

Kapitel 7

Aufbau und Meßmethoden

7.1 Meßrechner

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Meßrechner konzipiert und aufgebaut, der gegenüber dem vorhandenem Meßrechner eine 12-fach höhere Anzahl der Einzelmessungen pro Sekunde zuläßt. Der Meßrechner basiert auf einem PC mit Pentium3-Prozessor, einer handelsüblichen Analog-zu-Digital-Wandler-Karte (ADC) sowie einer kommerziellen Pulsgenerator-Karte zur Steuerung des Experiments. Als ADC wurde die Karte T-3012 der Firma Imtec GmbH ausgewählt, die mit zwei 12-bit 30-MHz-AD-Wandlern bestückt ist und eine Bandbreite von 15 MHz pro Kanal besitzt. Als Pulsgenerator Karte wurde die Karte PPG-100 der Firma Becker & Hickel GmbH eingesetzt, die 32 unabhängige, digitale Ausgänge besitzt. Die Steuerungssoftware basiert auf der grafischen Programmiersprache LabView der Firma National Instruments.

Der Meßrechner erlaubt eine Anzahl von 30 Einzelmessungen pro Sekunde, gegenüber 2,5 Einzelmessungen pro Sekunde des zuvor vorhandenen Meßrechners.

7.2 Probenkopf

Am Beginn der Arbeit stand ein Probenkopf zur Verfügung, der einen hohen Abstimmbereich von 10 MHz bis 25 MHz besaß, jedoch in gasförmigen He eine Durchschlagsfestigkeit von nur einigen 100 V, so daß er nur in flüssigem He eingesetzt werden konnte. Es wurde daher ein Probenkopf aufgebaut, der den Bedingungen einer hohen elektrischen Kontaktsicherheit, hoher Durchschlagsfestigkeit und einem Abstimmbereich von 7 MHz bei einem geringen Platzbedarf genügt.

Während der Anregungspulse liegt am Kondensator des Probenkopfes eine Spannung von bis zu 1 kV. Der verwendete Kryostat besitzt einen Innendurchmesser von 30 mm. Die Durchschlagsspannung von gasförmigen He liegt in der Größenordnung von 500 V/mm. Die Elektroden des Kondensators sollten keinen großen Krümmungsradius aufweisen und der Elektrodenabstand sollte also größer gewählt werden als 2 mm. Bei dem zur Verfügung stehendem Durchmesser des Kryostaten von 30 mm lassen diese Anforder-

rungen nur einen Kondensator innerhalb des Kryostaten zu. Die Impedanzanpassung kann daher nicht mit einem zweiten Kondensator erfolgen, sondern der Probenkopf muß über einen Transformator angekoppelt werden. Den schematischen Aufbau zeigt Abbildung 7.1.

Der Kondensator ist als Röhrenkondensator aufgebaut mit einem beweglichen Dielektrikum, womit alle elektrischen Kontakte statisch sind und Kontaktunsicherheiten unterbunden werden. Der Elektrodenabstand wurde auf 2,5 mm festgelegt, bei einem Außendurchmesser der äußeren Elektrode von 20 mm. Als Dielektrikum wurde Polyamid/-imid gewählt, das eine recht hohe Dielektrizitätskonstante und einen geringen thermischen Ausdehnungskoeffizienten besitzt und zudem wesentlich preisgünstiger ist als z. B. Vespel. Die Dielektrizitätskonstante ϵ von Polyamid/-imid wird mit $\epsilon = 3.9-5.4$ bei 1 MHz angegeben. In der Ausführung als röhrenförmiges Dielektrikum wurde ein Wert von ca. 2,36 gemessen, womit sich ein Abstimmbereich des Probenkopfes von 13 MHz bis 20 MHz ergab. Es wurden bis zu Spannungen von 1,5 kV keine Überschlüge im Kondensator verzeichnet. Die Güte des Probenkopfes wurde mit einem Widerstand von 12 k Ω auf etwa 15 festgelegt.

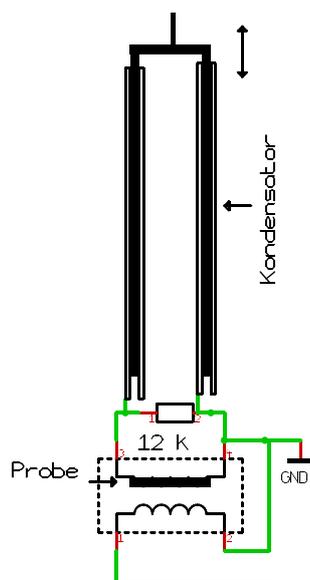


Abbildung 7.1: Schematische Ansicht des Probenkopfes. Abgestimmt wird der Probenkopf durch das Verschieben des Dielektrikums innerhalb des Kondensators. Die Impedanzanpassung erfolgt durch induktive Ankopplung an den Schwingkreis.

7.3 Untersuchungsmethoden

Untersucht wurde für beide Proben (Kapitel 5) das $^{63/65}\text{Cu}$ -NQR-Spektrum von Hg-1223-Kupratsupraleitern in einem Temperaturbereich von 4,2 K bis 140 K. Eine Untersuchung der Spektren mit verschiedenen Pulsfolgen sowie eine eingehende Untersuchung der longitudinalen Relaxationszeit T_1 und der transversalen Relaxationszeit T_2 erfolgte für beide Proben bei 4,2 K.

7.4 Pulsfolgen

7.4.1 Spektren

Zur Aufnahme der Spektren wurde eine Hahn'sche Standard-Spin-Echo-Sequenz mit einer zweifachen Zyklisierung verwandt. Die Länge der Pulse betrug $4 \mu\text{s}$ für den $\pi/2$ -Puls sowie $8 \mu\text{s}$ für den π -Puls bei einem zeitlichen Abstand $\tau_2 = 23 \mu\text{s}$. Die Anzahl der addierten Einzelmessungen pro Meßpunkt variierte von 800 bei 4,2 K bis 15 000 bei 140 K.

Eine Auflösung der Linienstruktur der Spektren erfolgte mittels der Variation der Pulsfolgen. Um die Linienstruktur hinsichtlich der T_2 -Inhomogenität innerhalb des Spektrums aufzulösen, wurde der zeitliche Abstand τ_2 der Pulse der Spin-Echo-Sequenz von $23 \mu\text{s}$ bis $60 \mu\text{s}$ variiert. Hinsichtlich der T_1 -Inhomogenität wurde das Spektrum aufgelöst, indem eine Sättigung des entsprechenden Frequenzbereiches vor der Spin-Echo-Sequenz erfolgte. Hierbei wurde der Abstand τ_1 zwischen der Sättigungspulsfolge und der Spin-Echo-Sequenz von 0,5 ms bis 20 ms variiert. Die Pulsfolgen sind Abbildung 7.2 dargestellt.

7.4.2 T_1 -Messungen

Die T_1 -Zeiten wurden mittels der Methode der "Saturation Recovery" gemessen. Die Sättigungspulsfolge bestand aus einer Folge von 3 bis 101 $4 \mu\text{s}$ langen Pulsen ($\pi/2$ -Pulsen), gefolgt von einer Hahn'schen Spin-Echo-Sequenz, nach einer Wartezeit τ_1 . Die Verschiedenen Anzahlen an Sättigungspulsen wurden eingesetzt um die Anfangsbedingungen zu Variieren. Handelt sich bei der Aufspaltung um eine Aufhebung der Entartung der Quadrupolniveaus, so liegt ein 4-Niveau-System mit nicht äquidistanten Niveau-Abständen vor. Die Niveaus dieses Systems stehen untereinander in einem internem Gleichgewicht und in einem Gleichgewicht mit dem Gitter. Stört man die Besetzung eines Niveaus nur kurzzeitig, durch z.B. 3 Sättigungspulse, so bleiben die Besetzungen der anderen Niveaus davon relativ unbeeinflusst. Stört man hingegen die Besetzung eines Niveaus für längere Zeit, durch z. B. eine Anzahl von Sättigungspulse von einigen 100, so ändern sich auch die Besetzungszahlen der anderen Niveaus. Da an der Relaxation alle Niveaus beteiligt sind, verändert sich das Relaxationsverhalten.

Ist hingegen die Aufspaltung durch eine mesoskopische Phasentrennung bedingt (Stripes), so bleibt das Relaxationsverhalten unbeeinflusst von der Anzahl der Sättigungspulse.

7.4.3 T_2 -Messungen

Zur Messung der T_2 -Zeiten wurde der zeitliche Abstand zwischen den Pulsen der Hahn'schen Spin-Echo-Sequenz variiert.

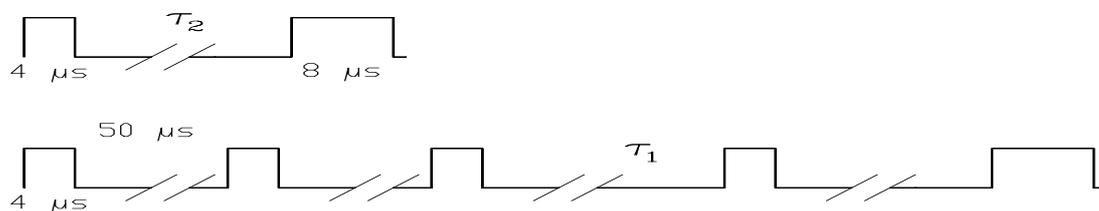


Abbildung 7.2: Verwendete Pulsfolgen. Oben: Spin-Echo-Sequenz, unten: Sättigungspulsfolge mit anschließender Spin-Echo-Sequenz

7.5 Aufbau

Der experimentelle Aufbau entspricht, bis auf den gekühlten Vorverstärker, dem eines konventionellen Kernresonanzspektrometers und ist in Abbildung 7.3 dargestellt. Für alle Messungen bei 4,2 K wurden die Proben direkt in flüssigem Helium in einem 100-Liter-Heliumvorratsbehälter gekühlt. Als Kryostat für die Messungen oberhalb von 4,2 K wurde der Kryostat eines NMR-Magneten verwendet. Der Magnet wurde vor Beginn der Meßreihe aufgewärmt und neu eingekühlt. Eine Messung des Magnetfeldes mit einer Hallsonde, Typ Lakeshore MCA-2560-WN, im Kryostaten ergab nach dem Einkühlen einen Maximalwert von 1 G, also einen Wert, der sich in der Größenordnung des Erdmagnetfeldes befindet. Sämtliche Messungen bei 4,2 K wurden mit einem konventionellen Hf-Vorverstärker des Typs MITEQ AU-1114-7780 durchgeführt. Im Temperaturbereich von 20 K bis 140 K wurde der gekühlte Vorverstärker vor den MITEQ AU-1114-7780-Verstärker geschaltet.

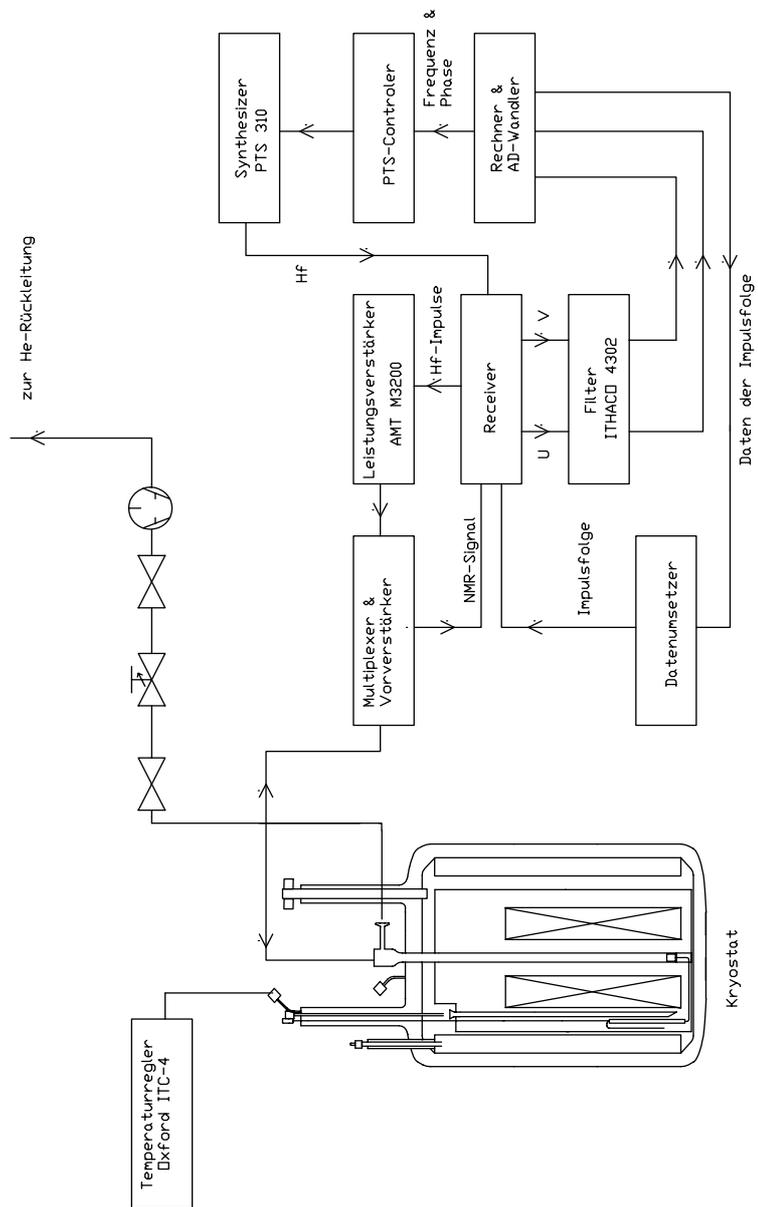


Abbildung 7.3: Schematische Darstellung des Spektrometersaufbaus