

Oktober 1972

KFK 1644

Institut für Datenverarbeitung in der Technik Institut für Experimentelle Kernphysik

A System for Control and Interactive Data Reduction for a Magnetic Field Measuring Arrangement

J. Brandes A. Ulbricht



Als Manuskript vervielfältigt

and the Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski s Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski state of t Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski state of the Andrewski state of t

等等最终的新闻的新闻的关系并不同的特别的"这一个一个一个

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M.B.H. KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Juli 1972

KFK 1645

Institut für Experimentelle Kernphysik

ZUR ABHÄNGIGKEIT DES OBERFLÄCHENWIDERSTANDES ANODISIERTER NIOB-RESONATOREN VON DER HOCHFREQUENZ-FELDSTÄRKE ZWISCHEN 2 UND 4 GHZ

von

P. Kneisel⁺⁾

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

+) von der Fakultät für Physik der Universität Karlsruhe (T.H.) genehmigte Dissertation

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit berichtet über Untersuchungen des Oberflächenwiderstandes anodisierter Niobresonatoren im Frequenzbereich zwischen 2 GHz und 4 GHz.

Die Experimente ergaben, daß bei einer speziellen Oberflächenpräparation, die aus einer Kombination von elektrolytischem Polieren, chemischem Ätzen und anodischem Oxydieren bestand, der Oberflächenwiderstand des Niob ausgeprägte Abhängigkeiten von der Hochfrequenz-Feldstärke aufwies. Die Meßwerte können in der Form

 $R(T, H, f) = R_S(T, f) + R_{Rest}(f) + R_P(T, H, f)$ mit

 R_p (T, H >> 10 G,f) \rightarrow 0

beschrieben werden.

Eine Reihe von Eigenschaften des Anteils R_P kann mit dem Modell der "Magnetfeld induzierten Oberflächenzuständen" erklärt werden.

Der supraleitende Anteil R_S (T, f) stimmt mit der BCS-Theorie überein; der Restwiderstand R_{Rest} (f) ist temperatur- und feldstärkenunabhängig und ändert sich mit der Frequenz wie

 $R_{\text{Rest}} \sim f^{1 \cdot 2 - 2 \cdot 0}$.

Aufgrund der speziellen Oberflächenpräparation konnten Oberflächenwiderstand < 2 × 10^{-9} Ohm und Hochfrequenz-Magnetfelder von 300 - 400 Gauß erreicht werden.

ι.

Abstract

ON THE DEPENDENCE OF RF-SURFACE RESISTANCE WITH FIELD STRENGTH IN ANODIZED NIOBIUM CAVITIES BETWEEN 2 GHZ AND 4 GHZ

This paper reports on investigations into the surface resistance of anodized niobium cavities in the frequency - range between 2 GHz and 4 GHz.

The experiments have shown that a special surface treatment, consisting of a combination of electro-polishing, chemical edging and anodizing, results in a strong dependence of the surface resistance on the rf-field strength.

The measured values can be described by

R (T, H, f) = R_{S} (T, f) + R_{res} (f) + R_{p} (T, H, f) with R_{p} (T, H >> 10 G, f) $\rightarrow 0$

Several features of the term R_p (T, H, f) can be explained by the model of "magnetic field induced surface states".

The superconducting term R_S (T, f) agrees well with the BCS-theory; the residual resistance R_{res} (f) is temperature - and fieldindependent and changes with the frequency as $R_{res} \sim f^{1 \cdot 2^{-2 \cdot 0}}$.

Due to the special surface preparation surface resistances $< 2 \times 10^{-9}$ Ohm and rf-magnetic fields of 300 - 400 Gauss were achieved.

a de la composition d La composition de la c

(a) A set of the s

	Seite
Einleitung	1
1. Historischer Überblick	14
2. Theoretische Zusammenhänge	6
2.1 Der Begriff der Oberflächenimpedanz	6
2.2 Elektromagnetische Schwingungen in Hohlraumreso- natoren	8
2.3 Theorie der Messung	9
2.4 Oberflächenimpedanz in der Meissner-Phase des Supraleiters	11
2.5 Oberflächenimpedanz bei Anwesenheit eines Mag- netfeldes	14
3. Experimenteller Teil	20
3.1 Versuchsaufbau	20
3.1.1 Aufbau des Resonators	20
3.1.2 Kryotechnischer Aufbau	22
3.1.3 Hochfrequenz-Meßaufbau	23
3.2 Versuchsdurchführung	25
3.2.1 Präparation der Resonatoren	25
3.2.2 Meßgrößen und Auswertmethoden	29
3.3 Versuchsergebnisse	32
3.3.1 Einfluß der Oberflächenbehandlung	34
3.3.2 Temperaturabhängigkeiten	37
3.3.3 Frequenzabhängigkeiten	41
3.3.4 Abfall des Anteils R mit dem Magnetfeld	43
3.3.5 Fehlerabschätzung	44
4. Diskussion der Meßergebnisse	47
5. Zusammenfassung	5 3
Literaturverzeichnis	55

.

EINLEITUNG

Die hier vorliegende Arbeit wurde im Rahmen der Studien zur Erstellung eines Supraleitenden Protonen-Linearbeschleunigers¹ am Institut für Experimentelle Kernphysik durchgeführt.

Ein wesentlicher Punkt für die Rentabilität des Übergangs von der Normalleitung zur Supraleitung beim Bau kernphysikalischer Großgeräte ist die technische Verwirklichung von Beschleunigungsstrukturen, die eine um den Faktor 10⁴ - 10⁵ geringere Absorption als normalleitende Kavitäten aufweisen und gleichzeitig Beschleunigungsfeldstärken von einigen MV/m.

An den mit diesen Forderungen verbundenen Problemen arbeiten seit einigen Jahren verschiedene Gruppen in Amerika (HEPL, SLAC, BNL, URBANA, CALTECH, NAL) und Europa (RHEL, KFK, SIEMENS) und erst kürzlich haben diese Anstrengungen in Stanford² und Karlsruhe⁶² zur erfolgreichen Beschleunigung von Elektronen bzw. Protonen geführt.

Dennoch sind die vorhandenen Problme so vielschichtig, daß immer neue Fragestellungen auftauchen. Um einige davon zu nennen: Die Ursache für den Restwiderstand^{3,4,5} ist ebensowenig verstanden wie der "magnetisch-thermische" Zusammenbruch⁶, der im Gegensatz zu normalleitenden Strukturen, in denen die elektrische Feldstärke die Begrenzung darstellt, den Betrieb einer supraleitenden Struktur begrenzt. Die Frage, ob eine supraleitende Oberfläche unter den Betriebsbedingungen eines Beschleunigers altert, d. h. ob die Güte oder die Feldstärke sich bei Auslagerung in schlechtem Vakuum oder an Atmosphäre verändert, ist ebensowenig eindeutig beantwortet wie die Frage nach der Strahlenschädigung⁸.

Der Einfluß von Materialeigenschaften, wie Verunreinigungen oder Korngröße, von Schweißnähten und "Joints" auf die Supraleitungseigenschaften ist noch nicht restlos klar. Das Problem, weshalb man technologische Prozesse, die sich für gewisse Geometrien als optimal herausgestellt haben, nicht ohne weiteres auf andere Geometrien übertragen werden können, ist bisher ebensowenig geklärt wie die Frage, weshalb für Niob die bisher erreichten kritischen Magnetfeldstärken von maximal 1200 Gauß^{7,9,10,11} im Gegensatz zu Blei¹², Indium¹² und Zinn¹³ weit unterhalb der kritischen Gleichstromfeldstärke liegen und weshalb insbesondere die bisher erreichten kritischen Hochfrequenz-Magnetfelder starken Schwankungen je nach Strukturtyp bzw. Frequenz^{14,15} unterworfen sind.

Aus der Vielzahl der angedeuteten Probleme sind leicht die Schwierigkeiten zu erkennen, die der Übergang zur Supraleitung mit sich bringt.

Da die Hochfrequenzfelder im supraleitenden Zustand nur auf einer Tiefe der Größe λ - für Niob ist die Eindringtiefe etwa 400 Å in das Material eindringen, betreffen die oben angedeuteten Fragen zu einem guten Teil oberflächenphysikalische Probleme und wie die Experimente gezeigt haben, geht der Zustand der Oberfläche, auch wenn er bis jetzt nicht parametrisiert werden kann, entscheidend in die Meßergebnisse ein.

Für die Handhabung supraleitender Strukturen mußten daher ganz neue Verfahren der Oberflächenbehandlung und neue Arbeitsweisen entwickelt werden immer in Hinblick auf das Ziel, eine möglichst "ideale" Oberfläche zu erhalten, wobei "ideal" durch die Hochfrequenzexperimente definiert wird. Dabei hatte sich besonders das Verfahren der Entgasung des Niobs im Ultra-Hochvakuum bei ca. 2000° C in Verbindung mit einer chemischen Behandlung an X-Band-Resonatoren sehr bewährt und gegenüber nicht ausgeheizten Resonatoren erhebliche Verbesserungen der Supraleitungseigenschaften gebracht¹⁰. Man war daher der Meinung, daß dieses Verfahren die einzige praktikable Möglichkeit sei, die geforderten Eigenschaften für supraleitende Beschleunigungskavitäten aus Niob zu erreichen, bis es im vergangenen Jahr gelang, auch an unausgeheizten Resonatoren mit einem von der Firma Siemens entwickelten Elektropolierverfahren¹⁶ in Verbindung mit anodischer Oxydation vergleichbare oder sogar bessere Ergebnisse zu erzielen^{7,9,17}. Gerade das elektrochemische Aufbringen einer Oxydschicht stand in krassem Gegensatz zu der Meinung, daß man zur Erreichung hoher Güte- und Feldstärkewerte es möglichst vermeiden sollte, die Niob-Oberflächen mit Sauerstoff bzw. Luft in Berührung zu bringen.

Eine Kombination der beiden genannten Verfahren, nämlich das Ausgasen anodisierter Resonatoren im UHV, brachte in jüngster Zeit spektakuläre Erfolge^{11,18} und scheint sehr aussichtsreich zu sein. Gleichzeitig zeigt sich damit aber, daß für das Verständnis der bei der Entgasung¹⁹ oder überhaupt einer irgendwie gearteten Oberflächenbehandlung ablaufenden Prozesse²⁰ und deren Relation zu den die

- 2 -

Supraleitungseigenschaften beeinflussenden Mechanismen ein weites, offenes Feld vorhanden ist.

Da in Beschleunigungsstrukturen die supraleitenden Oberflächen mitunter starken Hochfrequenzfeldern ausgesetzt sind, ist die Kenntnis des Verhaltens des Oberflächenwiderstandes als Funktion der Feldstärke für die praktische Anwendung von Bedeutung. Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit diesem Thema und es war der Sinn der durchgeführten Untersuchungen, einen Beitrag zur Klärung der auftretenden Phänomene zu liefern.

Die Arbeit gibt in Kapitel 1 eine Art Hintergrundinformation über Messungen der Oberflächenimpedanz von Supraleitern in äußeren Magnetfeldern, die in gewisser Beziehung zu unseren Messungen stehen. In Kapitel 2 werden einige theoretische Zusammenhänge bereitgestellt, insbesondere wird das Modell der "Magnetfeld induzierten Oberflächenzustände" ²¹,²³,⁶¹,⁸⁶ etwas ausführlicher betrachtet, um die Voraussetzungen für die Deutung der beobachteten Phänomene zu schaffen. Kapitel 3 befaßt sich mit den Experimenten, während in Kapitel 4 die Meßergebnisse diskutiert werden. Eine Zusammenfassung enthält Kapitel 5.

- 3 -

1. HISTORISCHER ÜBERBLICK

Über erste Untersuchungen der Oberflächenimpedanz eines Supraleiters wurde 1940 von H. London² ^{*} berichtet. Seine Messungen an Sn bei 1.46 GHz konnten qualitativ mit einem Zwei-Flüssigkeits-Modell auf der Basis eines lokalen Zusammenhanges zwischen Strom und elektromagnetischen Feldern beschrieben werden. Weitere Untersuchungen von Pippard²⁵ an Sn und Pb bei 1.2 GHz, von W. M. Fairbank²⁶ an Sn bei 9.4 GHz und von Maxwell, Marcus und Slater²⁷ an Sn bei 24 GHz führten zu dem Ergebnis, daß für die exakte Beschreibung der Messungen ein nichtlokaler Zusammenhang zwischen Strom und elektromagnetischen Feldern bestehen muß. In einer späteren Veröffentlichung²⁸ schlug Pippard eine der von Reuter und Sondheimer²⁹ abgeleiteten Beziehung zur Beschreibung des anomalen Skin-Effektes sehr ähnliche Integralformel für den nichtlokalen Zusammenhang zwischen Strom und Feldern vor.

Ein wesentlicher Schritt zum Verständnis der Supraleitung wurde 1957 durch die Entwicklung der mikroskopischen Theorie von Bardeen, Cooper und Schrieffer³⁰ getan. Die BCS-Theorie beschreibt das Verhalten eines Supraleiters auf der Basis einer anziehenden Wechselwirkung zwischen den Elektronen durch Phononen. Kurz nach Erscheinen der BCS-Theorie veröffentlichten Mattis und Bardeen³¹ und unabhängig davon Khalatnikov und Abrikosov³² eine Theorie über das Verhalten eines Supraleiters in einem schwachen Wechselfeld unter Anwendung der BCS-Theorie. Miller³³ berechnete auf der Grundlage der Mattis-Bardeen-Theorie die Oberflächenimpedanz von Supraleitern für den Fall großer mittlerer freier Weglängen. Für den Pippard'schen Grenzfall wurden exakte Rechnungen von Turneaure¹³ durchgeführt. Ausgedehntere Rechnungen mit dem Formalismus der Green'schen Funktionen wurden von J. Halbritter³⁴ ausgeführt.

Die mikroskopische Theorie beschränkt sich auf die Beschreibung des Verhaltens eines Supraleiters in einem schwachen Magnetfeld. Abweichungen von diesem Verhalten unter dem Einfluß eines äußeren Magnetfeldes wurden erstmals von Pippard³⁵ bei Messungen an Sn gefunden. Die Oberflächenreaktanz von Sn nahm in diesem Experiment mit wachsendem Magnetfeld im Bereich $0 \leq H \leq H_{C/2}$ zu. Dieses Verhalten stimmt überein mit den thermodynamischen Theorien von Pippard³⁵ und Bardeen³⁶, nach denen ein äußeres Feld den Anteil der normalleitenden Komponente vergrößern würde und damit die Oberflächenreaktanz. Der Oberflächenwiderstand dagegen zeigte eine kompliziertere Abhängigkeit: direkt unterhalb von T_c nahm der Widerstand ab, um bei niedrigeren Temperaturen wieder anzusteigen. Weitere Untersuchungen dieses Effektes an Sn, In und In-Legierungen, Al und Ta - eine Zusammenfassung der Literatur ist in³ gegeben - ergaben, daß der Einfluß des äußeren Magnetfeldes nicht nur von der Temperatur abhing, sondern daß die Kristall-Orientierung der Probe ebenso Einflüsse hatte wie die relative Lage des äußeren Gleichfeldes und des Hochfrequenzfeldes zueinander, die Frequenz des Hochfrequenzfeldes und die Verunreinigungen im Material.

Verständlicherweise entzog sich die Vielzahl der beobachteten Erscheinungen für lange Zeit einer einheitlichen theoretischen Deutung. Ein Modell von Dresselhaus et al.³⁸ konnte ebensowenig die beobachteten Abhängigkeiten vollständig erklären wie dasjenige von Maki³⁹, bei dem der Einfluß des äußeren Magnetfeldes als eine Verschiebung der Quasiteilchen-Anregungen berücksichtigt wurde. Bessere Übereinstimmung mit den Experimenten ergaben Rechnungen von Garfunkel⁴⁰ durch Einführung eines speziellen inelastischen Streuprozesses, bei dem der Einfluß des äußeren Feldes durch eine Änderung der Quasiteilchenenergie um den Betrag $\vec{p} \cdot \vec{v}$ (\vec{p} ist der Fermi-Impuls und \vec{v} ist die mit dem Abschirmstrom verbundene Driftgeschwindigkeit) berücksichtigt wurde.

Eine andere Klasse von Experimenten geht zurück auf die Beobachtungen, daß bei Zyklotronresonanzuntersuchungen an normalleitendem Sn unterhalb eines Magnetfeldes von 100 G unübliche Strukturen in der Oberflächenimpedanz auftraten⁴¹. Dieser "Null-Feldeffekt" wurde in einer Reihe von experimentellen Arbeiten untersucht⁴² und theoretisch mit dem Modell der "Magnetfeld induzierten Oberflächenzustände"⁴³ gedeutet.

Sn zeigt im supraleitenden Zustand, wie Koch und Kuo^{**}fanden, bei Anwesenheit eines äußeren Magnetfeldes ebenfalls ausgeprägte Strukturen in dR/dH (R = Oberflächenwiderstand); die beobachtete Resonanz verschiebt sich mit steigender Frequenz zu höheren Magnetfeldern; im Gegensatz dazu wandert der "Peak" mit wachsender Temperatur zu kleineren Feldstärken.

Untersuchungen von Maldonado und Koch⁴⁵ an supraleitendem Indium ergaben darüber hinaus eine empfindliche Abhängigkeit der "Peak"- Struktur von der Oberflächenrauhigkeit, die bis zum vollständigen Verschwinden bei rauhen Oberflächen führen kann. Der Einfluß der

Oberflächenbeschaffenheit auf die Resonanz im Oberflächenwiderstand wird in "⁶,^{*7} untersucht.

Eine theoretische Deutung der Ergebnisse an Sn und In ermöglichten Rechnungen von Pincus²¹, die von Fullenbaum⁶¹, Azbel²³ und Blank⁸⁶ verbessert wurden. Die Rechnungen, bei denen der Einfluß eines äußeren Feldes auf das Anregungsspektrum der Quasiteilchen betrachtet wird, ergaben, daß bei Anwesenheit eines äußeren Feldes Einteilchenanregungen in der "Lücke" des Supraleiters existieren; diese sind im Bereich der Eindringtiefe lokalisiert. Durch Absorption von Photonen können Übergänge von den Zuständen in der Lücke ins BCS-Kontinuum hervorgerufen werden.

Mit den steigenden Anforderungen an supraleitende Beschleuniger-Strukturen und den daraus resultierenden Verbesserungen der Behandlungsmethoden von Niob-Oberflächen wurden ausgeprägte Abhängigkeiten des Oberflächenwiderstandes von der Hochfrequenz-Feldstärke erstmals im Jahre 1970 von Turneaure und Viet in X-Band-Resonatoren gemessen und von Halbritter als "Magnetfeld-induzierte Oberflächenzustände" gedeutet^{*§}. In ^{+9,50} wird ebenfalls über starke Resonanzen im Oberflächenwiderstand von Niob berichtet.

Die vorliegende Arbeit befaßt sich mit solchen im Oberflächenwiderstand von Niob experimentell gefundenen "Resonanzen" und versucht, auf der Basis der "Magnetfeld induzierten Oberflächenzustände" eine Deutung zu geben.

2. THEORETISCHE ZUSAMMENHÄNGE

2.1 Der Begriff der Oberflächenimpedanz

Das elektromagnetische Verhalten einer nicht "ideal" leitenden Oberfläche läßt sich mit dem Begriff der Oberflächenimpedanz beschreiben. Sie enthält die Materialeigenschaften der metallischen Wände und stellt die Beziehung zwischen den Feldern an der Grenzfläche Metall-Vakuum her.

Wenn, wie in ⁵¹ gezeigt, die Eindringtiefe einer elektromagnetischen Welle klein ist gegenüber dem Krümmungsradius der Metalloberfläche

und gegenüber der Vakuumwellenlänge, kann das Feld im Leiter in der Nähe der Oberfläche durch eine ebene transversale Welle approximiert werden; die tangentialen Feldkomponenten E₁₁(z,t) und H11(z,t) an der Oberfläche sind dann durch die Beziehung

$$\vec{\mathbf{E}}_{11} = \mathbf{Z} \left[\vec{\mathbf{E}}_{11} \times \vec{\mathbf{n}}_{T} \right]$$
(1)

miteinander verknüpft. \vec{n}_z ist der ins Material zeigende Einheitsvektor der Oberflächennormalen; Z ist die komplexe Oberflächenimpedanz. (1) gilt für isotrope Materialien. Zur Berechnung von Z muß der Verlauf der Feldstärken bekannt sein. Durch Integration der Maxwell'schen Gleichung

$$rot \vec{E} = -\mu_{\theta} \frac{\partial H}{\partial t}$$
(2)

mit der Randbedingung (1) erhält man

$$Z = \frac{\mu_0}{H_{11}(0,t)} \int_0^{\infty} \frac{\partial H(z,t)}{\partial t} dz.$$
 (3)

Läßt sich die Orts- und Zeitabhängigkeit der Felder in Form eines Produktes

$$\vec{H}$$
 (\vec{r} ,t) = \vec{H} (\vec{r}) • f(t) (4)

schreiben, dann kann man nach ⁵² die Oberflächenimpedanz in einen mit den Feldern in Phase befindlichen Anteil, den Oberflächenwiderstand R, und einen gegenüber den Feldern phasenverschobenen Anteil, die Oberflächenreaktanz X,aufspalten.

Für den Fall einer periodischen Zeitabhängigkeit der Form H $\sim e^{i\omega t}$ folgt aus (3)

$$Z = i\omega\mu_0 \int \frac{H_{11}(z)}{H_{11}(0)} dz = R + iX$$
 (5)

wobei die Reaktanz X mit der Eindringtiefe λ der Tangentialkomponente des Magnetfeldes

$$\lambda = \text{Re} \int \frac{H_{11}(Z)}{H_{11}(O)} dz$$
 (6)

über die Beziehung

verknüpft ist und der Oberflächenwiderstand R durch den zeitlichen Mittelwert des Leistungsflusses durch die Metalloberfläche

$$\vec{S} = \text{Re}(\vec{E}_{11} \times \vec{H}_{12}) = 1/2 \text{ R} H_{11}^2 \vec{n}_{-}$$

bestimmt ist.

2.2 Elektromagnetische Schwingungen in Hohlraumresonatoren^{3+,51}

Die Eigenschwingungen ("Moden") eines Hohlraumresonators sind die Lösungen der Maxwell-Gleichungen zusammen mit den Randbedingungen (1) an der Oberfläche. Da der Betrag der Oberflächenimpedanz von normalen Metallen etwa um einen Faktor 10^{*}kleiner ist als die Impedanz des Vakuums, ist \vec{E}_{11} an der Oberfläche klein gegenüb**er** \vec{H}_{11} und man verwendet die genäherten Randbedingungen

$$\vec{E}_{\perp} = 0 \qquad \vec{H}_{\perp} = 0 \qquad (9)$$

Die Lösungen der Maxwell-Gleichungen sind dann ungedämpfte Schwingungen mit reellen Eigenfrequenzen ω_0 ; die mittlere im Resonator gespeicherte Energie ist

$$W = \frac{1}{2} \mu_0 \int H^2 dV + \frac{1}{2} \epsilon_0 \int E^2 dV$$
 (10)

Der Einfluß einer von Null verschiedenen Oberflächenimpedanz äußert sich in einer Verschiebung der Eigenfrequenz des Resonators. In niedrigster Näherung in Z ergibt sich

$$\frac{\omega - \omega_0}{\omega_0} = \frac{i}{2\omega_0} \cdot \frac{\oint ZH_{i}^2 df}{\mu_0 f H^2 dV}$$
(11)

Unter der Voraussetzung, daß der Materialparameter Z ortsunabhängig ist, folgt aus (11)

$$\Delta \omega = i \circ \frac{Z}{2 G}, \qquad G = \frac{\mu_{\vartheta} f H^2 dV}{f H^2_{\mu} df}$$
(12)

Die Geometriekonstante G hängt nur von der Geometrie und dem Schwingungszustand des Resonators ab.

Für einen von Null verschiedenen Oberflächenwiderstand R wird

(8)

 $\Delta \omega$ komplex; der Schwingungszustand ist dann nicht mehr ungedämpft und die im Resonator gespeicherte. Energie W \sim H² \sim e^{2i ω t} zerfällt mit der Zeitkonstanten τ

$$W(t) = W(0) e^{-t/\tau}$$
 (13)

τ ergibt sich aus (12) zu

$$\tau = G/\omega_0 R = \frac{Q_0}{\omega_0}$$
(14)

Qo ist die Güte des Resonators und nach (11) und (12) gegeben durch

$$Q_0 = \frac{\omega_0 W}{R/H^2 df} = \frac{W}{P_{abs/\omega_0}}$$
(15)

P_{abs} ist die in den Resonatorwänden absorbierte Leistung. Die Felder im Resonator lassen sich über Gleichung (15) in der Form

$$H = k \cdot \sqrt{Q_0 P_{abs}} \qquad E = k' \cdot \sqrt{Q_0 P_{abs}} \qquad (16)$$

ausdrücken.

2.3 Theorie der Messung

Die Oberflächenimpedanz eines Leiters kann man gemäß Gleichung (11) und (15) experimentell ermitteln, wenn man die Eigenschaften eines Resonators, dessen Wände aus diesem Material hergestellt sind, mißt.

In ⁵³ werden Hochfrequenz-Resonatoren und ihre Ankopplung an Meßapparaturen ausführlich behandelt. Danach bestimmen 3 Größen die Eigenschaften eines Resonators: die Resonanzfrequenz ω_0 , die Güte Q₀ und die Koppelkonstante β zwischen dem Resonator und der Meßapparatur (z. B. Koaxialleitung). Die wesentlichen Ergebnisse der Diskussion, die in ^{13,54,55} für den Fall supraleitender Resonatoren weitergeführt wurde, sind die folgenden: Die Ankopplung des Resonators an die Meßapparatur bewirkt eine Bedämpfung des Resonators; die gemessene Zeitkonstante τ stimmt nicht mehr mit der "idealen" von Gleichung (14) überein, da zusätzliche Verluste auftreten, die sich aus 3 Anteilen zusammensetzen:

Prad ist die in die Koaxialleitung (Hohlleiter) abgestrahlte Leistung, die zur Messung dient.

- P_{abs} ist die Leistung, die in den Resonatorwänden absorbiert wird und nach (14) und (15) den Oberflächenwiderstand beschreibt.
- P_K ist die Leistung, die in der Koppelgegend verloren geht, aber nicht durch P_{rad} gemessen wird. Dieser Anteil wird insbesondere bei supraleitenden Resonatoren hoher Güte sichtbar (s. Abschnitt 3.2.2)

Führt man in Analogie zu Gleichung (15) Güten ein, denen die obigen Verluste zugeordnet sind, so erhält man

$$\frac{P}{\omega_0 W} = \frac{1}{Q_L} = \frac{1}{\omega_0 W} (P_{rad} + P_{abs} + P_K) = \frac{1}{Q_{rad}} + \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_K} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_{rad}}$$

$$= \frac{1}{Q_0} (1 + \beta)$$
(17)

mit

$$\beta = \frac{P_{rad}}{P_{abs} + P_{K}}$$
(18)

 Q_L ist die belastete Güte, $\beta/Q_0^{\dagger} = 1/Q_{rad}$ ist eine Größe, die nur von den geometrischen Abmessungen des Koppelsystems abhängt. Bilden sich im Koppelsystem gedämpfte Felder - "cut-off" Wellen⁵⁶ - aus, dann ist $1/Q_{rad}$ gegeben durch

$$1/0 \sim e^{-2\alpha z} = konst.$$
 für z = konst. (19)

wobei z die Koordinate in Richtung zunehmender Dämpfung ist und œ eine vom Typ des "cut-off" Modes abhängige Konstante.

Wird am Resonatoreingang die Leistung P₀ vom Generator geliefert, so trägt nur der Anteil P_{rad} = P₀/Q_{rad} zum Aufbau der Felder im Resonator bei und erzeugt hier im eingeschwungenen Zustand, d. h. für große t, eine gespeicherte Energie

$$W = \frac{P_0 \frac{Q_{rad}}{Q_{rad}}}{\frac{(\omega_0^2 - \omega^2)^2}{\omega_0^4} + \frac{\omega^2}{Q_L^2}}$$

Wird in diesem Zustand der Generator abgeschaltet, dann zerfallen die Felder gemäß (13) und die Leistung

$$P_{rad} = \frac{\omega_0 W}{Q_{rad}} = \frac{P_0 \overline{Q_{rad}^2}}{(\omega^2_0 - \omega^2)^2} + \frac{\omega^2}{\omega_0^2 Q_L}$$

(21)

(20)

wird abgestrahlt.

Im Resonanzfall $\omega = \omega_0$ folgt aus (21) nach Einsetzen von (17) und (18)

$$\frac{P_{rad}}{P_0} = \frac{(2 \beta)^2}{(1 + \beta)^2}$$
(22)

Bei Anpassung (β = 1) wird die gesamte vom Generator gelieferte Leistung in den Resonator eingekoppelt. Für $\beta \neq 1$ wird ein Teil der Generatorleistung am Eingang des Resonators reflektiert

$$\frac{P_{refl}}{P_{0}} = \frac{(1 - \beta)^{2}}{(1 + \beta)^{2}}$$
(23)

Man kann also durch Messung der am Resonatoreingang angebotenen und abgestrahlten bzw. reflektierten Leistung nach (22) oder (23) den Koppelfaktor bestimmen.

2.4 Oberflächenimpedanz in der Meissner-Phase des Supraleiters Der Meissner-Zustand eines Supraleiters ist durch Diamagnetismus gekennzeichnet, der wegen der endlichen Stromdichte nicht ganz vollkommen ist. Genauer dringt ein äußeres Magnetfeld wie

$$H(z) = H_{e}e^{-z/\lambda L}$$

in den Supraleiter ein.

$$\lambda_{\rm L} = \sqrt{m/\mu_0 e^2 n}$$
(25)

ist die Eindringtiefe, n_s die Dichte der supraleitenden Ladungsträger, m deren Masse.

Im Gegensatz zum Gleichstromwiderstand ist der Wechselstromwiderstand eines Supraleiters von Null verschieden, da das Wechselfeld Übergänge zwischen benachbarten Energiezuständen hervorrufen kann; diese Übergänge bedeuten Absorption.

Ein Zwei-Flüssigkeitsmodell erlaubt ein qualitatives Verständnis des supraleitenden Zustandes. Nach diesem Modell existieren im supraleitenden Zustand bei der Temperatur T supraleitende und normalleitende Ladungsträger. Erstere tragen verlustlose Ströme, die

(24)

für das Herausdrängen des Magnetfeldes aus dem Supraleiter verantwortlich sind; wegen der endlichen Stromdichte dringt das Feld jedoch auf einen Bereich $\lambda_{\rm L}$ nach (24) ins Material ein. Die normalleitende Komponente absorbiert Energie wie Elektronen im normalleitenden Zustand, d. h. die im elektrischen Feld beschleunigten Elektronen geben ihre Energie durch Stöße mit dem Gitter ab. Das Zwei-Flüssigkeitsmodell ergibt zwar im wesentlichen die richtige Frequenz- und Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes, versagt aber in den detaillierteren Abhängigkeiten von den Materialparametern wie $\lambda_{\rm I}$ und σ .

Eine Klärung dieser Fragen brachte die mikroskopische Theorie von BCS³⁰. In diesem Bild bedeutet das obige Zwei-Flüssigkeits-Modell folgendes: die supraleitenden Ladungsträger bestehen aus gepaarten Elektronen - den "Cooper" Paaren - die keine kleinere Energie als die "gap" Energie 24 absorbieren können und den BCS Grundzustand bilden. Der normalleitenden Komponente des Zwei-Flüssigkeits-Modells entsprechen für T > 0 die thermisch angeregten Einteilchenzustände - die Quasiteilchen - die alleine Energie absorbieren können, da einzig sie von unbesetzten Zuständen umgeben sind. Die BCS-Theorie entwickelte sich aus der Entdeckung Coopers⁵⁷, daß zwei Elektronen nahe der Fermikante sich anziehen können. Dieser "gebundene Zustand" führt für entgegengesetzte Impulse und Spins der beiden Elektronen zur größten Energieabsenkung. Der Kern der BCS-Theorie ist daher die Formulierung einer anziehenden Wechselwirkung zwischen zwei Elektronen, die groß genug ist, um die abstoßenden Coulombkräfte in großen Entfernungen überzukompensieren. Eine solche Wechselwirkung kommt zustande durch den Austausch "virtueller" Phononen zwischen den beiden Elektronen eines "Cooper-Paares", wenn die Energiedifferenz zwischen den beteiligten Elektronenzuständen kleiner ist als die Energie des virtuellen Phonons. Die "Kohärenzlänge", d. h. die Entfernung, in welcher zwei Elektronen mit entgegengesetztem Spin und Impuls noch korreliert sind, beträgt etwa 1000 Å. Die anziehende Wechselwirkung führt dann zu einer Kondensation der Cooper-Paare im Phasenraum analog der Bose-Einstein-Kondensation, d. h. der supraleitende Zustand ist eine kohärente Überlagerung von Elektronenzuständen.

Das Verhalten eines Supraleiters in einem schwachen Hochfrequenzfeld (H_{HF} << H_{crit}) wurde von verschiedenen Autoren untersucht³¹⁻³⁴.

Die elektromagnetische Wechselwirkung wird dabei als zeitabhängige Störung des ungestörten Zustandes des Supraleiters betrachtet; die aus den Rechnungen resultierende Reihenentwicklung bricht man nach dem 1. Glied ab.

Von Halbritter³⁴wurde die Oberflächenimpedanz detailliert in Abhängigkeit von den Parametern Temperatur T, Frequenz ω , Energielücke Δ/kT_c , London-Eindringtiefe λ_L , Kohärenzlänge ξ und mittlerer freier Weglänge ℓ mit folgenden Ergebnissen behandelt:

a.) für h $\omega < \Delta/10$ und T < T_/2 ist

 $R \sim \frac{\Delta(o)}{kT} e^{-\Delta(o)/kT}$ (26)

Der exponentielle Abfall überwiegt in diesem Temperaturbereich.

b.) für ħw << A ist

wobei δ eine Funktion der Größe $\gamma = {}^{\lambda}L/\xi$ ist und mit kleiner werdendem γ wächst.

- c.) als Funktion der mittleren freien Weglänge l hat R ein Minimum bei $l \stackrel{\sim}{\sim} \xi$, um für $l < \xi$ und $l > \xi$ anzusteigen.
 - d.) R ist umso größer, je größer das Verhältnis γ wird und zeigt damit das entgegengesetzte Verhalten wie die Eindringtiefe $\lambda = \int \frac{H(z)}{H(o)} dz$. Als Funktion **der** Frequenz ändert sich λ umso stärker, je größer γ ist.
 - e.) Die Ergebnisse a. d. wurden für den Fall eines isotropen Supraleiters abgeleitet. Für γ < 1 gibt es einen Anisotropie-Effekt im Oberflächenwiderstand. Der Hauptbeitrag zur Absorption rührt dann von Elektronen, die unter dem Winkel 0 (0 ist der Winkel zwischen der Impulsrichtung der Quasiteilchen und dem Vektorpotential) einfallen, wobei 0 durch die Beziehung

 $\sin \Theta < \sqrt{\gamma} \sqrt{\hbar \omega/2\Delta}$

gegeben ist, her.

7).

Aus (28) folgt, daß bei niedrigeren Frequenzen kleinere Einfallswinkel der Elektronen zur Oberfläche für die Absorption verantwortlich **s**ind.

2.5 Oberflächenimpedanz bei Anwesenheit eines Magnetfeldes

Die in Abschnitt 2.4 erhaltenen Abhängigkeiten der Oberflächenimpedanz wurden aus der BCS-Theorie mit Störungsrechnung für H << H_c erhalten. Dabei sind die Werte R(H << H_c) und λ (H << H_c) die ersten Glieder einer Reihenentwicklung nach (H/H_c)², die im thermischen Gleichgewicht durch Gleichung (29) gegeben ist:

$$\lambda(H) = \lambda_0 \left[1 + C(\frac{H}{H_c})^2 + ...\right] \quad R(H) = R_0 \left[1 + D(\frac{H}{H_c})^2 + ...\right] (29)$$

Die Annahme eines thermischen Gleichgewichtes ist nur gerechtfertigt, wenn die Ladungsträger die aus dem Hochfrequenz-Feld absorbierte Energie schnell an das Phononensystem abgeben können. Dies ist jedoch nur bei kleinen Feldamplituden der Fall, bei denen die Relaxationszeit für das Erreichen des thermischen Gleichgewichtes mit dem Phononensystem $\tau = \frac{\ell}{v_F} \leq 10^{-12}$ sec ist (ℓ = mittlere freie Weglänge, v_F = Fermigeschwindigkeit)⁵⁹.

Bei höheren Feldamplituden sind die Quasiteilchen im Bereich der Eindringtiefe nicht mehr im thermischen Gleichgewicht mit dem Metall; dies gilt insbesondere auch für inhomogene Systeme, bei denen die Energie-Lücke eine Funktion des Ortes ist. Außerdem verringert sich für H in der Nähe von H_c die Energielücke, da Cooper-Paare aufgebrochen werden⁵⁹.

Die Anwesenheit des Magnetfeldes hat den weiteren Effekt, daß neue Zustände in der Energie-Lücke auftreten können, die als "Magnetfeld induzierte Oberflächenzustände" bezeichnet werden. Diese Zustände sollen im folgenden etwas ausführlicher behandelt werden, da sie die Grundlage für die Deutung einer Reihe der von uns beobachteten Abhängigkeiten des Oberflächenwiderstandes von der Hochfrequenz-Magnetfeldstärke darstellen.

Magnetfeld induzierte Oberflächenzustände

Bei Anwesenheit eines statischen Magnetfeldes parallel zur Oberfläche (z = 0) eines Typ-1-Supraleiters wird auf Grund des Meissner-Effektes das Feld aus dem Inneren des Supraleiters bis auf eine

(30)

$$p^2 / 2 m \rightarrow (\vec{p} - e\vec{A})^2 / 2 m$$

Das Anregungsspektrum des Supraleiters im "Null"-Feld⁶⁰

 $E_{k} = (\epsilon_{k}^{2} + \Delta^{2})^{1/2}$ (31)

 $(E_k \text{ ist die Energie der Einteilchenanregung mit dem Wellenvektor k, <math>\epsilon_k \text{ ist die Energie des entsprechenden normalleitenden Zustandes re$ $lativ zur Fermi-Energie und <math>\Delta$ ist die Energielücke des Supraleiters).

wird dadurch geändert und es entstehen neue Zustände, die man als Lösungen der Bogoliubov-Gleichungen erhält und die durch den Term $e\vec{p}\vec{A}/m$ im Hamilton-Operator hervorgerufen werden. Der A²-Term wird dabei vernachlässigt.

Die Feldverteilung (24) wird durch ein Vektor-Potential der Form

$$A_{x} = -\mu_{0}H_{0}\lambda e^{-Z/\lambda}$$
; $A_{y} = 0$; $A_{z} = 0$ (32)

mit div $\vec{A} = 0$ erzeugt.

Das zusätzliche Potential im Hamilton-Operator ergibt sich daraus zusammen mit (30) zu

$$V(z) = e\mu_0 H_0 \lambda \frac{P_X}{m} \cdot e^{-Z/\lambda} = V_0 e^{-Z/\lambda}$$
(33)

Dieses Potential ist - abhängig vom Vorzeichen von p_x - anziehend oder abstoßend. Elektronen, die sich antiparallel zum Abschirmstrom bewegen, erfahren eine anziehende Wechselwirkung; die sich parallel zum Strom bewegenden Elektronen werden von der Oberfläche abgesto-**B**en.

Mit dem durch (33) beschriebenen Potential wurden die Bogoliubov-Gleichungen von verschiedenen Autoren ^{21,23,61,86} gelöst. Unter Zugrundelegung der Arbeiten von Pincus²¹ und Fullenbaum⁶¹ führten die Rechnungen zu folgenden Ergebnissen: Es existieren Lösungen für gebundene Zustände in der Lücke des Supraleiters. Die Bindungsenergie dieser Zustände ist umso größer, je kleiner die kinetische Energie der Bewegung senkrecht zur Oberfläche ist; sie wird durch den Parameter a angegeben. Maximale Bindungsenergie haben diejenigen Quasiteilchen, die sich mit Fermigeschwindigkeit - entsprechend dem Wert a = 0 - antiparallel zum Abschirmstrom bewegen. Mit wachsenden a-Werten nimmt die Bindungsenergie ab und liegt nur noch geringfügig unterhalb der "gap"-Kante. Für Werte von a > a existieren keine Zustände mehr in der Lücke. Aus dem Impulsvektor-Dreieck an der Oberfläche des Supraleiters ergibt sich der Grenzwinkel, unter dem Elektronen zur Oberfläche einfallen dürfen, um noch zu gebundenen Zuständen im "gap" zu führen. Es gilt

$$\phi_{max} \cong (a_{max}/E_F)^{1/2}$$

(a_{max})^{1/2} ist proportional zum maximalen transversalen Impuls. Wie aus Abbildung 1 zu entnehmen ist, sind die Zustände umso fester gebunden je tiefer das Potential ist. Die Bindungsenergie für den tiefsten Zustand ist nur angenähert durch die Beziehung

$\varepsilon_{H} \cong V_{0} = \mu_{0} \lambda e v_{F} H_{0}$

gegeben. Abweichungen von der linearen Abhängigkeit vom Magnetfeld treten bei höheren a-Werten auf.



Abbildung 1:

Die Energie $\varepsilon_{_{\mathbf{H}}}$ der gebundenen Zustände in der Lücke des Supraleiters als Funktion des vom äußeren Feld abhängigen Potentials für a = 0. Die beiden dikker ausgezeichneten Kurven geben den Grundzustand und einen angeregten Zustand an (aus ref. 61).

(35)

(34)

Für kleine Werte von a gibt es - wie in Abbildung 1 dargestellt mehrere gebundene Zustände. Bisher wurde experimentell ⁴⁴,⁴⁵ jedoch nur ein Zustand gefunden. Halbritter⁴⁸ führt dies auf das "Unterschwingen" des Magnetfeldes in reinen Supraleitern zurück. Durch die Vorzeichenumkehr des Magnetfeldes wird das Potential (33) abstoßend und die Ladungsträger werden von der Oberfläche weg ins Material gestreut.

In Abbildung 2 ist das gestörte BCS-Spektrum dargestellt.



Abbildung 2: Zustandsdichte eines Supraleiters mit "Magnetfeld induzierten Oberflächenzuständen" (aus ref. 48)

Ein anschaulicheres Bild der "Magnetfeld induzierten Oberflächenzustände" im Supraleiter wurde von Koch und Kuo⁴⁵ auf der Basis der von Nee und Prange⁴³ für den Fall des Normalleiters behandelten Zustände gegeben und enthält daher nicht die Quasiteilchen-Dynamik. Betrachtet man die Bewegung von Elektronen in einem Metall, parallel zu dessen Oberfläche ein statisches Magnetfeld gerichtet ist, so ergeben sich bei genügend großer mittlerer freier Weglänge klassische Zyklotronbahnen. Liegt der Mittelpunkt dieser Bahnen außerhalb des Materials, so kollidieren die Teilchen bei ihrer Bewegung mit der Oberfläche und werden, da diese für die Elektronen eine undurchdringbare Potentialbarriere darstellt, ins Material zurückgestreut. Die Art der Streuung hängt nun aber entscheidend davon ab, an welchem Punkt der Bahn die Teilchen mit der Oberfläche kollidieren.

An Punkten der Bahn, an denen die Komponente der Bewegung parallel zur Oberfläche klein ist, bewegen sich die Elektronen annähernd mit Fermi-Geschwindigkeit. Die zugehörige Wellenlänge $\lambda_F \cong 10^{-7}$ cm ist in der Größe der Rauhigkeit der Oberfläche, so daß die Elektronen vorwiegend diffus gestreut werden.

Für Elektronen, die sich auf ihrer Bahn bei der Kollision mit der Oberfläche dagegen in der Nähe der Wendepunkte der harmonischen Bewegung senkrecht zur Oberfläche befinden, ist der Impuls senkrecht zur Oberfläche sehr klein und die zugehörige Wellenlänge daher sehr groß. Diese Gruppe von Elektronen fällt unter einem kleinen Winkel zur Oberfläche ein und wird mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit spiegelnd reflektiert. Wenn das passiert, dann durchläuft das Elektron wieder den kleinen Teil seiner Bahn bis zur nächsten Kollision mit der Oberfläche. Auf diese Weise bewegt sich das Teilchen auf sogenannten "skipping orbits" (Abbildung 3) mit annähernd Fermi-Geschwindigkeit entlang der Oberfläche.

Quantenmechanische Rechnungen von Nee und Prange haben ergeben, daß die klassischen "skipping orbits" gequantelten Zuständen entsprechen, die an die Oberfläche des Metalls gebunden sind. Auf den Supraleiter übertragen stellt dann der niedrigste gebundene Zustand in der Lücke eine Gruppe von Elektronen dar, die sich auf "skipping orbits" im Bereich der Eindringtiefe entlang der Oberfläche des Supraleiters bewegen.



Abbildung 3: "Skipping orbits" (aus ref. 44)

In diesem Bild ist dann auch der Grenzwert a für das Auftreten gebundener Zustände mit E < Δ einfach zu verstehen: er bestimmt den Grenzwinkel, unter dem Elektronen auf die Oberfläche einfallen können, um durch das exponentiell ins Material abfallende Magnetfeld noch an die Oberfläche gebunden zu werden, d. h. sich auf "skipping orbits" zu bewegen. Das Modell der "skipping orbits" zeigt, daß die Teilchen mehrfach mit dem Magnetfeld wechselwirken. Diese Zustände sind daher nicht durch die niedrige Näherung der Störungsrechnung (Gleichung 29) erfaßt.

3. EXPERIMENTELLER TEIL

3.1 Versuchsaufbau

3.1.1 Aufbau des Resonators

Die Messungen wurden in zylindrischen Resonatoren, die aus elektronenstrahl-geschmolzenem Niob hoher Reinheit (> 99.8%) gefertigt wurden, durchgeführt. Zur Herstellung wurde Material verschiedener Lieferanten verwendet, das sich weniger in der Reinheit - typische Analysen enthielten als maximale Verunreinigungen 300 - 500 ppm Tantal und 150 ppm Sauerstoff - als vielmehr durch die Korngröße unterschied. Zwei Resonatoren, im folgenden mit K1 und K2 bezeichnet, wurden aus grob-kristallinem Niob (Korngröße bis zu einigen cm²) der Firma Kawecki-Berylco gefertigt; ein Resonator aus feinkristallinem Niob -Korngröße mm² - der Firma Wah Chang Corp. erhielt die Bezeichnung W1.

Da Niob bei diesen Reinheiten ein sehr weiches Material ist, das bereits bei Temperaturen um 150° C Sauerstoff gettert und versprödet, mußte besondere Sorgfalt bei der mechanischen Bearbeitung aufgebracht werden, um einerseits die Verunreinigung der Oberfläche und andererseits deren Rauhigkeit und die Tiefe des zerstörten Kristallgefüges ("damage"-Schicht) möglichst klein zu halten.

Drehversuche ergaben, daß insbesondere die Oberflächenrauhigkeit sehr von den Drehparametern wie Schnittgeschwindigkeit, Vorschub, Spantiefe, den Schnittwinkeln am Drehstahl, dem Stahlmaterial und dem Schmiermittel abhängt. Unter den folgenden Drehbedingungen für das Feindrehen der Resonatoren wurden die geringsten Oberflächenrauhigkeiten von maximal 2 µm erzielt:

> Schnittgeschwindigkeit: 25 m/min Vorschub: 0.05 mm/U Spantiefe: 0.05 mm Stahl: Hartmetall K 10 Schmiermittel: Trichloräthylen in Form eines kontinuierlichen aufgesprühten Films

Der Resonator, der in Transmission betrieben wird, besteht aus 2 in ihren inneren Abmessungen elektrisch identischen Halbzylindern (Abbildung 7). Diese werden mit Hilfe einer Indium-Dichtung und Spannklammern zusammengeflanscht. Für den TM_{011} -Mode, der für die gewählten Abmessungen von D = L = 105.6 mm (D = Durchmesser, L = Länge des Resonators) bei 2.6 GHz seine Resonanzfrequenz besitzt, ist die Flanschebene Symmetrieebene, über die keine Ströme fließen. Daher sollte im Idealfall vollkommener mechanischer Symmetrie der "joint" keinen Beitrag zu den Verlusten im Resonator liefern. Wie in der folgenden Tabelle 1 angegeben, können in diesem Resonator zwischen 2 GHz und 4 GHz – die Messungen wurden in diesem Frequenzband durchgeführt – eine Reihe von Moden angeregt werden, bei denen Ströme senkrecht zur Flanschebene fließen. Wegen des ungenügenden elektrischen Kontaktes, der allein durch das Aufeinanderpressen der beiden Halbzylinder am "joint" hergestellt wird, treten in diesen Moden Zusatzverluste auf. Bei zwei Resonatoren, K1 und K2, wurden daher die Resonatorhälften nach dem Abdrehen der Flansche und Vorbereitung der Schweißnaht⁶³ bei der Firma Siemens, Erlangen, mit Hilfe von Elektronenstrahlen in der Flanschebene von außen spritzerfrei durchund zusammengeschweißt.

Mode	Frequenz [GHz]	G [Ohm]	I _z (L/2)	H _{max} VoPabs	H _{max} [G] E _{max} [MV/m]
TMOIO	2.17	302	+	5×10^{-3}	19.4
TE111	2.19	322	975	8.05×10^{-3}	46.8
TMoil	2.61	273	- · .	6.45×10^{-3}	23.2
TM ₁₁₀	3.47	482	+	4.39×10^{-3}	28.7
TM 0 1 2	3.62	373	+	5.5 x 10^{-3}	31.8
TEDII	3.73	780	-	4.45×10^{-3}	
TM ₁₁₁	3.74	390		8.5×10^{-3}	31.0

Tabelle 1: Zusammenstellung der gemessenen Moden. $I_z(L/2)$ ist der senkrecht über die Flanschebene fließende Strom.

An einer der beiden Resonatorhälften, dem "Koppelteil", befinden sich 2 Koppellöcher von 5 mm Durchmesser zur Ein- und Auskopplung der Felder im Resonator. In den beiden an der Stirnebene des Koppelteils befindlichen Koppelkaminen (\emptyset = 25 mm, Höhe 95 mm) bildet sich ein "cut-off" Mode aus, an den mit Hilfe koaxialer Stifte angekoppelt werden kann⁶⁴. Da die Koppellöcher exzentrisch zur Achse der Koppelkamine angebracht sind, geschieht die Ankopplung des Koaxialmodes der Leitung an die Felder im Resonator über die Magnetfeldkomponenten; im Gegensatz dazu koppeln bei zentrischen Löchern die elektrischen Felder miteinander. Die exzentrische Anordnung der Löcher, die in der (r, ϕ)-Ebene um 45° gegenüber der Achsenebene versetzt sind, ermöglicht es, alle in Tabelle 1 aufgeführten Moden mit Stiften anzukoppeln.

3.1.2 Kryotechnischer Aufbau

Der Meßaufbau ist schematisch in Abbildung 4 dargestellt.



Abbildung 4: Aufbau des Kryostaten

Der Resonator hängt an 2 Edelstahlrohren, in denen die in Abschnitt 3.1.3 zu beschreibenden beweglichen Koaxialleitungen verlaufen, im Helium-Bad. Er wird mit Hilfe von 2 Ionengetter-Pumpen (Sauggeschwindigkeit 11 l/sec, Firma Ultek) über die Koppellöcher evakuiert. Zur Vermeidung von Leitwertverlusten infolge langer Pumpwege ist eine der Pumpen in unmittelbarer Nähe des Resonators im Edelstahl-Helium-Dewar angebracht und erzeugt im Resonator nach ca. 12 Stunden Pumpzeit ein Vakuum von etwa 10⁻⁷ Torr. Bei Helium-Temperatur ist das Vakuum der Pumpe < 10⁻⁸ Torr⁶⁵. Das Streufeld des Pumpen-Magneten ist mittels einer Kryoperm-Abschirmung (Firma Vakuumschmelze) am Ort des Resonators auf < 10 m0e abgeschirmt.

Die zweite Ionenpumpe ist am oberen Ende der Edelstahlrohre angeflanscht und soll durch das Evakuieren der "warmen" Teile des Aufbaues ein Ausfrieren von Restgasen im Resonatorbereich verhindern. Auch hier liegt das Vakuum bei < 5 x 10^{-7} Torr.

Der doppelwandige, evakuierbare Helium-Dewar sitzt in einem ebenfalls aus Edelstahl gefertigten Flüssig-Stickstoff-Dewar. Die Kryostatverluste betragen etwa 1 l Helium/ Stunde.

Die zentrale Absaugleitung des Instituts ermöglicht es, durch Erniedrigung des Dampfdruckes über dem Helium-Bad den Resonator auf etwa 1.2 K abzukühlen. Mit einem elektro-pneumatischen Regelventil (Firma Eckart) kann im Helium II Bereich jeder beliebige Temperaturwert auf 0.05 K genau eingestellt werden.

Die Temperatur wurde mit geeichten Kohle- (Firma Allen-Bradley) oder Germaniumwiderständen (Firma Scientific Instruments) bestimmt.

3.1.3 Hochfrequenz-Meßaufbau

Bei Güten > 10^{10} , wie sie bei unseren Experimenten erreicht wurden, beträgt bei S-Band-Frequenzen die Bandbreite der Reso**n**anzkurven nur noch Brucht**e**ile von Hertz. Das verlangt für den Generator eine Frequenzstabilität < 10^{-10} für die Dauer des Einschwingens des Resonators.

Da der vorhandene Klystron-Sender (SMBI der Firma Rohde & Schwarz) bei Stabilisierung mit einem Schwingquarz nur eine Frequenzstabilität von 2 x 10⁻⁹ erreicht, wurde es notwendig, Sender- und Resonatorfrequenz mittels eines Regelsystems aufeinander abzustimmen. Die Rolle des frequenzbestimmenden Gliedes wurde vom Resonator übernommen; damit wurde das Regelsystem unabhängig von Frequenzschwankungen des Resonators, die durch Druckschwankungen des Heliums, durch Erwärmung und Strahlungsdruck-Effekte⁶⁶ verursacht werden konnten. In Abbildung 5 ist die Meßanordnung dargestellt. Das Signal des zu stabilisierenden Senders kann auf der Eingangsseite des Resonators mit Rechteck-Impulsen in einem Pin-Modulator moduliert werden. Von dort gelangt es als laufende Welle über einen Wanderfeldröhrenverstärker (TWT) an den Resonatoreingang. Die Einkopplung der Hochfre-



Abbildung 5: Hochfrequenz-Meßaufbau. Der gestrichelt eingerahmte Bereich stellt das Regelsystem dar.

Den elektrischen Übergang zwischen der Leitung und dem Kamin stellen Kontaktfedern am unteren Ende des Außenleiters der Leitung her, die, da die Leitung in ihrer Gesamtheit beweglich ist, bei Variation der Ankopplung (siehe Gleichung (19)) im Koppelkamin gleiten.

Das mit einer identischen Leitung aus dem Resonator ausgekoppelte Signal wird in einem zweiten TWT verstärkt und nach Gleichrichtung mit einer Diode auf einem Speicheroszillographen beobachtet.

Gleichzeitig wird in der "Regelung" ein Phasenvergleich zwischen dem vorlaufenden und dem durchgekoppelten Signal vorgenommen. Das Differenzsignal dient zum Nachstimmen des Klystron-Resonators des Meßsenders. Im einzelnen ist das Regelsystem folgendermaßen aufgebaut:

Wichtigster Bestandteil ist eine Phasenbrücke (Synchriminator FDS 30, Firma Schomandl), die im wesentlichen 2 auf 30 MHz abgestimmte Verstärkerkanäle und einen Phasenmesser enthält. Der eine Verstärkerkanal dient als Referenzkanal und wird mit der Mischfrequenz aus dem Resonatorsignal (f_R) und dem Signal eines quarzstabilen Senders (XUC, Firma Rohde & Schwarz) (f_X) angesteuert. In den anderen Kanal wird die Mischfrequenz aus dem vorlaufenden Signal (f_S) und f_X , $|f_S - nf_X| = 30$ MHz, eingespeist.

Sobald das Signal des Referenzkanals mit Hilfe des im Resonatorzweig befindlichen Phasenschiebers in den Fangbereich des Synchriminators (± 2 MHz) gebracht worden ist, werden die beiden Signale in der Phasenbrücke verglichen und eine der Differenzfrequenz proportionale Regelspannung U_{corr} wird der Spannung an den frequenzbestimmenden Elektroden des Klystrons überlagert. Die Korrekturspannung bewirkt ein Nachziehen der Generator- auf die Resonatorfrequenz.

Die Modulation der Eingangsleistung mittels der Pin-Diode ermöglicht es, die Güte des Resonators nach der "Dekrementmethode" ⁶⁷ zu bestimmen.

3.2 Versuchsdurchführung

3.2.1 Präparation der Resonatoren

Nach der mechanischen Fertigstellung wurden die Resonatoren nach einem von der Firma Siemens entwickelten Verfahren elektropoliert¹⁶. Das Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß in einer Lösung aus 85 Teilen 98%iger Schwefelsäure und 10 Teilen 40%iger Flußsäure bei einer konstanten Spannung von etwa 10 V gedämpfte Schwingungen des Elektrolytstromes auftreten, die zu einer starken Politur der Oberfläche mit einer einebnenden, aber nicht ätzenden Wirkung führen, wenn der Strom nach Abklingen der Schwingung abgeschaltet wird. Eine Wiederholung der Schwingung ist möglich, wenn die sich an der Oberfläche des als Anode geschalteten Niobs angereicherten Oxyde in der Flußsäurekomponente des Polierbades aufgelöst haben.

Jede Resonatorhälfte wurde in der in Abbildung ⁶ dargestellten Anordnung poliert.



Abbildung 6: Anordnung beim Elektropolieren der Resonatorhälften. Die Stromzuführungen zur Anode und die Kathode sind aus Reinstaluminium hergestellt.

Auf Grund des großen Spannungsabfalles an der Anode mußte die Kathodengeometrie nur grob der Resonatorgeometrie angepaßt werden.

Die Schwingungen waren in dieser Anordnung nur schwach gedämpft und dauerten mitunter sehr lange an (t > 10 min). Es erwies sich in Bezug auf die Polierwirkung als günstig, die Oszillationen nach spätestens 5 min abzubrechen. Der sich auf dem Resonatorboden absetzende Oxydbelag wurde durch Bewegen des Werkstückes und Umrühren des Bades jeweils zwischen 2 Schwingungen beschleunigt entfernt.

Bei der Politur zeigte sich auch, daß sich grob-kristallines Niob (K 1, K 2) besser zur Elektropolitur nach diesem Verfahren eignete als fein-kristallines Niob (W1). Nach Abtragen von ca. 100 µm wiesen die Resonatoren eine mehr oder weniger stark spiegelnde Oberfläche auf. Sorgfältiges Spülen in destilliertem Wasser und Methanol beendete den Poliervorgang.

Bei dem Elektropoliervorgang werden an der Kathode große Mengen von Wasserstoff frei, die den Elektrolyten stark verwirbeln. Bei einem geringen Anstand zwischen Anode und Kathode kann diese Verwirbelung bis zur Anode reichen und ein Teil des Wasserstoffes wird von der Anode aufgenommen. Eine Entgasung des Wasserstoffes bei ca. 1000[°] C kann unter Umständen erforderlich werden, wenn die Resonatorteile zu viel Wasserstoff aufgenommen haben.

Unmittelbar vor jeder Messung wurde die Resonatoroberfläche mit einer oder einer Kombination der folgenden Methoden behandelt.

a.) Anodisieren

Der jeweils zu behandelnde Resonator wurde mit dem Elektrolyten - 0.1 n Schwefelsäure oder Ammoniak-Lösung (12.5%ig oder 25%ig)^{68,17} gefüllt und mit Hilfe einer durch die Koppellöcher eingeführten Kathode oxydiert. Es bildet sich dabei eine Schicht von amorphem Nb₂O₅, deren Dicke durch die angelegte Spannung (1 V = 20 Å) gegeben ist⁶⁹.

Bis zur Erreichung der Endspannung wurde bei konstanter Stromdichte, die je nach Versuch zwischen 0.5 mA/cm² und 2.5 mA/cm² variiert wurde, anodisiert; dann fiel der Strom auf Grund der wachsenden Schichtdicke in 20 min auf etwa 1/10tel seines Anfangswertes ab.

Abbildung 7 zeigt einen Resonator mit zwei verschiedenen Oxydschichtdicken, die sich durch verschiedene Interferenzfarben voneinander unterscheiden (Abb. 7a: tiefblau: Abb. 7b: grün) Bei Kenntnis der Dielektrizitätskonstanten für optische Frequenzen kann die Schichtdicke über die Interferenzfarben bestimmt werden.

Bei hohen Stromdichten (> 2 mA/cm²) bildeten sich unter Umständen an der Anode Flecken aus "grauem" (kristallinem) Oxyd, die, wie die nachfolgenden Messungen zeigten, die Eigenschaften des Niobresonators ungünstig beeinflußten. Das "graue" Oxyd haftet sehr hartnäckig an der Oberfläche und läßt sich nur schwer durch Elektropolieren oder chemisches Polieren entfernen. Bei einem dickeren Belag ist nur mechanisches Abtragen erfolgreich. Den negativen Einfluß des kristallinen Oxyds auf die Supraleitungseigenschaften kann man auf seine höhere Leitfähigkeit und das unregelmäßige Wachstum zurückführen²⁰.



Abbildung 7a: 🛆

Anodisierte Resonatoroberfläche. Angelegte Spannung: 20 V Stromdichte: 0.5 mA/cm² Schichtdicke: ca. 400 Å Abbildung 7b: Anodisierte Resonatoroberfläche. Spannung: 95 V Stromdichte: 0.5 mA/cm² Schichtdicke: ca. 1900 Å



b.) Chemisches Polieren

Es erwies sich als notwendig, insbesondere bei den geschweißten Resonatoren K1 und K2 - vor dem Schweißen waren die Teile elektropoliert worden - die durch das relativ schlechte Vakuum (p \gtrless 10⁻⁴Torr) in der Schweißkammer hervorgerufene Oberflächenverunreinigung zu entfernen. Da bei diesen Resonatoren eine Elektropolitur durch die Koppellöcher als einziger zugänglicher Stelle wegen des großen Wasserstoffanfalles nicht möglich war, wurden die Resonatoren chemisch behandelt.

Die Polierlösung aus 60 Teilen 65%iger Salpetersäure und 40 Teilen

40%iger Flußsäure wurde vor dem Einfüllen in den vorgekühlten Resonator auf ca. -15° C abgekühlt, um die Reaktionsgeschwindigkeit herabzusetzen und eine kontrollierte Ätzung zu gewährleisten. Die Abtragrate war unter diesen Bedingungen < 5 µm/min.

Es zeigte sich, daß es von Vorteil war, wenn vor jeder neuen Oberflächenpräparation nicht nur die Oxydschicht der vorherigen Messung mit Flußsäure abgelöst wurde, sondern wenn die Oberfläche durch chemisches Abtragen von 2 - 5 μ m gereinigt wurde. Dies konnte auch durch mehrmaliges Anodisieren und Wiederablösen der Oxydschicht vor der endgültigen Präparation geschehen⁷⁰.

Nach der Präparation wurde der Resonator gründlich mit destilliertem Wasser und danach mit Methanol gespült, bevor er noch <u>naß</u> vom Spülen mit CH₄OH an den evakuierten bzw. mit trockenem Stickstoff gespülten Meßaufbau angeflanscht und gepumpt wurde. Als Vorpumpe wurde dabei eine Turbomolekular-Pumpe (Firma Pfeiffer) mit 250 l/sec Sauggeschwindigkeit benutzt, die nach Erreichen des Startvakuums für die Ionenpumpen von 10⁻⁴ Torr nach etwa 5 min vom Aufbau entkoppelt wurde.

3.2.2 Meßgrößen und Auswertemethoden

Wie in Abschnitt 2 diskutiert kann man aus der Messung der Abklingzeit der im Resonator gespeicherten Energie nach Abschalten des Generators den Oberflächenwiderstand des Resonator-Materials bestimmen. Die Meßmethode setzt nach Gleichung (13) voraus, daß die Güte bzw. der Oberflächenwiderstand konstant, d. h. unabhängig von der Feldstärke ist.

Unsere Messungen ergaben dagegen eine starke Abhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von der Hochfrequenz-Feldstärke. Die Gütebestimmung erfolgte in diesem Falle unter Ausnutzung der Gleichung (21), die bei Resonanz die Beziehung

$$P_{rad} = \frac{\omega W}{Q_{rad}} = \frac{4P_0/Q_{rad}^2}{Q_1^2}$$
(36)

ergibt. Mißt man bei fester Koppelstiftstellung (Q_{rad} = konst.) die abgestrahlte Leistung bei 2 verschiedenen Eingangsleistungen P₀, so folgt aus (36)

/ Poi/Poz · Prad2/Prad1 $\frac{Q_{L_1}}{Q_{L_2}}$

- 30 -

Die "Eich"-Güte Q_{L1} bestimmt man nach der Dekrementmethode, indem man entweder die Abklingzeit τ in einem Feldstärkebereich mißt, in dem Q unabhängig vom Feld ist oder man bestimmt τ aus der Steigung der Abklingkurve in einem beliebigen Punkt. Aus der zusätzlichen Messung des Koppelfaktors nach (22) oder (23) kann man nach (17) die Güte QJ, die noch die Koppelverluste enthält, berechnen. Zur exakten Bestimmung der Absorption des Niob müssen diese Koppelverluste bekannt sein.

(37)

Die Koppelverluste wurden aus der Messung der Abhängigkeit der belasteten Güte Q_L und der Koppelgüte Q_{rad} von der Koppelstiftstellung nach dem in ⁵⁵ beschriebenen Verfahren bestimmt. Ein Beispiel ist in Abbildung 8 für den TE₀₁₁-Mode gegeben.



Abbildung 8: Bestimmung der Koppelverluste aus der Abhängigkeit der belasteten Güte Q_L und der Koppelgüte Q_{rad} von der Koppelstiftstellung

Die Differenz der Ordinatenabschnitte bei z = o ergibt die Koppelverluste in der Ebene des Koppelloches, die – entsprechend dem "cut-off"-Mode im Koppelkamin – exponentiell abfallen. Dieser Abfall stimmt auf 10% mit dem theoretischen Abfall für den TM₀₁-cutoff-Mode überein, der an den TEM-Mode der Koaxialleitung **a**nkoppelt. Von den nach (17) berechneten Q⁺₀-Werten werden die experimentell

bestimmten Koppelverluste subtrahiert und der Oberflächenwiderstand nach (14) berechnet.

Bei den Messungen zeigt sich, daß die genaue Bestimmung des Koppelfaktors problematisch ist; es ergaben sich unterschiedliche Werte je nachdem, ob der Koppelfaktor nach Gleichung (22) aus dem vorlaufenden und dem abgestrahlten Signal oder nach (23) aus dem vorlaufenden und reflektierten Signal bestimmt wurde. Ursache für die mitunter erheblichen Abweichungen sind Reflexionen zwischen Meßstelle (Richtkoppler) und Resonator, die insbesondere an Hochfrequenzstekkern und im Bereich der Schleifkontakte im Koppelkamin zu suchen sein werden.

Immerhin ergab die Auswertung, daß bei $\beta = 1/3$ - bei diesem Wert ist die abgestrahlte Leistung P_{rad} gleich der reflektierten Leistung P_{refl} - sowohl die Abweichung vom theoretischen Wert als auch der Werte untereinander minimal in der Größe von etwa 5% war. Daher wurde bei der Auswertung der β/Q_0 = konst. = Y - Wert für β = 1/3 als Eichwert genommen und alle anderen β -Werte über die Beziehung

$$\beta = \frac{Y \cdot Q_L}{1 - Y \cdot Q_L}$$
(38)

darauf bezogen. Auf der Auskoppelseite war der Koppelstift immer so weit aus dem Kamin gezogen, daß dieser β -Wert vernachlässigbar war.

Als weitere Größe wurde bei den Messungen die maximale Feldstärke im Resonator nach Gleichung (16) bestimmt. Einsetzen von (17), (18) und (21) in (16) ergibt

$$H = k \cdot \sqrt{Q_{L}^{4\beta}/(1+\beta)} \cdot P_{0}$$
(39)

Andererseits läßt sich Gleichung (16) unter Verwendung der Beziehung (18) in die Form

$$H = k \cdot \sqrt{Q_{rad} \cdot P_{rad}}$$

bringen.

Für feste Stellung des Auskoppelstiftes - dieser dient als Meßsonde für die Feldstärkemessung - ist Q_{rad} = konst. und man erhält für 2 verschiedene durchgekoppelte Amplituden P_{rad} das Verhältnis der Feldstärken

$$H_2/H_1 = \sqrt{P_{rad_2}/P_{rad_1}}$$

H₁ wurde nach (39) auf der Eingangsseite des Resonators bestimmt und alle anderen Feldstärken wurden nach (41) über die Messung der gekoppelten Amplitude berechnet.

3.3 Versuchsergebnisse

Bei einer Vielzahl von Messungen, die an den geschweißten Resonatoren K1 und K2 und dem geflanschten Resonator W1 durchgeführt wurden, traten reproduzierbar ausgeprägte Abhängigkeiten des Oberflächenwiderstandes von der Hochfrequenz-Magnetfeldstärke in allen Moden auf, wenn die Resonatoren niedrige Restwiderstände und hinreichend glatte Oberflächen, was durch das Elektropolieren erreicht wurde, aufwiesen.

Diese Abhängigkeiten konnten zwar ihr Aussehen mit der Temperatur, der Frequenz, der Oberflächenbehandlung oder durch Elektronenbeschuß der Oberfläche ändern, traten aber dennoch in 2 typischen Erscheinungsformen auf, wie sie in Abbildung 9 und 10 als Funktion der Temperatur dargestellt sind.

Bei Erscheinungsform A steigt der Oberflächenwiderstand zunächst mit wachsender Hochfrequenz-Feldstärke an, erreicht je nach Mode zwischen 10 G und 30 G ein Maximum und fällt mit wachsender Feldstärke zu kleineren Werten hin ab. Der niedrigste, asymptotische Wert liegt in der Nähe der Zusammenbruchsfeldstärke H_{crit}, wenn nicht durch Elektronenströme (Feldemission) im Resonator zusätzliche Verluste auftreten. Diese Elektronenströme können unter Umständen die Stellen, an denen sie auf die Resonatorwand auftreffen, über die Sprungtemperatur erhitzen und einen Zusammenbruch der Felder im Resonator einleiten. Die Zusammenbruchsfeldstärke ist dann nicht mehr temperaturabhängig⁷².

- 32 -

(41)



Abbildung 9: Abhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von der Hochfrequenz-Feldstärke im TM₀₁₀-Mode. Der Resonator K2 wurde vor der Messung 4 Stunden im UHV-Ofen bei 1230[°] C ausgeheizt und anschließend 400 Å dick anodisiert.

Form B zeigt in dem gemessenen Feldstärkebereich eine stetige Abnahme des Oberflächenwiderstandes von kleinsten zu höheren Feldstärken. Der asymptotische Wert wird in der Nähe der Zusammenbruchsfeldstärke erreicht. Dieses Verhalten kann sich ebenfalls wie bei Form A in Moden mit senkrechten elektrischen Feldern auf der Oberfläche dahingehend ändern, daß bei höheren Feldstärken Feldemission-Elektronen zusätzliche Verluste machen können, die zu einem Wiederanstieg des Oberflächenwiderstandes führen.

Es soll noch darauf hingewiesen werden, daß unterhalb von 3 Gauß aus meßtechnisch bedingten Gründen nicht mehr gut gemessen werden kann. Es ist daher nicht auszuschließen, ob bei Erscheinungsform B nicht unterhalb von 3 Gauß eine "Resonanz" liegt.

2 10⁻⁷ R (T) Ohm 8 6 2.12 K 2.0K 4 1.8 K 2 1.2 K 10⁻⁸ 10⁰ 6 8 10² 8 10¹ 2 4 6 2 4 2 4 Hmax [Gauss]

Abbildung 10: R(H)-Abhängigkeit im TM010-Mode, gemessen im Resonator K2. Die Dicke des Nb20s betrug wieder 400 Å.

3.3.1 Einfluß der Oberflächenbehandlung

Wie bereits erwähnt, wurden die ausgeprägten Strukturen in R(H) bei Resonatoren mit niedrigen Oberflächen-Restwiderständen $\leq 10^{-7}$ Ohm und hinreichend glatten Oberflächen beobachtet. Wie stark sich die Abhängigkeit bei Variation der aufeinanderfolgenden Oberflächenbehandlung ändern kann, zeigt Abbildung 11a – 11e für den Fall des TE₀₁₁-Modes, gemessen mit dem Resonator W1 bei T = 1.2 K.

Bei der Messung 11a wurden von der Oberfläche nach der mechanischen Fertigstellung des Resonators ca. 100 µm elektrochemisch abgetragen. Anschließend wurde die Oberfläche 30 sec lang bei -20° C chemisch geätzt und nach sorgfältigem Spülen in destilliertem Wasser bei 20 V und einer Stromdichte von 0.5 mA/cm² in 12.5%iger Ammoniak-Lösung 20 min lang anodisiert.

Bei Messung 11b wurde die Kavität nach Ablösen der Oxydschicht in Flußsäure 3 Stunden lang bei 1850° C in einem UHV-Ofen (Firma Hetherington) bei p $\leq 10^{-8}$ Torr ausgeheizt. Die R(H)-Abhängigkeit wurde durch diesen Prozeß erheblich geändert, aber nachdem 30 µm von der Oberfläche elektrochemisch abgetragen waren, ergab sich eine zu 11a sehr ähnliche Abhängigkeit, die hier nicht dargestellt ist.

[^{w40} ₈-01] 20 20 20 R [10⁻⁸ Ohm] 2 L 0 H_{max} [Gauss] H_{max} [Gauss] b) a) [m40 8-0] 16 12 R [10⁻⁸ Ohm] 8 ⊾ 0 H_{max} [Gauss] H_{max} [Gauss] C) d) 10⁻⁷ R [10⁻⁸ 0hm] <u>لا 10-8</u> م 2 10⁻⁹ 10² 10⁰ 10¹ H_{max} [Gauss] H_{max} [Gauss] f) e)

Abbildung 11: R(H)-Abhängigkeit bei verschiedenen Oberflächenpräparationen wie im Text erläutert. Die Formen 11a - 11e wurden am Resonator W1, Form 11f an K2 gemessen. Alle Messungen wurden bei 1.2 K durchgeführt.

Anodisieren wie bei 11a mit einem nachfolgenden schnellen Anodisieren in 0.1n Schwefelsäure bei einer Stromdichte von 2.5 mA/cm² bis zu einer Spannung von 95 V lieferte die Kurve 11c. Bei der Messung 11d wurden wieder 30 μ m von der Oberfläche herunter elektropoliert und anschließend in 25%iger Ammoniaklösung bei I = 0.5 mA/cm² bis zu einer Schichtdicke von ca. 2000 Å (95 V) anodisiert.

Bei dieser Messung konnte die R(H)-Kurve nicht reversibel durchfahren werden; bei der Messung von hohen zu niedrigen Feldstärken trat vielmehr Erscheinungsform B mehr oder weniger ausgeprägt auf. In einer weiteren Messung 11e wurde das alte Oxyd entfernt, neu bei 95 V anodisiert und wieder entoxydiert. Die "Resonanz" des "nackten" Resoantors verbreiterte sich, das Maximum in R verschob sich zu einer höheren Feldstärke von etwa 35 Gauß und die "Peak"-Höhe wurde flacher.

Messung 11f zeigt noch deutlicher als Messung 11d, wie sich der Oberflächenwiderstand unter dem Einfluß von im Resonator auftretenden Elektronen ändern kann. Nach Aufwärmen auf Stickstoff-Temperatur und Wiederabkühlung konnte die untere Kurve dann reversibel durchfahren werden. Die starke Änderung der R(H)-Kurven zeigt, daß der für das Auftreten des "Peak" verantwortliche Mechanismus sehr empfindlich auf Änderungen der Metall-Oxyd-Grenzfläche reagiert.

Messungen mit dem Resonator K1, mit denen die Reproduzierbarkeit der Präparationsmethode – chemisches Ätzen mit dem kalten Säuregemisch und anschließendes Anodisieren bei verschiedenen Spannungen – getestet werden sollten, ergaben dreierlei:

- 1. Reproduzierbar hohe Güten > 10¹⁰ konnten erst erreicht werden, nachdem die Resonatoren nicht mehr wie vorher nach dem Spülen mit Methanol mit Stickstoff oder in einem evakuierbaren Exsikkator getrocknet wurden, sondern <u>naß</u> eingebaut wurden. Wir führen diese Verbesserung auf eine Reduzierung der Oberflächenverunreinigung, die im Falle des Abblasens durch Staubteilchen in der verwirbelten Luft sogar sichtbar erfogte, zurück. Gleichzeitig soll auf die unbedingte Notwendigkeit eines sauberen, ausgeheizten Kryostataufbaues hingewiesen werden, wenn der Resonator nicht – wie es bei unserem Aufbau der Fall ist – mit dielektrischen Fenstern vom Meßaufbau abgeschlossen ist.
- Qualitativ nahm die Stärke der R(H)-Abhängigkeit in dem Maße ab, wie die Oberfläche des Resonators durch eine Vielzahl von

Ätzungen aufgerauht wurde. Da gleichzeitig auch die erreich ten Restwiderstände sich vergrößerten, liegt der Schluß nahe, daß das Auftreten kleiner Restwiderstände und ausgeprägter Strukturen in R(H) über die Oberflächenbeschaffenheit miteinander verkoppelt sind.

 Bei Variation der Oxydschichtdicke zeigte sich die Tendenz, daß in TM-Moden dielektrische Verluste in der Oxydschicht die Güten bei größeren Nb205-Schichten (> 1000 Å) geringfügig herabsetzten.

Aus einer Messung an K2, bei der im TE_{011} -Mode eine Güte von 4 x 10^{11} und gleichzeitig im TM_{010} -Mode Q = 5 x 10^{10} bei 1.2 K und einer Oxyddicke von 400 Å gemessen wurde, kann man den Imaginärteil $\varepsilon'' = \varepsilon \cdot tg\delta$ der Dielektrizitätskonstante nach oben abschätzen.

 ε^{11} ist gegeben durch ⁷¹

$$\varepsilon'' = \frac{D}{4d} \frac{1}{Q_{diel}} \cdot \varepsilon^3$$
(42)

wobei D = 105.6 mm der Durchmesser des Resonators, d = 400 Å die Dicke der Oxydschicht und $1/Q_{diel} = 1/Q_{TM_{010}} - 1/Q_{TE_{011}}$ ist. Mit ε = 10 bei 3 GHz folgt aus (42)

 $tg\delta$ (Nb₂O₅) $\leq 10^{-4}$

(43)

3.3.2 Temperaturabhängigkeiten

Üblicherweise analysiert man die Meßergebnisse bei niedrigen Hochfrequenzfeldstärken in der Weise, daß man den gemessenen Oberflächenwiderstand in zwei Anteile aufspaltet: einen supraleitenden Anteil R_s(T, f), der unabhängig von der Feldstärke ist und gut durch die BCS-Theorie beschrieben wird, und einen temperaturunabhängigen, konstanten Restwiderstand R_{Rest} (f), der nur von der Frequenz abhängt, so daß die Beziehung (41) gilt³:

 $R(T, f) = R_{S}(T, f) + R_{Rest}(f)$

(44)

Wie z. B. aus Abbildung 12 zu entnehmen ist, ändert sich der Rest-

widerstand mit der Hochfrequenz-Feldstärke. Daneben wurden bei einigen Messungen auch Knicke in der R(T)-Abhängigkeit beobachtet, die darauf schließen lassen, daß neben dem supraleitenden Anteil ein weiterer Anteil mit einer anderen Temperaturabhängigkeit zum Oberflächenwiderstand beiträgt.



Abbildung 12:

Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes im TE₀₁₁-Mode bei etwa 10 Gauß. Die theoretische Kurve ist mit folgenden Parametern mit einem von Halbritter geschriebenen Rechenprogramm gerechnet³⁴: $T_c = 9.25 K^{73}$ $\Delta/kT_c = 1.85 7^3, 7^4$ $\lambda_L = 360 Å 7^3, 7^4$ l = 500 Å

Um die Definition des Restwiderstandes als konstanter Größe beizubehalten, haben wir zur Analyse der Meßwerte einen weiteren Anteil R_p (T, H, f), der für große Feldstärken verschwindet, zu Gleichung (44) hinzugefügt. R_p(T, H, f) beschreibt den "Peak" bzw. den Abfall der in Abbildung 9 und 10 dargestellten Kurven. Die Meßwerte lassen sich dann in folgender Form darstellen:

$$R (T, H, f) = R_{S} (T, f) + R_{Rest} (f) + R_{p} (T, H, f)$$
(45)
mit $R_{p} (T, H >> 10 G, f) \rightarrow 0$

Als Restwiderstand ist dabei der temperatur- und feldstärkeunabhängige Meßwert definiert.

Die Analyse der Meßkurvenaus Abbildung 9 und 10 nach Gleichung (45) wird im folgenden am Beispiel der Erscheinungsform A gegeben.



Zunächst ist in Abbildung 13 der Anteil R_p nach Abzug von ($R_S + R_{Rest}$) für den Bereich 0 \leq H \leq 120 Gauß aufgetragen.





Abbildung 14:

Temperaturabhängigkeit des Anteils R_p im Oberflächenwiderstand bei verschiedenen Hochfrequenz-Feldstärken. R_p ist proportional exp (- b (H)/kT). Der Exponent der Temperaturfunktion hängt - wie aus Abbildung 14 zu entnehmen ist - stark von der Feldstärke ab. Die Verhältnisse sind in Abbildung 15 dargestellt.



Abbildung 15: Temperaturabhängigkeit von R als Funktion der Hochfrequenz-Feldstärke.

Eine ähnliche Abhängigkeit erhält man nach Durchführung der gleichen Analyse für die Erscheinungsform B der R (H)-Abhängigkeit. Die exponentielle Temperaturabhängigkeit von R deutet daraufhin, daß die zusätzlichen Verluste, die R zur Folge haben, durch kondensierte Elektronen hervorgerufen werden, die eine schwächere, aber vom Feld abhängige supraleitende Wechselwirkung erfahren. Der Beitrag dieser Elektronen verschwindet für höhere Feldstärken umso schneller, je niedriger die Temperatur ist.

Der Einfluß dieser zusätzlichen Absorption ist qualitativ bei niedrigeren Frequenzen stärker als bei höheren Frequenzen, denn es wurde experimentell gefunden, daß die Temperaturabhängigkeit von R (T, H, f) im Bereich des "Peak" im TM₀₁₀-Mode schwächer ist als im TE₀₁₁-Mode.

3.3.3 Frequenzabhängigkeiten

Zur Untersuchung der Frequenzabhängigkeit von R_p wurden die R (H)-Kurven für die Mode-Familie TM_{01n} (n = 0, 1, 2) gemessen. Die einzelnen Moden haben gleiche Stromverteilung auf den Endplatten und unterscheiden sich nur durch die Verteilung der Wandströme auf dem Zylinder. Dabei gab es insofern experimentelle Schwierigkeiten, als bei gewissen Feldstärken "Multipactor"-Begrenzungen ⁷²,⁷⁵ auftraten, die zwar durch "Processing" ⁷²,⁷⁵ überwunden werden konnten, aber durch das Auftreten von Elektronen irreversible Änderungen des Oberflächenwiderstandes wie in Abbildung 11f hervorrufen konnten, die die Messungen verfälschten. Daher wurden die Meßpunkte erst aufgenommen, nachdem in allen Moden dieser Mode-Familie die Schwellen durch "Processing" beseitigt waren. Das Ergebnis einer Messung zeigt Abbildung 16 für den Fall der Form B.



Abbildung 16: R (T, H, f) als Funktion von H für die TM₀₁₀-Familie bei 1.2 K Oxydschichtdicke 400 Å

Nach Subtraktion der Anteile $R_S + R_{Rest}$ von den Meßwerten stellt sich R_p in der in Abbildung 17 gezeigten Form dar.



Abbildung 17: Der Anteil R_p als Funktion der Feldstärke für die TM₀₁n-Mode-Familie

Abbildung 17 zeigt, daß R nur schwach von der Frequenz abhängt. Offensichtlich ist das Frequenzintervall 2.2 GHz \leq f \leq 3.6 GHz zu klein, um eine exakte Analyse zu ermöglichen.

Versucht man, die Frequenzabhängigkeit in Form eines Potenzgesetzes zu beschreiben, so ergibt sich für den Exponenten $\chi - R_p \sim \omega^{\chi} - im$ Feldstärkebereich, in dem R_p merklich von Null verschieden ist, ein Wert von $0 \leq \chi \leq 0.6$.

Für die Erscheinungsform A der R(H)-Kurven liegt keine Messung in Form von Abbildung 16, 17 vor. Bezüglich der Lage des "Peak" kann man sagen, daß eine Tendenz für eine Verschiebung der Resonanz zu kleineren Feldstärken mit sinkender Frequenz vorhanden zu sein scheint. Jedoch ist unsere Meßmethode zu ungenau, um hierüber exakte Aussagen machen zu können. In Abbildung 18 sind R_{S} und R_{Rest} als Funktion der Frequenz dargestellt. Der supraleitende Anteil ändert sich mit der Frequenz wie ω^{i} .^{7 ± 0.1} in guter Übereinstimmung mit Gleichung (27).

Aus Abbildung 16 kann man eine Aussage über die Frequenzabhängigkeit von R_{Rest} gewinnen. R_{Rest} kann sich jedoch auf Grund der bereits erwähnten Irreversibilitäten von Messung zu Messung ändern. Bei unseren Messungen wurden R_{Rest} $\sim \omega^{1.2-2.0}$ beobachtet, wobei anscheinend höhere Restwiderstände zu einer stärkeren Frequenzabhängigkeit führen.



Abbildung 18: Frequenzabhängigkeit der Anteile R_S und ^RRest

3.3.4 Abfall des Anteils R mit dem Magnetfeld

Aus Abbildung 13 ist zweierlei zu entnehmen:

Erstens wird der Anteil R_p mit steigender Temperatur kleiner; bei 4.2 K wurde er innerhalb der Meßgenauigkeit nicht mehr gefunden. Zweitens fällt R_p mit wachsender Temperatur schwächer mit dem Magnetfeld ab.

Aus Abbildung 13 ergibt sich, daß man den Abfall von R_p in Form eines Potenzgesetzes beschreiben kann; bei doppellogarithmischer Darstellung erhält man aus den Kurven von Abbildung 13 folgende Abhängigkeiten von R_{D} von der Hochfrequenz-Feldstärke:

$$R_{p}(1.4 \text{ K}) \sim H^{-1.7}$$
, $R_{p}(1.8 \text{ K}) \sim H^{-1.2}$ und $R_{p}(2.12 \text{ K}) \sim H^{-0.8}$

Die Exponenten von H geben dabei keine allgemeine Gesetzmäßigkeit an - sie können sich von Messung zu Messung ändern - zeigen aber dennoch die Tendenz.

Abbildung 17 zeigt darüber hinaus, daß R bei niedrigeren Frequenzen stärker mit dem Feld abfällt als bei höheren Frequenzen.

3.3.5 Fehlerabschätzung

Nach ⁸¹ setzt sich der mittlere Fehler m_f einer Größe f, die mit Meßgrößen x, y, z, ... durch die Beziehung

f = f(x, y, z, ...) (46)

verknüpft ist, aus den mittleren Fehlern m_x , m_y , m_z , der Einzelgrößen in folgender Weise zusammen:

$$m_{f} = \sqrt{\left(\frac{\delta f}{\delta x} m_{x}\right)^{2} + \left(\frac{\delta f}{\delta y} m_{y}\right)^{2} + \left(\frac{\delta f}{\delta z} m_{z}\right)^{2} + \dots}$$
(47)

Dieses Fehlerfortpflanzungsgesetz von Gauß setzt voraus, daß es sich bei den Einzelfehlern um relativ kleine Abänderungen der unabhängigen Variablen x, y, z, ... handelt und f(x, y, z, ...) in der Nähe der Werte x, y, z, ... durch den linearen Teil einer Taylor-Entwicklung angenähert werden kann.

Für den Fall, daß f in Form eines Potenzgesetzes von x, y, z, .. abhängt, also durch

$$f(x, y, z, ...) = c \cdot x^{i} y^{j} z^{k}$$
 (48)

gegeben ist, erhält man durch logarithmisches Differenzieren für den mittleren relativen Fehler

$$\frac{m_{f}}{f} = \sqrt{(j \frac{m_{X}}{x})^{2} + (j \frac{m_{y}}{y})^{2} + (k \frac{m_{Z}}{z})^{2} + \dots}$$
(49)

Im folgenden sollen die relativen Fehler im Oberflächenwiderstand R und in der Magnetfeldstärke H nach (49) abgeschätzt werden. a.) Fehler in der R-Messung Nach Gleichung (14), (17) und (37) ist

$$R = \frac{G}{Q_{0}} = \frac{G}{Q_{L}(1+\beta)} = \frac{G}{Q_{L_{1}}(1+\beta)(P_{01}/P_{02} \cdot P_{rad_{2}}/P_{rad_{1}})^{1/2}}$$
(50)

Daraus folgt mit (49) für den relativen Fehler von R:

$$\frac{\Delta R}{R} = \sqrt{\left(\frac{\Delta G}{G}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \omega_0}{\omega_0}\right)^2 + \dots + \frac{\beta}{1+\beta} \left(\frac{\Delta \beta}{\beta}\right)^2}$$
(51)

Da der Geometriefaktor von den geometrischen Abmessungen des Resonators abhängt, ändert er sich mit den chemischen Behandlungen Diese Änderungen übersteigen jedoch nicht 200 µm, so daß der relative Fehler im Geometrie-Faktor bei D = L \equiv 10 cm < 10⁻⁴ ist und vernachlässigt werden kann. Auch Toleranzen bei der mechanischen Herstellung des Resonators ergeben einen Fehler in G, der < 10⁻³ ist.

Die Frequenzmessung ist ebenfalls auf < 10^{-4} genau und dieser Fehler fällt nicht ins Gewicht.

Bei der Fehlerangabe für die Abklingzeit-Messung müssen die Eichfehler des Oszillographen und in den Bauteilen, insbesondere bei der Diode, neben den Ungenauigkeiten bei der Ablesung auf dem Oszillographenschirm berücksichtigt werden. Der Eichfehler des Oszillographen beträgt ca. 2 %, der Ablesefehler dürfte insbesondere bei hohen Güten 2 % nicht übersteigen. Unsicherheiten in der Diode können mit 1 % abgeschätzt werden, wenn sie im linearen Bereich ihrer Kennlinie betrieben wird. Der Gesamtfehler in τ beträgt dann etwa 5 %.

Die vorlaufende und die durchgekoppelte Leistung werden mit Hilfe eines Power-Meters bzw. einer damit geeichten Diode bestimmt. Nach Angabe der Lieferfirma (Hewlett-Packard) beträgt die Ungenauigkeit dieser Geräte \leq 1 %. Berücksichtigt man den Ablesefehler mit 1 %, so ergibt sich eine Ungenauigkeit in der Leistungsmessung von etwa 2 %.

Die größte Unsicherheit in der Bestimmung des Oberflächenwiderstandes tritt bei der β -Messung auf. Die Ursache dafür sind Reflexionen auf der Leitung zwischen Meßstelle und Resonatoreingang, die eine Stehwelle auf der Leitung hervorrufen und damit eine vom Phasenabstand Reflexionsstelle-Resonator abhängige Ankopplung⁵⁴. Wie bereits in Abschnitt 3.2.2 erwähnt, war der Fehler in der β -Bestimmung bei $\beta = 1/3$ minimal und betrug etwa 5 %. Für den Fehler der anderen β -Werte folgt dann nach Gleichung (38) unter Benutzung des Fehlerfortpflanzungsgesetzes (49) eine Unsicherheit von etwa 10 %.

Addiert man alle Fehler auf, so ergibt sich nach Einsetzen in Gleichung (51) der relative Fehler in der Bestimmung des Oberflächenwiderstandes zu

$$\Delta$$
 R/R < 10 %

b.) Fehler in der H-BestimmungUmformung von Gleichung (39) liefert

 $H = k \cdot \sqrt{\frac{G}{R}} P_0 \frac{4\beta}{(1+\beta)^2}$

Der relative Fehler ist dann nach (49)

$$\frac{\Delta H}{H} = \sqrt{\left(\frac{\Delta k}{k}\right)^2 + \dots + \left(\frac{2+3\beta}{1+\beta}\right)\left(\frac{\Delta\beta}{\beta}\right)^2}$$
(54)

Der Fehler in der Größe k ist ebenso wie der Fehler im Geometriefaktor vernachlässigbar, da er nur durch die Toleranzen bei der mechanischen Herstellung und durch Geometrieänderungen bei der chemischen Behandlung hervorgerufen wird.

Einsetzen der Einzelfehler in (54) liefert dann für den nach Gleichung (39) bestimmten Eichwert der Feldstärke den relativen Fehler zu

Δ H/H < 14 % (55)

Alle anderen Feldstärke-Werte wurden über die Beziehung (41) bestimmt. Die zusätzliche Messung der durchgekoppelten Leistungen beeinflußt den Fehler nicht erheblich. Eine Abschätzung nach oben ergibt als Fehler in der Feldstärkebestimmung

(56)

(52)

(53)

4. DISKUSSION DER MESSERGEBNISSE

Die Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes der anodisierten Oberflächen zeigt bei kleinen Feldern je nach Mode eine Abweichung von 5 - 10 % vom für Niob akzeptierten Wert $\Delta/kT_c = 1.85$ ⁷³. Da dieser Wert auch von uns bei einer Reihe von Messungen an nichtanodisierten Oberflächen gefunden wurde, bedeutet das, daß das elektrochemische Aufbringen der Oxydschicht zur Änderung der Eigenschaften des Niob geführt hat.

Es muß daher zunächst diskutiert werden, welche Vorgänge beim Anodisieren ablaufen.

Im Gegensatz zur normalen, chemischen Oxydation, die bevorzugt an Keimen, d. h. an Stellen mit starken, inneren Feldern nach dem von Cabrera und Mott⁷⁶ beschriebenen Mechanismus abläuft und der insbesondere bei Raumtemperatur zu einer inhomogenen Oxydation führt, wird beim Anodisieren die Reaktion von außen durch die angelegte Spannung kontrolliert. Das Aufwachsen der Oxydschicht läuft daher unabhängig von Keimen ab und führt so zu einer homogenen Schicht.

Während des Wachsens der Oxydschicht treten einerseits an der Phasengrenze Metall-Oxyd Metallionen in das Oxyd ein, andererseits gehen an der Grenze Oxyd-Elektrolyt Sauerstoffionen in das Oxyd über''. Erst bei elektrischen Feldern von 5 x 10⁸ V/m⁶⁹ fließen merkliche Ionenströme, die das stark gestörte – amorphe – Gitter des Nb₂O₅ aufbauen. Die Niobpentoxydschicht ist nicht stöchiometrisch zusammengesetzt, sondern enthält Sauerstoffleerstellen, deren Konzentration zum Metall hin zunimmt⁷⁸. Man erhält beim Anodisieren daher keine scha**rf**e Nb – Nb₂O₅ – Grenzschicht, sondern eine mit Sauerstoff verunreinigte Übergangszone.

Das Anodisieren hat noch den weiteren Effekt, daß die immer auf der Oberfläche vorhandenen "natürlichen",d. h. inhomogenen und undefinierten Oxyde einer mittleren Dicke von 60 Å ⁷⁹, ebenso wie Metallspitzen – diese auf Grund der von ihnen hervorgerufenen Feldüberhöhungen – in das amorphe Oxyd übergeführt werden. Die unregelmäßige, ursprüngliche Oberfläche wird ins Nb₂O₅ transformiert und eine glattere, reinere Nioboberfläche bildet die Grenze zum Niobpentoxyd ²⁰.

De Sorbo⁸⁰ untersuchte den Einfluß von interstitiell gelösten Verunreinigungen auf die Supraleitungseigenschaften von Niob. Unterhalb der Löslichkeitsgrenze hat interstitiell gelöster Sauerstoff den größten Effekt und erniedrigt die Übergangstemperatur um 0.93 K/ 1 at%. Damit wäre der niedrigere $\Delta/kT_{\rm C}$ -Wert bei anodisierten Resonatoren im Vergleich zu nichtanodisierten Resonatoren in befriedigender Weise erklärt. Für den bei manchen Messungen auftretenden Knick wäre nach Abbildung 15 der Anteil R_p (T, H, f) verantwortlich. Diese Unstetigkeit kann je nach Feldstärkeniveau bei höheren oder tieferen Temperaturen auftreten.

Der "Peak" im Oberflächenwiderstand bei einer Hochfrequenzfeldstärke von etwa 15 Gauß läßt sich am einfachsten mit dem in Abschnitt 2.5 beschriebenen Modell der "Magnetfeld induzierten Oberflächenzustände" erklären. Photonen der Energie ħw können Übergänge zwischen den Zuständen in der Lücke des Supraleiters und den Zuständen an der "Gap"-Kante machen, wenn die Photonenenergie gerade gleich der Bindungsenergie der Oberflächenzustände ist, also wenn gilt:

Die Übergänge bedeuten Absorption.

Für den Zustand mit der größten Bindungsenergie, der zu der Gruppe von Elektronen gehört, deren Impuls parallel zur Oberfläche gerichtet ist, ergibt sich nach Abbildung 1 die genäherte Beziehung

 $\varepsilon_{\rm H} = 0.7 \, V_{\rm o} + \Delta = 0.7 \, \mu_{\rm o} e \lambda v_{\rm F} H_{\rm o} + \Delta \tag{58}$

Mit $\lambda_{\rm Nb}$ = 400 Å ²², H₀ = 15 G und f = 3 GHz folgt daraus eine Fermi-Geschwindigkeit von v_F = 3.5 x 10⁷ cm/sec.

Vergleicht man diesen Wert mit demjenigen, den man aus der Kohärenzlänge $\xi_F = \xi_0 \pi/2 = 640$ Å ⁷³ erhält und für den sich über die Beziehung

$$\xi_0 = \frac{hv_F}{\pi\Delta}$$
(59)

der Wert $v_F = 3 \times 10^7$ cm/sec ergibt, so stellt man eine relativ gute Übereinstimmung der beiden Werte fest. Die Oberflächenzustände sind folglich auch eine Möglichkeit, Informationen über Fermi-Oberflächen zu bekommen.

(57)

Das Modell der "Magnetfeld induzierten Oberflächenzustände" liefert neben dem Grundzustand (Gleichung (58) für gleichen Einfallswinkel der Quasiteilchen zur Oberfläche weitere angeregte Zustände, deren Bindungsenergie sich nach Abbildung 1 zur "Gap"-Kante hin verschiebt und nicht mehr linear vom Magnetfeld abhängt.

Größere Einfallswinkel der Elektronen zur Oberfläche – entsprechend größeren Werten des Parameters a der Pincus'schen Theorie – führen ebenfalls zu Zuständen, die nahe an der "Gap"-Kante liegen. Da sich dabei aber nach dem Bild der "skipping orbits" die Elektronen zu einem geringen Teil ihrer Bahn im Bereich der Eindringtiefe aufhalten, sind sie weniger "effektiv" für die Resonanzabsorption und die Resonanz wird weniger ausgeprägt sein.

Eine Verschiebung der Resonanz zu niedrigeren Magnetfeldern kann auf folgende Weise erfolgen:

- a. Da die Eindringtiefe eine Funktion der mittleren freien Weglänge ist und mit kleinerem & zunimmt⁵⁸, würden zu Oberflächen mit größerer Verschmutzung nach Gleichung (58) kleinere "Resonanz-Feldstärken" gehören. Da sich der Verunreinigungsgrad der Oberflächenschicht von Präparation zu Präparation ändern kann, würde dieser Effekt qualitativ die Erscheinungsform B der R(H)-Abhängigkeit erklären.
- b. Wenn sich dem durch den pÅ-Term im Hamilton-Operator erzeugten Potential mit einer "effektiven" Topftiefe V_{eff} < V₀ ein weiteres Potential so überlagert, daß die Summe der beiden Potentiale gerade die ursprüngliche Potentialtopftiefe V₀ergeben, dann würde die Resonanzbedingung (57) mit einer kleineren Magnetfeldstärke erfüllt werden. Dieses "effektive" Potential würde dann qualitativ die Abbildung 11d verständlich machen. Bei dieser Messung konnte die R(H)-Kurve nicht reversibel durchfahren werden und es traten beide Erscheinungsformen der R(H)-Abhängigkeit auf, nachdem bei hohen Feldstärken im Resonator "Elektronenbegrenzungen" aufgetreten waren. Die Elektronenströme im Resonator können zu einer Aufladung der Oberfläche führen, die für die auftreffenden Quasiteilchen abstoßend wirkt und die Reflexion der Ladungsträger im Bereich der Oberfläche unterstützt.

Nach ⁷⁸ bilden die Sauerstoffleerstellen im Niobpentoxyd, die wie Sauerstoffionen 2fach negativ geladen sind, mit den sie umgebenden positiven Metallionen einen **ne**utralen Komplex, der unter Bildung beweglicher Elektronen dissoziieren kann. Diese Elektronen können, da die Leerstellenkonzentration zum Metall hin zunimmt, den Bereich der Nioboberfläche negativ gegenüber dem Oxyd aufladen. Für die Leitungselektronen bedeutet diese Aufladung ein abstoßendes Potential, das zu einem kleineren "effektiven" Potential für die "Magnetfeld induzierten Oberflächenzustände" führt.

Dieser Mechanismus würde verständlich machen, weshalb die Lage der "Resonanz" empfindlich von der Oberflächenpräparation abhängt und erklärt die Erscheinungsform B der R(H)-Kurven, wenn man annimmt, daß die "Resonanz" unterhalb von H = 3 G liegt. Dieser Feldstärkebereich konnte aus meßtechnischen Gründen nicht mehr erfaßt werden.

Eine Verschiebung der Resonanz von Messung zu Messung kann unter Umständen auch dadurch zu Stande kommen, daß nach einer Veränderung der Oberflächengeometrie bei der chemischen Behandlung der Resonatoren andere Bereiche einer stark anisotropen Fermi-Oberfläche abgetastet werden.

Die Diskussion der "Peak"-Lage beschränkt sich auf den Grundzustand für a = 0 und die Experimente können gut damit beschrieben werden. Diese Einschränkung beruht auf den Ergebnissen, die an Indium erzielt wurden. Maldonado und Koch^{#5} beobachteten nämlich nur Zustände, deren Bindungsenergie sich linear mit dem Feld änderte . Aus diesem Ergebnis kann man den Schluß ziehen, daß die Hochfrequenzabsorption vorzugsweise von den Elektronen gemacht wird, die sich parallel zur Oberfläche bewegen.

Neben der Lage des Maximums der Absorption kann sich die Form der Resonanz von Messung zu Messung ändern.

Der Abfall des Oberflächenwiderstandes bei H< H₀ und H > H₀ kommt dadurch zustande, daß in diesen Feldstärkebereichen die Resonanzbedingung (57) nicht mehr erfüllt ist und die Resonanzabsorption entsprechend der Verteilung der Zustände in der Lücke verschwindet.

In das Modell der Oberflächenzustände geht die Orientierung der Oberfläche zu den lokalen Feldern ein. Unsere Resonatoren bestehen aus einer Vielzahl von Kristallen, die unterschiedlich zu den Feldern orientiert sind. Daher **sc**heint es plausibel, daß sich die Form der Resonanz, also die Höhe und die Breite, von Resonator zu Resonator und von Mode zu Mode ändern kann. Außerdem werden im Gegensatz zu den Experimenten an Sn⁴⁴ und In⁴⁵ die Zustände in der Lücke des Supraleiters bei unseren Experimenten durch Wechselfelder erzeugt, deren Feldstärke von Null bis zu einem Maximalwert ansteigt. Diese Feldstärke-Variation führt zusätzlich zu einer Verbreiterung der "Resonanz".

Wie aus Abbildung 11zu entnehmen ist, geht der Zustand der Oberfläche sehr empfindlich in die Form und Lage des "Peaks" ein. Der Einfluß der Oberflächenrauhigkeit auf die Streuung der Ladungsträger an der Oberfläche wurde in ⁴⁵ ⁴⁶ untersucht. Da die "Resonanz" von einer sehr genau definierten Gruppe von Elektronen an einem einzigen Punkt der Fermi-Oberfläche erzeugt wird, gehen die Details der Streuung an der Oberfläche und die mittlere freie Weglänge in die Linienform ein⁴⁷. Eine Aufrauhung der Oberfläche ruft eine Zunahme der Anzahl der diffus an der Oberfläche gestreuten Elektronen hervor, die sich in einer Abnahme der "Peak"-Höhe äußert. Diese Tendenz wurde in unseren Experimenten beobachtet, wenn auch nicht wegen der experimentellen Schwierigkeiten genauer untersucht.

Eine weitere Beobachtung stimmt mit den Beobacht**u**ngen an Sn und In überein. Mit abnehmender Frequenz und Temperatur wird die Abnahme der R(H)-Kurven steiler. Diese Tatsache, die bisher nicht mit dem Modell der "Magnetfeld induzierten Oberflächenzuständen" diskutiert wurde, bewirkt, daß die Frequenzabhängigkeit des gemessenen Oberflächenwiderstandes nicht mehr über den gesamten Feldstärke-Bereich konstant ist, sondern sich mit der HF-Feldstärke ändert.

Während in den Experimenten an Sn und In die Oberflächenzustände nur in sehr reinen Materialien mit einer mittleren freien Weglänge $l > 10^6$ Å gefunden wurden, trat bei unseren Messungen die "Resonanz" bei $l \leq 1000$ Å in der Oberflächenschicht auf.Die Frage,weshalb trotz dieser Diskrepanz in den mittleren freien Weglängen die Oberflächenzustände in unseren Resonatoren beobachtet werden, bleibt offen.

Auffallend bei unseren Messungen ist, daß die starken Abhängigkeiten des Oberflächenwiderstandes von der Hochfrequenz-Magnetfeldstärke nur in Resonatoren mit glatten Oberflächen und niedrigen Restwiderständen auftraten. Diese Beobachtung legt den Schluß nahe, daß beide Phänomene über den Streumechanismus an der Oberfläche zusammenhängen.

Halbritter³ behandelte in einer 1971 veröffentlichten Arbeit den Zusammenhang zwischen Phononenerzeugung und Restwiderstand. Er kommt zu dem Ergebnis, daß ein temperaturunabhängiger, konstanter Restwiderstand nicht dadurch erklärt werden kann, daß das Hochfrequenz-Energie absorbierende Elektronensystem diese Energie an das Phononensystem abgibt. Dagegen kann ein elektrisches Feld, das Kräfte auf die positiven Ionen des Gitters ausübt, hauptsächlich bei realen, d. h. mikroskopisch zerklüfteten Oberflächen genügend Volumenphononen erzeugen, um die experimentellen Daten zu erklären. Diese Art der Phononenerzeugung nimmt in dem Maße ab, wie die Oberfläche ideal, d. h. glatt wird.

Messungen von Goldstein et al.⁹² haben gezeigt, daß bei dünnen Schichten die in HF-Feldern beschleunigten Elektronen ihre Energie überwiegend durch Oberflächenstreuung unter Erzeugung kohärenter transversaler Phononen an das Gitter abgeben. Die Streuung an der Oberfläche wird dabei paarbrechend angenommen und die Autoren vermuten, daß die Erzeugung transversaler Phononen ein wichtiger Verlustmechanismus in supraleitenden Resonatoren mit hohen Güten ist.

Ein direkter Hinweis für Paarbrechung an der Oberfläche liefern die von Naugle et al.⁸³ beobachteten Dickenabhängigkeiten der Übergangstemperatur von dünnen, amorphen Filmen. Diese Abhängigkeiten werden mit einem normalleitenden Film von etwa 2 Å Dicke auf der Oberfläche erklärt.

Schwidtal⁸⁴ fand experimentell, daß auf Grund von gasförmigen Verunreinigungen die Oberfläche von Niob-Filmen "gapless" ist. Paarbrechnung an Verunreinigungen mit inneren Freiheitsgraden wurde theoretisch von Ginzburg⁸⁵ behandelt.

Als Funktion der Frequenz kann der Restwiderstand, wenn er durch Phononenerzeugung verursacht wird, zwischen ω^0 und ω^2 variieren³. Für rauhere Oberflächen sollte er wie ω^2 verlaufen. Tatsächlich wurde in unseren Experimenten eine Zunahme des Exponenten bei höheren Restwiderständen beobachtet.

Da für das Auftreten der Oberflächenzustände gerade die Elektronen verantwortlich sind, die unter einem flachen Winkel zur Oberfläche einfallen und nach spiegelnder Reflexion im Bereich der Eindringtiefe verbleiben, kann man spekulieren, daß der niedrige Restwiderstand in unseren Resonatoren durch inelastische Oberflächenstreuung unter Erzeugung transversaler Phononen hervorgeruf**e**n wird. In Niob-Resonatoren, die durch Elektropolieren und Anodisieren eine spezielle Oberflächenbehandlung erfahren hatten, wurde im Frequenz-Bereich zwischen 2 GHz und 4 GHz eine ausgeprägte Abhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von der Hochfrequenz-Feldstärke beobachtet.

Die R(H)-Abhängigkeiten traten in 2 typischen Erscheinungsformen in Resonatoren mit kleinen Restwiderständen auf: als "Resonanz"-Absorption bei 10 - 30 Gauß und als eine mit steigender Feldstärke unter Umständen stark abfallende Absorption.

Die spezielle Form der Kurve hängt sehr empfindlich von der Beschaffenheit der Oberfläche ab; daß dabei die Streuung der Ladungsträger an der Oberfläche eine wesentliche Rolle spielt, wird klar aus der Beobachtung, daß sich R(H) durch Elektronenbeschuß aufgrund von "Multipacting" oder "Feldemission" irreversibel ändern kann, die Anderung aber durch Aufwärmen auf Flüssig-Stickstoff-Temperatur wieder rückgängig gemacht werden kann. Gleichzeitig verschwindet die R(H)-Abhängigkeit bei rauhen Oberflächen.

Verglichen mit Messungen der Oberflächenimpedanz von Sn⁴⁴ und In⁴⁵ - bei diesen Messungen befand sich der Supraleiter in einem zur Oberfläche parallelen Gleichfeld – weisen unsere Messungen eine Reihe von übereinstimmenden Eigenschaften auf, wie die Lage der "Resonanz", die empfindliche Abhängigkeit von der Oberflächenbeschaffenheit,den stärkeren Abfall mit sinkender Temperatur und Frequenz, die in Analogie zu den Messungen an Sn und In eine Deutung als "Magnetfeld induzierte Oberflächenzustände" zulassen. Daraus folgt, daß die Oberfläche unserer Resonatoren zu einem guten Teil die auftreffenden Ladungsträger spiegelnd reflektiert.

Neben den Übereinstimmungen mit den experimentellen Ergebnissen an Sn und In gibt es aber auch Diskrepanzen: die Strukturen in R(H) treten in unseren Experimenten für mittlere freie Weglängen $\ell \leq 1000$ Å auf, die Lage der "Resonanz" hängt von der speziellen Oberflächenpräparation ab und R(H) kann sich irreversibel durch Elektronenbeschuß ändern.

Neben den Fragen, die den Erzeugungsmechanismus für das Auftreten der Strukturen in R(H) betreffen, können solche Experimente Aufschlüsse über die Relaxationszeiten von Anregungen im supraleitenden Zustand geben, für deren Messung bisher keine andere Methode existiert. Das Auftreten der Strukturen im Oberflächenwiderstand in Resonatoren mit kleinen Restwiderständen deutet einen Zusammenhang zwischen beiden Größen an, z. B. über inelastische Streuung der Elektronen an der Oberfläche, wie sie von Goldstein et al.⁸² beobachtet wurde.

.) ·

Literaturverzeichnis

1.	A. Citron Proc. 1970 Proton Linear Acc. Conf. (NAL, Batavia, 1970) Vol <u>1</u> , S.239
2.	CERN Courier <u>12</u> , No.2, 132 (1972)
3.	J. Halbritter J. Appl. Phys. 42, 82 (1971)
4.	M. Rabinowitz Phys. Lett. 32 A, 546 (1970)
5.	C. Passow Phys. Rev. Lett. 28, 427 (1972)
6.	J. Halbritter Ext. Ber. 3/72-2, KFZ Karlsruhe
7.	H. Diepers, H. Martens Phys. Lett. <u>38</u> A, 337 (1972
8.	H. J. Halama Appl Phys. Lett. 19, 90 (1971)
9.	B. Piosczyk Private Mitteilung
10.	J. P. Turneaure, N. T. Viet Appl. Phys. Lett. 16, 333 (1970)
11.	P. Wilson Private Mitteilung
12.	Y. Bruynseraede, D. Gorlé, D. Leroy, P. Morignot Physica <u>54</u> , 137 (1971)
13.	J. P. Turneaure HEPL Report no. 507 (1967)
14.	L. A. Ferrari Part. Acc. 2, 283 (1971)
15.	M. Rabinowitz J. Appl. Phys. <u>42</u> , 88 (1971)
16.	H. Diepers, O. Schmidt, H. Martens, R. K. Sun Phys. Lett. <u>37</u> A, 139 (1971)
17.	P. Kneisel, O. Stoltz, J. Halbritter IEEE Trans. Nucl. Sci NS- <u>18</u> , No. 3, 159 (1971)
18.	W. Bauer, A. Citron, G. Dammertz, H. C. Eschelbacher, W. Jüngst, H. Lengeler, H. Miller, E. Rathgeber, H. Diepers Appl. Supercond. Conf. Annapolis (1972) wird veröffentlicht in IEEE
19.	M. Strongin, H. H. Farrell, H. Halama, O. F. Kammerer, C. Varmazis, J. M. Dickey Part. Acc. wird veröffentlicht E. W. Hoyt Proc. Int. Surface Phys. Conf. Boston (1971)
20.	J. Halbritter Ext. Ber. 3/72-3, KFZ Karlsruhe

21.	P. Pincus Phys. Rev. <u>158</u> , 346 (1967)
22.	R. A. French, Cryogenics <u>8</u> , 301 (1968)
23.	M. Y. Azbel JETP Lett. <u>10</u> , 277 (1969)
24.	H. London Proc. Roy. Soc. <u>176</u> , 522 (1940)
25.	A. B. Pippard Proc. Roy. Soc. A <u>191</u> , 370, 385 (1947)
26.	W. M. Fairbank Phys. Rev. <u>76</u> , 1106 (1949)
27.	E. Maxwell, P. M. Marcus, J. C. Slater Phys. Rev. <u>76</u> , 1332 (1949)
28.	A. B. Pippard Proc. Roy. Soc. A <u>216</u> , 547 (1952)
29.	G. E. Reuter, E. H. Sondheimer Proc. Roy. Soc. A <u>195</u> , 336 (1948)
30.	J. Bardeen, L. N. Cooper, J. R. Schrieffer Phys. Rev. <u>108</u> , 1175 (1957)
31.	D. C. Mattis, J. Bardeen Phys. Rev. <u>111</u> , 412 (1958)
32.	I. M. Khalatnikov, A. A. Abrikosov Adv. Phys. <u>8</u> , 45 (1958)
33.	P. B. Miller Phys. Rev. <u>115</u> , 928 (1960)
34.	J. Halbritter Ext. Ber. 3/69-2, KFZ Karlsruhe
35.	A. B. Pippard Proc. Roy. Soc. A <u>203</u> , 210 (1950)
36.	J. Bardeen Phys. Rev. Lett. <u>1</u> , 399 (1958)
37.	R. Glosser Phys. Rev. <u>156</u> , 500 (1966)
38.	G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus Phys. Rev. <u>118</u> , 77 (1960)
39.	K. Maki Phys. Rev. Lett. <u>14</u> , 98 (1965)
40.	M. P. Garfunkel Phys. Rev. <u>173</u> , 516 (1968)
41.	A. F. Kip, D. N. Langenberg, B. Rosenblum, G. Wagoner Phys. Rev. <u>108</u> , 494 (1957)
42.	J. F. Koch Solid State Physics, Vol <u>1</u> , S. 253
43.	R. E. Prange, T. W. Nee Phys. Rev. <u>168</u> , 779 (1968)

44.	J. F. Koch, C. C. Kuo Phys. Rev. <u>164</u> , 618 (1967)
45.	J. Maldonado, J. F. Koch Phys. Rev. B <u>1</u> , 1031 (1970)
46.	J. F. Koch. T. E. Murray Phys. Rev. <u>186</u> , 722 (1969)
47.	J. F. Koch Phys. Kond. Mat. <u>9</u> , 146 (1969)
48.	J. Halbritter Ext. Ber. 3/70-14, KFZ Karlsruhe
49.	M. A. Allen, Z. D. Farkas, H. A. Hogg, E. W. Hoyt, P. B. Wilson IEEE Trans. Nucl. Sci NS- <u>18</u> , No. 3, 168 (1971)
50.	 P. Kneisel, O. Stoltz, J. Halbritter, H. Diepers, H. Martens, R. K. Sun Proc. 8th Int. High Energy Acc. Conf. (CERN, 1971), S. 275 P. B. Wilson, M. A. Allen, H. Deruyter, Z. D. Farkas, H. A. Hogg, E. W. Hoyt, H. L. Martin, M. Rabinowitz ibid S. 237
51.	L. D. Landau, E. M. Lifshitz Elektrodynamik der Kontinua, Akademie Verlag Berlin (1967)
52.	J. Halbritter J. Appl. Phys. <u>41</u> , 4581 (1970)
53.	J. C. Slater Microwave Electronics, van Nostrand Comp. (1963)
54.	J. Halbritter, P. Kneisel, O. Stoltz Ext. Ber. 3/67-9, KFZ Karlsruhe
55.	J. Halbritter, R. Hietschold, P. Kneisel, H. Schopper KFK-Bericht 758, KFZ Karlsruhe (1968)
56.	G. Megla Dezimeterwellentechnik, VEB Verlag Technik, Berlin
57.	L. N. Cooper Phys. Rev. <u>104</u> , 1189 (1956)
58.	E. A. Lynton Supraleitung, BI Hochschultaschenbücher No. 74 Mannheim (1964)
59.	J. Halbritter Ext. Ber. 3/68-8, KFZ Karlsruhe
60.	P. de Gennes Superconductivity of Metals and Alloys, Benjamin Inc., New York (1966)
61.	M. S. Fullenbaum Sol. State Comm. 8, 21 (1970)
62.	CERN-Courier <u>12</u> , No. 4, 133 (1972)
63.	W. Bauer, G. Dammertz, H. C. Eschelbacher, H. Hahn, W. Jüngst, E. Rathgeber, J. Votruba, H. Diepers IEEE Trans. Nucl. Sci NS- <u>18</u> , 181 (1971)
64.	H. C. Eschelbacher Dissertation Universität Karlsruhe (1972)

65.	P. Flécher, R. Vincon Vakuum-Technik <u>20,</u> 136 (1971)
66.	J. Halbritter Ext. Ber. 3/70-3, KFZ Karlsruhe
67.	E. L. Ginzton Microwave Measurements, Mc Graw Hill Comp., New York (1957)
68.	H. Martens, H. Diepers, R. K. Sun Phys. Lett. <u>34</u> A, 439 (1971)
69.	L. Young Anodic Oxide Films, Academic Press, London (1961)
70.	H. Diepers Private Mitteilung
71.	P. Kneisel, O. Stoltz, J. Halbritter Appl. Supercond. Conf. Annapolis (1972) wird veröffentlicht in IEEE
72.	J. Halbritter Part. Acc. <u>3</u> , 163 (1972)
73.	D. K. Finnemore, T. F. Stromberg, C. A. Swenson Phys. Rev. <u>149</u> , 231 (1966)
74.	J. Halbritter, Zeitschr. f. Phys. <u>238</u> , 466 (1970)
75.	P. Kneisel, J. Halbritter, O. Stoltz wird veröffentlicht
76.	N. Cabrera, N. F. Mott Rep. Progr. Phys. <u>12</u> , 163 (1949)
77.	K. E. Heusler, P. Schlüter, Werkstoffe und Korrosion <u>20</u> , 195 (1969)
78.	D. Stützle, K. E. Heu s ler Z. Phys. Chem. <u>65</u> , 201 (1969)
79.	G. Beranger, P. Boisot, P. Lacombe, G. Amsel, D. David Rev. Phys. Appl. <u>5</u> , 383 (1970)
80.	W. de Sorbo Phys. Rev. <u>132</u> , 107 (1963)
81.	R. Zurmühl Praktische Mathematik für Ingenieure und Physiker, Springer Verlag Göttingen
82.	Y. Goldstein, A. Zemel Phys. Rev. Lett. <u>28</u> , 147 (1972)
83.	D. G. Naugle, R. E. Glover, W. Moormann Physica <u>55</u> , 250 (1971)
84.	K. Schwidtal J. Appl. Phys. <u>43</u> , 202 (1972)
85.	S. L. Ginzburg Sov. Phys. JETP <u>32</u> , 262 (1971)
86.	A. Y. Blank Sov. Phys. JETP <u>31</u> , 999 (1970)