



Messungen zur  
Hochfrequenzsupraleitung  
an  
hochwärmeleitfähigem Niob  
und  
 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

Achim Michalke

Externer Bericht

## *Inhaltsverzeichnis*

Einleitung	3
1. Messungen an 3 GHz Resonatoren aus hochwärmeleitfähigem Niob	4
1. Eigenschaften supraleitender Resonatoren	4
2. Meßaufbau für einzellige 3 GHz Resonatoren	6
3. Präparation der Niobresonatoren	8
4. Ergebnisse der Messungen	10
5. Folgerungen für weitere Experimente	13
2. Aufbau eines Kryostateinsatzes für 1.5 GHz Resonatoren	15
1. Mechanische Konstruktion	15
2. Rotierbares Diagnosesystem	18
3. Koppelsysteme für die Hochfrequenzenergie	20
4. Erste Ergebnisse aus Systemtests	22
3. Messung der Hochfrequenz-Eigenschaften von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	25
1. Entdeckung und Herstellung von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	25
2. Ziele der Hochfrequenzmessungen an $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$	27
3. Meßtechnik und Meßgenauigkeit	28
4. Meßergebnisse an $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben	33
5. Folgerungen für weitere Experimente	40
Zusammenfassung	43
Literaturverzeichnis	45

## *Einleitung*

Zu Beginn dieser Arbeit wurden die Untersuchungen von H.Elias an hochwärmeleitfähigen Niobresonatoren (Ref.20) fortgesetzt. Dort wurde bereits nachgewiesen, daß das Auftreten von thermischen Feldzusammenbrüchen in supraleitenden Resonatoren durch verbesserte Wärmeleitfähigkeit zu höheren Feldstärken verschoben werden kann. Verwendet wurden dabei sphärische Niobresonatoren mit einer Grundfrequenz von 3 GHz. Die Wärmeleitfähigkeit dieser Resonatoren sollte durch Schichtgetterbehandlungen weiter gesteigert werden; angestrebt wurde das Erreichen der kritischen Feldstärke an der Oberfläche des Supraleiters nach Überwinden der thermischen Feldzusammenbrüche.

Aufgrund der internationalen Aktivitäten mit supraleitenden Resonatoren einer Grundfrequenz von 1.5 GHz (insbesondere der Entscheidung zugunsten des CEBAF-Projekts in Virginia / USA) wurden die oben beschriebenen Untersuchungen auch auf Resonatoren dieser Frequenz ausgedehnt. Beim Bau des erforderlichen neuen Kryostateinsatzes sollten verschiedene Verbesserungen gegenüber bisherigen Einsätzen vorgenommen werden. Insbesondere sollten zwei variable Hochfrequenzkopplungen eine optimale Anregung des Resonators in allen Betriebszuständen ermöglichen.

Die Entdeckung der keramischen Hochtemperatur-Supraleiter mit Sprungtemperaturen über 90 K führte zu einer Unterbrechung dieser Messungen. Wegen der möglicherweise überragenden technischen Bedeutung dieser Stoffe sollten unverzüglich deren Eigenschaften in Hochfrequenzfeldern untersucht werden. Proben aus  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  wurden hergestellt und in einem modifizierten Meßaufbau für 3 GHz Niobresonatoren einem Hochfrequenzfeld ausgesetzt. Die ersten Messungen sollten zur Optimierung des Herstellungsprozesses genutzt werden, folgende systematische Untersuchungen der Hochfrequenzeigenschaften vor allem zum Verständnis der Supraleitungsmechanismen beitragen.

# 1. Messungen an 3 GHz Resonatoren aus hochwärmeleitfähigem Niob

## 1.1. Eigenschaften supraleitender Resonatoren

Supraleitende Hohlraumresonatoren aus Niob oder anderen Materialien mit hoher Sprungtemperatur (z.B. Blei und Nb<sub>3</sub>Sn) werden zunehmend anstelle von normalleitenden Kupferresonatoren in Teilchenbeschleunigern und ähnlichen Anlagen eingesetzt (Ref. 1, 2, 4, 5). Hauptvorteile bei der Anwendung sind sehr hohe, kontinuierlich zur Verfügung stehende Beschleunigungsfelder, während die Dissipation der Hochfrequenzleistung durch Oberflächenströme in der Wandung sehr gering bleibt. In einigen Anwendungsbereichen überwiegen diese Vorteile bereits den Nachteil der aufwendigen Kühlung durch flüssiges Helium. In vielen Labors werden daher die Eigenschaften supraleitender Beschleunigungsresonatoren intensiv untersucht.

Wichtige Kenngrößen im Hochfrequenzbetrieb supraleitender Resonatoren sind Schwingungsgüte, Oberflächenwiderstand und Beschleunigungsfeldstärke. Die Schwingungsgüte  $Q_0$  ist definiert als das Verhältnis der gespeicherten Energie zur Verlustleistung, skaliert mit der Resonanzfrequenz:

$$Q_0 = \frac{\omega \cdot W}{P_0} \quad (1)$$

Die Verluste  $P_0$  des elektromagnetischen Felds an der Metalloberfläche werden durch den lokalen Oberflächenwiderstand  $R_S^{loc}$  charakterisiert:

$$P_0 = \frac{1}{2} \cdot \int dA \cdot R_S^{loc} \cdot H_T^2 \quad (2)$$

wobei  $H_T$  das tangentielle magnetische Feld an der Oberfläche ist. Da lediglich die gesamte Verlustleistung  $P_0$  meßbar ist, definiert man einen globalen Oberflächenwiderstand  $R_S$ :

$$P_0 = \frac{1}{2} \cdot R_S \cdot \int dA \cdot H_T^2 \quad (3)$$

Bei inhomogenen Verlusten, wie sie durch Defekte und Verunreinigungen verursacht werden, kann nicht vom globalen auf die lokalen Oberflächenwiderstände zurückgeschlossen werden. Güte und Oberflächenwiderstand sind umgekehrt proportional:

$$Q_0 = \frac{G}{R_S} \quad (4)$$

Der Geometriefaktor  $G$  hängt nur von der Feldverteilung des angeregten Modes ab; man erhält ihn aus numerischen Berechnungen der Eigenmoden. Die Beschleunigungsfeldstärke  $E_{Acc}$  ist quadratisch proportional zur gespeicherten Energie  $W$ :

$$E_{Acc}^2 = \alpha_E \cdot W \quad (5)$$

so daß bei konstanter Güte die Verlustleistung quadratisch mit der Beschleunigungsfeldstärke ansteigt. Der Proportionalitätsfaktor  $\alpha_E$  wird wie der Geometriefaktor aus numerischen Feldberechnungen gewonnen.

Ein supraleitender Beschleunigungsresonator ist um so interessanter für den Anwender, je höher die in ihm erreichbare Beschleunigungsfeldstärke bei akzeptabler Schwingungsgüte ist, weil damit die erreichbare Strahlenergie bei gleicher Baulänge steigt. Die theoretische Obergrenze für das elektromagnetische Feld im Resonator ist durch das Erreichen der kritischen Magnetfeldstärke an der Oberfläche gegeben, die für Niob bei etwa 200 mT liegt (Ref. 6). Für sphärische Resonatoren folgt daraus eine maximale Beschleunigungsfeldstärke von etwa 50 MV/m. Bisher konnte diese Grenze im kontinuierlichen Betrieb noch nie erreicht werden, weil bereits bei wesentlich kleineren Feldstärken andere feldbegrenzende Effekte auftreten. Diese sind jedoch, soweit bis heute bekannt, nicht fundamental für die Hochfrequenzsupraleitung, sondern werden durch Defekte und Verunreinigungen der Oberfläche verursacht (Ref. 7).

Der bei Niobresonatoren mäßiger Wärmeleitfähigkeit meist beobachtete feldbegrenzende Effekt ist der durch einen lokalen Defekt verursachte thermische Zusammenbruch des Feldes (Ref. 16, 23). Kleine normalleitende Bereiche auf der Resonatoroberfläche werden durch das elektromagnetische Feld stark aufgeheizt. Reicht die Kühlung durch Wärmeleitung des umgebenden Niobmaterials nicht aus, wird die Umgebung des Defekts über die Sprungtemperatur erhitzt und ebenfalls normalleitend. Der normalleitende Bereich dehnt sich schnell aus und führt zum plötzlichen Zusammenbruch des Feldes im Resonator, meist Quench genannt.

Ein weiteres durch Verunreinigungen verursachtes feldbegrenzendes Phänomen ist die nichtresonante Elektronenbelastung (Ref. 27): Bei hohen elektrischen Oberflächenfeldstärken werden an Defekten oder Staubteilchen Elektronen freigesetzt, die im Feld des Resonators beschleunigt werden und diesem Energie entziehen. Der zusätzliche Energieentzug reduziert die Resonatorgüte. Treffen die beschleunigten Elektronen auf die Oberfläche, erhitzen sie diese und setzen Bremsstrahlung frei. Die Zahl der Elektronen und damit der Energieverlust steigt dabei mit zunehmendem Feld gemäß dem Fowler-Nordheim-Gesetz stark an (Ref. 12). In ungünstigen Fällen kann die Wand über die Sprungtemperatur aufgeheizt werden, was einen Feldzusammenbruch (elektroneninduzierter Quench) zur Folge hat.

Durch sorgfältige Reinigung der Nioboberfläche können diese Effekte deutlich reduziert werden. Dazu gehört die Erzeugung sauberer Nioboberflächen durch Abbeizen der obersten Schicht (chemische Politur), das Spülen mit Reinstwasser, das Ausheizen zur Beseitigung flüchtiger Oberflächenverunreinigungen und die staubfreie Montage (Ref. 19). Zusätzlich kann das Entstehen von Feldzusammenbrüchen an vorhandenen Defekten durch erhöhte Wärmeleitfähigkeit des Wandmaterials zu höheren Feldstärken verschoben werden, wie Modellrechnungen gezeigt haben (Ref. 20);

für die Zusammenbruchfeldstärke  $H_Q$  gilt folgende Näherungsformel:

$$H_Q^2 = (T_C - T_B) \cdot \frac{4 \lambda}{r_D \cdot R_D} \quad (6)$$

wobei  $\lambda$  die mittlere Wärmeleitfähigkeit der Wand,  $r_D$  der Radius und  $R_D$  der Oberflächenwiderstand des Defektes sind.

Eine verbesserte Wärmeleitfähigkeit der Resonatoren kann neben der Verwendung von Kupfer mit aufgesputterter Niobschicht (Ref. 3) auch durch Verbesserung der Wärmeleiteigenschaften von Niob erreicht werden. Die Wärmeleitfähigkeit von handelsüblichem Reinniob bei 4.2 K beträgt, begrenzt durch Gitterfehlstellen und interstitielle Verunreinigungen, etwa 10 W/mK und kann durch verbesserte Herstellungsverfahren bereits bis auf etwa 50 W/mK gesteigert werden. Durch zusätzliches Ausheizen mit Schichtgettermaterialien wie Yttrium und Titan läßt sich die Konzentration von interstitiell gelöstem Sauerstoff und Stickstoff deutlich reduzieren (Ref. 26) und die Wärmeleitfähigkeit bis auf etwa 150 W/mK steigern.

## 1.2. Meßaufbau für einzellige 3 GHz Resonatoren

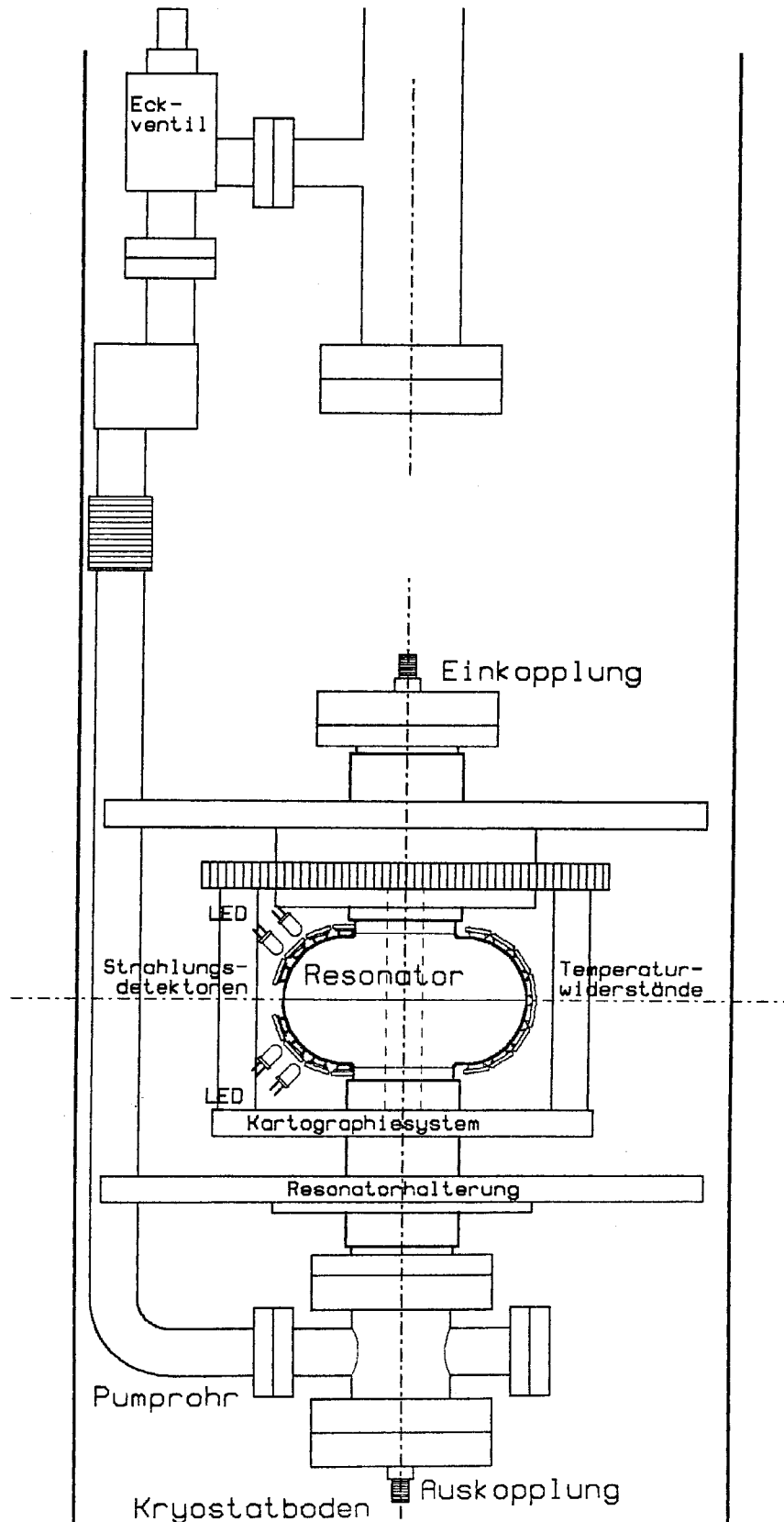
Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Resonatoren sind aus Nioblech hoher Wärmeleitfähigkeit hergestellt und wurden zur weiteren Verbesserung mit Schichtgettermaterialien ausgeheizt. Der vorhandene meßtechnische Aufbau für einzellige 3 GHz Resonatoren wurde weitgehend übernommen (Ref. 23):

Die Versuche wurden in einem vertikalen Helium-Badkryostaten mit einem Durchmesser von 250 mm und einer Höhe von 1300 mm durchgeführt. Dieser kann mit 45 Liter flüssigem Helium gefüllt werden, ausreichend für mehrstündige Messungen bei 1.4 K. Der Resonator ist vertikal montiert und wird von unten evakuiert, um das Herabfallen von Partikeln aus dem Pumprohr und Restgasadsorptionen im Resonator bei niedrigem Heliumstand auf ein Mindestmaß zu reduzieren (siehe Abbildung 1). Die Temperaturbestimmung erfolgt über den Helium-Dampfdruck; zusätzlich sind geeichte Germaniumwiderstände ober- und unterhalb des Resonators vorhanden.

Zur Bestimmung der durch HF-Leistung verursachten Temperaturerhöhung an der Resonatoroberfläche dient ein Temperaturkartographiesystem aus zwei Segmenten mit 8 bzw. 9 Widerständen (Ref. 23), welches um den Resonator rechnergesteuert rotiert und ausgelesen werden kann (Ref. 10, 11, 15). Die ungekapselten Widerstände mit einer Temperaturlösung von 2 mK und einer Ortsauflösung von 4 mm sind nur zur Messung im nicht-siedenden, normalfluiden Helium oberhalb  $T_\lambda = 2.17$  K geeignet. Defekte, die erst über 5 MV/m wirksam werden, können daher mit obigem System nicht nachgewiesen werden (Ref. 14 und 20).

Abbildung 1

Kryostateinsatz für Messungen an 3 GHz Resonatoren



Bei einigen Messungen waren an einem dritten Segment Prototypen von Halbleiterdetektoren zum Nachweis der von freien Elektronen erzeugten Bremsstrahlung montiert. Ein Teil der freien Elektronen wird mit Hilfe einer Ziehspannung von etwa 18 V über die Auskoppelantenne abgesaugt und nachgewiesen.

Der Aufbau der Hochfrequenzelektronik, die Messung und Auswertung der Hochfrequenzgrößen zur Bestimmung von Resonatorgüte und Beschleunigungsfeldstärke sind ausführlich von D.Proch und U.Klein beschrieben worden (Ref.12 und 18). Die maximal zur Verfügung stehende Hochfrequenzleistung betrug 25 W bei 3 GHz. Alle Messungen wurden im TM-010 Grundmode der Resonatoren vorgenommen. Die Auswertung der Rohdaten aus den Hochfrequenzmessungen wurde auf einem Kleinrechner mit dem Programm SLTEST (Ref.52) durchgeführt, in dem alle erforderlichen Umrechnungen und graphischen Auftragungen integriert sind.

### 1.3. Präparation der Niobresonatoren

Im Rahmen dieser Arbeit wurden drei Niobresonatoren mit einer Resonanzfrequenz von etwa 3 GHz untersucht, deren hohe Wärmeleitfähigkeit durch Behandlung mit Schichtgettermaterialien zusätzlich gesteigert wurde. Die geometrischen Eigenschaften, die Herstellungsparameter und

Abbildung 2

#### Sphärische und elliptische 3 GHz Resonatoren

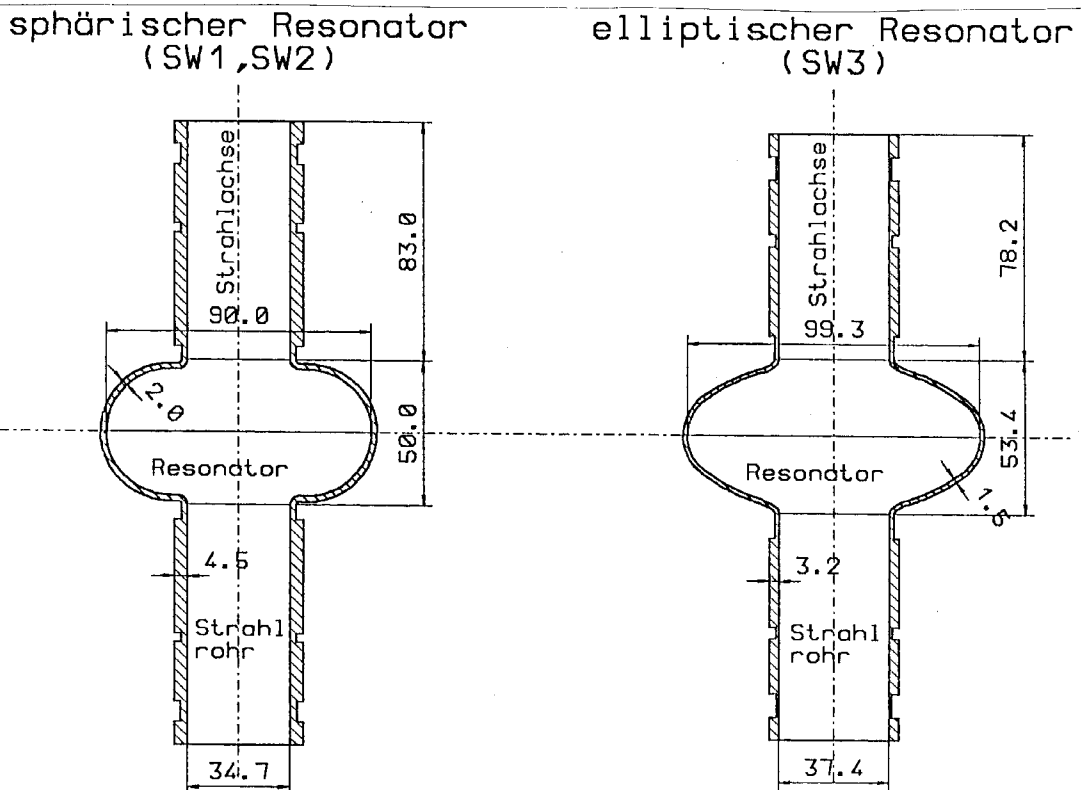




Tabelle 1

## Eigenschaften der hochwärmeleitfähigen 3 GHz Resonatoren

Resonator	SW1	SW2	SW3
Form (s. Abb. 2)	sphärisch	sphärisch	elliptisch
Resonanzfrequenz	2.93 GHz	2.93 GHz	2.78 GHz
Geometriefaktor <sup>(1)</sup>	267 $\Omega$	267 $\Omega$	251 $\Omega$
$\alpha_E = E_{Acc}^2 / W$	772 (MV/m) <sup>2</sup> /J	772 (MV/m) <sup>2</sup> /J	596 (MV/m) <sup>2</sup> /J
$E_P^2 / W$	2810 (MV/m) <sup>2</sup> /J	2810 (MV/m) <sup>2</sup> /J	1340 (MV/m) <sup>2</sup> /J
$H_P^2 / W$	8250 (kA/m) <sup>2</sup> /J	8250 (kA/m) <sup>2</sup> /J	7720 (kA/m) <sup>2</sup> /J
Blechliefereant	Heraeus	Heraeus	FanSteel / Ames
Wärmeleitf. (4.2 K)	22.5 - 27 W/mK	ca. 22 W/mK	ca. 25 W/mK
Messungen	Nr. 1 - 6	Nr. 1 - 4	keine Messungen
Max. Güte $Q_0$	$1.0 \cdot 10^{10}$	$1.2 \cdot 10^{10}$	
Max. Feld $E_{Acc}$	18.7 MV/m	12.6 MV/m	
Feldbegrenzung	Quench Nb <sub>3</sub> Sn - Beschichtung dreimal erfolglos	Quench	
Gettermaterial	Titan	Yttrium	Yttrium
Behandlung	10 h bei 1300 °C		6 h bei 1350 °C
Wärmeleitf. (4.2 K)	unbekannt	99 W/mK	100 - 150 W/mK

im Rahmen anderer Arbeiten bereits erzielten Ergebnisse (Ref. 20, 25) sind in Abbildung 2 und Tabelle 1 zusammengefaßt. Am Resonator SW1 wurde dreimal vergeblich versucht, durch Bedampfen mit Sn bei 1150 °C eine Nb<sub>3</sub>Sn-Oberfläche zu erzeugen. Dabei dürfte sich die Wärmeleitfähigkeit deutlich verringert haben. Am Resonator SW3 wurden vor der Schichtgetterbehandlung mit Yttrium keine Messungen vorgenommen.

Zu Beginn jeder Präparation wurden die Resonatoren durch eine Ultraschallbehandlung in heißer, gesättigter Tensidlösung oder in Aceton von äußerlich anhaftendem Schmutz gereinigt. Anhaftendes Indium wurde durch mehrstündige Behandlung mit konzentrierter Salzsäure entfernt. Durch Abbeizen einer etwa 10 - 20  $\mu$ m dicken Schicht wurde eine neue, saubere Nioboberfläche freigelegt (Ref. 21). Die eingesetzte Säuremischung aus gleichen Teilen Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>, 65 %), Flußsäure (HF, 38 %) und Phosphorsäure (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, 85 %) hat bei 25 °C eine Abtragsrate von etwa 100 nm/s (Ref. 23). Danach wurden die Resonatoren unverzüglich mindestens zehn Minuten in fließendem vollentsalztem Wasser (Leitwert  $\sigma < 50 \mu$ S/m) gespült, um eine

<sup>1</sup> Geometrie- und Feldeichfaktoren mit dem Programm URMEL (Ref. 50) berechnet; Auflösung 3250 Punkte.

Ablagerung von festhaftenden, unlöslichen Phosphaten zu verhindern. Anschließend wurden die Resonatoren zur endgültigen Reinigung mit 150 bis 200 l Reinstwasser gespült, teilweise mit gleichzeitiger Ultraschallbehandlung. Zur Aufbereitung des Wassers diente eine Anlage mit Ionentauschern (Leitwert  $\sigma < 20 \mu\text{S}/\text{m}$ ), Aktivkohlefilter, Staubfilter (Porengröße  $0.2 \mu\text{m}$ ) und PE-Vorratstank mit 200 l Fassungsvermögen.

Die staubfreie Belüftung der Resonatoren erfolgte teilweise an der Reinstwasseranlage, teilweise unter der staubfreien Montagebank. Dort erfolgte unverzüglich die Montage der bereits gereinigten Anschlußflansche, wobei der Resonator wenig bewegt und die obere Öffnung nur kurz freigegeben wurde, um das Eindringen und Verteilen von Staub so weit wie möglich zu verhindern. Unmittelbar nach der Montage wurden die Resonatoren bis auf etwa 5 mPa evakuiert. Das Abpumpen wurde im oberen Druckbereich (bis etwa 100 Pa) mit reduzierter Pumpleistung durchgeführt, um eine Umverteilung eventuell noch vorhandener Staubpartikel durch turbulente Luftströmungen oder siedende Wassertropfen zu vermeiden. Alle Schritte zwischen der Oberflächenpräparation und dem Evakuieren des Resonators wurden so zügig wie möglich durchgeführt, um eine Neukontamination des Resonators einzuschränken.

Ein abschließendes Ausheizen bei Temperaturen von bis zu  $1900^\circ\text{C}$  im Ultrahochvakuum bei  $p < 10^{-4}$  Pa führt zu einer homogeneren Kristallstruktur und zum Abdampfen von Defekten und Staubteilchen (Ref.24); bei Resonatoren geringerer Wärmeleitfähigkeit wurden in einigen Fällen extrem geringe Restwiderstände erreicht (Ref.23). Ab  $1200^\circ\text{C}$  beginnt jedoch die Diffusion von Sauerstoff aus der Ofenatmosphäre in das Niob, welche die mit Schichtgetterverfahren erzielte Sauerstoffreduktion rückgängig macht. Daher wurde versucht, durch Ausheizen bei sukzessiv erhöhten Temperaturen zwischen  $850^\circ\text{C}$  und  $1200^\circ\text{C}$  eine optimale Behandlungsmethode zu finden, welche die Elektronenbelastung deutlich verringert und so die erreichbare Feldstärke steigert, ohne daß durch verringerte Wärmeleitfähigkeit ein Feldzusammenbruch auftritt.

#### 1.4. Ergebnisse der Messungen

Einen Überblick über alle Präparationen und Meßergebnisse gibt Tabelle 2.

Die Steigerung der Wärmeleitfähigkeit des Resonators SW2 durch die Schichtgetterbehandlung hat erwartungsgemäß die für einen potentiellen lokal-thermischen Zusammenbruch erforderliche Feldstärke deutlich erhöht, so daß Beschleunigungsfeldstärken bis  $23.1 \text{ MV}/\text{m}$  (Test SW2-5) ohne Feldzusammenbruch erreicht werden konnten, während vorher ein Zusammenbruch bei etwa  $12 \text{ MV}/\text{m}$  die Feldstärke limitierte. Bei den höheren Feldstärken setzte regelmäßig Elektronenemission ein, die letztlich die Feldstärke limitierte, so daß die Zusammenbruchsschwelle nicht erreicht werden konnte.

Tabelle 2

Übersicht über die Präparationen und Messungen  
an hochwärmeleitfähigen 3 GHz Niobresonatoren

Test Nr.	Reinigung vor Präp.	Chem.Pol. Abtragung [ $\mu\text{m}$ ]	Spülen Wasserqu. [ $\mu\text{S/cm}$ ]	Ofenbeh. Zeit [h]	Temp. [ $^{\circ}\text{C}$ ]	Montage staubfrei < 0.2 $\mu\text{m}$	Max. $Q_0$	Max. $E_{\text{Acc}}$ [MV/m]	$Q_0$ bei max. Feld	Begrenzung des Feldes
SW1-7	-	20	0.2 + US nach 45 Min.	-	-	teilweise He-Processing	$1.2 \cdot 10^9$ $1.1 \cdot 10^9$	8.2 9.5	$8 \cdot 10^8$ $3 \cdot 10^8$	Elektronen Elektronen
SW2-5	24h $\text{HNO}_3$	25	$\approx 0.5$ nach 45 Min.	1.0	860	ja He-Processing	$8.0 \cdot 10^9$ $8.5 \cdot 10^9$	14.1 23.1	$7 \cdot 10^8$ $1 \cdot 10^9$	Elektronen Elektronen
SW2-6	Wiederholungstest	ohne	Neupräparation				$1.0 \cdot 10^{10}$	22.5	$1.1 \cdot 10^9$	Elektronen
SW2-7	74h HCl	6	1.2	1.0	850	ja	$5.7 \cdot 10^9$	21.8	$5 \cdot 10^8$	El., Leck
SW2-8	nach 180 Tagen bei		300 K	ohne	neue	Präparation He-Processing	$1.6 \cdot 10^{10}$ $5.0 \cdot 10^9$	16.7 19.0	$4.5 \cdot 10^9$ $6.5 \cdot 10^8$	Elektronen Elektronen
SW2-9	-	6 - 10	$\approx 0.5$ nach 45 Min.	1.5	1100	teilweise He-Processing	$1.0 \cdot 10^9$ $1.2 \cdot 10^9$	5.0 6.3	$2 \cdot 10^8$ $2 \cdot 10^8$	Elektronen Elektronen
SW2-10	Ac. + US	20 10	0.6 0.2 nach 25 Min.	- -	- -	teilweise teilweise He-Processing	Leck im UHV-System! $3.0 \cdot 10^{10}$	16.0 20.6	$6.5 \cdot 10^8$ $1 \cdot 10^9$	Elektronen $e^-$ ind. Qu.
SW2-11	Wiederholungstest	ohne	neue	Präparation			$2.2 \cdot 10^{10}$	19.0	$1 \cdot 10^9$	Elektronen
SW2-12	Ac. + US	2 - 3	gut nach 20 Min.	4.0	1200	ja He-Processing	$1.0 \cdot 10^{10}$	15.6 18.6	$5 \cdot 10^8$ $3 \cdot 10^9$	Elektronen th. Quench
SW3-1	-	11	gut	-	-	teilweise	$1.3 \cdot 10^{10}$	7.7	$5 \cdot 10^8$	Elektronen
SW3-3	Wiederholungstest	ohne	neue	Präparation			$7.0 \cdot 10^9$ $7.8 \cdot 10^9$	8.2 8.8	$1 \cdot 10^9$ $3 \cdot 10^9$	Elektronen Elektronen
SW3-5	Sp. + US	5	0.3 + US nach Helium Processing	-	-	ja	$6.0 \cdot 10^9$ $1.0 \cdot 10^{10}$	11.0 12.8	$6 \cdot 10^9$ $1.5 \cdot 10^9$	$e^-$ ind. Qu. th. Quench

Abkürzungen: US    Behandlung mit Ultraschall  
 Ac.    Behandlung mit Aceton  $\text{CH}_3\text{-CO-CH}_3$   
 Sp.    Behandlung mit konzentrierter Tensidlösung  
 $e^-$  ind. Qu.    Elektroneninduzierter Feldzusammenbruch  
 th. Quench    Lokal-thermischer Feldzusammenbruch

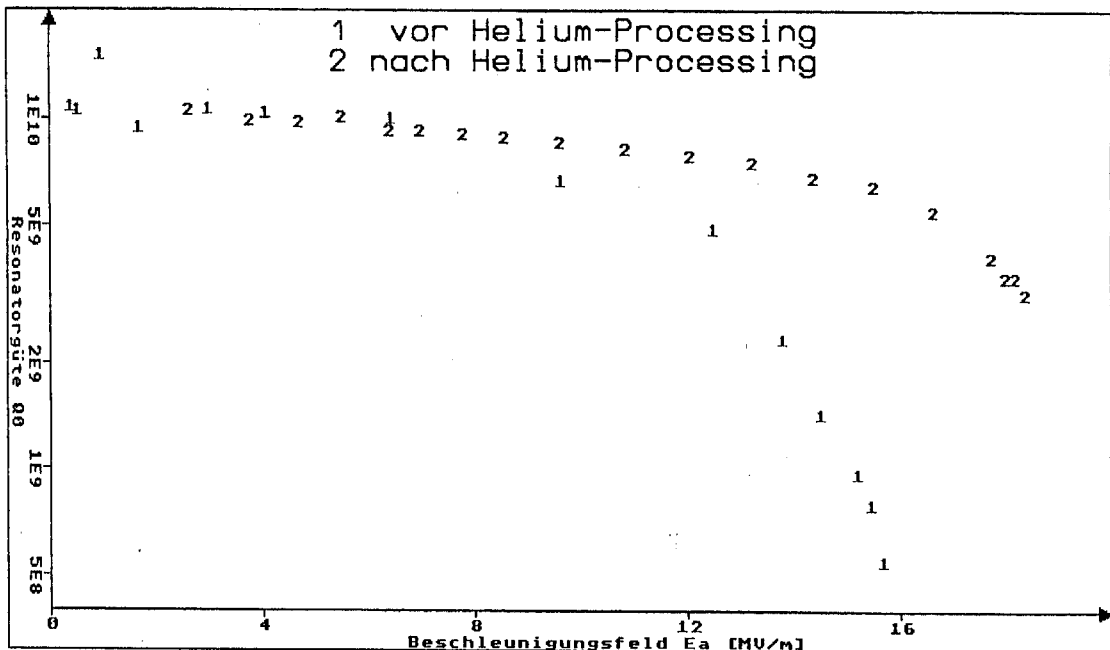
Vor Wiederholungstests wurde der Resonator zwar auf 300 K aufgewärmt, das Vakuumsystem jedoch nicht geöffnet und das Vakuum mit der Ionengetterpumpe aufrechterhalten, so daß keine neue Präparation der Nioboberfläche erforderlich war.

Bei diesen Messungen wurde auch das Verhalten der Elektronenemission untersucht. Bei Feldstärken von 20 MV/m erreichen die Elektronen trotz geringer Resonatorabmessungen beträchtliche Energien, so daß die freigesetzte Bremsstrahlung außen nachgewiesen werden kann. Mit dem Prototyp eines Röntgen-Detektorsystems wurde die Verteilung der Bremsstrahlung über die Oberfläche gemessen. Dabei zeigten sich meist mehrere aktive Bereiche über einem isotropen Untergrund.

Die Elektronenemission beginnt bei Überschreiten einer bestimmten Feldstärke, nimmt danach mit steigendem Feld stark zu und entzieht dem Resonator zunehmend Leistung, bis schließlich die gesamte zur Verfügung stehende Leistung von den Elektronen absorbiert wird. Das Verhalten der Emitter ist jedoch nicht stabil, sondern wird durch die Hochfrequenzleistung beeinflusst (HF-Processing). Oft kann durch längere Einwirkung des Hochfrequenzfeldes die Einsatzschwelle der Emission erhöht und die Steilheit des Anstiegs gesenkt werden (siehe Abbildung 3). Die Effektivität dieses Verfahrens wird durch einen Helium-Partialdruck von etwa 10 mPa im Resonator deutlich erhöht (Helium-Processing). Nach dem Helium-Processing lag die Einsatzschwelle der Elektronenemission im Resonator SW2 meist bei etwa 12 MV/m.

Abbildung 3

Abhängigkeit der Güte von der Feldstärke bei Test SW2-12 vor und nach dem Helium-Processing



In den Tests SW2-9 und SW2-12 wurde daraufhin versucht, die Elektronenemission durch Ausheizen des Resonators bei sukzessiv gesteigerten Temperaturen zu reduzieren. Tatsächlich gelang es nach dem Ausheizen bei 1200 °C erstmals, durch Helium-Processing die Einsatzschwelle der Emission auf über 15 MV/m zu erhöhen. Jedoch trat bei 18.6 MV/m ein lokal-thermischer Feldzusammenbruch auf, so daß letztlich keine Steigerung der Maximalfeldstärke erreicht wurde. Parallele Wärmeleitmessungen an einer mit Yttrium schichtgetterbehandelten Niobprobe zeigten eine Reduktion der Wärmeleitfähigkeit von 112 W/mK auf 39 W/mK nach einer Heizbehandlung bei 1100 °C (Ref. 53).

Bei Präparationen mit einer Reinstwasserspülung als letztem Schritt wurden sehr geringe Restwiderstände erreicht: Bester Wert ist ein globaler Restwiderstand von 10 nΩ in Test SW2-10. Besonderes Gewicht wurde dabei auf die Qualität des Reinstwassers bezüglich Ionenkonzentration sowie auf staubfreie Belüftung und Montage gelegt. Die mit Heizbehandlungen zwischen 850 °C und 1200 °C als Endpräparation erreichten Restwiderstände lagen deutlich über 10 nΩ.

Am Resonator SW1 wurde die ursprünglich hohe Wärmeleitfähigkeit, die durch mehrfache Heizbehandlungen zur Erzeugung einer Nb<sub>3</sub>Sn-Oberfläche vermutlich unter 10 W/mK gesunken war, durch eine Schichtgetterbehandlung mit Titan verbessert. In Ermangelung vollständig parallel behandelter Proben konnte die erreichte Wärmeleitfähigkeit nicht direkt gemessen werden. Messungen an ähnlich behandelten Proben lassen jedoch vermuten, daß die ursprüngliche Wärmeleitfähigkeit zumindest wieder erreicht wurde. Vor dem ersten Test nach der Titanisierung wurde lediglich eine Oberflächenschicht von 20 µm abgetragen, was nach Yttrisieren ausreichend ist. Untersuchungen der Fa. Interatom haben jedoch ergeben, daß Getter-schichten aus Titan beim Heizvorgang bis zu 50 µm tief in das Niob diffundieren (Ref. 54), was die geringe Niederfeldgüte beim Test SW1-7 erklärt.

Der Resonator SW3 zeigte bei allen Tests starke Belastung durch Elektronenemission und trotz seiner hohen Wärmeleitfähigkeit beim Test SW3-5 einen lokal-thermischen Feldzusammenbruch bereits bei 12.8 MV/m. Zur Klärung der Ursachen sind weitere Experimente erforderlich.

#### *1.5. Folgerungen für weitere Experimente*

Die in hochwärmeleitfähigen Resonatoren feldlimitierenden Effekte werden meist erst weit oberhalb von 5 MV/m Beschleunigungsfeldstärke sichtbar und können daher mit dem vorhandenen Temperaturkartographiesystem nicht erfaßt werden. Für die Defektanalyse an diesen Resonatoren, die über die Lokalisierung des Zusammenbruchs hinaus geht, ist daher eine Weiterentwicklung der Kartographie erforderlich. Sowohl die Kartographie mit gekapselten Thermometern, die auch im suprafluiden Helium sensitiv

ist (Ref. 13), als auch die Röntgenstrahlungs-Kartographie zur Beobachtung der Emitteraktivität (Ref. 17) wären hierfür geeignet und befinden sich in Entwicklung. Ein zusätzlicher Vorteil der Röntgenstrahlungs-Kartographie liegt in ihrer hohen Zeitauflösung, da sie im Gegensatz zur Temperaturkartographie keine Relaxationszeiten benötigt.

Zur Einschränkung der Elektronenemission bei hochwärmeleitfähigen Resonatoren muß die Kontamination mit Staub und Oberflächenverunreinigungen bei der Präparation weiter verringert werden. Geeignete Maßnahmen hierfür sind unter anderem die Spülung der Resonatoren mit Reinstwasser höchster Qualität (Ref. 22) (eventuell bei gleichzeitiger Einwirkung von Ultraschall), Belüftung und Montage unter kontrolliert staubfreien Bedingungen, die Vermeidung von Staubumlagerungen im UHV-System durch horizontale Montage des Resonators, Anschluß des Resonators an das UHV-System von unten sowie langsames Pumpen und Belüften und das Verringern der Restgasadsorption durch besseres Vakuum im Resonator beim Abkühlen. Ein Ausheizen bei 1200 °C oder höher ohne gleichzeitige Reduktion der Wärmeleitfähigkeit, z.B. durch zusätzliches Aufbringen einer Titan-Getterschicht auf der Außenfläche, könnte ebenfalls die Elektronenemission wirksam verringern.

Für mehrere supraleitende Beschleuniger wurde als Arbeitsfrequenz 1.5 GHz gewählt, unter anderem beim CEBAF-Beschleuniger<sup>(2)</sup> und beim geplanten Linearbeschleuniger in CEN Saclay<sup>(3)</sup>. Wählt man die Frequenz höher, wird die Beschleunigungsspannung pro Zelle zu gering und die zur Erzeugung hoher Mikrowellenleistung erforderliche Elektronik zu aufwendig. Bei niedrigerer Frequenz wird die transversale Ausdehnung der Struktur und des Kryostaten größer, was aus Kostengründen unerwünscht ist. Ein Anschluß an diese vielgenutzte Frequenz bietet erhebliche Kostenvorteile. Daher ist eine Erweiterung der oben beschriebenen Untersuchungen auf einzellige Resonatoren mit einer Grundfrequenz von 1.5 GHz geplant. Von Vorteil für hohe Güten und für die Temperaturkartographie im unterkühlten Helium ist dabei der nach der Theorie um einen Faktor 3.2 geringere BCS-Widerstand. Die größere Oberfläche erhöht die Wahrscheinlichkeit für das Vorhandensein starker Emitter oder Defekte, erleichtert aber auch deren Nachweis mit Diagnosesystemen.

---

<sup>2</sup> Continuous Electron Beam Accelerator Facility, Beschleunigerprojekt in Virginia / USA

<sup>3</sup> Centre d'Etudes Nucleaires Saclay, Gif-sur-Yvette bei Paris

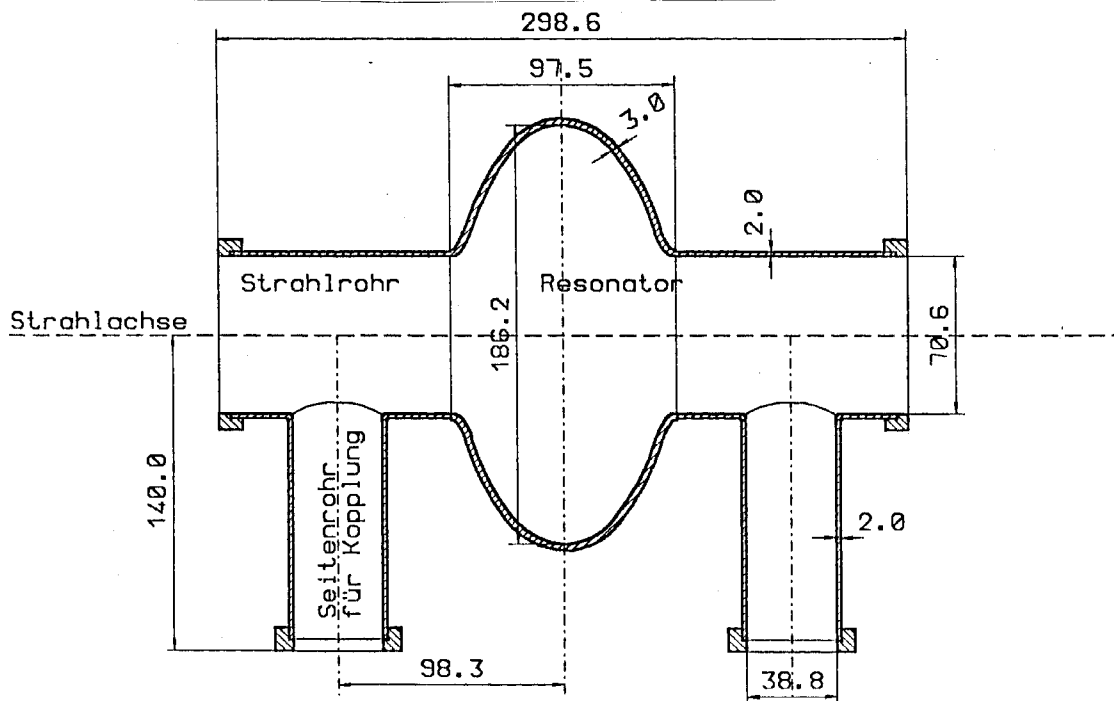
## 2. Aufbau eines Kryostateinsatzes für 1.5 GHz Resonatoren

### 2.1. Mechanische Konstruktion

Für die geplanten Messungen an 1.5 GHz Resonatoren war die Konstruktion und der Aufbau eines neuen Kryostateinsatzes erforderlich. Abbildung 5 zeigt eine Übersichtszeichnung des gesamten Einsatzes. Die wichtigsten Veränderungen gegenüber dem 3 GHz Kryostateinsatz bestehen in der horizontalen Montage des Resonators und der Verwendung von zwei variablen Hochfrequenzkopplungen. Die für die Testresonatoren gewählte Geometrie (siehe Abbildung 4) entspricht der Form einer Endzelle der fünfzelligen Resonatoren von CEBAF. Die Zelle wurde lediglich am Äquator um 2.6 mm gekürzt, um die durch das zweite Strahlrohr auftretende Frequenzverschiebung zu kompensieren. Tabelle 3 zeigt die mit URMEL bzw. URMEL-T erstellte Liste der Hochfrequenzmoden im Vergleich zu den gemessenen Werten.

Abbildung 4

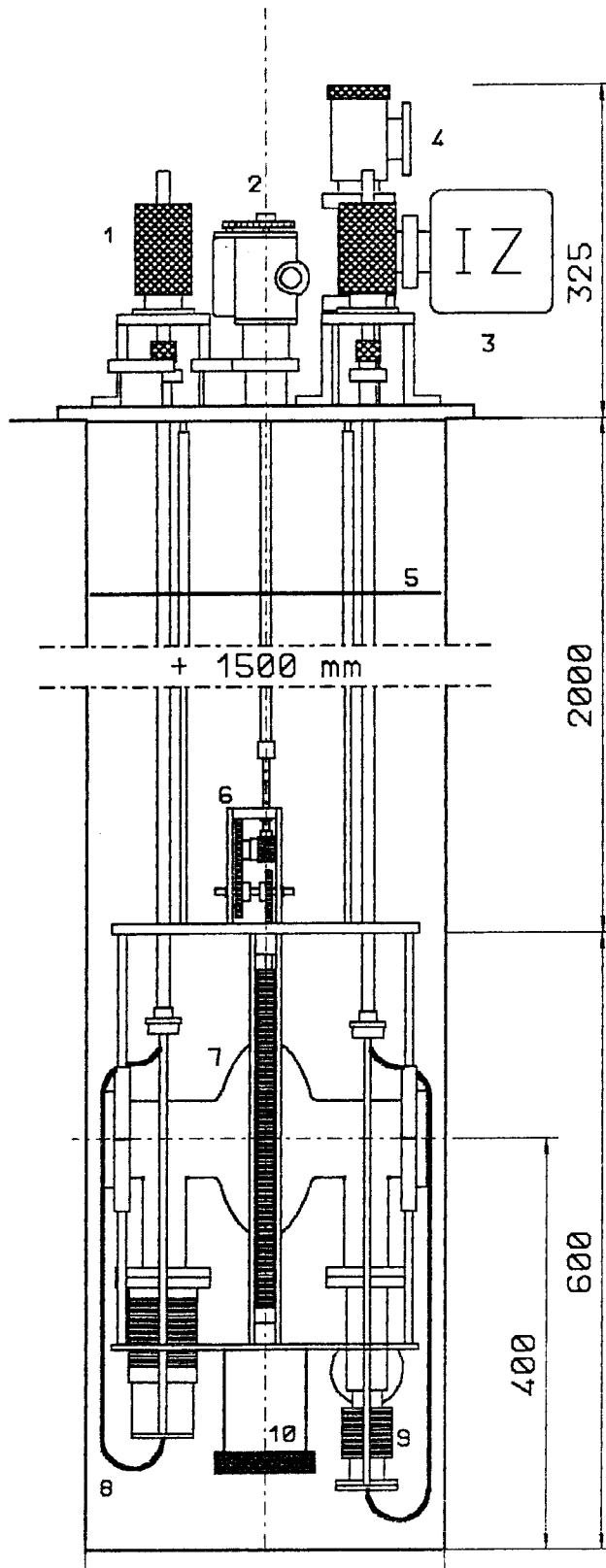
Elliptischer 1.5 GHz Resonator aus Niob



Der zur Verfügung stehende Kryostat hat einen Durchmesser von 350 mm und eine Tiefe von 2600 mm mit einem Fassungsvermögen von 200 l flüssigem Helium. Um den Kältemittelbedarf zum Abkühlen auf 4.2 K zu verringern, wurde der Kryostateinsatz so leicht wie möglich aufgebaut.

Abbildung 5

Kryostateinsatz für Messungen an einzelligen 1.5 GHz Resonatoren



Kryostatdeckel

- 1 Verstellmechanismus für variable Kopplung
- 2 Motorantrieb für Analysesystem
- 3 Ionengetterpumpe
- 4 UHV-Pumpanschluß

Zwischenbereich

- 5 Abschirmblech

Resonatorblock

- 6 Getriebe für Diagnosesystem
- 7 Resonator
- 8 Einkopplung
- 9 Auskopplung
- 10 Heizwiderstand



Tabelle 3

Modenliste für den elliptischen 1.5 GHz Resonator

Rechnung mit Programm URMEL bzw. URMEL-T			Messung am Resonator bei 4.2K		
Modebezeichnung (nach URMEL)	Resonanzfrequenz f [MHz]	Geometriefaktor G [ $\Omega$ ]	Resonanzfrequenz f [MHz]	Schwingungsgüte Q <sub>0</sub> (4.2 K)	
TM0-EE-1	1490.3	256	1490.6	$3.8 * 10^8$	(TM-010)
TM0-ME-1	2908.6	445	2907.3	$1.1 * 10^8$	
TM0-EE-2	2991.7	519	2992.3	$1.1 * 10^7$	
TM0-ME-2	3332.0		3269.0	$1.8 * 10^6$	
TM0-EE-3	3332.0		3272.2	$1.2 * 10^6$	
TM0-ME-3	3745.1	397	3744.9		
TM0-EE-4	3771.6	407	3798.0		
TE0-ME-1	2915.5	745 <sup>(4)</sup>	2920.1	$3.3 * 10^8$	
1-ME-1	1932.5	295	1930.1 1931.2		
1-EE-1	2070.2	293	2070.4		
1-EE-2	2658.8	324	2657.2	$1.2 * 10^7$	
1-ME-2	2766.1	320	2767.6	$1.8 * 10^7$	
1-EE-3	3114.7	440	3118.0	$1.4 * 10^5$	
1-ME-3	3215.5	424	3213		
1-ME-4	3574.3	641	3573		
1-ME-5	3681.6	642	3668		
1-EE-4	3735.2	608	3736 3737		
1-EE-5	3826.1	630	3827		
2-ME-1	2692.1	415	2690.9	$1.8 * 10^8$	
2-EE-1	2767.2	397	2767.2 2767.8	$6.5 * 10^7$ $3.8 * 10^7$	
2-ME-2	3843.9	403			
2-EE-2	3912.1	447			
3-ME-1	3275.3		3285.2	$1.2 * 10^8$	
3-EE-1	3411.5	480	3410.2 3410.5	$1.5 * 10^8$ $1.5 * 10^8$	
4-ME-1	3787.3				
4-EE-1	4029.1				

<sup>4</sup> G = 745  $\Omega$  gemessen am normalleitenden Resonator; URMEL-T liefert hier einen falschen Wert G = 332  $\Omega$ .

Der Kryostateinsatz besteht aus den Modulen Kryostatdeckel, Resonatoraufhängung und Resonatorblock. Der Resonatorblock ist eine stabile Aluminiumkonstruktion und dient als Halterung für Resonator, Kopplungen und Diagnosesystem. Der horizontal gelagerte Resonator wird durch Klemmbacken fixiert und kann mit wenigen Handgriffen montiert werden. Ein Heizwiderstand ( $3 \Omega$ , 100 W) dient zum kontrollierten Aufheizen des Kryostaten. Zur Reduktion des Wärmetransports durch Konvektion und Strahlung befinden sich im Zwischenbereich fünf dünne, horizontale Aluminiumbleche. Die Aufhängung des Resonatorblocks sowie die Kraftübertragungswellen für Diagnosesystem und Kopplungen bestehen aus schlecht wärmeleitenden, dünnen Edelstahlrohren. Der Deckel besitzt vakuumdichte Durchführungen für sämtliche Versorgungsleitungen. Auf dem Deckel befinden sich Anschlüsse, Bedienungselemente und Geräte für Raumtemperaturbetrieb. Messungen ergaben im Regelbetrieb einen Wärmetransport von etwa 500 mW in den mit flüssigem Helium gefüllten Kryostaten.

Zur Erzeugung des Ultrahochvakuums im Resonator dient eine Ionengetterpumpe mit einem Saugvermögen von 8 l/s, deren Versorgungsstrom gleichzeitig zur Druckmessung dient. Das Verbindungsrohr zwischen Pumpe und Resonator mit 35 mm Durchmesser und etwa 3000 mm Länge hat einen Leitwert von 1.7 l/s im Molekularströmungsbereich (für  $p \leq 0.1$  Pa). Ein Ganzmetall-Eckventil direkt am Pumpflansch des Resonators ermöglicht das Evakuieren des Resonators vor dem Einbau in den Kryostateinsatz. Bei Raumtemperatur wurden bereits  $2 \cdot 10^{-5}$  Pa Druck erreicht; beim Abkühlen auf 4.2 K sinkt der Druck im UHV-System auf  $6 \cdot 10^{-7}$  Pa.

Das beim Abkühlen vorhandene permanente Magnetfeld wird am Sprungpunkt nicht vollständig aus dem Resonator verdrängt, sondern in Form von Flußschläuchen eingefroren. Diese verursachen einen zusätzlichen Oberflächenwiderstand von  $7 \text{ m}\Omega/\text{T}$  bei 1.5 GHz (Ref. 9). Allein das Erdmagnetfeld ( $50 \mu\text{T}$ ) verursacht so einen Restwiderstand von  $350 \text{ n}\Omega$ . Der gesamte Kryostat ist deshalb mit einer stark ferromagnetischen Folie umwickelt, die das äußere Magnetfeld in der Umgebung des Resonators auf weniger als  $1 \mu\text{T}$  reduziert. Zusätzlich wurden für den Kryostateinsatz, insbesondere in der Nähe des Resonators, nur Nichteisenmetalle (Aluminium, Messing und Bronze) verwendet. Lediglich mechanisch stark belastete Teile wie das UHV-System einschließlich der variablen Kopplungen, Flansche, Schrauben und Muttern sind aus unmagnetischem Edelstahl (Typ 1.4571) hergestellt.

## 2.2. Rotierbares Diagnosesystem

Das Diagnosesystem dient zur lokalen Messung von Temperatur und Strahlungsintensität auf der gesamten Oberfläche des Resonators. Auf-

grund der Rotationssymmetrie der Resonatoren genügt eine Kette von Detektoren, die um die Resonatorachse rotiert.

Den Äquator des Resonators umgibt ein großer Ring, an dem bis zu zwölf Seitenarme mit Detektoren befestigt werden können. Der Ring lagert drehbar zwischen vier kleineren Zahnrädern und wird durch zwei Aluminiumplatten seitlich geführt. Der Antrieb erfolgt durch einen Elektromotor auf dem Kryostatdeckel, die Kraftübertragung zum Resonatorblock über eine dünne Rohrwelle. Um die an der Rohrwelle auftretenden Drehmomente gering zu halten, wurde zunächst eine Konstruktion mit hoher Drehzahl (ca.  $20 \text{ s}^{-1}$ ) und starker Untersetzung am Resonatorblock durch ein Schneckengetriebe gewählt. Unwuchten an der Rohrwelle und hohe Reibungsverluste im Schneckengetriebe erzwangen jedoch einen Umbau auf niedrige Drehzahl und ein Kegelzahnradgetriebe am Resonatorblock.

Die Bestimmung der Winkelposition erfolgt direkt am Motor durch ein mit der Achse gekoppeltes Zehngang-Potentiometer ( $100 \text{ k}\Omega$ ), das bei Bedarf von der Achse entkoppelt werden kann. Um ein Überdrehen des Systems zu verhindern, sind für die Winkelpositionen  $0^\circ$  und  $360^\circ$  Endabschalter am rotierenden Ring angebracht. Beim Überfahren der Winkelposition wird die Stromzufuhr des Motors für diese Drehrichtung automatisch unterbrochen.

Die Auslekabel für die Detektoren dürfen bei der Rotation des Systems nicht zu stark geknickt oder mechanisch belastet werden, da die Kunststoffummantelung bei tiefen Temperaturen äußerst spröde ist. Flachleiterbandkabel aus Polyesterlaminat (Fa. Gore) wurden zur Stabilisierung auf ein  $0.5 \text{ mm}$  Messingblech geklebt und als Spirale um die Strahlrohre des Resonators gewickelt. Ein Ende der Spiralen ist an den Detektorarmen befestigt, das andere am Resonatorblock. Bei der Rotation dehnen sich die Spiralen von vier Windungen (Winkelposition  $0^\circ$ ) auf drei Windungen ( $360^\circ$ ) und verteilen dabei die zusätzliche Biegung auf die Gesamtlänge der Kabel von  $4 \text{ m}$ . An den Detektorarmen sind seitliche Führungsbleche für die Spiralen befestigt. Vom Resonatorblock werden die Leitungen über Steckverbindungen weiter zum Kryostatdeckel geführt, wo sie über 48-polige vakuumdichte Steckverbindungen (Fa. Lemosa) von außen abgegriffen werden können.

Vorgesehen ist der Einbau von 20 Strahlungsdetektoren (Ortsauflösung etwa  $10 \text{ mm}$ ) und 40 abgeschirmten Temperatursensoren (Ortsauflösung etwa  $4 \text{ mm}$ ), sobald diese Systeme einsatzbereit sind. Vorläufig wurden 20 ungekapselte Temperatursensoren (Ref.15) montiert. Die Aufnahme und Aufbereitung der Meßdaten erfolgt vollautomatisch mit Hilfe einer rechnergesteuerten Datenkontrolleinheit (Ref.10). Die Aufnahme einer vollständigen Temperaturkarte erfordert aufgrund der Relaxationszeiten

des Heliumbades etwa 20 Minuten; die Aufnahme einer Verteilung der Röntgenstrahlung sollte dagegen, nur durch die Rotationsgeschwindigkeit begrenzt, in etwa dreißig Sekunden möglich sein.

### 2.3. Koppelsysteme für die Hochfrequenzenergie

Der Koppelfaktor  $\beta$  einer Kopplung ist definiert als das Verhältnis zwischen Leistungsverlusten  $P_e$  durch die Kopplung und Jouleschen Verlusten  $P_0$  in der Resonatorwand:

$$\beta = \frac{P_e}{P_0} = \frac{Q_0}{Q_e} \quad (7)$$

Ein nur von der geometrischen Anordnung abhängiges Maß ist die Koppelgüte  $Q_e$ :

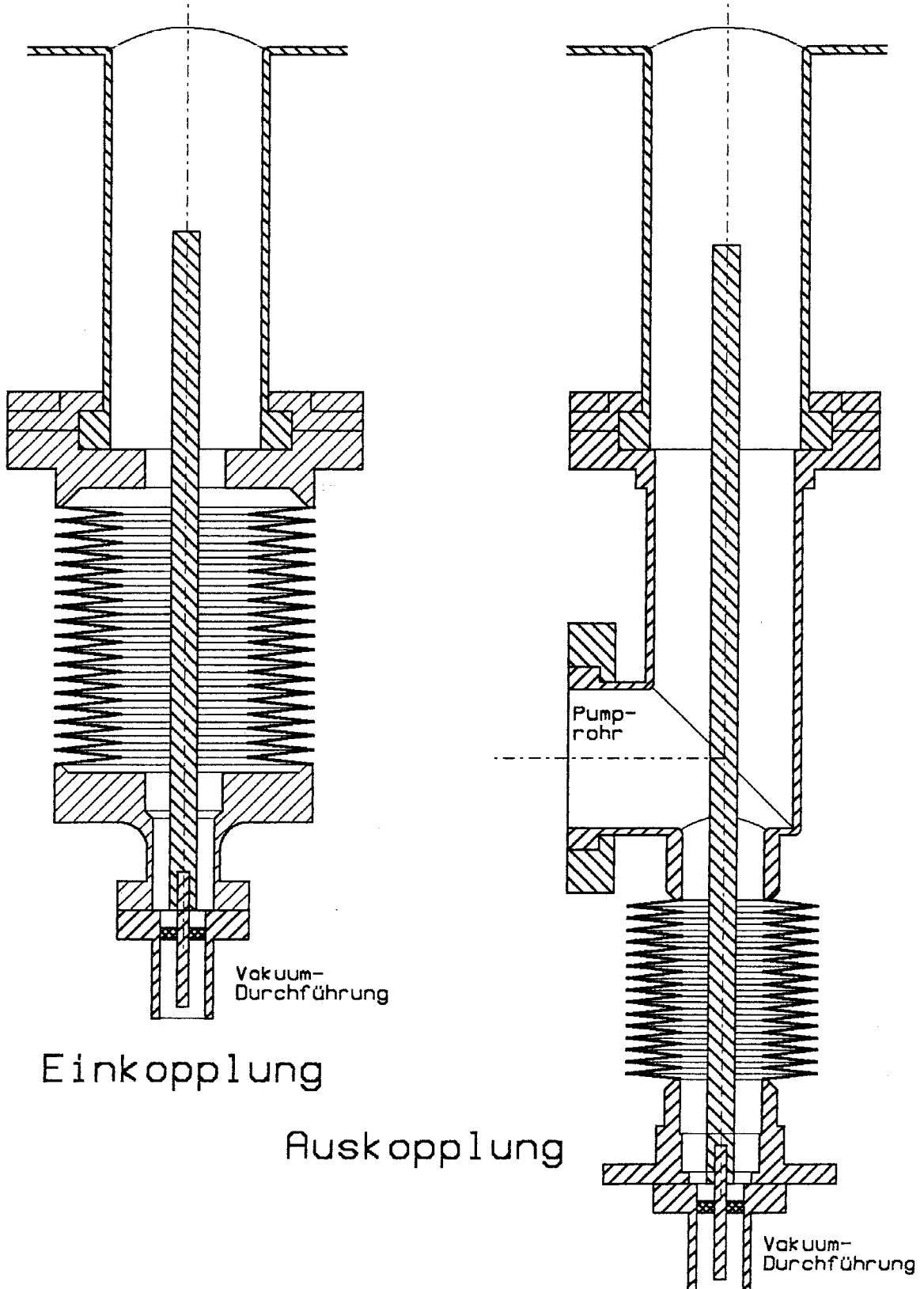
$$Q_e = \frac{\omega \cdot W}{P_e} \quad (8)$$

Um die Hochfrequenzleistung möglichst vollständig in den Resonator einkoppeln zu können, ist an der Einkopplung ein Koppelfaktor  $\beta \approx 1$  erforderlich, bei dem auch die Meßgenauigkeit der wichtigen Hochfrequenzgrößen am höchsten ist. Bei der Auskopplung muß ein Kompromiß zwischen hoher Meßgenauigkeit ( $\beta \approx 1$ ) und minimalem Leistungsverlust ( $\beta \ll 1$ ) gesucht werden; meist wird  $\beta \approx 0.1$  gewählt. Die Einstellung der Kopplung erfolgt durch Änderung der Koppelgeometrie. Da sich in der Regel die Güte  $Q_0$  des Resonators während der Messungen ändert, ist für optimale Meßbedingungen eine Möglichkeit zur Anpassung der Koppelgüten wünschenswert. Zusätzlich bieten variable Kopplungen die Möglichkeit, neben dem zur Beschleunigung verwendeten TM-010 Grundmode im gleichen Test weitere Moden des Resonators, die aufgrund ihrer Feldverteilung andere Koppelfaktoren haben, optimal auszumessen.

Ein- und Auskopplung wurden als variable, koaxiale Strahlrohrseitenkopplung konstruiert (Ref. 8), deren Vorteile geringe Verzerrung des Resonatorfeldes und geringer Platzbedarf im Strahlbereich sind. Die exakte Geometrie beider Kopplungen ist in Abbildung 6 dargestellt. An beiden Strahlrohren sitzen nahe dem Resonator Seitenrohre mit einem zentrisch angeordneten, beweglichen Antennenstift. Die Antenne bildet den Übergang zwischen  $50 \Omega$  Koaxialleitung und zirkularem Hohlleiter. Auf bewegliche Außenleiter im Bereich der Membranbälge wurde verzichtet, weil bei ersten Messungen nach deren Einbau Koppelresonanzen auftraten. Der Grundmode wird hauptsächlich über die TM-01 Welle des Zirkularhohlleiters gekoppelt, die weder im Strahlrohr noch im Seitenrohr ausbreitungsfähig ist. Zur Anpassung der Koppelstärke an die Resonatorgüte wird die Antenne im Seitenrohr axial verschoben. Hierdurch ändert sich die Länge des als Zirkularhohlleiter wirkenden Rohrstücks, das für den Grundmode eine Dämpfungskonstante von  $120 \text{ m}^{-1}$  bzw.  $10.4 \text{ dB/cm}$  aufweist.

Abbildung 6

Variable Kopplungen für den 1.5 GHz Resonator



Das Verschieben der Kopplungen erfolgt über ein Gestängesystem vom Kryostatdeckel aus. Allein durch den Luftdruck im Kryostat treten dabei Kräfte von 200 N auf. Hinzu kommen Reibungs- und Gewichtskräfte sowie Federkräfte des Membranbalges. Um die Kopplungen trotzdem feinfühlig verstellen zu können, wird das Schubrohr mit Hilfe eines Feingewindes verschoben. Der Hub beträgt 1.5 mm pro Umdrehung. Die Grenzen der Variation sind durch die Dehnbarkeit der Edelstahl-Membranbälge gegeben. Die Nenn-Dehnbarkeit beträgt 51 mm bzw. 33 mm; bei ersten Messungen wurden real 65 mm bzw. 38.5 mm und entsprechend höhere Variationsbereiche der Kopplungen erreicht. Der größere Wert bezieht sich jeweils auf die Einkopplung. Im Hinblick auf die Lebensdauer der Membranbälge sollte diese Überschreitung der Nenn-Dehnbarkeit jedoch nur in Ausnahmefällen in Anspruch genommen werden.

Die Hochfrequenzkabel werden in den Schubrohren der variablen Kopplungen geführt, um Biegebeanspruchungen in der Kälte zu vermeiden. Für die Auskopplung wurde ein halbstarres Kupfermantelkabel (Fa. Suhner Typ UT 141 A) verwendet, für die Einkopplung wegen der höheren Leistung ein flexibles Koaxialkabel mit mikroporösem PTFE-Dielektrikum (Fa. Gore Typ 2).

#### *2.4. Erste Ergebnisse aus Systemtests*

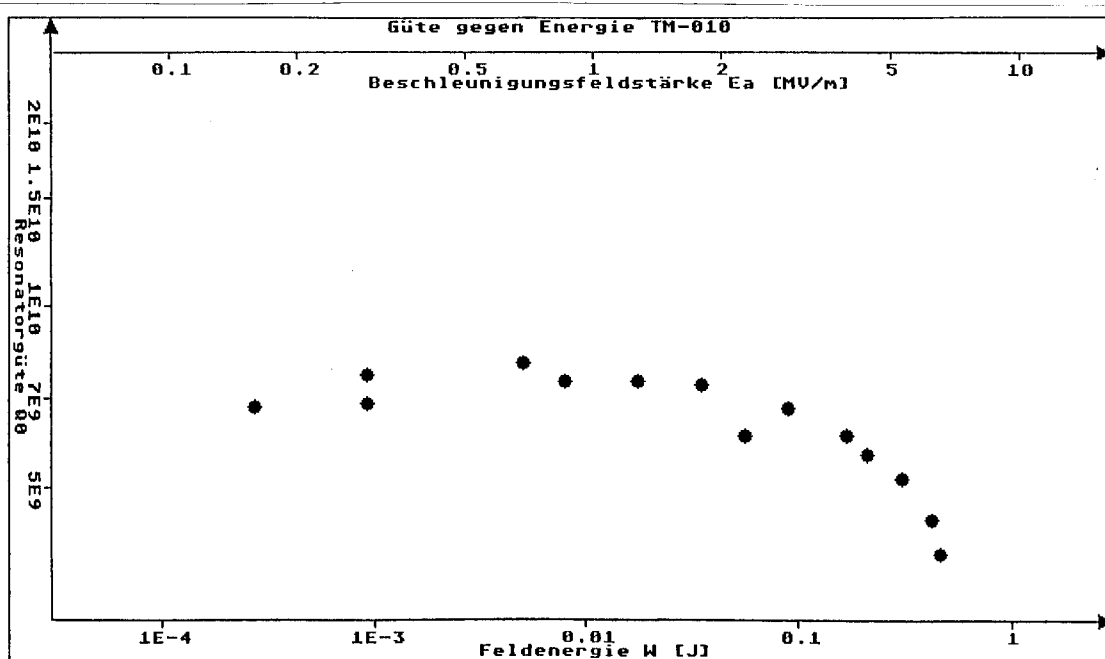
Die ersten Messungen mit dem neuen Kryostateinsatz wurden an einem von der Fa. Interatom für CEN Saclay gebauten Resonator vorgenommen, der aus hochwärmeleitfähigem Nioblech von etwa 40 W/mK hergestellt ist. Das Modenspektrum des Resonators bis 4 GHz wurde aufgenommen. Die Bestimmung der geometrischen Verteilung der Hochfrequenzverluste mit Hilfe der Temperaturkartographie erwies sich als hilfreich für die Identifizierung der Moden. Der Vergleich mit den numerischen Modeberechnungen der Programme URMEL und URMEL-T (Ref. 50) zeigt eine exzellente Übereinstimmung der Frequenzen (siehe Tabelle 3).

Nähere Untersuchungen wurden am TM-010 und TE-011 Mode vorgenommen. Als Vergleichsmaß für die Feldstärken der Moden dient die Feldenergie  $W$ . Der TM-010 Grundmode hat die höchste Beschleunigungsspannung bei gegebener Verlustleistung und dient daher als Beschleunigungsmode. Bei 1.5 K konnte eine Niederfeldgüte von  $8 \cdot 10^9$  erreicht werden. Die erreichte Beschleunigungsfeldstärke betrug 6.6 MV/m entsprechend einer Feldenergie von 0.47 J bei einer Güte von  $3.9 \cdot 10^9$  (siehe Abbildung 7a), begrenzt durch einen lokal-thermischen Feldzusammenbruch am Äquator. Das maximale magnetische Oberflächenfeld betrug 30 mT. Die Elektronenemission war gering und über die Auskoppelantenne kaum nachweisbar.

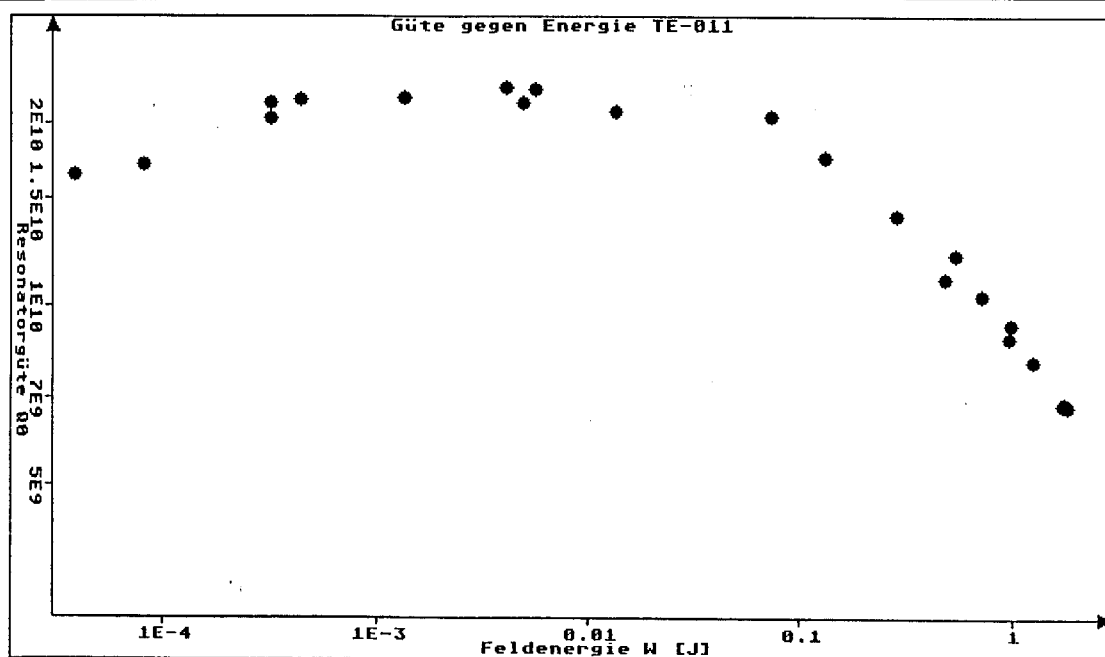
Abbildung 7

Abhängigkeit der Güte von der Feldenergie Saclay-Resonator

a) TM-010 Mode, 1490 MHz



b) TE-011 Mode, 2920 MHz



Der TE-011 Mode hat kein elektrisches Oberflächenfeld und sollte daher keine Feldemission aufweisen, was ihn für die Untersuchung hoher Oberflächenmagnetfelder in hochwärmeleitfähigen Resonatoren prädestiniert. Wegen seines transversalen elektrischen Feldes eignet er sich aber nicht zur Beschleunigung von Teilchen. Die Niederfeldgüte im TE-011 Mode betrug  $2.3 * 10^{10}$ ; es konnte eine Feldenergie von 1.8 J bei einer Güte von  $6.8 * 10^9$  erreicht werden (siehe Abbildung 7b), ebenfalls begrenzt durch einen lokal-thermischen Feldzusammenbruch am Äquator.

Der Resonator blieb in beiden Moden deutlich unter den Erwartungen; trotz seiner hohen Wärmeleitfähigkeit traten bereits bei mäßigen Feldstärken Feldzusammenbrüchen auf. Die Messung bewies jedoch die Funktionstüchtigkeit des Kryostateinsatzes und insbesondere der Hochfrequenzkopplungen für die geplanten Messungen. Systematische Messungen an 1.5 GHz Resonatoren wurden im Rahmen dieser Arbeit noch nicht begonnen.



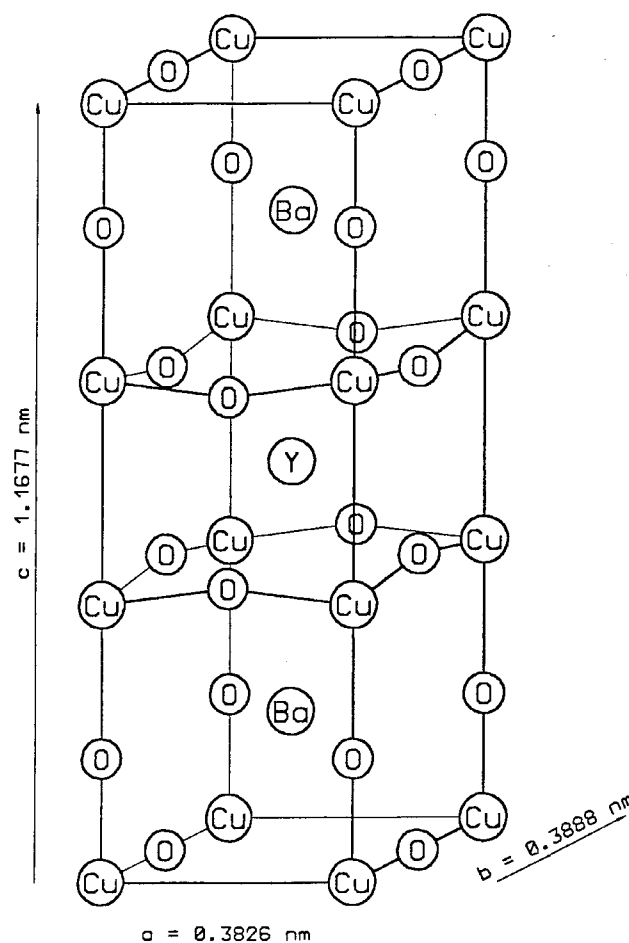
### 3. Messung der Hochfrequenz-Eigenschaften von $YBa_2Cu_3O_7$

#### 3.1. Entdeckung und Herstellung von $YBa_2Cu_3O_7$

1986 wurde eine neue Gruppe supraleitender Stoffe mit Sprungtemperaturen weit oberhalb der höchsten bisher bekannten Sprungtemperatur ( $T_C = 23.3\text{ K}$  für  $Nb_3Ge$ , Ref. 28) entdeckt (Ref. 29). Es handelt sich um Mischoxide verschiedener Metalle mit perowskitähnlicher, orthorhombischer<sup>5)</sup> Kristallstruktur. Bekanntester Vertreter ist das  $YBa_2Cu_3O_7$  (Ref. 31) mit einer Sprungtemperatur von 92 K. Bei Substitution von Yttrium durch Metalle mit ähnlicher Elektronenhülle (Gadolinium, Erbium, Europium u.a.) zeigt sich keine signifikante Änderung der chemischen und elektrischen Eigenschaften (Ref. 36, 38). Meldungen über Verbindungen mit deutlich höherer Sprungtemperatur konnten bisher nicht an einphasigen Proben verifiziert werden.

Abbildung 8

Kristallstruktur von  $YBa_2Cu_3O_7$



<sup>5)</sup> orthorhombische Struktur: die Gittervektoren  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  und  $\mathbf{c}$  stehen senkrecht aufeinander und haben unterschiedliche Längen.

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  kristallisiert in einem orthorhombischen Gitter ähnlich dem Perowskit ( $\text{CaTiO}_3$ ), wobei Cu die Stelle von Ca einnimmt, Ba und Y die Stelle von Ti einnehmen (siehe Abbildung 8). Ein vollständig besetztes Perowskit-Gitter würde neun statt sieben Sauerstoffatome pro Einheitszelle erfordern, daher bleibt ein Teil der anionischen Gitterplätze unbesetzt. Der Ladungsausgleich erfordert für jedes dritte Kupferion formal dreifach positive Ladung. Der Sauerstoffgehalt und damit verbunden die Valenz der Kupferionen hat sich als entscheidender Parameter für die Qualität der Supraleitung erwiesen (Ref. 34); optimal ist ein Sauerstoffgehalt von 6.9 Atomen pro Einheitszelle (Ref. 31). Die sauerstoffärmere Phase  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$  hat tetragonale<sup>6)</sup> Kristallstruktur und zeigt keine Supraleitung. Der Umwandlungspunkt hängt vom Sauerstoffgehalt der Umgebung ab; in reinem Sauerstoff ist die orthorhombische Phase unterhalb von 970 K stabil (Ref. 39).

$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  ist ein schwarzes, keramisches Material mit metallischen Eigenschaften. Die Leitfähigkeit polykristalliner Proben beträgt etwa  $1.7 \cdot 10^5$  S/m bei Raumtemperatur (Ref. 31, 38). Messungen an Einkristallen haben stark anisotropisches Verhalten der normalen Leitfähigkeit und der supraleitenden Stromtragfähigkeit gezeigt (Ref. 37, 40).  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  ist chemisch wenig stabil; es hydrolysiert und löst sich leicht in den meisten Säuren. Zur Langzeitstabilität von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  in trockener Luft und im Vakuum liegen noch keine Aussagen vor.

Zur Herstellung von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Pulver wurde ein stöchiometrisches Gemisch aus  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (15.13%),  $\text{BaCO}_3$  (52.89%) und  $\text{CuO}$  (31.98%) hoher Reinheit (99.99% oder besser) fein gemahlen und bei 930 °C über 15 Stunden in Luft geglüht. Das Mahlen und Mischen wurde anfangs von Hand in einem Achatmörser, später in einer automatischen Kugelmühle durchgeführt. Alternativ wurden im Fachbereich Chemie der Universität Wuppertal die Formiate (Salze der Ameisensäure  $\text{HCOOH}$ ) von  $\text{Y}^{3+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$  und  $\text{Cu}^{2+}$  aus einer gemeinsamen Lösung abgeschieden, bei 300 °C pyrolysiert, das entstehende rötliche Pulver gemörsert und ebenfalls bei 930 °C geglüht (Ref. 51). Zur Herstellung massiver Proben wurde die entstandene Sintermasse erneut fein gemahlen, zu zylindrischen Proben gepreßt (Durchmesser 13 mm, Dicke 1.5 mm; Preßdruck 700 MPa) und erneut bei 930 °C über mehrere Stunden geglüht, diesmal in reiner Sauerstoffatmosphäre. Nach dem letzten Glühen wurden die Proben langsam und kontrolliert abgekühlt, um die Umwandlung von der tetragonalen zur orthorhombischen Phase bei etwa 700 °C möglichst vollständig ablaufen zu lassen. Auf gleichem Weg wurden auch einige Proben aus  $\text{EuBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  hergestellt.

---

<sup>6)</sup> tetragonale Struktur: die Gittervektoren **a**, **b** und **c** stehen senkrecht aufeinander; a und b sind gleich lang.

### 3.2. Ziele der Hochfrequenz-Messungen an $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

Die meisten veröffentlichten Messungen der elektrischen Eigenschaften von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  wurden als Vierpol- Widerstandsmessungen durchgeführt. Zwischen zwei Kontakten fließt ein Strom durch eine Probe, über zwei weitere Kontakte wird der durch den Ohmschen Widerstand in der Probe verursachte Spannungsabfall gemessen. Solche Messungen werden mit Gleichstrom oder Wechselstrom niedriger Frequenz ( $f < 1 \text{ MHz}$ ) durchgeführt und eignen sich gut zur Bestimmung der Sprungtemperatur und der Temperaturabhängigkeit des Widerstandes. Da aber bereits ein einziger supraleitender Strompfad zum Verschwinden des elektrischen Widerstandes ausreicht, kann keine Aussage über den Anteil normalleitender oder isolierender Bereiche in der Probe gemacht werden. Die Messung sehr kleiner Widerstände oder hoher Stromdichten stellt außerdem extreme Anforderungen an die externe Kontaktierung der  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben.

Wird eine  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Probe einem elektromagnetischen Hochfrequenzfeld zwischen 100 MHz und 100 GHz ausgesetzt, werden in der gesamten dem Feld ausgesetzten Oberfläche Abschirmströme induziert. Eine äußere Kontaktierung der Probe ist nicht erforderlich. In resonanten Feldern können die durch schlecht leitende Bereiche erzeugten Verluste dabei leicht über die Schwingungsgüte  $Q_0$  bestimmt werden. Die resonante Feldüberhöhung bietet zusätzlich die Möglichkeit, mit geringer Eingangsleistung sehr hohe Feldstärken an der Oberfläche der Proben zu erzeugen.

Wichtigste Meßgröße ist der globale Oberflächenwiderstand  $R_S$  der Probe. Im normalleitenden Fall kann  $R_S$  unter Annahme des normalen Skineffekts aus der Leitfähigkeit  $\sigma$  der Probe berechnet werden:

$$R_S = \sqrt{\frac{\mu_0 \cdot \omega}{2 \cdot \sigma}} \quad (9)$$

Wegen der starken Anisotropie der Leitfähigkeit  $\sigma$  muß dieser Wert jedoch über alle Kristallorientierungen gemittelt werden. Unter Annahme von  $\sigma_a = \sigma_b > \sigma_c$  und  $\sigma_d = \sigma_a - \sigma_c$  erhält man:

$$R_S = \frac{1}{4} \sqrt{\frac{\mu_0 \cdot \omega}{2}} \cdot \left( \sqrt{\frac{4}{\sigma_a}} + \sqrt{\frac{1}{\sigma_c}} + \sqrt{\frac{\sigma_c}{4\sigma_a\sigma_d}} \cdot \ln \frac{\sqrt{\sigma_a} + \sqrt{\sigma_d}}{\sqrt{\sigma_a} - \sqrt{\sigma_d}} \right) \quad (9a)$$

Für eine Frequenz von 2.86 GHz folgt hieraus  $R_S = 450 \text{ m}\Omega$  bei 300 K und  $R_S = 430 \text{ m}\Omega$  bei 100 K (Ref. 40). Aus der Temperatur- und Frequenzabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes supraleitender Proben können grundlegende Parameter der BCS-Theorie wie Eindringtiefe und Energielücke ermittelt und die Gültigkeit der BCS-Theorie für  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  überprüft werden. Die Bestimmung des temperaturunabhängigen Restwiderstandes ermöglicht Aussagen über die Größe normalleitender Bereiche oder Defekte in der Probe. Durch Messung des Oberflächenwiderstands in Abhängigkeit von der Oberflächen-Magnetfeldstärke kann das Verhalten der Supraleiter bei hohen Stromdichten untersucht werden.

Eine Änderung der Eindringtiefe des Hochfrequenzfeldes in die Probe wirkt sich durch die Änderung des Resonanzvolumens auf die Resonanzfrequenz aus:

$$\Delta f = \frac{\pi \cdot \mu_0 \cdot f^2}{G_T} \cdot \Delta \lambda \quad (10)$$

Der Geometriefaktor  $G_T$  entspricht dem in Formel 16 definierten Geometriefaktor. Im normalleitenden Fall kann die Eindringtiefe über den normalen Skineffekt berechnet werden:

$$\lambda = \frac{\delta}{2} = \frac{R_S}{\mu_0 \cdot \omega} \quad (11)$$

Im supraleitenden Fall läßt sich die Temperaturabhängigkeit der London'schen Eindringtiefe  $\lambda_L$  in der Nähe der Sprungtemperatur gut durch die Gorter-Casimir-Funktion beschreiben:

$$\lambda_L(T) = \lambda_L(0) \cdot x\left(\frac{T}{T_C}\right) \quad (12)$$

$$\text{mit } x(t) = (1 - t^4)^{-\frac{1}{2}} \quad (12a)$$

Die genaue Messung der Resonanzfrequenz in Abhängigkeit von der Temperatur ermöglicht daher die direkte Bestimmung von Änderungen der Eindringtiefe. Durch Anpassung der Meßdaten an Formel 12 kann die Londonsche Eindringtiefe  $\lambda_L(0)$  im Supraleiter extrapoliert werden.

### 3.3. Meßtechnik und Meßgenauigkeit

Die Hochfrequenzmessungen an  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  wurden bei einer Frequenz von 2,86 GHz in einem sphärischen Niobresonator durchgeführt (Ref. 44). Der Resonator wurde unter einem Winkel von etwa  $30^\circ$  zur Vertikalen im Kryostateinsatz befestigt und die  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben hineingelegt (siehe Abbildung 9). Zur Temperaturmessung dienten Platin- und Germaniumwiderstände an der Resonatoraußenwand. Die Längen der Koppelantennen mußten vor jeder Messung angepaßt werden. Bei Messungen in flüssigem Helium und bei Aufwärmessungen wurde meist für die Einkopplung  $Q_e = 3 \cdot 10^6$  und für die Auskopplung  $Q_e = 3 \cdot 10^7$  gewählt (siehe Formel 8), für Schnelltests in flüssigem Stickstoff deutlich geringere Koppelgüten.

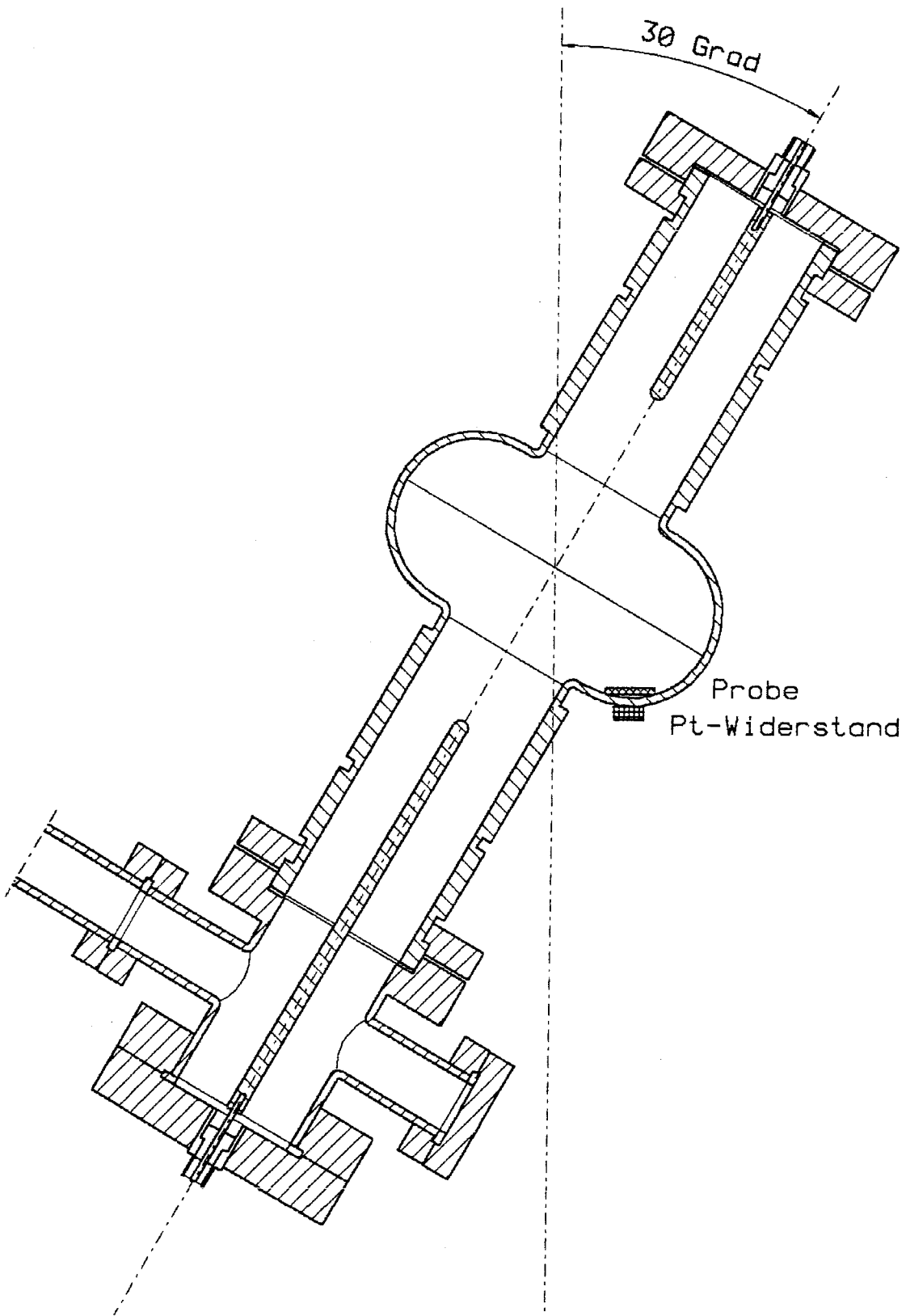
Die Messung der Güte erfolgte bei normalleitendem Resonator über die Resonanzbreite  $\Delta\omega$ , bei supraleitendem Resonator dagegen über die Abklingzeit  $\tau$  der gespeicherten Energie:

$$Q_L = \frac{\omega}{\Delta\omega} = \omega \cdot \tau \quad (13)$$

Durch Verwendung eines extrem frequenzstabilen HF-Senders und eines hochempfindlichen Leistungsmeßkopfes (beide Fa. Hewlett-Packard) bei der Messung der Resonanzbreite gelang es uns, den relativen Meßfehler der Güte  $Q_L$  auf 2% zu reduzieren. Durch Fehlerfortpflanzung treten bei der Berechnung von  $Q_T$  um so größere Fehler auf, je geringer die Differenz zwischen  $Q_R$  und  $Q_0$  ist, je geringer also der Verlustanteil der Probe ist.

Abbildung 9

Schräge Aufhängung des 3 GHz Niobresonators  
zur Messung von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben



Wenn der Resonator noch normalleitend, die Probe aber bereits supraleitend ist, kann daher meist nur eine Obergrenze für den Verlustanteil der Probe bestimmt werden.

Um unkontrollierbare Verluste an Kontaktwiderständen zwischen  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  und Niob zu vermeiden, wurde der Resonator anodisch mit einer dünnen  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ -Schicht überzogen, die Niob und  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  elektrisch isoliert. Die anodische Oxidation erfolgte bei 65 bis 85 V in verdünnter Salpetersäure (10%  $\text{HNO}_3$ ), entsprechend einer Schichtdicke von 130 bis 170 nm. Wegen ihrer mechanischen Empfindlichkeit wurde die Oxidschicht regelmäßig erneuert.

Die gemessene Verlustleistung  $P_0$  setzt sich aus den Anteilen in der Resonatorwand  $P_R$  und in der Probenoberfläche  $P_T$  zusammen:

$$P_0 = P_R + P_T \quad (14)$$

Entsprechend gilt für die zugehörigen Güten  $Q_R$  und  $Q_T$ :

$$\frac{1}{Q_0} = \frac{1}{Q_R} + \frac{1}{Q_T} \quad (15)$$

Der Oberflächenwiderstand  $R_T$  der  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Probe hängt über einen Geometriefaktor  $G_T$  von der Güte  $Q_T$  ab (siehe Formel 4):

$$R_T = G_T \cdot \left( \frac{1}{Q_0} - \frac{1}{Q_R} \right) \quad (16)$$

Zur Berechnung von  $R_T$  aus dem gemessenen  $Q_0$  ist die Kenntnis der beiden Parameter  $Q_R$  und  $G_T$  erforderlich. Sie können durch die Messung zweier Proben mit bekanntem Oberflächenwiderstand bestimmt werden. Messungen an Proben aus Kupfer und Edelstahl haben ergeben, daß sich  $Q_R$  innerhalb der Meßgenauigkeit nicht von der Güte des Resonators ohne Probe unterscheidet: Die durch die Probe hervorgerufene Feldverzerrung ist also bei der Bestimmung von  $R_T$  vernachlässigbar. Die Güte des leeren Resonators bei 300 K ist  $Q_R = 6900 \pm 50$ . Zur Bestimmung von  $G_T$  wurden mehrfach Messungen mit Proben aus Edelstahl (Typ 1.4301) mit einer Leitfähigkeit  $\sigma = (1.37 \pm 0.03) \cdot 10^6$  S/m durchgeführt. Für Standardproben mit 13 mm Durchmesser und 1.5 mm Dicke wurde dabei ein Geometriefaktor  $G_T = (6750 \pm 750) \Omega$  gemessen. Aufgrund der Veränderlichkeit der Probenposition ist ein systematischer Fehler von 10% unvermeidlich. Die relative Schwankung von  $G_T$  während eines Tests ist dagegen vernachlässigbar gering, solange der Meßaufbau nicht erschüttert wird.

Die Resonanzfrequenz kann aufgrund der hohen Schwingungsgüte sehr genau bestimmt werden; der Fehler beträgt etwa 1% der Resonanzbreite. Mehrere temperaturabhängige Effekte beeinflussen jedoch die Resonanzfrequenz in vergleichbarer Größenordnung: Änderung der Eindringtiefe an Probe und Resonatorwand, thermische Ausdehnung des Resonators und Verformung des Resonators durch schwankenden Außendruck. Die Separation der Effekte wird zusätzlich durch die starke Schwankung der Resonanzfrequenz bei geringen Lageänderungen der Probe erschwert.

Die Feldstärke  $H_T$  des Hochfrequenzmagnetfeldes an der Oberfläche der Probe ist quadratisch proportional zu der im Resonator gespeicherten Energie  $W$ , die aus den Hochfrequenzsignalen auf etwa 5 % genau bestimmt werden kann. Der Proportionalitätsfaktor

$$\alpha_H = \frac{1}{W} \cdot H_T^2 \quad (17)$$

kann aus numerischen Berechnungen des Feldes im Resonator gewonnen werden. Rechnungen mit dem Programm URMEL (Ref. 50) für den rotations-symmetrischen Resonator ohne Probe (Auflösung 3240 Punkte) ergaben  $\alpha_H = 7400 \text{ (kA/m)}^2/\text{J}$  für das magnetische Feld und  $\alpha_E = 280 \text{ (MV/m)}^2/\text{J}$  für das elektrische Feld am Ort der Probe bei 30° Schräglage. Die Anwesenheit einer Probe erzeugt jedoch Feldüberhöhungen, so daß der berechnete Wert von  $\alpha_H$  lediglich als untere Schranke gelten kann. Entsprechend müssen alle Angaben über Oberflächenmagnetfelder und Stromdichten von Proben interpretiert werden. Nimmt man die Feldverteilung über die Probenoberfläche als homogen an, kann man  $\alpha_H$  auch aus dem gemessenen Geometriefaktor berechnen:

$$\alpha_H = \frac{2 \cdot \omega}{G_T \cdot F} \quad (18)$$

Bei einer Probenoberfläche  $F = 3.3 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2$  erhält man  $\alpha_H = 16000 \text{ (kA/m)}^2/\text{J}$ , was einer Feldüberhöhung um den Faktor 1.5 entspricht. Ist die Skintiefe  $\delta$  des elektromagnetischen Feldes bekannt, kann aus der Oberflächenfeldstärke die Stromdichte der Abschirmströme berechnet werden:

$$j = \frac{H_T}{\delta} \quad (19)$$

Bei 300 K folgt aus dem anisotropisch berechneten  $R_S = 450 \text{ m}\Omega$  (Formel 9a) eine Skintiefe  $\delta = 46 \text{ }\mu\text{m}$  (Formel 11). Im supraleitenden Fall wurden mit anderen Meßmethoden typische Eindringtiefen von 140 nm gemessen (Ref. 35), die veröffentlichten Werte streuen jedoch erheblich (Ref. 33). Bei der Berechnung von  $R_S$  und  $j$  muß beachtet werden, daß die durch die Porosität der Probenoberfläche vergrößerte effektive Skintiefe zu größeren  $R_S$  und kleineren  $j$  führt, als tatsächlich mikroskopisch vorliegen.

Wegen der sehr schlechten thermischen Kopplung zwischen Probe und Resonator würde die Relaxationszeit zur Herstellung des thermischen Gleichgewichts im Vakuum über eine Stunde betragen. Deshalb wurden sämtliche Messungen mit einer Heliumatmosphäre von  $10^5 \text{ Pa}$  im Resonator durchgeführt. Das Heliumgas senkt die Relaxationszeit wegen seiner relativ hohen Wärmeleitfähigkeit auf wenige Sekunden. Für Messungen bei 4.2 K wurde der Heliumdruck im Resonator auf  $2 \cdot 10^3 \text{ Pa}$  gesenkt, um Kondensation zu vermeiden. Die Temperatur der Resonatorwand kann mit Platinwiderständen auf 0.1 K oder genauer gemessen werden. Soll in dieser Genauigkeit auf die Temperatur der Probe geschlossen werden, darf die Temperaturänderung wenige Kelvin pro Stunde nicht überschreiten.

Die Messung der Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes nimmt daher viele Stunden in Anspruch. Für diese Zwecke wurde ein automatisches Meßsystem entwickelt, welches im Abstand von etwa 20 s Temperatur, Frequenz und Güte mißt und speichert. Das Programm mißt jeweils an mehreren Punkten in der Umgebung der Resonanz die transmittierte Leistung  $P$  in Abhängigkeit von der Frequenz  $f$ . Aus der Anpassung an den theoretischen Verlauf

$$\frac{A}{P} = (f^2 - f_0^2)^2 + \frac{f^2 \cdot f_0^2}{Q^2} \quad (20)$$

werden Resonanzfrequenz  $f_0$  und Güte  $Q$  bestimmt. Bei der Messung von 20 Punkten innerhalb der Halbwertsbreite streut die Güte  $Q$  um weniger als 1%; die Streuung der Frequenz beträgt weniger als 0.3% der Resonanzbreite. Solch geringe Streuungen lassen sich bei Messungen von Hand nur mit viel Mühe und großem Zeitaufwand realisieren. Vergleiche mit entsprechenden Messungen von Hand ergaben keine Hinweise auf systematische Meßfehler.

Bei Aufwärmessungen wurde die Temperaturabhängigkeit von Resonanzfrequenz und Güte in der Nähe der Sprungtemperatur gemessen. Dazu wurde der Resonator in einem Kryostaten auf 77 K abgekühlt und während der automatischen Meßwertaufnahme durch einen Heizwiderstand langsam aufgewärmt. Bei einer Heizleistung von 3 W beträgt der Temperaturanstieg etwa 3 mK/s. Unterhalb von 77 K sind im normalleitenden Resonator die geringen Verluste der Probe neben den dominierenden Verlusten in der Resonatorwand nicht mehr meßbar.

Zur schnellen Einschätzung der Qualität einer Probe wurde der Oberflächenwiderstand zunächst bei 300 K und bei 77 K gemessen. Der Verbesserungsfaktor als Verhältnis beider Oberflächenwiderstände kann als Maß für den Anteil normalleitender Bestandteile bei 77 K angesehen werden. Bei qualitativ hochwertigen Proben konnte aufgrund der geringen Meßgenauigkeit für den Oberflächenwiderstand bei 77 K nur eine Obergrenze angegeben werden. Sehr schlechte Proben lassen sich bereits bei 300 K an einem hohen Oberflächenwiderstand erkennen.

Eine genaue Messung des Oberflächenwiderstands supraleitender Proben war erst in flüssigem Helium möglich, wenn auch der Resonator supraleitend und die in der Resonatorwand entstehenden Verluste klein gegenüber den Verlusten in der Probe wurden. Da Feld und Güte durch die Probe begrenzt werden, ist eine aufwendige Präparation des Niobresonators nicht erforderlich, er wurde lediglich vor jeder Messung gereinigt, teilweise chemisch poliert und neu anodisch oxidiert. Der leere Resonator wies bei 4.2 K eine Güte von  $Q_0 = (1.5 \pm 0.5) \cdot 10^8$  bei Feldern bis  $E_{ACC} = 4.4$  MV/m (entsprechend  $H_T = 10.8$  kA/m) auf. Damit betrug der Verlustanteil des Resonators bei keiner Messung mit  $YBa_2Cu_3O_7$ -Probe mehr als 20 %, in der Regel lag er weit darunter.



Das Hauptinteresse der Messungen bei 4.2 K galt der Abhängigkeit der Güte  $Q_T$  von der magnetischen Feldstärke  $H_T$  an der Probenoberfläche. Messungen bei kleinen Feldstärken wurden im kontinuierlichen Hochfrequenzbetrieb vorgenommen. Mit empfindlichen Meßgeräten konnte je nach vorhandener Kopplung bis hinab zu  $H_T = 0.03$  A/m gemessen werden. Oberhalb von etwa 1 A/m mußte dagegen mit gepulster Hochfrequenzleistung (Pulslänge bis 100  $\mu$ s, Tastverhältnis bis  $10^{-3}$ ) gemessen werden. Die Ruhezeit wurde benötigt, um die durch Joulesche Verluste entstandene Wärme über das Heliumgas abzuführen. Die in der Probe maximal dissipierte Leistung lag bei etwa 200 mW.

### 3.4. Meßergebnisse an $YBa_2Cu_3O_7$ -Proben

Eine Übersicht über die Meßergebnisse an massiven Proben gibt Tabelle 4.

Die besten gemessenen Proben hatten bei 300 K einen Oberflächenwiderstand  $R_S = (170 \pm 30)$  m $\Omega$ ; bei normalem Skineffekt (Formel 9) folgt daraus eine spezifische Leitfähigkeit von  $\sigma = (3.9 \pm 1.4) * 10^5$  S/m. Dieser Wert ist um einen Faktor 2 größer als bei Gleichstrommessungen an polykristallinen Proben (Ref. 31, 38), obwohl man aufgrund der Anisotropie einen deutlich geringeren Wert erwarten würde. Die Streuung der Meßwerte bei verschiedenen Proben war allerdings beträchtlich; die schlechtesten Proben lagen bei 5  $\Omega$ . Bei 77 K fiel der Oberflächenwiderstand der besten Proben unter die Meßgrenze von 10 m $\Omega$ . Der Oberflächenwiderstand schlechter Proben änderte sich dagegen kaum. Diese deutliche Korrelation (siehe Abbildung 10) sowie die Korrelation zum Restwiderstand bei 4.2 K (Abbildung 11) lassen den Schluß zu, daß die schlechten Proben Anteile von Material enthalten, das zum Teil auch bei sehr tiefen Temperaturen nicht supraleitend wird und aufgrund seines hohen Widerstands auch bei 300 K einen beträchtlichen Anteil der Gesamtverluste verursacht. Da dieser Anteil mit zunehmender Reaktionsdauer bei 930 °C geringer wird (siehe Abbildung 12), handelt es sich offenbar um unvollständig reagiertes Material mit falscher Stöchiometrie.

Die Variation des Oberflächenwiderstands von  $YBa_2Cu_3O_7$  im Bereich zwischen 100 K und 300 K ist sehr gering; typischerweise steigt  $R_S$  um etwa 30%. Dieser Anstieg entspricht im Gegensatz zu den Absolutwerten gut den Erwartungen aufgrund der anisotropen Berechnung des Oberflächenwiderstands nach Formel 9a und Ref. 40. Unterhalb der Sprungtemperatur fällt der Oberflächenwiderstand erst sehr stark, dann deutlich schwächer ab, bis er unterhalb von etwa 80 K mit der verwendeten Apparatur nicht mehr meßbar ist (Abbildung 13). Eine Anpassung der Meßdaten an die Pippardsche Näherung brachte keine brauchbaren Ergebnisse.

Weil die Temperaturabhängigkeit der Resonanzfrequenz sich aus mehreren nichtlinearen Effekten zusammensetzt, ist eine Auswertung über größere Temperaturbereiche nicht möglich. In der unmittelbaren Umgebung der Sprungtemperatur kann jedoch die plötzliche Änderung der Eindringtiefe von den anderen, langsam veränderlichen Effekten separiert werden (siehe Abbildung 14). Die Meßdaten der Probe WE1-T1 zwischen 93.5 K und 95 K ließen sich nach Abzug der durch andere Effekte verursachten Frequenzverschiebung gut an Formel 12 anpassen (siehe Abbildung 15). Aus der Steigung der Regressionsgeraden ergibt sich die Londonsche Eindringtiefe zu  $\lambda_L = 250$  nm; aus dem gesamten Frequenzsprung die Differenz zwischen

Tabelle 4

Übersicht über die Meßergebnisse an massiven  $YBa_2Cu_3O_7$ -Proben

Probe Nr.	Heizdauer [Std.]	$R_S$ (300 K) [m $\Omega$ ]	$R_S$ (77 K) [m $\Omega$ ]	$R_0$ (4.2 K) [m $\Omega$ ]	$\frac{R_S(300\text{ K})}{R_0(4.2\text{ K})}$	$H_T^{\max}$ [A/m]	$H_S$ [A/m]	$\alpha$
W3-T2	22	320 ± 40	< 25	1.8 ± 0.5	165 ± 40	343 ± 20	3.5	0.73
S1-T1 <sup>(6)</sup>	unbek.	430 ± 40	34 ± 5	1.2 ± 0.3	350 ± 80	104 ± 10	0.66	0.85
W7-T6	20	250 ± 30	31 ± 10	0.62 ± 0.47	360 ± 250	690 ± 43	14	0.66
K3-T1 <sup>(7)</sup>	unbek.	520 ± 70	77 ± 14	2.9 ± 2.2	170 ± 125	(31 ± 4) <sup>(6)</sup>	–	0.46
W9-T5	91	210 ± 30	< 15	0.42 ± 0.14	440 ± 130	440 ± 55	–	–
WE1-T1 <sup>(9)</sup>	138	170 ± 30	< 10	0.2 ± 0.1	860 ± 360	547 ± 36	–	–
W12-T6	250	200 ± 30	< 10	0.16 ± 0.03	920 ± 175	402 ± 26	11	0.79
W12-T6	Fortsetzung der Messung bei 1.8 K			0.18 ± 0.03	830 ± 150	359 ± 23	8.2	0.75
W1-E2 <sup>(10)</sup>	unbek.	290 ± 40	13 ± 10	0.56 ± 0.08	580 ± 70	171 ± 20	0.5	0.65
W7-T6N <sup>(11)</sup>	40	170 ± 30	22 ± 11	0.17 ± 0.04	680 ± 135	618 ± 74	5.8	0.56
W13-T1	127	160 ± 30	< 10	0.29 ± 0.04	450 ± 50	563 ± 65	37	1.08
W18-T2	94	180 ± 30	< 10	0.3 ± 0.04	520 ± 65	463 ± 31	–	–
W19-T1		140 ± 30	< 10	0.61 ± 0.08	285 ± 40	540 ± 72	–	–

<sup>6</sup> Zur Verfügung gestellt von Fa. Siemens, Erlangen. Probe ist 7.1 mm dick, hat 11.8 mm Durchmesser und Geometriefaktor  $G = (2650 \pm 250) \Omega$ .

<sup>7</sup>  $EuBa_2Cu_3O_7$ -Probe mit Standardgeometrie; zur Verfügung gestellt von S. Blumenröder, 2. Phys. Institut der Universität Köln

<sup>8</sup> begrenzt durch zu geringen Koppelfaktor

<sup>9</sup>  $EuBa_2Cu_3O_7$ -Probe, hergestellt in Wuppertal

<sup>10</sup> Zur Verfügung gestellt von D. Brauer und R. Eujen, Fachbereich Chemie der Universität Wuppertal

<sup>11</sup> Probe W7-T6, gemahlen und erneut gesintert (siehe auch Tabelle 5)

Abbildung 10

Korrelation der Oberflächenwiderstände von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben bei 300 K und 77 K

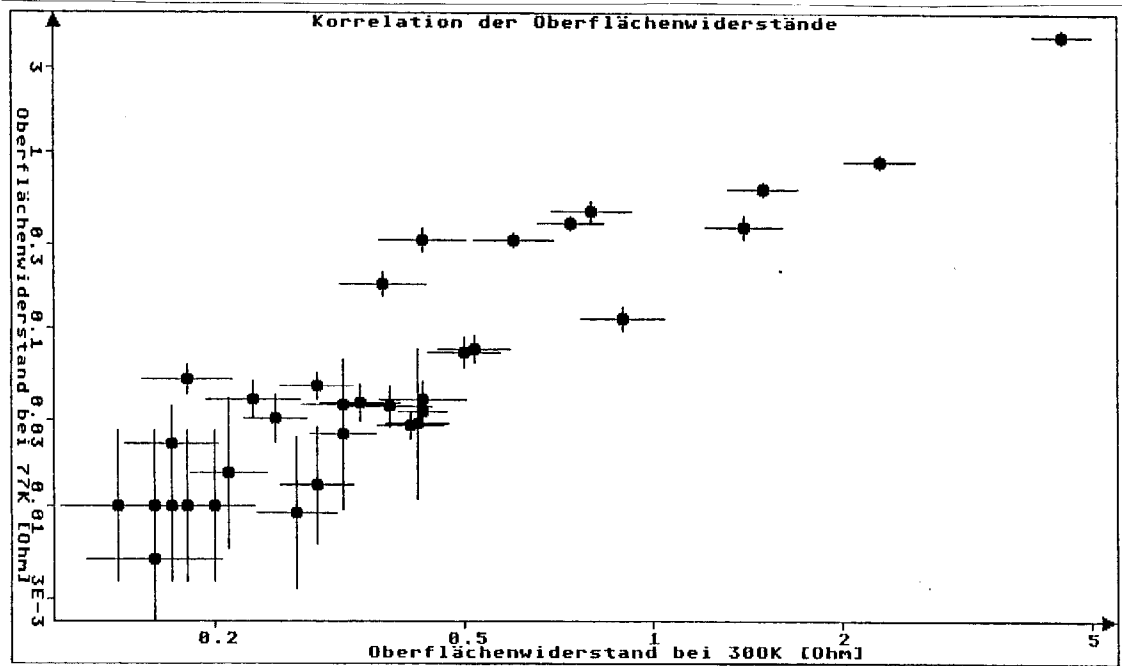


Abbildung 11

Korrelation der Oberflächenwiderstände von  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben bei 300 K und 4.2 K

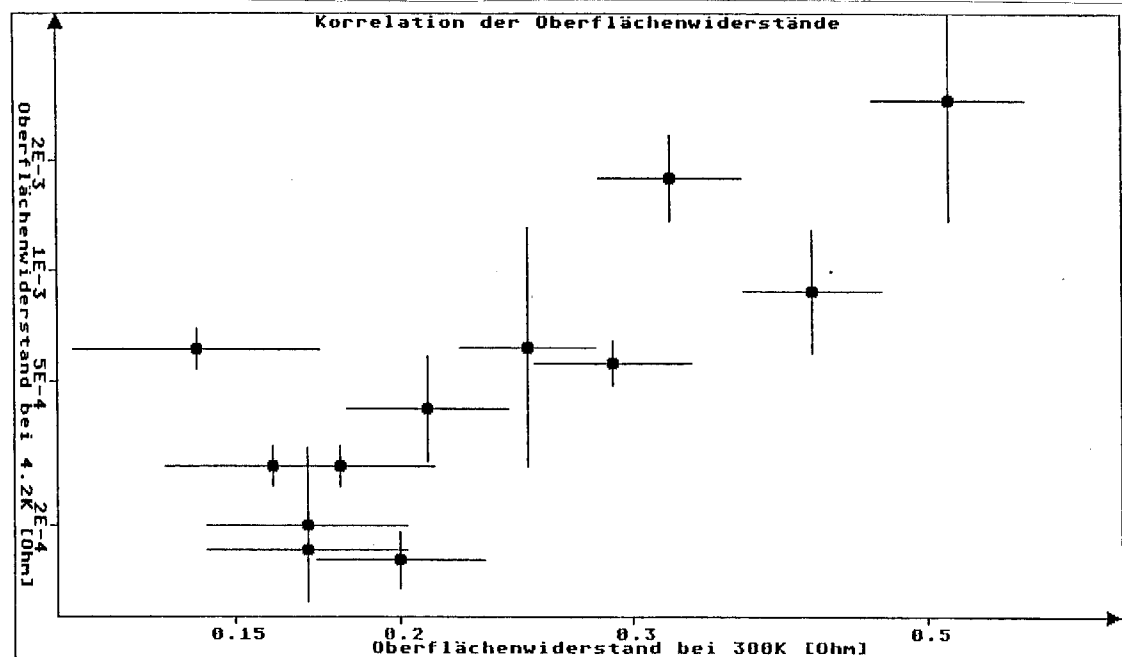
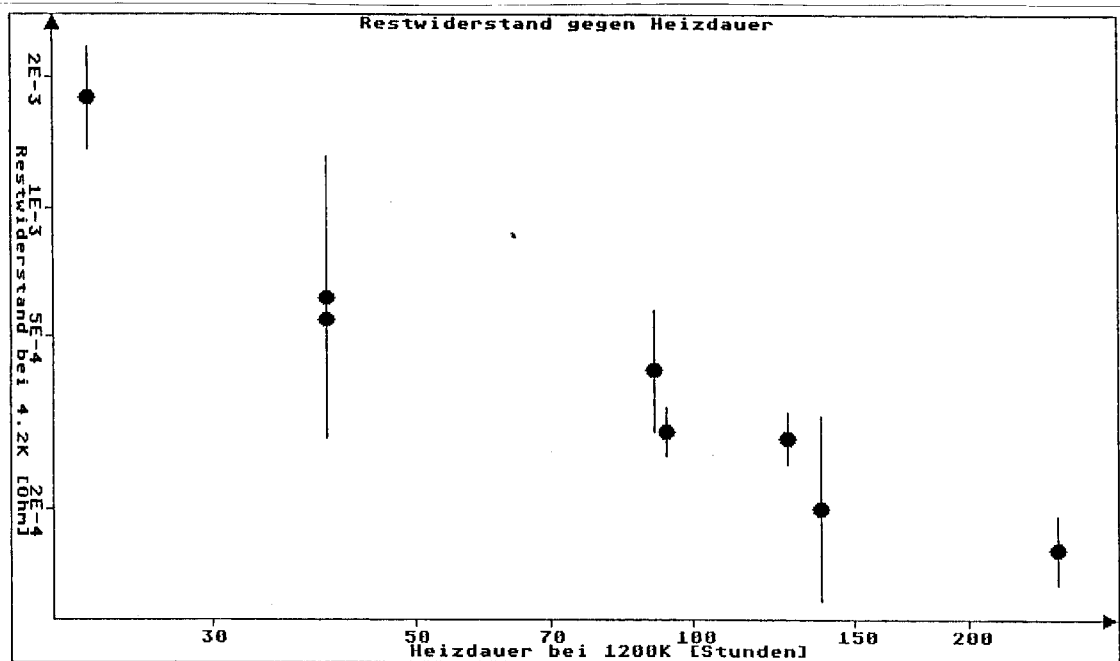


Abbildung 12

Korrelation zwischen Restwiderstand und Reaktionsdauer



normal- und supraleitender Eindringtiefe zu  $\Delta\lambda = 3 \mu\text{m}$ . Beide sind mit einem Fehler von mindestens 25% behaftet. Ein Vergleich mit den erwarteten Werten -  $\lambda_L = 140 \text{ nm}$  im supraleitenden Fall (Ref. 34) und  $\lambda = 6.2 \mu\text{m}$  aus  $R_S = 140 \text{ m}\Omega$  im normalleitenden Fall (Formel 11) - zeigt lediglich größenordnungsmäßige Übereinstimmung. Angesichts der erheblichen Fehlerquellen bei der Bestimmung der Frequenzverschiebung ist das Ergebnis dennoch zufriedenstellend.

Im Temperaturbereich unter 9.2 K ist der Niobresonator supraleitend; die Verluste an der Probe sind dominant und können genau gemessen werden. Der Oberflächenwiderstand steigt bei allen Proben mit zunehmender Feldstärke. Abbildung 16 zeigt den typischen Verlauf am Beispiel der Probe W7-T6N. Dabei lassen sich mehrere Bereiche unterscheiden. Unterhalb einer Feldstärke  $H_S$  nähert sich der Oberflächenwiderstand einem feldstärkeunabhängigen Restwiderstand  $R_0$ . Dieser Restwiderstand ist auch bei  $T \ll T_C$  temperaturabhängig. Ursache sind vermutlich normalleitende oder schwach supraleitende Bereiche in der Probe, wie oben bereits dargelegt wurde (Ref. 47). Die Feldstärke  $H_S$  liegt bei den meisten Proben im Bereich zwischen 1 A/m und 10 A/m.

Abbildung 13

Abhängigkeit des Oberflächenwiderstandes von der Temperatur  
bei Probe WE1-T1

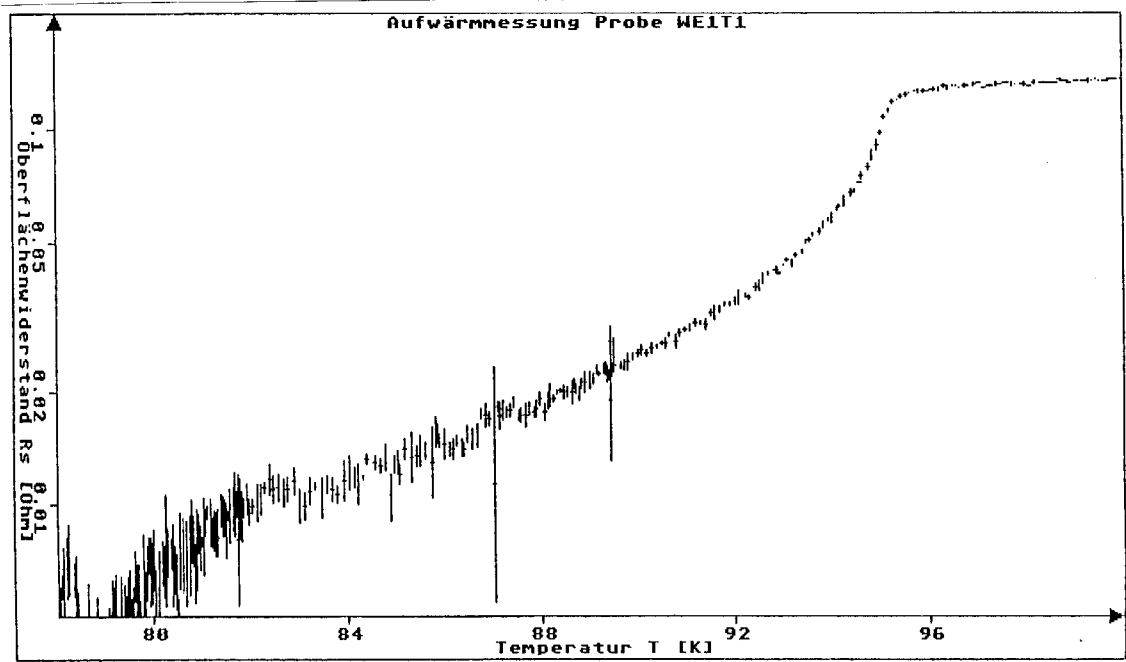


Abbildung 14

Abhängigkeit der Resonanzfrequenz von der Temperatur  
bei Probe WE1-T1

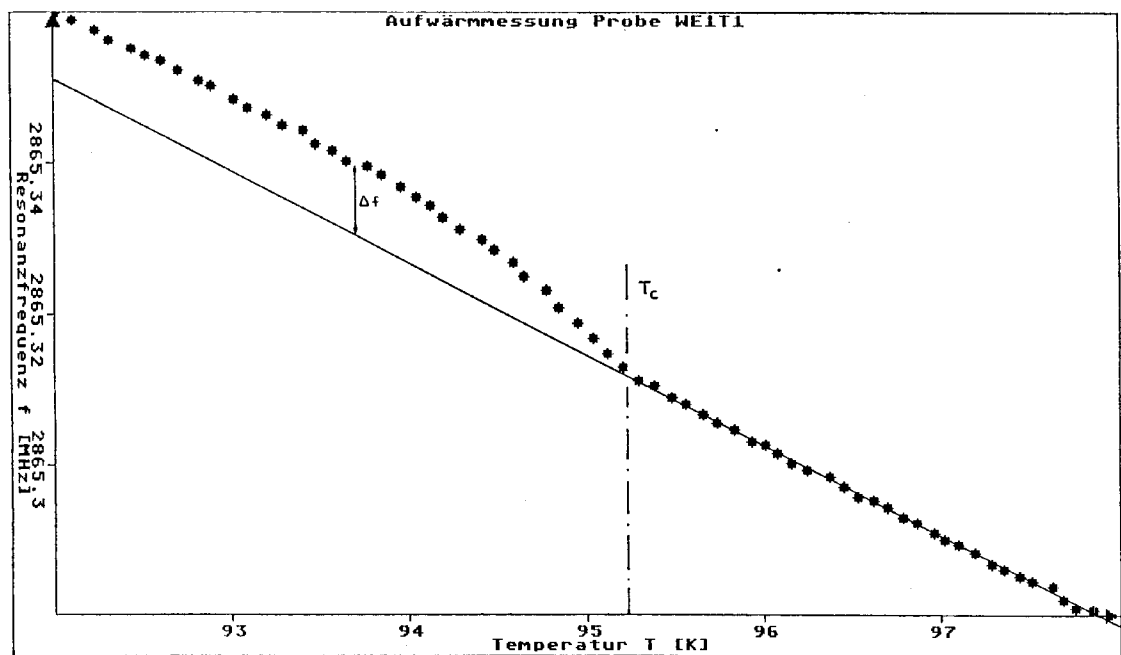


Abbildung 15

Anpassung der Frequenzverschiebung bei Probe WE1-T1  
an die Gorter - Casimir - Funktion

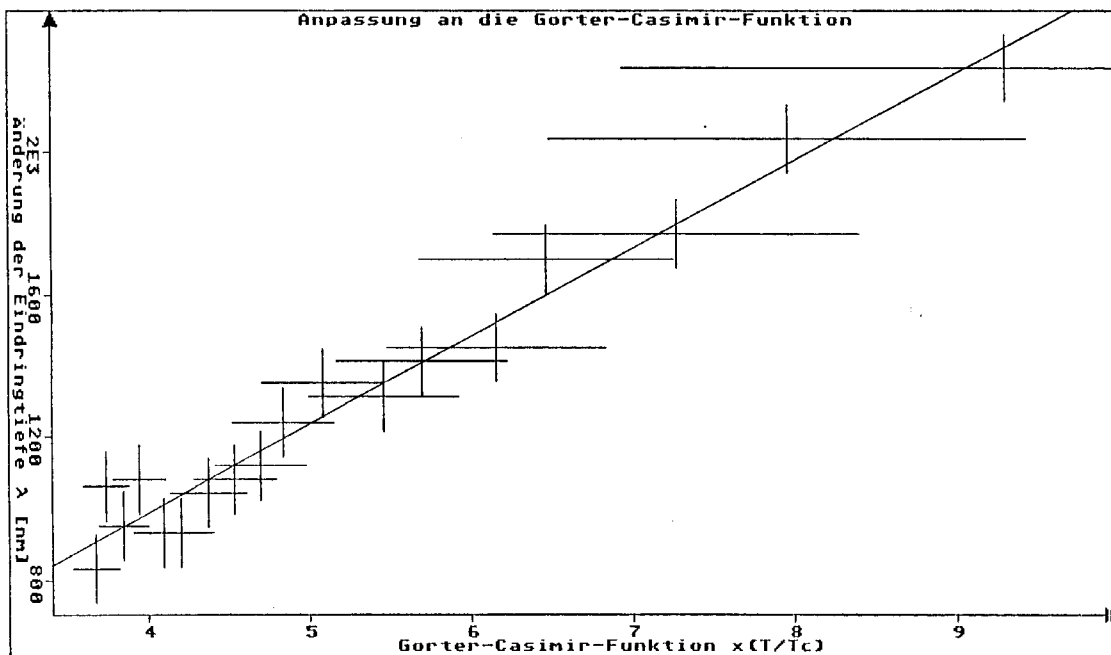
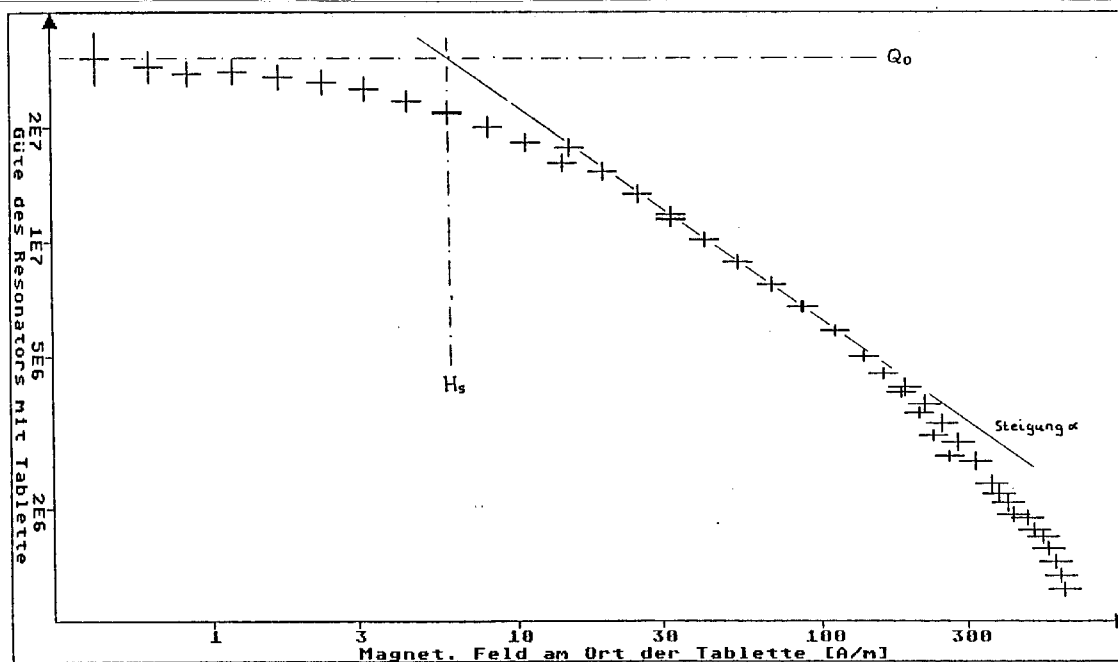


Abbildung 16

Abhängigkeit der Resonatorgüte von der Feldstärke  
bei Probe W7-T6N



Bei Feldstärken über  $H_S$  müssen die Messungen mit gepulster Hochfrequenzleistung durchgeführt werden, weil die Güte bereits wenige Millisekunden nach dem Einschwingen des Resonators deutlich abfällt. Die Zeitabhängigkeit läßt auf eine Erwärmung der Probenoberfläche als Ursache schließen. Um  $YBa_2Cu_3O_7$  von 4.2 K auf 92 K zu erwärmen, ist eine Energiezufuhr von  $3 \cdot 10^7 \text{ J/m}^3$  erforderlich (Ref. 30). Die in wenigen Millisekunden dissipierte Energie reicht daher gerade aus, um kleine Bereiche der Probenoberfläche von der Größenordnung der Eindringtiefe normalleitend zu machen. Wärmeleitrechnungen mit der in Ref. 41 angegebenen Wärmeleitfähigkeit führen jedoch auf dieser Zeitskala bereits zu einem weitgehenden Wärmeaustausch über die gesamte Probe. Die aufgeheizten Gebiete müssen daher weitgehend thermisch isoliert sein, vermutlich aufgrund der granularen Struktur der Proben.

Der Oberflächenwiderstand nimmt in diesem Bereich mit steigender Feldstärke deutlich zu. Die meisten Proben zeigen in einem weiten Bereich eine näherungsweise potenzielle Abhängigkeit:

$$R_S(H) = R_0 \cdot \left( \frac{H}{H_S} \right)^\alpha \quad (21)$$

Der Parameter  $\alpha$  variiert im Bereich zwischen 0.5 und 1.0 (siehe Tabelle 4). Der Anstieg des Oberflächenwiderstands läßt auf einen zunehmenden Anteil normalleitender Bereiche schließen. Aufheizen der Probe kann als Ursache ausgeschlossen werden, weil der erhöhte Oberflächenwiderstand unmittelbar nach dem Einschwingen des Resonators gemessen wurde und die während des Einschwingvorgangs dissipierte Leistung viel zu gering ist. Vermutlich wird aufgrund der granularen Struktur der Proben an den Kontaktflächen zwischen einzelnen Körnern die kritische Stromdichte überschritten.

Als Meßwert galt stets der erreichte Spitzenwert direkt nach dem Einschwingen. Bei hohen Feldern tritt ein Güteabfall bereits während des Einschwingvorgangs auf, was sich in einem verstärkten Anstieg des Oberflächenwiderstands mit der Feldstärke bemerkbar macht. Ab einer bestimmten Hochfrequenzleistung tritt bereits während des Einschwingvorgangs ein Feldzusammenbruch auf, so daß durch weitere Leistungssteigerung keine Erhöhung der Feldstärke mehr möglich ist. Ob der Feldzusammenbruch thermisch oder magnetisch verursacht wird, konnte nicht geklärt werden. Diese maximale Feldstärke  $H_T$  liegt für die meisten Proben bei etwa 500 A/m (siehe Tabelle 4). Die bei dieser Feldstärke gemessenen maximalen Güten (zwischen  $5 \cdot 10^5$  und  $10^6$ ) liegen deutlich über der Güte normalleitender Proben (etwa  $3 \cdot 10^4$ ); die Proben befinden sich also noch im supraleitenden Zustand.

Bei einer Eindringtiefe  $\lambda_L = 140 \text{ nm}$  (Ref. 35) ergibt sich aus dem maximal gemessenen Oberflächenmagnetfeld  $H_T = (690 \pm 43) \text{ A/m}$  der Probe W7-T6 eine Stromdichte von  $5 \cdot 10^9 \text{ A/m}^2$  an der Probenoberfläche. Dieser Wert stimmt größenordnungsmäßig überein mit Gleichstrommessungen an

YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-Proben (Ref. 32). Zu beachten ist, daß aufgrund von Feldverzerrungen die tatsächliche Feldstärke an der Probenoberfläche vermutlich wesentlich größer war als der angegebene Wert.

An einigen Proben wurde der Einfluß des Sintervorgangs auf die Hochfrequenzeigenschaften untersucht. Zu diesem Zweck wurden die Proben mehrfach gemahlen, gepreßt und gesintert (siehe Tabelle 5). Die Proben zeigen vor dem Sintern keine Hochfrequenzsupraleitung, obwohl sowohl das Pulver als auch die gepreßte Probe Meißnereffekt aufweisen. Der Meißnereffekt wurde durch die Abstoßung der Proben von einem Magneten bei 77 K qualitativ nachgewiesen. Die Hochfrequenzsupraleitung stellte sich erst nach einem Sintervorgang bei mindestens 850 °C ein und konnte durch erneutes Mahlen wieder zerstört werden. Offenbar wird durch den Mahlvorgang die für die Supraleitung verantwortliche Struktur an der Oberfläche der YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-Kristalle zerstört und kann erst bei Temperaturen über 850 °C regeneriert werden. Im Inneren der Kristalle dagegen bleibt die Supraleitung erhalten (Ref. 46).

Tabelle 5

*Einfluß des Sintervorgangs auf die Hochfrequenzeigenschaften von YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>-Proben*

Probe Nr.	W7-T6	W13-T1	W18-T1	W18-T3	W18-T4
	gepreßt aus supraleitendem YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> -Pulver				
R <sub>S</sub> (300 K) [mΩ]	–	5500 ± 500	–	–	–
Sinterbedingungen	20 h, 930 °C	65 h, 930 °C	30 h, 930 °C	30 h, 930 °C	30 h, 930 °C
R <sub>S</sub> (300 K) [mΩ]	250 ± 30	160 ± 30	380 ± 60	320 ± 50	430 ± 70
R <sub>S</sub> (77 K) [mΩ]	31 ± 10	< 10	36 ± 10	37 ± 10	39 ± 10
	gemahlen und neu gepreßt; dabei Proben W18-T1, T3 und T4 gemischt				
R <sub>S</sub> (300 K) [mΩ]	2300 ± 300	370 ± 60	1360 ± 150	600 ± 90	800 ± 120
R <sub>S</sub> (77 K) [mΩ]	900 ± 100	180 ± 30	380 ± 60	220 ± 30	470 ± 70
Sinterbedingungen	20 h, 925 °C	20 h, 650 °C	20 h, 750 °C	20 h, 850 °C	20 h, 925 °C
R <sub>S</sub> (300 K) [mΩ]	170 ± 30	640 ± 100	430 ± 70	230 ± 40	Probe beim Sintern geborsten
R <sub>S</sub> (77 K) [mΩ]	< 10	860 ± 130	320 ± 50	39 ± 10	

### 3.5. Folgerungen für weitere Experimente

Zur weiteren Verringerung des Restwiderstands muß der Anteil unreaktierter Bestandteile reduziert werden. Mögliche Schritte in dieser Richtung sind eine weitere Homogenisierung der Ausgangsstoffe vor dem Sintern und eine längere Reaktionsdauer bei 930 °C. Eine sehr homogene Ausgangssubstanz entsteht durch das gleichzeitige Abscheiden der drei Kationen auf chemischem Weg. Die auf diesem Weg hergestellte Probe W1-E2 hatte jedoch noch einen relativ hohen Widerstand (siehe Tabelle 4).



Die zusätzlichen Verluste bei hohen Feldstärken sind wahrscheinlich durch die granulare Struktur der Proben bedingt. Zum Beweis dieser Vermutung sind Messungen an Einkristallen erforderlich. Derartige Messungen würden auch zum Verständnis der gegenüber Gleichstrommessungen zu geringen Oberflächenwiderstände beitragen und die Auswirkungen der anisotropen Leitfähigkeit klären helfen.

Die Messungen im sphärischen Niobresonator sind gut geeignet zur Bestimmung der Qualität supraleitender Proben im Hochfrequenzfeld. Sie bieten sich daher für weitere Experimente zur Optimierung des Herstellungsprozesses, zur Entwicklung neuer Herstellungsverfahren und zur Untersuchung äußerer Einflüsse auf die Qualität der Proben an.

Für weiterführende Messungen an  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben ist dieser Meßaufbau jedoch nur bedingt geeignet, so daß ein anderer Meßaufbau erforderlich wird. Zur Bestimmung der Energielücke der Cooperpaare im  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  und der Londonschen Eindringtiefe aus der Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstandes und der Resonanzfrequenz muß der Anteil der Verluste in der Probe gegenüber den Verlusten im Resonator erhöht werden. Die Verwendung deutlich größerer Proben im oben beschriebenen Meßaufbau ist allerdings aus technischen Gründen nicht sinnvoll. Für Messungen bei hohen Feldstärken ist eine bessere Kühlung der Proben, für Präzisionsmessungen des Oberflächenwiderstandes außerdem eine Fixierung der Probe zur genauen Bestimmung des Geometriefaktors erforderlich.

Deshalb werden Messungen in einem zylindrischen Resonator aus Kupfer mit einer Resonanzfrequenz von 3.5 GHz angestrebt, bei dem große  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben auf einer Bodenplatte fixiert werden können bzw. eine ganze Bodenplatte aus  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  untersucht werden kann. Aufgrund des direkten Kontakts mit der Resonatorwand ist eine gute Kühlung der Proben gewährleistet. Die einfache Geometrie der Anordnung erlaubt außerdem die analytische Berechnung der Geometriefaktoren. Für Restwiderstandsmessungen und Hochfeldexperimente bei 4.2 K wird der Resonator innen mit Blei ( $T_C = 7.2$  K) beschichtet, um die dort entstehenden Verluste zu verringern. Darüber hinaus ist der Bau von Resonatoren mit reiner  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Oberfläche, entweder aus massivem  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  oder durch elektrophoretische Beschichtung von Silber mit  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , geplant.

Auch in anderen Labors wurden bereits Mikrowellenmessungen an  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ -Proben vorgenommen. Auf verschiedenen Wegen wurde versucht, die Verluste in der Probe gegenüber allen anderen Verlusten zu maximieren. Die einfachste Möglichkeit besteht in der Vergrößerung ihres Oberflächenanteils, zum Beispiel durch Verwendung der Probe als Bodenplatte in zylindrischen Resonatoren (Ref. 43, 48). Weil der Oberflächenwiderstand der supraleitenden Probe quadratisch und damit wesentlich schneller als der normalleitende Oberflächenwiderstand mit der Frequenz

steigt, führt eine Erhöhung der Meßfrequenz ebenfalls zu einem größeren Verlustanteil der supraleitenden Probe (Ref. 42, 49). Eine weitere Möglichkeit bietet die völlige thermische Entkopplung von Resonator und Probe: Der Resonator kann bei beliebiger Temperatur der Probe supraleitend gehalten werden, so daß die Verluste in der Probe dominieren (Ref. 47). Diese Methode erlaubt die präzise Bestimmung des Oberflächenwiderstands der Probe über den gesamten Temperaturbereich.

## *Zusammenfassung der Ergebnisse*

Durch Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit eines 3 GHz Niobresonators mittels Schichtgetterbehandlung wurde das Auftreten von lokal-thermischen Feldzusammenbrüchen erfolgreich unterdrückt. Mehrfach konnten in diesem Resonator Beschleunigungsfeldstärken über 20 MV/m erreicht werden. Regelmäßig trat bei diesen Experimenten Belastung durch Elektronenemission auf, die letztlich zur Feldbegrenzung führte. Das eigentliche Ziel, die Feldbegrenzung durch Überschreiten des kritischen Magnetfeldes, wurde daher noch nicht erreicht. Eine Heizbehandlung bei 1200 °C reduzierte die Elektronenbelastung zwar erheblich, führte aber trotz der moderaten Temperatur zu einer deutlichen Verschlechterung der Wärmeleitfähigkeit, was zu einem Feldzusammenbruch bei 18.6 MV/m führte.

Der Kryostateinsatz, der für eine Ausdehnung dieser Experimente auf 1.5 GHz Resonatoren erforderlich ist, wurde fertiggestellt und erwies sich als funktionstüchtig. Erste Messungen an einem 1.5 GHz Resonator zeigten sowohl im TM-010 Mode als auch im TE-011 Mode bereits bei mäßig hohen Feldstärken lokal-thermische Feldzusammenbrüche, beide am Äquator lokalisiert. Systematische Messungen stehen aber noch aus.

In einem modifizierten Meßeinsatz für 3 GHz Resonatoren wurden Hochfrequenzmessungen mit polykristallinen Proben aus  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  durchgeführt. Die Proben zeigten eindeutig Hochfrequenzsupraleitung. Ihr Oberflächenwiderstand betrug 170 m $\Omega$  bei 300 K und fiel an der Sprungtemperatur von 140 m $\Omega$  rapide ab; bei 80 K fiel er unter die Meßgrenze von 10 m $\Omega$ . Der normalleitende Oberflächenwiderstand lag deutlich unter dem aufgrund von Gleichstrommessungen erwarteten Wert. Die Sprungtemperatur lag zwischen 92 K und 95 K, bei Gleichstrommessungen wurde eine Übergangsbreite von unter 1 K festgestellt. Aus der Frequenzverschiebung beim Übergang zum supraleitenden Zustand konnte die Londonsche Eindringtiefe zu  $\lambda_L(0) = 250$  nm extrapoliert werden. Die Unsicherheit des Wertes ist jedoch groß und nur schwer abzuschätzen.

Messungen im supraleitenden Resonator bei 4.2 K lieferten Restwiderstände unter 0.2 m $\Omega$ . Dieser Wert ist etwa eine Größenordnung besser als beim besten Normalleiter, aber noch fünf Größenordnungen von den Restwiderständen entfernt, die mit herkömmlichen supraleitenden Materialien wie Niob und Blei erreicht werden. Ursache dieser Verluste sind wahrscheinlich Bereiche mit falscher Stöchiometrie, die auch bei tiefen Temperaturen normalleitend bleiben. Für weitere Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit des Oberflächenwiderstands ist ein verbesserter Meßaufbau erforderlich, der präzise Messungen im gesamten Temperaturbereich zwischen 4.2 K und 300 K erlaubt.

Die Supraleitung der Proben blieb bei 4.2 K bis zu einer Feldstärke von 690 A/m erhalten. Das entspricht einer Stromdichte von  $5 \cdot 10^9$  A/m in der Oberfläche der Probe, in größenordnungsmäßiger Übereinstimmung mit Gleichstrommessungen an dünnen Filmen aus  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ . Auch dieser Wert liegt noch mehrere Größenordnungen unter den Grenzwerten für herkömmliche Supraleiter. Bereits ab Feldstärken von 1 A/m zeigte sich ein Anstieg des Oberflächenwiderstands, dessen Ursache in der granularen Struktur der polykristallinen Proben gesucht wird.

Untersuchungen zur Bedeutung des Sintervorgangs ergaben eine Zerstörung der Hochfrequenzsupraleitung beim Pulverisieren der Proben. Der Meißner-effekt bleibt dagegen auch im Pulver erhalten. Zur Regeneration der Hochfrequenzsupraleitung ist ein Sintervorgang bei mindestens 850 °C erforderlich. Als Ursache wird eine Änderung der Oberflächenstruktur beim Pulverisieren vermutet.

## *Literaturverzeichnis*

### *Allgemeine Aspekte der Hochfrequenzsupraleitung*

- 1 Laboratory Reports, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84
- 2 G.Arnolds-Mayer: A15 Surfaces in Nb Cavities, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84 (643)
- 3 C.Benvenuti: Superconducting 500 MHz Accelerating Copper Cavities Sputter-Coated with Niobium Films, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84 (627)
- 4 J.R.Delays: Remarks on Low Structures and Accelerators Using Lead Technology, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84 (195)
- 5 L.Dietl: Development of the TRITRON Cavities, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84 (189)
- 6 G.Müller: Superconducting Niobium in High RF Magnetic Fields, Proc. of 3<sup>rd</sup> Workshop on RF Superconductivity, Argonne, Sept. 87
- 7 H.Piel: Fundamental Features of Superconducting Cavities, CERN Accelerator School, Oxford, Sept. 85
- 8 R.Röth: Entwicklung von Mikrowellenkopplern für supraleitende Beschleunigungsresonatoren, Diplomarbeit, Wuppertal WU D 86-16, Sept. 86

### *Defektanalyse an supraleitenden Resonatoren*

- 9 M.Hein: Untersuchungen zum Oberflächenwiderstand supraleitender Hohlraumresonatoren im K-Band, Diplomarbeit, Wuppertal WU D 87-3
- 10 D.Huppelsberg: Computergesteuerte Temperaturkartographie zur Untersuchung von Verlustmechanismen an supraleitenden 3-GHz-Beschleunigungsresonatoren, Diplomarbeit, Wuppertal WU D 85-3
- 11 U.Keiper: Computergesteuerte Temperaturkartographie zur Optimierung der Hochfrequenzeigenschaften supraleitender 3-GHz-Beschleunigungsresonatoren, Diplomarbeit, Wuppertal WU D 85-18
- 12 U.Klein: Untersuchungen zu Feldbegrenzungsphänomenen und Oberflächenwiderständen von supraleitenden Resonatoren, Dissertation, Wuppertal WUB-DI 81-2, Dez.81

- 13 G.Müller, P.Kneisel: Development of Sensitive Thermometers, Cornell University, Ithaca NY, SRF-851201 EX
- 14 G.Müller: Diagnostic Techniques and Defect Classification, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84 (377)
- 15 G.Nissen: Oberflächentemperaturmessungen an supraleitenden Beschleunigungsstrukturen, Diplomarbeit, Wuppertal WUD 82-9
- 16 H.Padamsee: Heat Transfer and Models for Breakdown, Proc. of Workshop on RF Superconductivity, KfK Karlsruhe, Nov. 80
- 17 H.Piel: Diagnostic Methods, Proc. of Workshop on RF Superconductivity, KfK Karlsruhe, Nov. 80
- 18 D.Proch: Messungen an supraleitenden Beschleunigungsresonatoren, Dissertation, Wuppertal WU 78- 11, März 78

#### *Präparation von Resonatoren*

- 19 D.Bloess: Chemistry and Surface Treatment, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84 (409)
- 20 H.Elias: Über die Verwendung von Niob hoher Wärmeleitfähigkeit für 3 GHz Beschleunigungsresonatoren, Diplomarbeit, Wuppertal WU D 85-12
- 21 P.Kneisel, Surface Preparation of Niobium, Proc. of Workshop on RF Superconductivity, KfK Karlsruhe, Nov. 80
- 22 P.Kneisel: Clean Work And Its Consequences, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84
- 23 A.Matheisen: Entwicklung von Präparationstechniken und Untersuchung begrenzender Phänomene an supraleitenden Resonatoren aus Niob, Diplomarbeit, Wuppertal, Nov. 84
- 24 G.Müller: Bau eines UHV-Ofens und Untersuchung der Wirkung hoher Temperaturen auf die HF-Eigenschaften von supraleitenden Nb-Resonatoren, Diplomarbeit, Wuppertal WUB 77-18, Okt. 77
- 25 G.Müller, H.Padamsee: High-Temperature Annealing of Superconducting Cavities From High-Purity Niobium, Part.Acc.Conf. Washington, März 87
- 26 H.Padamsee: The Technology of Nb Production and Purification, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84 (339)
- 27 W.Weingarten: Electron Loading, Proc. of 2<sup>nd</sup> Workshop on RF Superconductivity, CERN Genf, Nov. 84 (551)

*Entdeckung und physikalische Eigenschaften von  $YBa_2Cu_3O_7$*

- 28 M.R.Beasley et al, Phys.Today 36 (10), 60 ,1984
- 29 J.G.Bednorz, K.A.Müller: Possible High- $T_C$  Superconductivity in the Ba-La-Cu-O System, Z. Phys. B 64 (189), 1986
- 30 W.Brill et al: Specific Heat of the  $YBa_2Cu_3O_{7-y}$  Superconductor, Europhys. Lett. 87
- 31 R.J.Cava et al: Bulk Superconductivity at 91 K in Single- Phase Oxygen-Deficient Perovskite  $Ba_2YCu_3O_{9-\delta}$ , Phys. Rev. Lett. 58, 16 (1676), Apr. 87
- 32 P.Chaudhari et al: Critical Current Measurements in Epitaxial Films of  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  Compound, Phys. Rev. Lett. 58, 25 (2684), Juni 87
- 33 J.R.Cooper et al: Determination of the magnetic field penetration depth in superconducting yttrium barium copper oxide: Deviations from the Bardeen-Cooper-Schrieffer laws, Phys. Rev. B 37, 1 (638), Jan. 88
- 34 M.R.Dietrich et al: Kristallstruktur und Realbau von Hoch-  $T_c$ -Supraleitern, KfK Nachr. 19 (147), 3/87
- 35 D.R.Harshman et al: Temperature Dependence of the Magnetic Penetration Depth, Phys.Rev. B 36 (2386), Aug. 87
- 36 P.H.Hor et al: Superconductivity above 90 K in the Square- Planar Compound System  $ABa_2Cu_3O_{6+x}$ , Phys. Rev.Lett. 58, 18 (1891), Mai 87
- 37 Y.Iye et al: The Anisotropic Upper Critical Field of Single Crystal  $YBa_2Cu_3O_x$ , Jap. J. Appl. Phys. 26, 6 (L 1057), Juni 87
- 38 D.W.Murphy et al: New Superconducting Cuprate Perovskites, Phys. Rev. Lett. 58, 18 (1888), März 87
- 39 C.Politis: Die Suche nach der Hochtemperatursupraleitung, KfK Nachr. 19 (119), 3/87
- 40 S.W.Tozer et al: Measurement of Anisotropic Resistivity and Hall Constant for Single-Crystal  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , Phys. Rev. Lett. 59, 15 (1768), Okt. 87
- 41 C.Uher et al: Thermal Transport Properties of  $YBa_2Cu_3O_7$  Superconductors, Phys. Rev. B 36, 10 (5680), Okt. 87

*Hochfrequenzsupraleitung von  $YBa_2Cu_3O_7$*

- 42 W.P.Beyermann et al: Surface Impedance Measurements in  $La_{1.8}Ba_{0.2}CuO_{4-y}$ , Phys. Rev. B 35, 16 (8826) Apr. 87

- 43 R.Fastampa et al: Response of a  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  Superconducting System to a Microwave Field
- 44 M.Hagen et al: Observation of RF Superconductivity in  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{9-\delta}$  at 3 GHz, J. Magn. Mat. 68 (L1), Mai 87
- 45 M.Hein et al: On the RF Surface Resistance of the Perovskite Superconductors at 3 GHz, Proc. of 1<sup>st</sup> European Workshop on High  $T_C$  Superconductors, Genua, Juli 87
- 46 M.Hein et al: Experiments on the RF Surface Resistance of the Perovskite Superconductors at 3 GHz, Proc. of the 3<sup>rd</sup> Workshop on RF Superconductivity, Argonne, Sept. 87
- 47 D.L.Rubin et al: RF Measurements on High  $T_C$  Materials, Cornell University, Ithaca NY
- 48 M.S.Rzchowski et al: Microwave Complex Surface Impedance of Bulk and Thin Film  $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ , Proc.of 18<sup>th</sup> Int. Conf. on Low Temperature Physics, Vol. 3, Aug. 87
- 49 A.T.Wijeratne et al: Millimeter-wave absorption in La-Ba-Cu-O and Y-Ba-Cu-O superconductors, Phys. Rev. B 37, 1 (615), Jan. 88

*Diverses*

- 50 T.Weiland: Numerical Solution of Maxwell's Equations for Static, Resonant and Transient Problems, URSI Int.Symp. on Electromagnetic Theory, Budapest, Aug. 86

*Private Mitteilungen*

- 51 F.Dörrenbach, Universität Wuppertal, Fachbereich Chemie
- 52 T.Grundey, Techn. Universität München, Physik
- 53 M.Hagen, Universität Wuppertal, Fachbereich Physik
- 54 M.Peiniger, Fa. Interatom, Bergisch Gladbach