega \sin \omega t (x - b_o(1 - \cos \omega t) / 2\mu_o j_c) \quad (42)$$

Die resultierende Zeitabhängigkeit des elektrischen Feldes ist für festes  $x$  in Abb.31c dargestellt.

Zusammengefaßt ergeben sich aus dem Modell für den Grenzfall der stufenförmigen  $E(j)$ -Charakteristik folgende Abhängigkeiten (Einfluß von  $\tau_o$  und  $\lambda'$  hier nicht berücksichtigt):

$E(x)$  variiert innerhalb der AC-Eindringtiefe  $x^*(t)$  vom Maximalwert  $E_o = \dot{b}(t)x^*(t)$  an der Oberfläche linear bis  $E(x \geq x^*) = 0$  (Abb.30). Für Zylinderproben ergeben sich nur geringfügige Abweichungen vom linearen Verlauf  $E(x)$ .

Die zeitliche Variation wird durch die Multiplikation der Ableitung der angelegten Amplitude  $b(t)$  mit der amplitudenabhängigen AC-Eindringtiefe bestimmt, so liegt  $E(x, t)$  z.B. für  $b(t)$  nach (38) zwischen  $E_{max} = b_o \omega (x - x_{max}^*(t))$  und  $E = 0$ . Für eine Dreieckamplitude mit  $\dot{b}(t) = \text{const.}$  erhält man bei linearer Abhängigkeit  $x^*(\Delta b(t))$  eine konstante Änderungsrate  $E(t) \sim t$  (Abb.32).

Aus Gl.42 ist allgemein auch ersichtlich, daß das *Produkt* aus Frequenz und Amplitude (und keineswegs nur die Frequenz) das elektrische Feld in der Probe und damit über die  $E(j)$ -Charakteristik die lokale Stromdichte bestimmt.

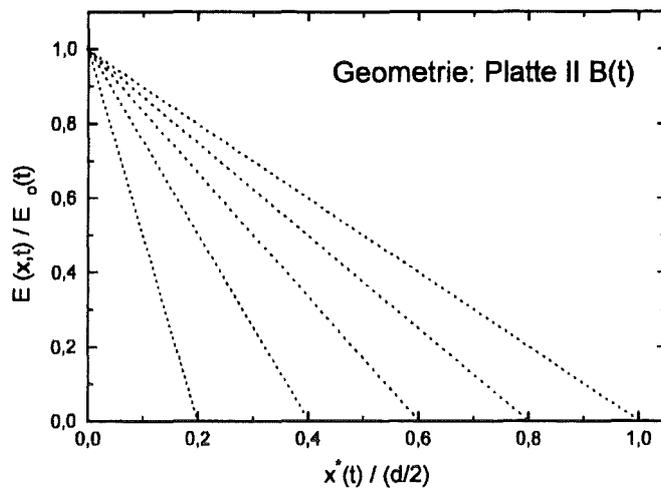


Abbildung 30: Ortsabhängiger Verlauf des elektrischen Feldes  $E(x)$  in der Probe für verschiedene AC-Eindringtiefen  $x^*(t)$ .  $E(x)$  ist auf den Maximalwert  $E_o$  an der Oberfläche normiert,  $x^*/(d/2) = 1$  entspricht der Probenmitte.

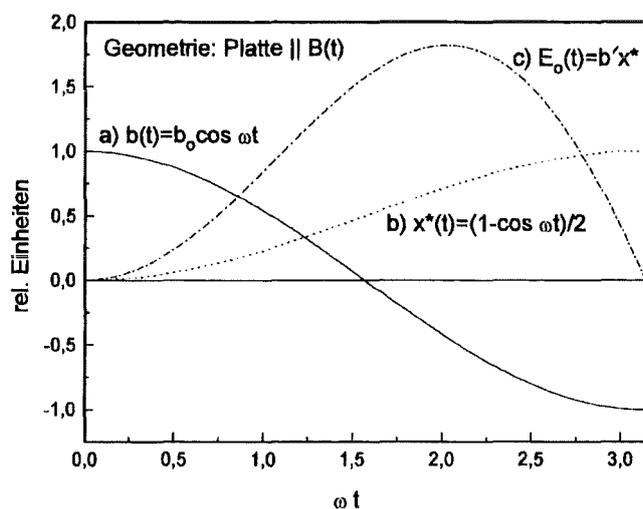


Abbildung 31: Zur Elektrodynamik der Flußprofilmessung: a) Zeitabhängiger Verlauf des äußeren Feldes  $b_{ext}(t) = b_o \cos \omega t$ ; b) AC-Eindringtiefe  $x^*(t)$  nach Gl.41; c) Elektrisches Feld  $E(x=0, t)$  an der Probenoberfläche nach Gl.42.

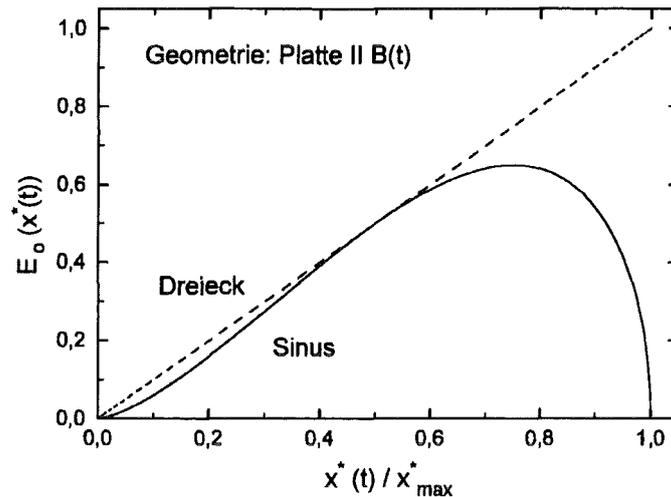


Abbildung 32: Elektrisches Feld  $E_o(t)$  an der Probenoberfläche als Funktion der zeitabhängigen AC-Eindringtiefe  $x^*(t)$ , mit der das Fußprofil rekonstruiert wird (s.Gl.41). Für Sinus- und Dreieckform von  $b(t)$  wurde dasselbe  $\dot{b}_{max}$  gewählt.

### 3.3 Auswirkung der Relaxation auf die Flußprofile

Obwohl das in 3.2 eingeführte Modell nach den gemachten Voraussetzungen eine Variation der  $E(j)$ -Charakteristik zu endlicher Steilheit mit kleinen Exponenten  $n$  eigentlich nicht zuläßt, soll hier eine qualitative Diskussion versucht werden.

Für die  $\cos$ -Amplitude (38) folgt, daß  $E(t) \sim \dot{b}(t)$  an den Umkehrpunkten  $b(t) = \pm b_o$  gegen Null geht. Bei einer endlich steilen  $E(j)$ -Charakteristik müßte  $j(E(t))$  dann ebenfalls verschwinden, was zum vollständigen Eindringen der AC-Amplitude bis  $x^* = d/2$  führen sollte (Gl.41). Ein solches Verhalten wird aber bei Messungen in der Nähe der IL mit Exponenten  $n < 5$  nicht beobachtet. Gegen den Einfluß einer flacher werdenden  $E(j)$ -Charakteristik spricht ebenfalls die von kleinen Feldern bis in die Nähe der IL mit abnehmendem Exponenten  $n$  gleichbleibend gute Korrelation der reversiblen AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  <sup>(1)</sup> mit der Stromdichte  $j$  <sup>(2)</sup> (s.2.3.3), obwohl diese Meßgrößen den Bereichen  $0 < E \ll E_{max}^{(1)}$  und  $E \approx E_{max}^{(2)}$  der Flußprofile (s.Abb.31,32) entnommen sind. Eine Verformung der Flußprofile durch Relaxation mit vergrößerter AC-Eindringtiefe  $x^*(j(E < E_{max}))$  sollte der Korrelation Gl.24 durch Zunahme von  $\lambda'$ , bei etwa gleich erhaltenem  $j$ , genau entgegenwirken.

Bei der Annäherung an die IL ist mit abnehmendem  $n > 10 \rightarrow n < 3$  eine leichte Abrundung der Flußprofile für die Bereiche  $x^*(E < E_{max})$  mit der Tendenz von abnehmendem  $j$  für  $x^* \rightarrow x_{max}^*$  zu erkennen. Diese Verformung kann auf einen stark abgeschwächten Einfluß der oben beschriebenen zeitabhängigen Variation  $j(E(t))$  mit dem elektrischen Feld (Abb.32) zurückgeführt werden, wobei die Relaxation der Flußprofile durch den Einfluß der Zeitkonstanten  $\tau_o$  (s.3.1.1) entscheidend verzögert wird. Dies wird im folgenden Abschnitt behandelt.

### 3.3.1 Einfluß der Zeitkonstanten $\tau_o$

An den Umkehrpunkten der AC-Amplitude ist  $\dot{B}_{ext}(t) = 0$  und für die induzierte Spannung sollte daher  $U_{ind}(t) = 0$  gelten. Die Relaxation der Flußprofile kann demnach aus der Größe der zu diesem Zeitpunkt durch Flußbewegung in der Probe induzierten Spannung  $U_S(0)$  abgeschätzt werden. Aus  $U_S(0)$  kann auch die entsprechende normierte Relaxationsrate  $S = -\frac{1}{M} dM/d \ln t$  (s.3.1.1) berechnet werden [Ker 78]. Ein Vergleich der aus  $U_S(0)$  berechneten Werte für  $S$

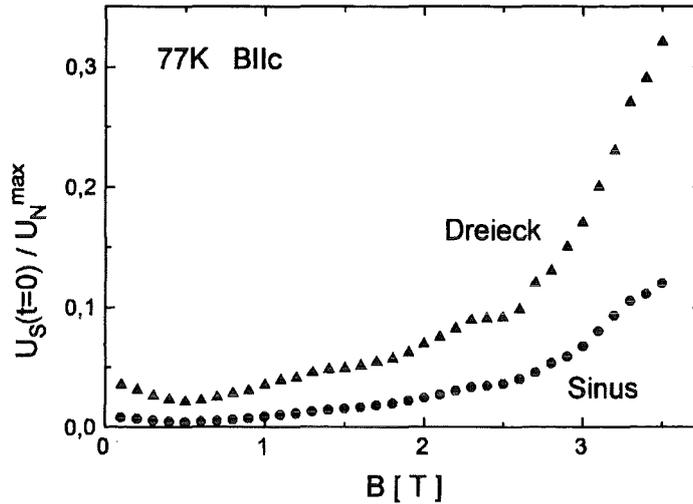


Abbildung 33: An den Umkehrpunkten der AC-Amplitude  $\dot{B}_{ext} = \dot{b} = 0$  durch Relaxation des Flußprofils im Aufnehmerspulensystem induzierte Spannung  $U_S(0)$  für Sinus- und Dreieckform von  $b(t)$  nach [Küp 95a]. Die Messungen wurden mit gleicher Amplitude und Frequenz ausgeführt.  $U_S(0)$  ist auf  $U_N \sim \dot{b}_{max}$  normiert.

mit aus Magnetometermessungen außerhalb des Plateaus  $M(t)$  ermittelten  $S$ -Daten, ergibt für die Flußprofile eine, im Vergleich zur DC-Magnetisierung, um eine Größenordnung kleinere Relaxationsrate. Das läßt darauf schließen, daß die Flußprofilmessung im Bereich des Zerfallsplateaus von  $M(t)$  bzw.  $j(t)$  (Abb.28) stattfindet. Durch die für  $\Delta t < \tau_o$  stattfindende Flußumverteilung wird dann die freie Relaxation der Flußprofile mit entsprechend erhöhter Relaxationsrate verhindert. Quantitativ ausgedrückt endet dann das durch die inverse Frequenz gegebene Zeitfenster  $\Delta t$  für die Relaxation im Bereich des durch die Zeitkonstante  $\tau_o$  (Gln. 36,42) vorgegebenen Plateaus:  $\tau_o > 1/f$  (43)

Diese Annahme wird durch Extrapolation der aus Magnetometermessungen für kleine Sweepraten  $\dot{B}$  erhaltenen  $\tau_o(\dot{B})$ -Werte (Abb.29) in den Bereich der Flußprofilmessung bestätigt, die bei 77K für  $f=106\text{Hz}$  und  $b_o=1\text{mT}$  bis  $B=3,5\text{T}$   $\tau_o > 1/f$  ergeben. Wegen  $\Delta t$  und  $\tau_o \sim 1/f$  trifft dies für alle anderen Frequenzen bei konstanter Amplitude gleichermaßen zu. Für die Abschätzung ist zu berücksichtigen, daß  $\tau_o$  nach Gl.33 über die Zeitabhängigkeit des elektrischen Feldes  $E(x, t)$  in der Probe definiert ist (s.3.1.1) und dieses – weil unabhängig von der Geometrie und der AC-Eindringtiefe – allgemein ein besserer Vergleichsparameter ist als  $\dot{B}_{ext}$ .

Eine Messung, die mit in Sinus- und Dreieckform modulierten AC-Feldern gleicher Frequenz und Amplitude ausgeführt wurde, zeigt bei übereinstimmenden Stromdichten eine deutlich höhere Relaxationsrate  $S$  aus  $U_S(0)$  für das Dreieck (Abb.33). Grund dafür ist die beim Sinus vor den Amplitudenumkehrpunkten mit  $E(x,t) \rightarrow 0$  erfolgende Zunahme von  $\tau_o \sim 1/E$ , während beim Dreieck – im Gegensatz zum Sinus – mit zunehmender AC-Eindringtiefe  $E \sim \dot{B}x^*$  monoton ansteigt,  $\tau_o$  dann also kleiner wird (s.Abb.32).

### 3.4 Form der Flußprofile im reversiblen Bereich

Die Form der an den HTSL und an  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  gemessenen Flußprofile  $B(x)$  (für  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  in Abb.34 dargestellt) unterscheidet sich auch weit unterhalb der IL bei tiefen Temperaturen und niedrigen Feldern grundsätzlich von der konventioneller Supraleiter mit großem  $U/kT$ -Verhältnis (s.Abb.8). Die Flußprofile zeigen hier schon im Bereich kleiner Amplituden statt vollständig reversibler Flußverschiebung (s.1.2.3) Abweichungen von  $dB/dx = 0$ , die auf dissipative Effekte schließen lassen. Der Einfluß der Relaxation auf den reversiblen Ampli-

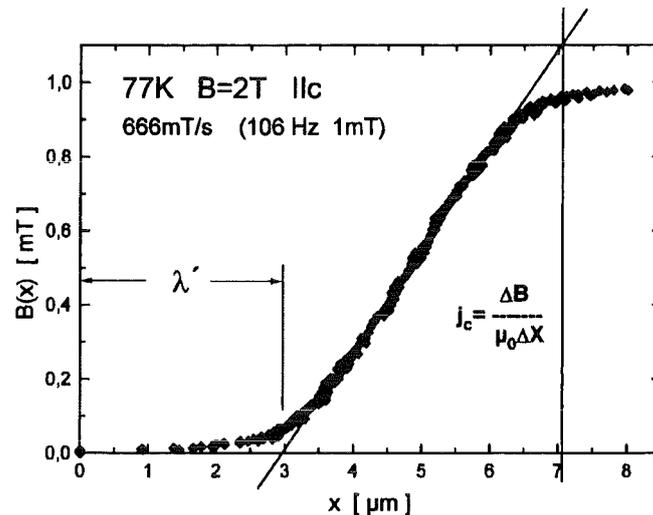


Abbildung 34: Die an schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  gemessenen Flußprofile zeigen auch schon im Bereich kleiner Amplituden ( $x \leq \lambda'$ ) Abweichung von  $dB/dx = 0$  und damit Dissipation statt reversibler Flußbewegung.

tudenbereich wurde durch den Vergleich von Messungen mit sinus- und dreieckförmigem Zeitverlauf der AC-Felder (s.o.) untersucht [Küp 95a]. Diese zeigen auch noch bei abnehmenden Exponenten  $n \rightarrow 3$  für das Dreieck ein maximal um den Faktor 1.2 größeres  $\lambda'$  als für den Sinus (Abb.35) und im wesentlichen die gleiche Form der Flußprofile. Nach der Diskussion im vorhergehenden Abschnitt 3.3.1 sollte sich hier der unterschiedliche Einfluß der Relaxation – quantitativ an den bis zum Faktor 5 differierenden Werten für  $U_S(0)$  erkennbar (Abb.33) – bemerkbar machen. Daher, und weil dieses Verhalten bei den HTSL auch im Bereich tiefer Temperaturen auftritt, kann Relaxation als Ursache der dissipativen Effekte weitgehend ausgeschlossen werden. Nichtverschwindende AC-Verluste im reversiblen Amplitudenbereich wurden auch schon von Matsushita et al. an einem

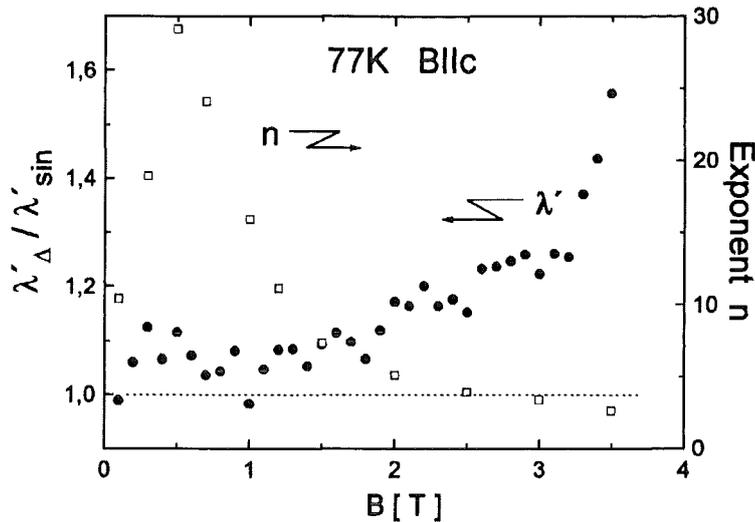


Abbildung 35: Verhältnis der an  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  gemessenen  $\lambda'$ -Werte für Dreieck- und Sinusform von  $b(t)$  und die für die Relaxation maßgeblichen Exponenten  $n$  der  $E(j)$ -Charakteristik nach [Küp 95a].

konventionellen NbTa-Bandsupraleiter beobachtet [Mat 93b]. Als mögliche Ursache wird das Entpinnen eines Teils nur sehr schwach verankerter Flußlinien oder aber (dissipative) lokale plastische Deformation des Flußliniengitters angegeben. Einem solchen Einfluß der zuerst angenommenen Verteilung der Pinningkräfte stehen aber Meßergebnisse an verschiedenen Tieftemperatursupraleitern entgegen [Küp 95a]. Diese zeigen Dissipation im reversiblen Bereich der Flußprofile nur bei hohen Feldern im Sättigungsbereich der Pinningkraftdichte  $F_P = B \times j_c$  oberhalb von  $F_P^{max}(B)$ . Das durch einen geringeren Einfluß der Defektstruktur gekennzeichnete  $F_P$ -Sättigungsverhalten wird auf plastische FLG-Deformation zurückgeführt. Dabei nimmt der Schermodul  $C_{66}(B)$  und damit die Scherkraft des FLG's im Feld schneller ab und wird für  $B > B(F_P^{max})$  kleiner als die Pinningkraft. Übertragung des Zusammenhanges von dissipativem Flußprofil und plastischer Deformation auf die hier vorliegenden Abweichungen für die HTSL und  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  legen den Einfluß zumindest lokaler plastischer Deformation des FLG's im gesamten Temperatur- und Feldbereich nahe.

Lokale plastische Deformation tritt in der Umgebung von strukturellen Defekten des FLG's auf. Durch die dort stark herabgesetzte elastische Wechselwirkungsenergie des FLG's wird die Flußverankerung beeinflusst. So nimmt z.B. das Flußbündelvolumen  $V$  im Kim-Anderson-Modell oder das Korrelationsvolumen  $V_c$  für kollektives Pinning ab (s. Anhang B). Zu tiefen Temperaturen hin sollte der Einfluß der plastischen Deformation wegen der stärkeren lokalen Pinningwechselwirkung und damit abnehmender Ordnung im FLG zunehmen (erniedrigte Schwelle für plast. Def.), da die Pinningkraftdichte stärker zunimmt als der Schermodul des FLG's [Mat 93b]. Diese Vorstellung stimmt mit dem hier auch über den gesamten Temperaturbereich beobachteten dissipativen Verhalten überein und unterstützt die Annahme von plastischer Deformation als Ursache für die beobachtete Dissipation im reversiblen Amplitudenbereich der Flußprofile.

## 4 Die Irreversibilitätslinie

### 4.1 Einführung

Die Irreversibilitätslinie (IL) trennt im B,T-Phasendiagramm den magnetisch irreversiblen Bereich, innerhalb dessen der TypII-SL Dauerströme zu tragen vermag, vom darüber liegenden reversiblen Bereich bis zur Phasengrenze  $B_{c2}(T)$ , in dem keine Ströme eingepreßt werden können. Die IL liegt bei den HTSL weit unterhalb von  $B_{c2}$ . So beträgt z.B. für  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  bei 77K und  $B||c$  der Wert von  $B_{c2}$  zwar etwa 35T, das *Irreversibilitätsfeld*  $B_{irr}(T)$  aber liegt je nach Sauerstoffgehalt, Defektstruktur und Kriterium nur bei ca. 4-10T. Für die noch anisotropen HTSL-Systeme auf Bi-, Tl- und Hg-Basis liegt  $B_{irr}$  in dieser Geometrie sogar noch wesentlich tiefer [Tal 94, Son 94]. Diese für technische Anwendungen der HTSL bei 77K so drastische Beschränkung auf einen kleinen Teil des Phasendiagramms hat zu einer genaueren Untersuchung der IL auch bei den *konventionellen Tieftemperatursupraleitern* geführt. So fanden Suenaga et al. an NbTi und Nb<sub>3</sub>Sn unerwartet, daß die IL auch hier deutlich unterhalb von  $B_{c2}(T)$  liegt [Sue 91].

Zum Auftreten der IL werden im wesentlichen die folgenden verschiedenen Modelle diskutiert:

- M1) thermisch aktiviertes Entpinnen des FLG's [Yes 88] (s.Anhang B.1, S.66)
- M2) intrinsisches Schmelzen des elastisch wechselwirkenden FLG's in eine unkorrelierte flüssige Phase [Hou 89]
- M3) a) bei statistisch verteilten Punktdefekten: Schmelzübergang eines FL-Glases in eine flüssige Phase [Fis 89, Fis 91a] (s.Anhang B.3)  
b) Schmelzen eines FL-Glases bei korrelierter Defektstruktur [Nel 92]
- M4) Übergang des 3-dimensionalen(3D) FLG's in 2-dimensionale(2D) Flußwirbel bei anisotropen HTSL in der Feldorientierung  $B||c$  [Gla 91, Cle 91]

Generell existiert für alle Defektstrukturen eine *depinning-line* nach M1. Zusätzlich kann das FLG einen Phasenübergang fest-flüssig aufweisen. Dieser ist

- (a) 1. Ordnung (Schmelzen nach M2), wenn der Kristall fast kein Pinning aufweist.
- (b) 2. Ordnung bei statistisch verteilten Punktdefekten (Vortex-Glas, M3a) oder bei korrelierten 1D- oder 2D-Defektstrukturen (Bose-Glas, M3b).

Es resultiert im Bereich der IL allgemein ein Übergang von linearer  $E(j)$ -Charakteristik oberhalb zu nichtlinearer Abhängigkeit unterhalb.

### Diskussion der aufgeführten Modelle

M1) Nach diesem Modell sollte die Lage der IL mit der Stärke der Pinningzentren (Stromdichte) korreliert sein. Dies konnte aber bisher bei den HTSL nicht eindeutig nachgewiesen werden. Einige dazu ausgeführte Experimente, bei denen die Defektdichte gezielt variiert wurde (z.B. Protonenbestrahlung von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristallen [Civ 90]), zeigen keine oder sogar eine gegenläufige Korrelation von Stromdichte (bei Variation der Zwillingsgrenzdichte in reinen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristallen [Küp 95b]) bzw. von Defektkonzentration und IL (Elektronenbestrahlung von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristallen [Fen 95]). Damit wird thermisch aktiviertes Entpinnen als alleinige Ursache der IL bei den HTSL unwahrscheinlich.

M2) Das FLG kann analog zu einem Festkörperkristall schmelzen ( $C_{66}=0$ <sup>3</sup>), wenn die mittlere Auslenkung der Flußlinien durch thermische Fluktuationen einen bestimmten Bruchteil  $c_L a_o$  des Gitterabstandes  $a_o$  überschreitet (Lindemann-Kriterium, einfaches Schmelzmodell für ideale Kristallgitter:  $c_L \approx 0.1$ , s.[Hou 89]). Die resultierende Schmelzlinie entspricht einem Phasenübergang erster Ordnung und sollte in reinen Systemen mit annähernd idealem FLG auftreten (z.B. entzwillingte  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristalle mit sehr schwachem homogenem Pinning, s.[Kwo 92, Saf 93]). Dieser Phasenübergang wurde kürzlich im thermodynamischen Gleichgewicht als Dichtesprung des FLG's an einem  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ -Einkristall beobachtet [Zel 95]. Für Proben mit statistisch verteilten schwachen Defekten wird ein zu niedrigeren Feldern bzw. tieferen Temperaturen verschobener Phasenübergang 2.Ordnung (z.B. für Punktdefekte: Vortex-Glas-Übergang, M3a ) erwartet und auch beobachtet [Saf 93, Fen 95].

M3 a) Durch den Einfluß thermischer Fluktuationen geht hier das FLG bei Erreichen der Glastemperatur  $T_G$  von einem durch die lokale Pinningwechselwirkung verursachten Glaszustand in die flüssige Phase über (s.B.3).

b) Im Fall korrelierter Defektstruktur (z.B. '1D' kolumnare Defekte, 2D-Zwillingsgrenzen) erhält man eine spezielle Winkelabhängigkeit der resultierenden Schmelzlinie (Bose-Glas-Übergang). Wird das Feld parallel zu den Defekten orientiert, kann diese höher liegen, als die ursprüngliche Schmelzlinie.

M4) Für  $B||c$  kann das 3D FLG in den anisotropen HTSL durch thermische Fluktuationen, die einerseits die Phasenkohärenz des Ordnungsparameters in  $c$ -Richtung zerstören, in 2D Flußwirbel (sog. *Pancake-Vortices*) in den Ebenen entkoppeln, andererseits kann das FLG schmelzen (s.M2). Nach dem Phasendiagramm von Glazman und Koshelev [Gla 91] entstehen dadurch zwei Bereiche:

a) 3D: Bei niedrigen Feldern  $B < B_{cr}$  (Bi-2212:  $B_{cr}$  ca. 1T) und tiefen Temperaturen schmilzt das 3D FLG zuerst in eine ebenfalls 3D flüssige Phase ( $C_{66}=0$ ,  $C_{44} > 0$ ), dann folgt Entkopplung entlang der Feldrichtung in 2D Flußwirbel in den CuO-Ebenen.

<sup>3</sup> $C_{11}, C_{44}, C_{66}$ : Kompressions-, Kipp- und Schermodul des Flußliniengitters

<i>Tabelle 1</i>	NbTi	PbMo <sub>6</sub> S <sub>8</sub>	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-<math>\delta</math></sub>	Bi-2212
$T_c$ [K]	8.7	13.2	92	82
$\xi_o$ [Å]	56	30	19/3.8 <sup>1)</sup>	27/.45 <sup>1)</sup>
$\kappa = \lambda_{ab}/\xi_{ab}$	80	100	100	100
$B_{c2}(0)$ [T]	13	60	100/500 <sup>1)</sup>	44/2640 <sup>1)</sup>
$\Gamma = \xi_{ab}/\xi_c$	1	1.2	5	60
$j(4.2K,0T)$ [A/cm <sup>2</sup> ]	$3.5 \times 10^5$	$1.5 \times 10^5$	$\leq 10^6$	$10^5$

Tabelle 1: Wichtige Größen zur Einordnung der untersuchten Tief- und Hochtemperatursupraleiter (<sup>1)</sup>  $\parallel c / \parallel ab$ , aus [Mei91]).

b) 2D: Bei hohen Feldern  $B \gg B_{cr}$  sind die Flußwirbel von vorneherein entkoppelt und das quasifeste 2D FLG in den Ebenen schmilzt bei Erreichen von  $T_m^{2D}$  (für Bi-2212 ca. 30-40K;  $C_{66}$  und  $C_{44}$  gehen dabei simultan gegen 0).

Die entkoppelten Flußwirbel haben eine sehr niedrige Pinningenergie und können daher leicht aus den Haftpotentialen aktiviert werden. Der exponentiell von der Temperatur abhängige Verlauf der IL für die sehr anisotropen Bi- und Tl-Systeme wird auf dieses Modell zurückgeführt. Diese hochgradig anisotropen Systeme weisen dementsprechend auch einen großen Abstand der CuO-Ebenen im Verhältnis zur Kohärenzlänge  $\xi_c$  auf [Tal 94, Kle 94].

Auch die zur Untersuchung der IL an guten HTSL-Einkristallen ausgeführten Experimente liefern widersprüchliche Aussagen, so daß kein Modell eindeutig vorgezogen werden kann. Im folgenden wird an verschiedenen Supraleitern, neben einem Versuch der Einordnung zu den aufgeführten Modellen, speziell der Einfluß der unterschiedlichen Anisotropie und Kohärenzlänge auf die IL untersucht. Dazu wurden Messungen an den Tieftemperatursupraleitern NbTi (isotrop) und PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>(fast isotrop), sowie an den anisotropen schmelztexturierten HTSL YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$</sub>  und Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+ $\delta$</sub>  durchgeführt.

Die wichtigsten Daten zur Einordnung dieser verschiedenen Supraleiter zeigt Tabelle 1. Auffällig ist hier, daß die Kohärenzlänge von PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> mit nur ca. 30Å eher bei den HTSL, als bei den konventionellen SL einzuordnen ist. Daraus resultiert im Vergleich zu anderen Tieftemperatur-SL (z.B. NbTi) ein hoher  $B_{c2}$ -Wert.

## 4.2 Messungen

Die IL wurde an NbTi, PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> und Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> mit der Flußprofilmethode für verschiedene Frequenzen zwischen 1-1000 Hz mit einer festen Amplitude von 0.05mT bestimmt. Aus den Meßserien mit  $B$  als Parameter wurde dann zu jeder Frequenz das Irreversibilitätsfeld  $B_{irr}(T, f)$  ermittelt, bei dem die Stromdichte  $j$  einem als IL-Kriterium gewählten Wert von 10A/cm<sup>2</sup>, d.h. einem festen  $\rho = E/j$ -Kriterium entspricht. Für die DC-Magnetisierungsmessungen wurde dasselbe Stromdichtekriterium von 10A/cm<sup>2</sup> verwendet und  $B_{c2}(T)$  wurde aus der temperaturabhängigen reversiblen Magnetisierungskurve  $M(T)$  bestimmt.

### 4.2.1 NbTi

Die an einem NbTi-Draht gemessene IL zeigt Abb.36 (Herstellung s.C.1). Hier ist erkennbar, daß die Irreversibilitätslinie deutlich unterhalb von  $B_{c2}(T)$  liegt und im Vergleich zu den anderen gemessenen SL nur eine sehr geringe Frequenzabhängigkeit aufweist (s.Tabelle 2, S.60). Die IL von NbTi wurde ebenfalls von Suenaga et. al. untersucht [Sue 91]. Bei einem quantitativen Vergleich mit dem

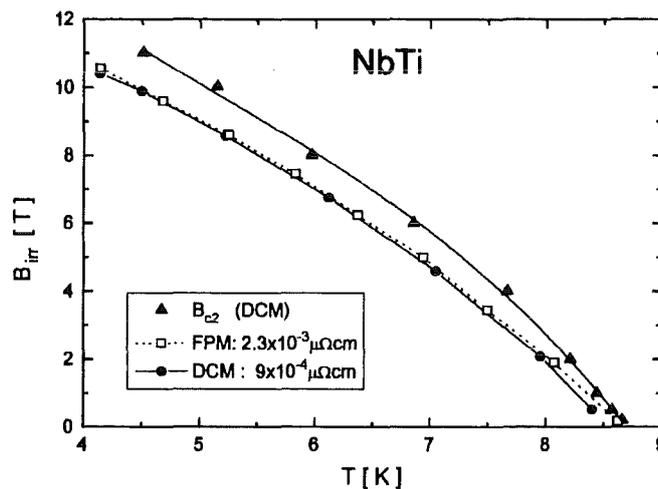


Abbildung 36: Mit der Flußprofilmethode und mit dem Magnetometer gemessene Irreversibilitätslinie für den Tieftemperatursupraleiter NbTi. Die IL entspricht einer Stromdichte von 10 A/cm<sup>2</sup>.

von Houghton et al. [Hou 89] angegebenen Ausdruck für die Schmelzlinie (M2) mit den gemessenen IL's wurde dort Übereinstimmung gefunden. Grundsätzlich ist aber anzumerken, daß das Modell von Houghton et al. von einem idealen Flußliniengitter ausgeht, bei kommerziellen NbTi-Drähten aber mit Sicherheit durch Pinning zumindest lokal starke Verzerrungen vorliegen. Die Interpretation der IL als Schmelzlinie (M2) ist daher fraglich.

Es ist auffällig, daß die hier gemessenen IL eine den Ergebnissen von Suenaga et al. entgegengesetzte konvexe Krümmung aufweisen. Da auch die Magnetometermessung diese entgegengesetzte Krümmung zeigt, sind experimentelle Ursachen aus-

zuschließen. Ebenso kann unterschiedliche Vorgehensweise bei der Bestimmung der IL ausgeschlossen werden. Nach [Sue 91] stimmt die aus dem Schnittpunkt der Abkühlkurve  $M(T)$  im Nullfeld mit der Aufwärmkurve im  $B$ -Feld  $M(T)$  ermittelte IL, mit der aus dem Verschwinden der Hysterese der isothermen Magnetisierungskurven  $M(B)$  für hohe  $B$  bestimmten IL überein. Letztere Vorgehensweise entspricht dem hier gewählten Verfahren.

Naheliegender ist, daß sich durch unterschiedliche Herstellungsprozesse die Defektstrukturen und daraus folgend die Art der Flußlinienverankerung stark unterscheiden, worauf die sehr verschiedenen Stromdichten hindeuten: für die von Suenaga et al. gemessenen kommerziellen NbTi-Drähte werden bei 4.2K, 5T nur ca. 700-3000 A/cm<sup>2</sup> angegeben, während die hier gemessenen Drähte durch optimierte Wärmebehandlung und Kaltverformung dagegen etwa 300000 A/cm<sup>2</sup> aufweisen. Unterschiedliche E-Kriterien sollten sich wegen der steilen  $E(j)$ -Charakteristik bei 4.2K, 5T kaum auswirken. Da aber das Modell von Houghton et al. von einem idealen Flußliniengitter ausgeht, ist eine mit der Stärke der Haftzentren ( $\approx$  Stromdichte) zunehmende Abweichung nicht unwahrscheinlich.

#### 4.2.2 PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>

Die Herstellung der für die Messungen verwendeten PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>-Probe ist unter C.2 im Anhang beschrieben. Das Ergebnis der nach dem oben angegebenen Verfahren ausgeführten Messungen zeigt Abb.37. Im Vergleich zu NbTi fällt die starke

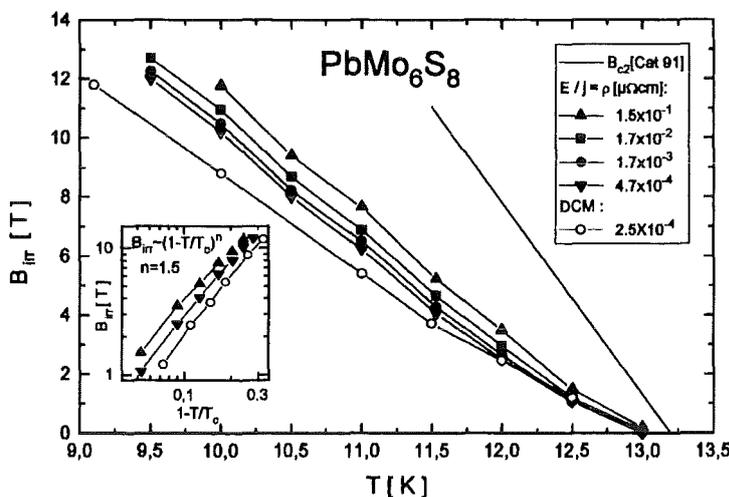


Abbildung 37: Frequenzabhängig mit der Flußprofilmethode und mit dem Magnetometer gemessene Irreversibilitätslinie für den Tieftemperatursupraleiter PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>. Die IL entspricht einer Stromdichte von 10 A/cm<sup>2</sup>.

Frequenzabhängigkeit der IL und der relativ große reversible Bereich zwischen  $B_{irr}$  und  $B_{c2}$  auf (vgl. Tab.2). Die IL von PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> (Abb.37) läßt sich durch ein Potenzgesetz der Form (Inset in Abb.37)

$$H_{irr}(T) = a \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^n \quad (44)$$

beschreiben, das für die Modelle M1 und M2 vorhergesagt wird. Für den Exponenten  $n$  erhält man einen Wert von 1.5, welcher sich in guter Übereinstimmung mit dem von Zheng et al. [Zhe 95] ebenfalls an einer HIP-Sinterprobe erhaltenen  $n=1.46$  befindet. Ein Wert von  $n=1.5$  wird für thermisch aktiviertes Entpinnen (M1) erwartet, für FLG-Schmelzen (M2) sollte für  $T \rightarrow T_c : n = 2$ , zu tieferen Temperaturen  $n \approx 1$  gelten [Hou 89].

### 4.2.3 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

Die Herstellung der schmelztexturierten Probe ist in Abschnitt 1.4, S.17 beschrieben (dort unter Bezeichnung 'Probe 1').

Die IL ist wegen der hohen  $B_{c2}$ -Werte auch für  $B||c$  experimentell nur in einem sehr kleinen Bereich bei hohen Temperaturen zugänglich. Die Messungen wurden mit dem Magnetometer durchgeführt (s. Abschnitt 1.2).

Die in Abb.38 gezeigte IL läßt sich – wie die von  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  – durch das nach dem Modell M1 für ein 3-dimensionales FLG vorhergesagte Potenzgesetz darstellen (Inset). Man erhält für den Exponenten bei dieser Probe einen Wert von  $n \approx 1.3$ , welcher dem Wert von  $n = 1.44$  der in [Küp 94]Abb.8a gemessenen schmelztexturierten Probe und dem für  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristalle und Sinterproben erhaltenen Wert von  $n = 1.5$  [Yes 88, Van 91, Xu 91] nahekommt.

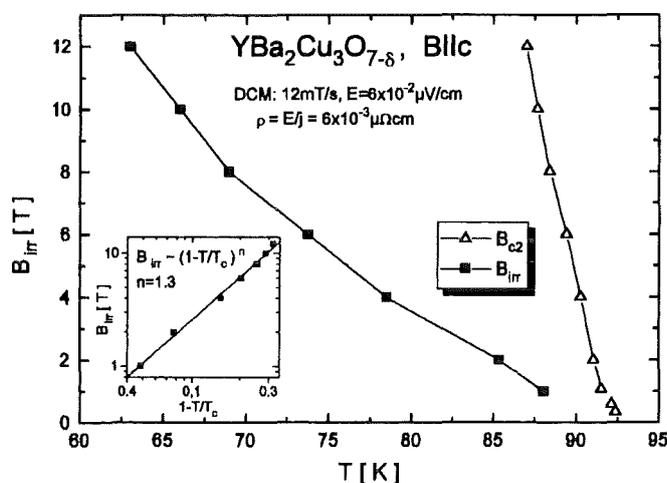


Abbildung 38: Mit dem Magnetometer gemessene Irreversibilitätslinie für  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ . Die IL entspricht einem Stromdichtekriterium von  $10 \text{ A/cm}^2$ . Der Inset zeigt das für thermische Aktivierung M1 und Schmelzmodell M2 mit unterschiedlichen Exponenten  $n$  vorhergesagte Potenzgesetz für die IL (s.Text).

Die im  $H(T)$ -Phasendiagramm von Safar et al. [Saf 93] für  $B||c, \rho \geq 10^{-2} \mu\Omega\text{cm}$  ( $\approx 10^{-4} \rho_N(T > T_c)$ ) angegebene Schmelzlinie für einen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristall liegt deutlich höher (z.B.  $B_m(77\text{K}) \approx 8\text{T}$ ), als die hier an einer schmelztexturierten Probe für  $\rho \approx 10^{-2} \mu\Omega\text{cm}$  gemessene IL mit einem  $B_{irr}(77\text{K})$  von  $4.7\text{T}$ . Dies spiegelt das an Einkristallen gefundene Verhalten wider (s.o. zu M2),

bei welchem mit zunehmender Defektausprägung die Schmelzlinie unterdrückt wird und in einen tiefer liegenden kontinuierlichen Phasenübergang 2.Ordnung übergeht. Die kürzlich von Blatter und Ivlev [Bla 94] vorgenommene Erweiterung des thermischen Modells von Houghton et al. [Hou 89] durch die Berücksichtigung des Beitrages der Quantenfluktuationen des FLG's, hat für die theoretisch berechneten Schmelzlinien von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  gute Übereinstimmung mit den experimentell an reinen Einkristallen gefundenen Abhängigkeiten ergeben.

#### 4.2.4 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$

Das Verfahren zur Herstellung der schmelztexturierten  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ -Probe ist im Anhang C.3 beschrieben. Die gemessenen IL sind in Abb.39 dargestellt. Der Verlauf unterscheidet sich deutlich von dem der anderen hier gemessenen Supraleiter:  $B_{irr}(T)$  fällt zu hohen Temperaturen sehr stark ab und liegt trotz hohem  $T_c$  schon bei 35K unterhalb von 2T.  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  zeigt damit den größten reversiblen Bereich aller gemessenen Proben. Der Verlauf der IL folgt nicht wie

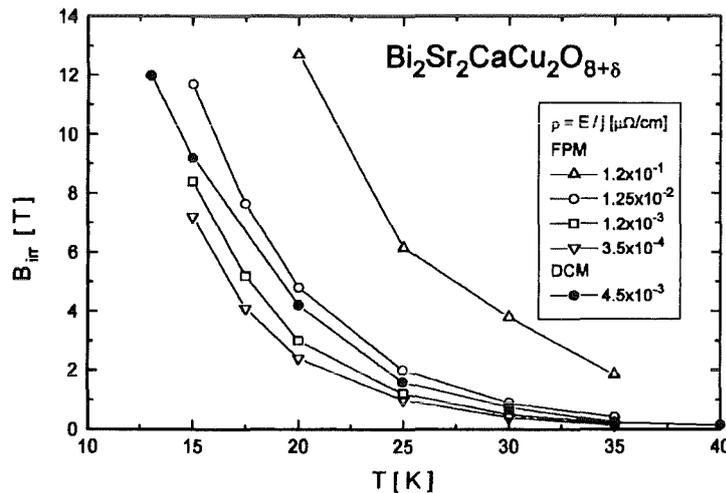


Abbildung 39: Frequenzabhängig mit der Flußprofilmethode und mit dem Magnetometer gemessene Irreversibilitätslinie von  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ . Die IL entspricht einer Stromdichte von  $10\text{A}/\text{cm}^2$ .

bei  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  einem Potenzgesetz, sondern wird durch eine exponentielle Abhängigkeit beschrieben (Abb.40a), wie sie allgemein auch für die anderen stark anisotropen HTSL Bi-2223, Tl- und Hg-Systeme bei Feldern oberhalb von  $B=0.001-0.2T$  vorgefunden wird [Son 94]:

$$H_{irr}(T) = H_o \exp(-T/T_o) \quad (45)$$

Der exponentielle Verlauf der IL kann über das 3D-2D-Entkopplungsmodell M4 für stark anisotrope Supraleiter mit schwacher Kopplung zwischen den CuO-Ebenen verstanden werden. Die Kriteriumsabhängigkeit von  $B_{irr}(E) \sim \log E$  (Abb.40b), die auch bei  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  [Zhu 92b] oder für  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  mit

kolumnaren Defekten  $\parallel c$  [Bee 95] beobachtet wird, zeigt hier z.B. bei 25K einen Übergang zu größerer Steigung oberhalb von ca. 2T, was auf einen Übergang zu verändertem Pinningverhalten hindeutet. Vermutlich handelt es sich hierbei um den in der flüssigen FLG-Phase (Einflußlinienverankerung, da  $C_{66} = 0$ ) auftretenden feldinduzierten Übergang von 3D-Flußlinien zu leicht thermisch aktivierbaren 2D-Flußwirbeln [Gla 91], s.M3. Wegen der bei schmelztexturierterem  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  ausgeprägten Defektstruktur, kann der Phasenübergang zu höheren Feldern als die für Einkristalle erwarteten 0.1-1T verschoben sein (vgl.[Bee 95]:  $B_{irr}(65\text{K}, j > 0.03\text{A}/\text{cm}^2) \approx 1\text{T}$ !).

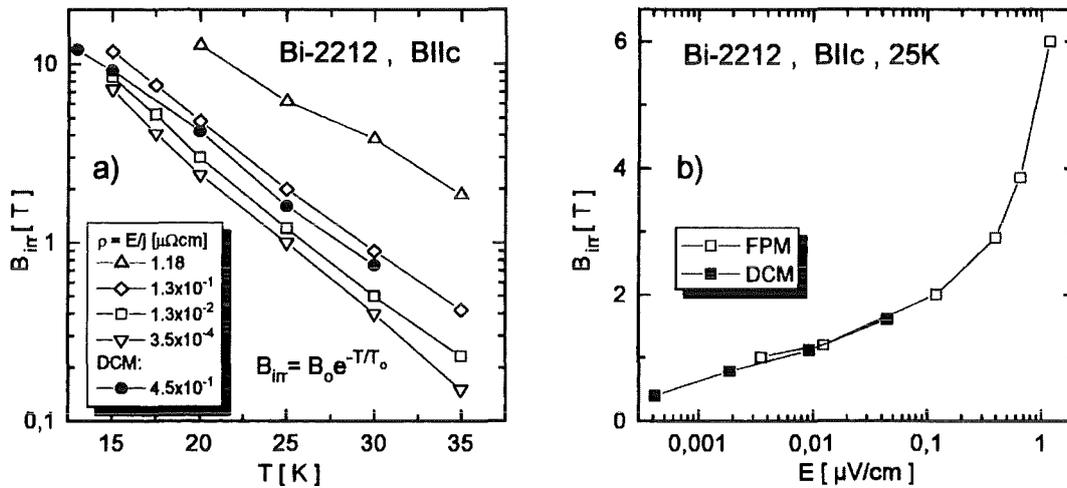


Abbildung 40: a) Die Irreversibilitätslinie von  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  folgt einem Exponentialgesetz. b) Abhängigkeit des Irreversibilitätsfeldes bei  $T = 25\text{K}$  vom elektrischen Feld ( $E$ -Kriterium). Die Steigungsänderung oberhalb von  $B = 2\text{T}$  deutet auf verändertes Pinning hin. Die IL in a), b) entsprechen einer Stromdichte von  $10\text{A}/\text{cm}^2$ .

### 4.3 Diskussion und Vergleich

Nur bei NbTi liegt das Irreversibilitätsfeld nahe der Phasengrenze  $B_{c2}$ . Für  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$ ,  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  liegt es deutlich unterhalb von  $B_{c2}$  (Tab.2). Die äußerst geringe Frequenzabhängigkeit der IL ( $\sim E$ -Kriterium, s.3) bei NbTi steht in starkem Gegensatz zu der sehr ausgeprägten von  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  und den HTSL. Tabelle 2 zeigt die entsprechende, zum Vergleich auf das Irreversibilitätsfeld normierte Abhängigkeit  $dB_{irr}/d \log f$  für alle Proben. Vollständigkeitshalber ist auch das Verhältnis von thermischer Energie zur nach dem KAM erhaltenen Aktivierungsenergie eingetragen (s.B.1). Es bestimmt reziprok eingehend die Steilheit der  $E(j)$ -Charakteristik und direkt die Relaxationsrate. Mit der in Tab.2 aufgeführten Reihenfolge der verschiedenen Supraleiter zeigen diese Größen dieselbe Tendenz: Die niedrigste Frequenzabhängigkeit und Relaxationsrate bei NbTi, etwa um einen Faktor 5 größere Werte für

<i>Tabelle 2</i>	NbTi	PbMo <sub>6</sub> S <sub>8</sub>	YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-δ</sub>	Bi-2212
$B_{irr}/B_{c2} (\approx 0.83T_c)$	.84(7.2K)	.31(11K)	.16(77K)	.05(77K)
$\frac{1}{B_{irr}} \frac{dB_{irr}}{d \log f}$	.01(4.2K)	.06(10K)	.07(77K) <sup>[Fri93]</sup>	.5(25K)
$kT/U_o(4.2K,0T)$	.002	.0075	.009	.023

Tabelle 2: Lage der gemessenen Irreversibilitätslinie (IL) relativ zu  $B_{c2}$ , normierte Frequenzabhängigkeit der IL und Relaxationsrate  $\sim kT/U_o$  für die untersuchten Supraleiter.

PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> und YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>, eine Zehnerpotenz über NbTi liegen die Werte für Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub>. Die relative Größe des reversiblen Bereichs im Phasendiagramm ( $\sim 1 - B_{irr}/B_{c2}$ ) folgt ebenfalls dieser Tendenz. Das legt den Zusammenhang der IL mit der Relaxation nahe (s.M1).

Wie kann nun einerseits der krasse Unterschied in der Lage und Frequenzabhängigkeit der IL und des Relaxationsverhaltens beim Vergleich der Tieftemperatur-supraleiter NbTi und PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> und andererseits das auffallend ähnliche Verhalten von PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> und YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>, wobei YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> sich hier aber noch deutlich von Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub> unterscheidet, verstanden werden? Zur Erklärung soll die Einordnung der in 4.2 erhaltenen Ergebnisse zu den anfangs aufgezeigten Modellen für die IL kurz zusammengefaßt und diskutiert werden:

Die IL der hier gemessenen NbTi-Probe weicht in ihrer Krümmung sowohl von dem von Houghton et al. [Hou 89] angegebenen Ausdruck für die Schmelzlinie (M2) als auch von dem für thermisch aktiviertes Entpinnen (M1) erwarteten Potenzgesetz ab. Ursache dafür ist vermutlich die stark ausgeprägte Defektstruktur dieser für Hochstromtragfähigkeit optimierten Probe.

Die IL von PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> (Abb.37) läßt sich ebenso wie die von YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> durch das Potenzgesetz Gl.44 beschreiben, das für das 3D FLG nach den Modellen M1 und M2 erwartet wird. Die Exponenten  $n$  sind sehr ähnlich:  $n = 1.55$ (PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>) und  $n = 1.3$ (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>) und entsprechen damit dem für thermisch aktiviertes Entpinnen (M1) vorhergesagten Wert  $n=1.5$ . Das ähnliche Verhalten von PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> und dem HTSL YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> wird auch besonders an der Lage der IL bezüglich  $B_{c2}$  deutlich (Tab.2): Diese liegt weit unterhalb der Phasengrenze  $B_{c2}(T)$  und gibt damit einen unerwartet großen reversiblen Bereich frei, der fast so groß ist wie bei YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub>.

Der aus der Ähnlichkeit mit PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> zu schließende 3D-Charakter der IL von YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> (trotz einer Anisotropie von  $\Gamma = 5$ ) wird auch durch Messungen an Co-dotiertem YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-δ</sub> nahegelegt [Zhe 92]: Co besetzt hier die Cu-Plätze in den CuO-Ketten zwischen den CuO-Ebenen und unterbricht so die Kopplung

zwischen den CuO-Ebenen (vgl.[Tal 94, Kle 94]). Die IL zeigt nach der Dotierung den exponentiellen Verlauf nach M4 und einen deutlich erhöhten reversiblen Bereich.

Die IL der im Vergleich sehr anisotropen Bi-Probe (Abb.39) kann oberhalb von ca. 0.1T gut mit einer exponentiellen Temperaturabhängigkeit beschrieben werden [Zhu 92b], wie sie nach M4 erwartet und auch an den noch stärker anisotropen Tl- und Hg-Systemen beobachtet wird [Tal 94, Son 94].  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  zeigt für  $B||c$  – trotz größerer Kohärenzlänge  $\xi_{ab}$  als  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  – den größten reversiblen Bereich aller gemessenen Proben. Dies macht deutlich, wie sich mit steigender Anisotropie die relative Lage der IL nach unten verschiebt, die Relaxation zunimmt und die Stromtragfähigkeit abnimmt (s.Tab.1, [Zhu 92b]). Hierzu werden in einer Arbeit von Klein et al. [Kle 95] die HTSL  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  mit der IL und der Stromtragfähigkeit von MoGe/Ge-Vielfachschichten, bei denen die Dicke  $d_{Ge}$  der isolierenden Ge-Zwischenschichten variiert wurde, verglichen: mit zunehmendem  $d_{Ge}$  steigt hier die Anisotropie, was sich in der Verschiebung der IL zu tieferen Temperaturen, einer erhöhten Reversibilität und mit steigendem  $B, T$  stark abnehmenden Stromdichten äußert. Mit der Anisotropie als Parameter wird relative Lage der IL von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  im B,T-Phasendiagramm mit derjenigen der Vielfachschichten als gut vergleichbar angegeben.

Um ein qualitatives Verständnis des Einwirkens der Parameter aus Tab.1, S.54 auf die Lage der IL für die verschiedenen Supraleiter zu erhalten, sei hier exemplarisch das Modell von Houghton et al. für die Schmelzlinie  $B_m(T)$  reiner Einkristalle betrachtet (M2): Die thermischen Fluktuationen im Zusammenwirken mit den intrinsischen elastischen Eigenschaften des FLG's spielen hier eine entscheidende Rolle. Für  $T \rightarrow T_c$  erhält man nach [Hou 89] ( $c_L = 0.1$ ,  $K = 5.64 \times 10^{11}$ ,  $H_{c2}(0)[\text{Oe}]$ ):

$$\frac{B_m(T)}{B_{c2}(0)} = K \frac{c_L^4 H_{c2}(0)}{\Gamma^2 T_c^2 \kappa^4} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^2 \sim \frac{\xi^3}{\Gamma^2 T_c^2 \lambda_L^4} \left(1 - \frac{T}{T_c}\right)^2 \quad (46)$$

Die Schmelzlinie ist nach M2 als IL für das ideale, unverzerrte FLG zu betrachten. Durch das Einbringen von nicht zu starken, korrelierten Defektstrukturen in reine Einkristalle läßt sich die Lage der IL gegenüber M2 erhöhen (M3b: Bose-Glas), durch das Einbringen von unkorrelierten Defekten wird die IL abgesenkt (M1, M3a: Vortex-Glas). Bei den hier gemessenen Proben mit ausgeprägten unkorrelierten Defektstrukturen ist naheliegend, daß Einzelflußlinien-Verankerung an starken Defekten die IL (dann M1) zu höheren  $B, T$ -Werten über die durch die Defekte im FLG abgesenkte intrinsische FLG-Schmelzlinie M2 verschiebt (da oberhalb  $B_m(T)$  der FLG-Schermodul  $C_{66} = 0$  ist, entfallen kollektive Effekte). Möglich ist in der flüssigen FLG-Phase auch ein *verwickelter* Zustand der weichen Flußlinien durch die große thermische Auslenkung, aus dem dann erhöhte Viskosität mit erhöhter Aktivierungsenergie der FL resultiert [Fen 95]. Bei nur

sehr schwach ausgeprägtem Pinning, z.B. für reine  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ -Einkristalle bei hohen Temperaturen, liegt die IL (dann M1) unterhalb der Schmelzlinie M2 [Zel 95].

Die nach Gl.46 erhaltene Tendenz spiegelt eindeutig die Zunahme des reversiblen Bereichs aus Tabelle 2 wider, wobei hier aber nicht alleine die Anisotropie oder das hohe  $T_c$  - was häufig als Hauptursache für die ausgeprägten reversiblen Eigenschaften der HTSL angeführt wird - sondern auch der Ginzburg-Landau Parameter  $\kappa = \lambda_L^{ab}/\xi_{ab}$  für  $B\|c$  stark eingeht. Die sehr große magnetische Eindringtiefe führt zur Abnahme des Schermoduls des FLG's und zur leichten lokalen Verformung der FL [Bra 93] und erhöht somit die Fluktuationsamplitude, während die kurze Kohärenzlänge  $\xi_c$  Entkopplung der anisotropen HTSL in  $c$ -Achsenrichtung hervorruft, was beides die Schmelztemperatur des 3D- oder 2D-FLG's drastisch verringert. Kurze Kohärenzlängen führen zusätzlich infolge der niedrigeren Pinningenergie zu einer erhöhten Relaxationsrate (vgl.Tab.1).

Somit kann das unterschiedliche Verhalten von  $\text{NbTi}$  und  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  bei gleicher Anisotropie auf den Unterschied der Kohärenzlängen und die daraus mitresultierende Differenz der  $\kappa$ -Werte - die in Gl.46 besonders stark eingehen - zurückgeführt werden. Diesem Unterschied von  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  zum konventionellen TTSL  $\text{NbTi}$  steht die hervorstechende Analogie zu  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  gegenüber: hier liegen sehr ähnliche  $\kappa$ -Werte vor, was zu einem ebenfalls ausgeprägten reversiblen Verhalten führt. Der Exponent  $n \approx 1.5$  des Potenzgesetzes Gl.44 für die IL's von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  deutet auf thermisch aktiviertes Entpinnen hin (M1). Dem steht aber - zumindest für  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  - die bisher fehlende eindeutige Korrelation von Stromdichte (bzw.Defektstruktur) und Lage der IL (s.o.) entgegen. Die für den Vortex-Glas-Übergang (M2) vorhergesagten Skalierungsgesetze für das kritische Verhalten der  $R(T)$ -Übergangskurven wurden bei neueren Messungen an mit homogen verteilten Punktdefekten versehenen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ -Einkristallen nicht beobachtet [Fen 95].

Beim Vergleich des reversiblen Verhaltens von  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  mit  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  wird - bei für  $B\|c$  ähnlicher Kohärenzlänge  $\xi_{ab}$  und daher ähnlichem  $B_{c2}$  - der Einfluß der bei  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$  deutlich vergrößerten Anisotropie durch das kurze  $\xi_c$  erkennbar: Das dadurch ausgeprägte 2D-Verhalten des FLG's führt zu erhöhter thermischer Aktivierung der entkoppelten Flußwirbel und damit zu einem deutlich kleineren Irreversibilitätsfeld [Tal 94, Son 94], das bei hohen Temperaturen unterhalb der Schmelzlinie liegt [Zel 95]. Auch bei tiefen Temperaturen wird eine ausgeprägte Kriteriumsabhängigkeit der IL beobachtet, was auf einen wie für  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  und  $\text{PbMo}_6\text{S}_8$  beschriebenen thermisch aktivierten Mechanismus (M1) für die IL hindeutet, der aber auch den 3D-2D Phasenübergang (M4) in der flüssigen Phase des FLG's beinhaltet (hier z.B. bei 25K,  $B=2\text{T}$  beobachtet, s.Abb.40).

## Zusammenfassung

Im ersten Teil dieser Arbeit wurde die Granularität von korngrenzenfreiem schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  untersucht, d.h. der Frage nachgegangen, ob eine Entkopplung der stromtragenden Bereiche an den stets enthaltenen strukturellen Defekten stattfindet.

Die mit der AC-Flußprofilmethode (FPM) und der DC-Magnetisierungsmessung (DCM) ausgeführten und jeweils mit verschiedenen Verfahren ausgewerteten Messungen zeigen in der Feldorientierung  $B||c$  bezüglich von Granularität gute Übereinstimmung. Beginnende Entkopplung wird erst bei hohen Temperaturen nahe der Irreversibilitätslinie (IL) detektiert.

In der Feldgeometrie  $B||ab$ , in der die induzierten Ströme senkrecht zu den CuO-Ebenen fließen, wurde an den in  $c$ -Richtung langen Proben hauptsächlich der Beitrag des Stromes entlang der  $c$ -Achse gemessen: Die DCM zeigt hier für  $T > 60\text{K}$  eine im Feld monoton fallende Stromdichte und Entkopplung schon bei kleinen Feldern. Die FPM dagegen liefert für die Stromdichte bei höheren Feldern ein Plateau und detektiert eine feldabhängige Entkopplung erst bei 85K. Diese Messungen ergeben unerwarteterweise, daß das Entkopplungsfeld  $B_E(T)$  sich durch Erhöhung des elektrischen Feldes  $E \sim dB/dt$  über einen Bereich von mehreren Tesla nach oben verschieben läßt. Diese Beobachtung zeigt, daß hier das elektrische Feld beim Auftreten von Granularität ein wichtiger Parameter ist. Die widersprüchlichen Ergebnisse der DCM und FPM können damit erklärt werden: Unter der Annahme, daß die  $E(I)$ -Charakteristiken der inter- und intragranularen Ströme sich im Bereich der Nachweislücke zwischen FPM und DCM schneiden, führen die kleineren elektrischen Felder der DCM schon bei kleineren Feldern bzw. tieferen Temperaturen zur beobachteten beginnenden Entkopplung der Ströme. Das bei der FPM um mindestens zwei Größenordnungen höhere  $E$ -Feld verschiebt das Entkopplungsfeld  $B_E(E)$  dagegen zu höheren  $B$  und  $T$ , die erst bei 85K in deren Meßbereich fallen.

Dieses Ergebnis zeigt, daß für Anwendungen von schmelztexturiertem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  etwa in großen, nicht vollständig texturierbaren Bauteilen wie z.B. in Stromzuführungen für supraleitende Magnete oder in Leitern, das verwendete elektrische Feld eine wesentliche Rolle spielt: Liegt es bei vorgegebenem  $B, T$  unterhalb des Schnittpunktes der inter- und intragranularen  $E(I)$ -Charakteristiken, so resultiert senkrecht zu den CuO-Ebenen inhomogener Stromfluß, die Energie wird inhomogen hauptsächlich an den Defektstrukturen dissipiert.

Der Einfluß der Relaxation auf die gemessenen Flußprofile durch endlich steile und zur IL hin kontinuierlich flacher werdende  $E(J)$ -Charakteristiken wurde theoretisch und experimentell durch AC-Felder mit sinus- und dreieckförmigem Zeitverlauf untersucht. Ein Vergleich der Ergebnisse zeigte, daß die Relaxation sich wesentlich weniger stark auswirkt als erwartet, da sie bei der FPM durch die sich ständig ändernde Randbedingung des äußeren (AC) Feldes über verzögernde

Nichtgleichgewichtszustände abläuft: die Relaxation folgt dadurch jeweils erst nach probeninterner Flußumverteilung mit einer Zeitkonstante  $\tau_o$ . Die Zeit  $\tau_o$  kann größer werden, als das der inversen Frequenz des AC-Feldes entsprechende Zeitfenster der Messung, das für die Relaxation zur Verfügung steht. Erst sehr nahe der IL, d.h. bei  $E(J)$ -Charakteristiken  $E \sim J^n$  mit einem Exponenten  $n < 3 - 5$ , sind wesentliche Einflüsse auf die Meßgrößen Stromdichte  $j$  und die für die Detektion von Granularität verwendete reversible AC-Eindringtiefe  $\lambda'$  zu erwarten.

Weiterhin wurde an den Tieftemperatursupraleitern NbTi und PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>, sowie an den anisotropen Hochtemperatursupraleitern (HTSL) YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$</sub>  und Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+ $\delta$</sub>  (für  $B||c$ ) der Einfluß der Anisotropie  $\Gamma$  und der Kohärenzlänge  $\xi$  auf die Lage und Kriteriumsabhängigkeit der IL untersucht. Alle Supraleiter zeigen einen relativ mehr oder weniger großen reversiblen Bereich zwischen der IL und der Phasengrenze  $B_{c2}$ , mit dessen Größe die Kriteriumsabhängigkeit der Lage der IL und die Relaxationsstärke korrelieren. Auffallend ist dabei die Ähnlichkeit der Lage, Kriteriumsabhängigkeit und des Verlaufes der IL von PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> und YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$</sub>  ( $\Gamma = 5$ ) im Gegensatz zu NbTi, das von allen SL den kleinsten reversiblen Bereich und die niedrigste Relaxation aufweist. Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+ $\delta$</sub>  zeigt, trotz größerer Kohärenzlänge  $\xi_{ab}$  als YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$</sub> , den größten reversiblen Bereich. Die nur bei Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+ $\delta$</sub>  auftretende exponentielle Abhängigkeit der IL von der Temperatur ( $B||c$ ) folgt aus der Entkopplung des 3-dimensionalen FLG's in 2-dimensionale Flußwirbel mit niedriger Verankerungsenergie in den CuO-Ebenen, was durch die hohe Anisotropie verursacht wird.

Das ähnliche Verhalten von YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$</sub>  und PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> einerseits, deren IL einem für das 3-dimensionale FLG erwarteten Potenzgesetz mit fast identischen Exponenten folgen, zeigt mit dem Unterschied der IL's von NbTi zu PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub> andererseits, daß hohe Anisotropie, hohes  $T_c$  oder eine kurze Kohärenzlänge alleine nicht ausreichen, um die ausgeprägte Reversibilität von YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7- $\delta$</sub>  zu erklären. Qualitativ läßt sich das beobachtete Verhalten mit dem Einfluß thermischer Fluktuationen im Schmelzmodell für das ideale FLG von Houghton et al. [Hou 89] erfassen, welches das an reinen Einkristallen beobachtete Verhalten wiedergibt: Hier führt vor allem das Verhältnis  $\kappa = \lambda_L/\xi$  zur Absenkung der Schmelzlinie (=IL), während die anderen Parameter  $H_{c2}$ ,  $\Gamma$  und  $T_c$  weniger stark eingehen.

Mit dem Schmelzmodell läßt sich das irreversible Verhalten der sehr verschiedenen Supraleiter grob einordnen. Es wird deutlich, daß etwa der absoluten Größe der Kohärenzlänge eine wichtige Bedeutung für die elementare Pinningenergie und für das Auftreten von Granularität im Vergleich mit der Dimension von vorhandenen Defektstrukturen zukommt. Für die relative Größe des reversiblen Bereiches im Phasendiagramm ist aber das Verhältnis  $\kappa = \lambda_L/\xi$  wahrscheinlich entscheidender als der Wert von  $T_c$ ,  $\Gamma$  und  $\xi$ .

## A Einführung in den Zusammenhang von Stromtragfähigkeit und Relaxation mit der Flußverankerung

Oberhalb eines unteren kritischen Feldes  $B_{c1}$  dringt der magnetische Fluß in einen TypII-Supraleiter quantisiert in Form von Flußschläuchen ein. Die Flußschlauchbewegung verursacht Dissipation. Durch attraktive Wechselwirkung mit Kristalldefekten werden die Flußschläuche verankert (**Pinning**) und die freie Bewegung verhindert. Liegt ein Dichtegradient  $dB/dx$  des Flußliniengitters (FLG's) vor, was einem makroskopischen Strom entspricht, so wirkt die *Lorentzkraft*  $F_L = J \times B$  auf die Flußschläuche und versucht diese in Richtung abnehmender Flußdichte aus den Haftpotentialen zu ziehen. Im **kritischen Zustand** ist die Lorentzkraft im Gleichgewicht mit der maximalen Pinningkraft (mit  $J = 1/\mu_0 \text{rot} B$ ):

$$F_L = 1/\mu_0 \text{rot} B \times B = J_c \times B = -F_P$$

bzw.

$$dB/dx = \mu_0 J_c \quad . \quad (47)$$

Lokal nimmt der Dichtegradient  $dB/dx$  des FLG's und somit der Strom  $J$  den *kritischen Maximalwert* an, der über die Wechselwirkung mit der Defektstruktur zulässig ist. Eine Feldänderung erzeugt an der Probenoberfläche überkritische Abschirmströme bzw. Feldgradienten, die sich solange in den Innenbereich fortpflanzen, bis der kritische Zustand sich wieder einstellt hat (ähnlich dem kritischen Neigungswinkel eines Sandhaufens).

Die **elementare Pinningenergie**  $U_p$  ist in einem einfachen Ansatz durch das Produkt aus normalleitendem Volumen und Kondensationsenergiedichte gegeben:  $U_p \sim \xi^n B_{c2}^2 / \mu_0 \kappa^2$ ,  $n \leq 3$ , beim HTSL  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  mit  $n = 2$ ,  $\xi \approx 10\text{Å}$ ,  $B_{c2} \approx 100\text{T}$ ,  $\kappa = \lambda_L / \xi \approx 100$  demnach trotz kurzer Kohärenzlänge nicht niedriger als z.B. beim Tieftemperatursupraleiter NbTi:  $n = 2$ ,  $\xi \approx 50\text{Å}$ ,  $B_{c2} \approx 10\text{T}$ ,  $\kappa \approx 50$ . Die im Experiment beobachtete *makroskopische Pinningkraftdichte*  $F_P = -F_L$  wird durch modellabhängige *statistische Summation der lokalen Einzelhaftkräfte* erhalten, falls die Pinningkräfte kleiner sind, als die elastischen Kräfte im FLG. Dabei geht die (elastische) Wechselwirkung des Flußliniengitters in das entsprechende Summationsmodell ein und verhindert einen direkten Rückschluß auf die elementare Verankerungskraft.

**Relaxation** von Dauerströmen wird durch thermisch aktiviertes Loslösen der Flußschläuche aus den Haftpotentialen unter dem Einfluß der Lorentzkraft verursacht. Die resultierende Flußbewegung führt zu endlichen Widerständen (s.o.). Bei hohen Einsatztemperaturen folgt für die HTSL ein niedriges  $U/kT$ -Verhältnis und daraus eine hohe Relaxationsrate, bzw. ein erhöhter spezifischer Widerstand. Dies hat aber nicht grundsätzlich auch kleinere Stromdichten zur Folge, da hier der Gradient des Potentials eingetht und bei den HTSL aufgrund der hohen Anisotropie und größeren magnetischen Eindringtiefe ein weiches Flußliniengitter resultiert, das sich leichter an die Defektstrukturen anpassen kann.

## B Thermisch aktiviertes Flußkriechen

### B.1 Kim-Anderson Modell

Während sich für  $T=0$  die Flußlinien erst dann bewegen können<sup>4</sup>, wenn für  $J > J_c$  die wirkende Lorentzkraft größer als die Pinningkraft des Supraleiters wird, ist für  $T > 0$  thermisch aktivierte Flußlinienbewegung auch für  $J \leq J_c$  möglich.

Im Kim-Anderson-Modell(KAM) [And 64] werden Flußlinienbündel mit Volumen  $V$  in Haftpotentialen der Tiefe  $U(J)$  verankert. Die Potentialtiefe  $U_o(J=0)$  bestimmt die maximale kritische Stromdichte  $J_c$  mit  $U_o = J_c B V d$  ohne thermische Aktivierung, wobei  $d$  die effektive Wirklänge des Potentials angibt. Bei Stromfluß wird die effektive Potentialtiefe durch die Lorentzkraft  $J \times B$  um  $\Delta W = J B V d$  vermindert. Bei hohen Strömen  $J \approx J_c$  ist  $\Delta W \approx U_o$  und damit folgt im Bereich  $U_o \gg kT$  die  $E(J)$ -Charakteristik für thermische Aktivierung:

$$E = E_c \exp(J/J_c - 1) U_o/kT \quad . \quad (48)$$

Für kleine Ströme  $J < J_c kT/U_o$  oder aber für  $U_o \approx kT$  erhält man eine *lineare*  $E(J)$ -Charakteristik der Form ( $E_c = E(J_c)$ ; *TAFF=Thermally Assisted Flux Flow*)

$$E = 2E_c U_o/kT \exp(-U_o/kT) = \rho_{TAF\!F} J \quad . \quad (49)$$

Für  $J \gg J_c$  ist  $\Delta W > U_o$  und das entpinnte FLG beginnt viskos zu fließen (*Flux Flow*). Für den Bereich  $J \gg J_c$  resultiert daraus eine lineare  $E(J)$ -Charakteristik [Bar 65] :

$$E(J) = \rho_{FF}(J - J_c) \quad \text{mit} \quad \rho_{FF} \approx \rho_n B/B_{c2}(T) \quad , \quad (50)$$

wobei  $\rho_n(T \approx T_c)$  der Widerstand in der Normalleitung ist. Für  $U_o/kT \rightarrow 1$  findet der Übergang vom Flußkriechen zum Flußfließen (flux flow) statt, was in diesem Modell der Irreversibilitätslinie entspricht (s.4.1).

Das Kim-Anderson-Modell beschreibt das Verhalten konventioneller Supraleiter mit großem  $U_o/kT$ -Verhältnis recht gut. Zudem gehen in das Modell nur phänomenologische Parameter ein. Kritikpunkte sind aber z.B. die bei Experimenten an HTSL gefundenen Abweichungen von der exponentiellen  $E(J)$ -Charakteristik nach Gl.48 und die entsprechende nichtlogarithmische Relaxation  $M(t)$  im Langzeitbereich. Weiterhin kann die phänomenologische Theorie keine Vorhersage über die Temperaturabhängigkeit der Aktivierungsenergie  $U_o$  liefern.

Die einfachste denkbare Modifikation des KAM ist das Ersetzen des linear von der Stromdichte abhängigen symmetrischen Dreiecks-Potentials  $U(J)$  durch eine andere, physikalisch realistischere Potentialform, z.B. durch ein sinusförmig moduliertes Waschbrettpotential (s.[Mat 92b]). Dies führt dann automatisch zu

<sup>4</sup>Der Beitrag vom Flußlinientunnelprozessen wird hier vernachlässigt, da er für diese Arbeit praktisch keine Rolle spielt.

einem nichtlogarithmischen Zerfall von  $M(t)$ . Schon früher wurde von Beasley et al. [Bea 69] darauf hingewiesen, daß besonders die Potentialform am oberen Rand das Relaxationsverhalten beeinflusst, die im KAM nicht gesondert berücksichtigt wird.

## B.2 Kollektives Flußkriechen

Eine Erweiterung des KAM stellt die Theorie des kollektiven Flußkriechens (*Collective Creep*) [Fei 89, Fei 91] dar, die das kollektive Pinning für schwache Pinningzentren, die in hoher Konzentration statistisch verteilt sind [Lar 79], mit den Grundlagen der thermischen Aktivierung aus dem KAM verbindet. Physikalische Motivation ist hierbei die Betrachtung des gesamten Flußliniengitters (FLG's) als linear elastisch wechselwirkendes System.

Innerhalb eines *Korrelationsvolumens*  $V_c(J, B, T)$ , das hier an die Stelle des im KAM unabhängig hüpfenden, stromunabhängig konstanten Flußbündelvolumens tritt, ist die elastische Wechselwirkungsenergie der Flußlinien größer als die Pinningenergie und erzeugt so kurzreichweitige Ordnung des FLG's innerhalb von  $V_c$ . Dadurch entstehen viele energetisch benachbarte metastabile Konfigurationen des FLG's, die Aktivierungsenergien entsprechen der Differenz der freien Energien dieser Konfigurationen. Wenn die Ströme bzw. Pinningkräfte nicht zu groß sind, so daß nur elastische Deformation des FLG's berücksichtigt werden muß, gilt für die Aktivierungsenergie  $U$

$$U(J) \propto V_c \propto 1/J^\alpha \quad \alpha > 0 \quad (51)$$

Die  $E(J)$ -Charakteristik ergibt sich daraus zu [Fis 91b]

$$E(J) = E_o \exp \{ -U_o/kT (J_c/J)^\alpha \} \quad (52)$$

Im 3-dimensionalen FLG nimmt der Exponent  $\alpha$  mit abnehmendem Strom bzw. mit höherem Feld  $B$  (zunehmende Wechselwirkung der FL) bei zunehmendem  $V_c$  Werte zwischen  $1/7$  für Einzelflußlinienaktivierung und  $3/2$  bzw.  $7/9$  für kleine und große Flußbündelvolumina an [Fei 91].

Für  $J \rightarrow 0$  tritt nach Gl.52 – im Gegensatz zum KAM – ein Zustand ohne Resistivität ein, das Korrelationsvolumen und die Aktivierungsenergie gehen dabei gegen unendlich. Im Realfall ist aber  $V_c$  durch die Probenabmessungen beschränkt, d.h.  $U(J \rightarrow 0)$  hat dann einen endlichen Grenzwert. Die Temperatur- und Feldabhängigkeit geht hier - im Gegensatz zum KAM - über die elastischen Konstanten des FLG's in das Korrelationsvolumen und damit in die Aktivierungsenergie  $U(B, T, J)$  ein.

## B.3 Die Vortex-Glas Phase

Wie zuerst von Fisher et al. vorgeschlagen wurde, kann das FLG unterhalb einer Übergangstemperatur  $T_g$  in einer Glasphase im durch das Pinning hervorgerufe-

nen Unordnungszustand einfrieren [Fis 89, Fis 91a]. Für  $T > T_g$  dominieren thermische Fluktuationen, welche die Flußliniendichtefluktuationen erhöhen, über die Unordnung durch Pinning und die abstoßende elastische Wechselwirkung der FL untereinander, die der Fluktuation entgegenwirken. Im Glaszustand  $T < T_g$  dominieren Pinning und FLG-Wechselwirkung über die thermischen Effekte.

Dissipation wird in der Glasphase durch thermische Fluktuationen hervorgerufen, welche durch die bei endlicher Stromdichte  $J$  wirkenden Lorentzkraft zur spontanen Aufweitung eines FL-Segmentes transversal zur Strom- und Feldrichtung führen. Diese kann auch als Entstehung eines orientierten FL-Ringes (vortex loop) beschrieben werden (s.a.[Hus 92]). Daraus folgt die  $E(J)$ -Charakteristik [Fis 89]

$$E(J) = E_o \exp \{ - (J_c/J)^\mu \} \quad (53)$$

die im Experiment von Gl.52 nicht unterscheidbar ist. Der universelle Exponent  $\mu$  wird mit  $\mu \leq 1$  angegeben.

#### B.4 Power-law $E(J)$ -Charakteristik

Von Zeldov et al. wurde aus  $\rho(T)$ -Messungen, die an epitaktischen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ - und  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ -Filmen an der IL durchgeführt wurden, für  $J \geq 10^3 \text{ A/cm}^2$  eine logarithmische Abhängigkeit der Aktivierungsenergie  $U(J) \propto \ln(J_o/J)$  ermittelt [Zel 89]. Diese führt zu einem Potenzgesetz für die  $E(J)$ -Charakteristik:

$$E(J) = E_o (J_c/J)^m \quad (54)$$

Für den Exponenten  $m$  gilt im oben beschriebenen Bereich hoher Stromdichten und damit weit genug unterhalb der IL:  $m \gg 1$ .

#### B.5 Relaxation im Langzeitbereich

Für das KAM wurde der Zerfall des magnetischen Momentes in [And 64, Bea 69] angegeben (s.S.42). Man erhält die bekannte zeitlogarithmische Relaxation Gl.34 im Langzeitbereich (s.S.43):  $t \gg t_o$   $M(t) = M_c - M_1 \ln(t/t_o)$  .

Für kollektives Flußkriechen wurde die Zeitabhängigkeit  $J(t)$  mit der  $E(J)$ -Charakteristik Gl.52 von Nattermann berechnet [Nat 90]:

$$J(t) = J_o (1 + \alpha(kT/U_c) \ln(t/t_o))^{-1/\alpha} \quad (55)$$

Die Werte für  $\alpha$  sind bei Gl.52 angegeben.

Die von Fisher, Fisher und Huse angegebene Lösung für das Vortex-Glas-Modell, zeigt wegen der Ähnlichkeit der  $E(J)$ -Charakteristik Gl.53 auch für die Zeitabhängigkeit [Fis 91a] qualitative Übereinstimmung mit dem Ergebnis für kollektives Flußkriechen:

$$J(t) = J_o (1 + (kT/U) \ln(t/t_o))^{-1/\mu} \quad (56)$$

## C Probenherstellung NbTi, PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>, Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8-δ</sub>

### C.1 NbTi

Der Nb/49Gew%Ti-Monofilamentdraht von dem die Probe stammt, wurde von Vakuumschmelze, Hanau zu einem Durchmesser von 1.1mm kalt gezogen geliefert (dabei Querschnittsreduktion 10<sup>4</sup>). Nach Entfernen des Cu-Mantels wurde die Probe im Quarzrohr unter Argonatmosphäre bei 380 °C 100 h wärmebehandelt, um die Bildung von  $\alpha$ -Ti Ausscheidungen als stark wirkende Haftzentren zu erreichen. Abschließend wurde die Probe auf einen Durchmesser von 0.3mm kaltgezogen [Mat 88]. Von diesem Draht wurden zur Messung 12 Stücke mit je 11mm Länge parallel zur Feldrichtung eingebaut, um ein größeres Signal zu erhalten. Durch Messungen mit verschiedener Stückzahl, die identische Ergebnisse lieferten, wurde sichergestellt, daß auch ein eventuell vorhandener makroskopischer Abschirmstrom durch Kopplung der Drähte untereinander hier keinen Einfluß hat.

### C.2 PbMo<sub>6</sub>S<sub>8</sub>

Die polykristalline zylinderförmige Probe mit 2mm Durchmesser und 12mm Länge wurde von W.Goldacker et al. nach einem pulvermetallurgischen Verfahren hergestellt [Gol 89]. Die mittlere Korngröße beträgt etwa 3 $\mu$ m. Granularität durch weak-link Verhalten an den Korngrenzen wurde nicht beobachtet [Küp 91a]. Bei höheren Feldern auftretende Abweichungen von der erwarteten Form der Flußprofile werden auf plastische Deformation des Flußliniengitters zurückgeführt [Küp 95a]. Das induktiv aus dem Verlauf von  $\chi'(T)$  ermittelte  $T_c^{onset}$  liegt bei ca. 13.13K,  $T_c^{90\%}$  bei 12.8K.

### C.3 Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8-δ</sub>

Das Zonenschmelzverfahren zur Herstellung schmelztexturierter Bi<sub>2</sub>Sr<sub>2</sub>CaCu<sub>2</sub>O<sub>8+δ</sub>-Proben und deren Charakterisierung ist von Balbashov et al. in [Bal 89] beschrieben. Die Probe weist eine hohe Textur entlang aller drei Achsen auf, Neutronenstreuung zeigt Mißorientierung entlang der *c*-Achse  $\leq 3^\circ$ . Die rechteckig geschnittene Probe hat die Abmessungen  $a \times b \times c = 3 \times 1 \times 3$ mm.

## Literatur

- [And 64] P.W. Anderson und Y.B. Kim, *Rev. Mod. Phys.* **36** (1964) 39
- [Ang 91] M.A. Angadi, A.D. Caplin, J.R. Lavery und Z.X. Shen, *Physica C* **177** (1991) 479
- [Bal 89] A.M. Balbashov, S.G. Karabashev und A.S. Nygmatulin, *Proc. of the European Conf. of High T<sub>c</sub> Thin Films and Single Crystals*, Ustron, Poland, (1989) 95
- [Bar 65] J. Bardeen und M. Stephen, *Phys. Rev. A* **140** (1965) 1197
- [Bea 64] C.P. Bean, *Rev. Mod. Phys.* **36** (1964) 31
- [Bea 69] M.R. Beasley, R. Labusch und W.W. Webb, *Phys. Rev.* **181** (1969) 682
- [Bed 86] J. Bednorz und K.H. Müller, *Z. Phys. B* **64** (1986) 189
- [Bee 92] C.J. van der Beek, G.J. Nieuwenhuys, P.H. Kes, H.G. Schnack und R. Griessen, *Physica C* **197** (1992) 320
- [Bee 93] C.J. van der Beek, V.B. Geshkenbein und V.M. Vinokur, *Phys. Rev. B* **48** (1993) 3393
- [Bee 95] C.J. van der Beek, M. Konczykowski, V.M. Vinokur, T.W. Li, P.H. Kes und G.W. Crabtree, *Phys. Rev. Lett.* **74** (1995) 1214
- [Bla 94] G. Blatter und B.I. Ivlev, *Phys. Rev. B* **50** (1994) 10272
- [Boe 92] P. Boegler, C. Urban, H. Rietschel und H.J. Bornemann, *Appl. Supercond.* **2** (1992) 315
- [Bra 90] E.H. Brandt, *Z. Phys. B* **80** (1990) 167
- [Bra 91] E.H. Brandt, *Rev. Int. J. Mod. Phys. B* **5** (1991) 751
- [Bra 93] E.H. Brandt, *J. Supercond.* **6** (1993) 201
- [Cam 69] A.M. Campbell, *J. Phys. C2* (1969) 1492
- [Cam 71] A.M. Campbell, *J. Phys. C4* (1971) 3186
- [Cam72] A.M. Campbell und J.E. Evetts, *Adv. Phys.* **21** 199 (1972)
- [Cam 85] A.M. Campbell, H. Küpfer und R. Meier-Hirmer, *Proc. Int. Symposium of Flux Pinning und Electromagn. Prop. of Supercond.*, Fukuoka, Japan 11.-14. Nov. 1985, Eds. T. Matsushita, K. Yamafuji und F. Irie, Matsukama Press, Fukuoka (1985) 54

- [Cap 92] A.D. Caplin, M.A. Angadi, J.R. Lavery und A.L. de Oliveira, *Supercond. Sci. Techn.* **5** (1992) 161
- [Cat 91] D. Cattani, J. Cors, M. Decroux und Ø. Fischer, *IEEE Trans. Magn.* **27** (1991) 950
- [Civ 90] L. Civale, A.D. Marwick, M.W. McElfresh, T.K. Worthington, A.P. Malozemoff, F.H. Holtzberg, J.R. Thompson und M.A. Kirk, *Phys. Rev. Lett.* **65** (1990) 1164
- [Cle 91] J.R. Clem, *Phys. Rev. B* **43** (1991) 7837
- [Deu 87] G. Deutscher und K.H. Müller, *Phys. Rev. Lett.* **59** (1987) 1745
- [Doy 93] R.A. Doyle, D.Kumar, P. Pullan, R. Gross und A.M. Campbell, *Proc. First European Conf. on Appl. Superconductivity, Göttingen, Germany, 4.-8.Oct.1993*, Ed. H.C. Freyhardt, DGM, 689; R.A. Doyle und A.M. Campbell, *Phys. Rev. B* **71** (1993) 4121
- [Eki 92] W.E. Ekin, *Cryogenics* **32** (1992) 1089
- [Fei 89] M.V. Feigel'man, V.B. Geshkenbein, A.I. Larkin und V.M. Vinokur, *Phys. Rev. Lett.* **63** (1989) 2303
- [Fei 91] M.V. Feigel'man, V.B. Geshkenbein, *Phys. Rev. B* **43** (1991) 6263
- [Fen 95] J.A. Fendrich, W.K. Kwok, J. Giapintzakis, C.J. van der Beek, V.M. Vinokur, S. Fleshler, U. Welp, H.K. Viswanathan und G.W. Crabtree, *Phys. Rev. Lett.* **74** (1995) 1210
- [Fis 89] M.P.A. Fisher, *Phys. Rev. Lett.* **62** (1989) 1415
- [Fis 91a] D.S. Fisher, M.P.A. Fisher, D.A. Huse, *Phys. Rev. B* **43** (1991) 130
- [Fis 91b] K.H. Fisher und T. Nattermann, *Phys. Rev. B* **43** (1991) 10372
- [Fri 93] M.C. Frischherz, C. Czurda, H.W. Weber und M. Murakami, *ibid.* [Doy 93 a], 799
- [Gla 91] L.I. Glazman und A.E. Koshelev, *Phys. Rev. B* **43** (1991) 2835
- [Gol 89] W. Goldacker, W. Specking, F. Weiß, G. Rimikis und R. Flükiger, *Cryogenics* **29** (1989) 955
- [Göm 93] F. Gömory und S. Takács, *Physica C* **217** (1993) 297
- [Gou 93] C.E. Gough, A. Gencer, G. Yang, M.Z. Shoustari, A.I.M. Rae und J.S. Abell, *Cryogenics* **33** (1993) 339
- [Gro 46] F.W. Grover, *Inductance Calculations*, Dover Publications INC., New York (1946) 70

- [Gur 91] A. Gurevich, H. K pfer, B. Runtsch, R. Meier-Hirmer, D. Lee und K. Salama, *Phys. Rev. B* **44** (1991) 12090
- [Gur 93] A. Gurevich und H. K pfer, *Phys. Rev. B* **48** (1993) 6477
- [Gyo 89] E.M. Gyorgy, R.B. van Dover, K.A. Jackson, L.F. Schneemeyer und J.V. Waszczac, *J. Appl. Phys.* **55** (1989) 283
- [Hal 92] J. Halbritter, *J. Superconductivity* **4** (1992) 331; *J. Appl. Phys.* **68** (1990) 6315
- [Hed 95] R. Hedderich, Th. Schuster, H. Kuhn, J. Geerk, H. Linker und M. Murakami, *J. Appl. Phys. Lett.* **66** (1995) 3215
- [Hou 89] A. Houghton, R.A. Pelcovits und S. Sudb , *Phys. Rev. B* **40** (1989) 6763
- [Hus 92] D.A. Huse, M.P.A. Fisher und D.S. Fisher, *Nature* **358** (1992) 553
- [Ish 81] T. Ishida und H. Mazaki, *J. Appl. Phys.* **52** (1981) 6798
- [Koc 89] R.H. Koch, V. Foglietti, W.J. Gallagher, G. Koren, A. Gupta und M.P.A. Fisher, *Phys. Rev. Lett.* **63** (1989) 1511
- [Ker 78] H.R. Kerchner, *J. Low Temp. Phys.* **34** (1978) 33
- [Kes 89] P.H. Kes, J. Arts, J. van den Berg, C.J. van der Beek und J.A. Mydosh, *Supercond. Sci. Techn.* **1** (1989) 242
- [Kle 94] R. Kleiner und P. M ller, *Phys. Rev B* **49** (1994) 1327
- [Kle 95] L. Klein, W.R. White, M.R. Beasley und A. Kapitulnik, *Phys. Rev. B* **51** (1995) 6796
- [Kre 93] R. Kresse, H. K pfer, R. Meier-Hirmer, T. Matsushita und K. Kimura, *ibid.* [Doy 93a], 337
- [K p 88] H. K pfer, I. Apfelstedt, R. Fl kiger, C. Keller, R. Meier-Hirmer, B. Runtsch, A. Turowski, U. Wiech und T. Wolf, *Cryogenics* **28** (1988) 650
- [K p 89] H. K pfer, I. Apfelstedt, R. Fl kiger, C. Keller, R. Meier-Hirmer, B. Runtsch, A. Turowski, U. Wiech und T. Wolf, *Cryogenics* **29** (1989) 268
- [K p 91a] H. K pfer, R. Kresse, R. Meier-Hirmer, W. Goldacker, D. Cattani und B. Seeber, *Proc. Int. Workshop on Chevrel Phase Supercond.*, 10.-12. Sept. 1991, Geneva, Switzerland, 41
- [K p 91b] H. K pfer, C. Keller, R. Meier-Hirmer, V. Selvamanickam und K. Salama, *IEEE Trans. Magn.* **27** (1991) 1369

- [Küp 94] H. Küpfer, S.N. Gordeev, W. Jahn, R. Kresse, R. Meier-Hirmer, T. Wolf, A.A. Zhukov, K. Salama und D. Lee, *Phys. Rev. B* **50** (1994) 7016
- [Küp 95a] H. Küpfer, A.A. Zhukov, R. Kresse, R. Meier-Hirmer, W. Jahn, T. Wolf, T. Matsushita, K. Kimura und K. Salama, *Phys. Rev. B* **52** (1995) 7689
- [Küp 95b] H. Küpfer, persönliche Mitteilung
- [Kwo 92] W.K. Kwok, S. Fleshler, U. Welp, V.M. Vinokur, J. Downey, G.W. Crabtree und M.M. Miller, *Phys. Rev. Lett.* **69** (1992) 3370
- [Lar 79] A.I. Larkin und Y.N. Ovchinnikov, *J. Low Temp. Phys.* **34** (1979) 409
- [Lee 92] D.F. Lee, V. Selvamanickam und K. Salama, *Physica C* **202** (1992) 83
- [Mar 93] B. Martínez, V. Gomis, S. Piñol, I. Catalán, J. Fontcuberta und X. Obradors, *Appl. Phys. Lett.* **63** (1993) 3081
- [Mat 88] T. Matsushita und H. Küpfer, *J. Appl. Phys.* **63**, (1988) 5049; H. Küpfer und T. Matsushita, *ibid.*, 5060
- [Mat 90] T. Matsushita, T. Fujiyoshi, K. Toko und K. Yamafuji, *Appl. Phys. Lett.* **56** (1990) 2039
- [Mat 92a] T. Matsushita, E.S. Otabe, B. Ni, K. Kimura, M. Hashimoto und H. Küpfer, *Physica C* **196** (1992) 98
- [Mat 92b] T. Matsushita und E.S. Otabe, *Jpn. J. Appl. Phys.* **31** (1992) L33
- [Mat 93a] T. Matsushita, E.S. Otabe, N. Ohtani, K. Kimura, M. Hashimoto und H. Küpfer, *Advances in Superconductivity V*, Springer Tokyo (1993) 529
- [Mat 93b] T. Matsushita, S. Furakawa und E.S. Otabe, *Cryogenics* **33** (1993) 347
- [Mei 91] E.Z. Meilikhov und V.G. Shapiro, *Superconductivity: Physics, Chemistry, Technology* **4** (1991) 1353
- [Mir 93] M. Mironova, D.F. Lee und K. Salama, *Physica C* **211** (1993) 188
- [Mor 91] M. Morita, S. Takebayashi, M. Tanaka, K. Kimura, K. Miyamoto und K. Sawano, *Adv. Supercond.* **3** (1991) 733
- [Mot 88] A.C. Mota, A. Pollini, P. Visani, K.A. Müller und J.G. Bednorz, *Physica C* **153-155** (1988) 67; A.C. Mota, A. Pollini, P. Visani, K.A. Müller und J.G. Bednorz, *Phys. Rev. B* **36** (1987) 4011
- [Mur92] M. Murakami, *Supercond. Sci. Technol.* **5** (1992) 185

- [Nat 90] T. Nattermann, Phys. Rev. Lett. **64** (1990) 2454
- [Nel 92] D.R. Nelson und V.M. Vinokur, Phys. Rev. Lett. **68** (1992) 2398; Phys. Rev. B **48** (1993) 13060618
- [Pet 88] R.L. Peterson und J.W. Ekin, Phys. Rev. B **37** (1988) 9848
- [Rol 74] R.W. Rollins, H. K pfer und W. Gey, J. Appl. Phys. **45** (1974) 5392
- [Saf 93] H. Safar, P.L. Gammel, D.A. Huse, D.J. Bishop, W.C. Lee, J. Giapintzakis und D.M. Ginsberg, Phys. Rev. Lett. **70** (1993) 3800
- [Sal 89] K. Salama, L. Gao und K. Sun, Appl. Phys. Lett. **54** (1989) 2352
- [San 94] F. Sandiumenge, S. Pi nol, X. Obradors, E. Snoeck und C. Roucau, Phys. Rev. B **50** (1994) 7032
- [Son 94] Y.S. Song, M. Hirabayashi, H. Ihara und M. Tokumoto, Phys. Rev. B **50** (1994) 16644
- [Sue 91] M. Suenaga, A.K. Ghosh, Y. Xu und D.O. Welch, Phys. Rev. Lett. **66** (1991) 1777
- [Sum 86] F. Sumiyoshi, M. Matsuyama, M. Noda, T. Matsushita, K. Funaki, M. Iwakuma und K. Yamafuji, Japn. J. Appl. Phys. **25** (1986) L148
- [Tal 94] J.L. Tallon, Proc.7th.Int.Workshop on Critical Currents in Superconductors, Alpbach, Austria (1994), Ed. H.W. Weber, World Scientific, S.52
- [Tom 93] E.J. Tomlinson, P. Przyslupski und J.E. Evetts, Cryogenics **33** (1993) 28
- [Van 91] J. Vanacken, E. Osquiguil and Y. Bruynseraede, Physica C **183** (1991) 163
- [Wil 92] D.W.A. Will n und K. Salama, Physica C **201** (1992) 311
- [Win 92] C.V. Windte, Dissertation, Universit t Karlsruhe (1992)
- [Yam 92] K. Yamafuji und Y. Matawari, Cryogenics **32** (1992) 569
- [Yes 88] Y. Yeshurun und A.P. Malozemoff, Phys. Rev. Lett. **60** (1988) 2202
- [Xu 91] Youwen Xu und M. Suenaga, Phys. Rev. B **43** (1991) 5516
- [Zel 89] E. Zeldov, N.M. Amer, G. Koren, A. Gupta, R.J. Gambino und M.W. McElfresh, Phys. Rev. Lett. **62** (1989) 3093; E. Zeldov, N.M. Amer, G. Koren und A. Gupta, Appl. Phys. Lett. **56** (1990) 1700

- [Zel 95] E. Zeldov, D. Majer, M. Konczykowski, V.B. Geshkenbein, V.M. Vinokur und H. Strikman, *Nature* **375** (1995) 373
- [Zhe 92] D.N. Zheng, J.D. Johnson und A.M. Campbell, *Supercond. Sci. Techn.* **5** (1992) 495
- [Zhe 95] D.N. Zheng, H.D. Ramsbottom und D.P. Hampshire, *Phys. Rev. B* **52** (1995) 12931
- [Zhu 92a] A.A. Zhukov, *Sol. St. Comm.* **82** (1992) 983
- [Zhu 92b] A.A. Zhukov, H. K pfer, R. Kresse, R. Meier-Hirmer und S. Karabashev, *Supercond. Sci. Technol.* **5** (1992) 153