

Aufbau eines Kannenmessstabes für Transportmessungen im Temperaturbereich von 4.2 K bis 300 K

Bachelorarbeit



am Fachbereich Physik
der Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main

vorgelegt von

Maryam Akbari Lalehdashti

Frankfurt am Main, 31. März 2014

Erstgutacher: Prof. Dr. J. Müller

Zweitgutachter: Dr. B. Wolf

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	1
1 Theoretische Grundlagen	3
1.1 Spezifische Wärmekapazität	3
1.2 Elektrische Leitfähigkeit	4
1.3 Thermische Leitfähigkeit	6
1.4 Kryotechnik	7
1.4.1 Kryogene Flüssigkeiten	7
Helium	8
1.4.2 Helium-Transportkannen	9
1.4.3 Kryostatentypen	10
Badkryostat	10
Proben-Dipper der Firma ICEOxford	11
1.5 Messtechnik	12
1.5.1 Zwei-Punkt-Messung und Vier-Punkt-Messung	12
1.5.2 Temperature Controller	13
2 Aufbau und Design	15
2.1 Der Stab und die Magnetzuleitungen	16
2.2 Stabführung (Sliding Seal)	19
2.3 Kupferblock für den Einbau vom Heizer, Thermometer und Probe	20
2.4 Verkabelung und Anschlusstechnik	24
3 Inbetriebnahme des Messstabes	29
3.1 Vorbereitungen	29
3.2 Durchführung	30
3.3 Ergebnisse	31
Zusammenfassung und Ausblick	35
Literaturverzeichnis	37
Abbildungsverzeichnis	40
Anhang	41

Danksagung	49
Erklärung	51

Einleitung

In der Physik werden als tiefe Temperaturen jene bezeichnet, die weit unterhalb der Raumtemperatur liegen. Um diese Temperaturen zu erreichen, werden in der Physik kryogene Flüssigkeiten, wie beispielsweise Helium, das eine Siedetemperatur von 4.2 K hat, eingesetzt. Die Heliumverflüssigung im Jahre 1908 durch Heike Kamerlingh Onnes war daher ein bedeutendes Ereignis der Tieftemperaturphysik. Um Temperaturen zwischen 2.0 K und 300 K zu erreichen, werden gegenwärtig Badkryostate verwendet. Um tiefere Temperaturen unterhalb von 1.2 K zu erreichen, werden ^3He Kryostate oder $^3\text{He}/^4\text{He}$ Mischungskryostate eingesetzt. Dieser Temperaturbereich wird als ultratiefe Temperaturen bezeichnet. Der erste $^3\text{He}/^4\text{He}$ Mischungskryostat wurde im Jahre 1965 in Leiden gebaut und konnte bis zu 220 mK erreichen [1]. Heutzutage können mit Mischungskryostaten Temperaturen bis zu 2 mK erreicht werden.

Im Rahmen dieser Bachelorarbeit wird ein Kannenmessstab konstruiert, der an erster Stelle der Probencharakterisierung dienen soll. Die Vereinfachung, die mit diesem Konzept verbunden ist, besteht darin, dass die Probe nicht in einen komplexen Kryostaten eingebaut werden muss, um die Qualität der Probe hinsichtlich verschiedener physikalischer Eigenschaften, wie beispielsweise den temperaturabhängigen Widerstand, zu untersuchen. Man entlastet mit einem solchen Messstab ebenfalls die vollwertigen Kryostate. Die Idee dabei ist, die im Physikalischen Institut vorhandenen Helium-Transportkannen als Dewar für den Messstab zu benutzen. Dabei wird der Probenstab so konstruiert, dass er auf der Helium-Transportkanne (Dewargefäß) aufgesetzt und in die Helium-Transportkanne hinein- und herausgeschoben werden kann, je nachdem wie weit sich der Stab in Helium befinden soll. Dieses Konzept ist eine vereinfachte Variante eines Badkryostaten.

Die Konstruktion des Messstabes basiert auf zwei Grundlagen. Die erste Inspiration ist der bereits bestehende Kannenmessstab von Kai Ackermann aus der Arbeitsgruppe von Herrn Professor Huth (Physikalisches Institut des Fachbereiches Physik). Der Probenstab aus der genannten Arbeitsgruppe wird für schnelle Charakterisierungen von Proben verwendet und hat einen wesentlich kostengünstigeren Aufbau im Vergleich zu den meisten kommerziell erhältlichen Systemen. Das zweite Konzept beruht auf einem komplexeren, kommerziell erhältlichen, Produkt mit supraleitendem Magneten der Firma ICEOxford. Ein solches System ermöglicht Messungen in Magnetfeldern, die eine magnetische Feldstärke von

2.0 Tesla erreichen können. Dieses Projekt, im Rahmen einer Bachelorarbeit, beinhaltet nicht den Bau eines Magneten. Nichtsdestoweniger soll die Konstruktion so bedacht sein, dass man durch geringe Umbauten den Kannenmessstab für solche Messungen verwenden kann. Für das angestrebte Projekt werden beide Grundlagen der Arbeitsgruppe Huth und der Firma ICEOxford zu einem vereint und umgesetzt.

Neben der Probencharakterisierung wird eine präzise Temperaturkontrolle angestrebt. Dies ermöglicht, dass bei einer konstanten Temperatur Fluktuationen (Rauschen) von elektronischen Messungen als eigentliches Signal aufgenommen werden kann. Mit einem bereits vorhandenen Kryostaten der Arbeitsgruppe für das Fortgeschrittenen-Praktikum werden im Detail das frequenzunabhängige thermische Rauschen an Ohm'schen Widerständen und das $1/f$ -Rauschen an organischen Ladungstransfersalzen untersucht. Mit Hilfe dessen können u.a. Informationen über die intrinsischen Eigenschaften der Ladungsträger in den Proben erhalten werden. Die Abkühlung in diesem System erfolgt bis 77 K mit Stickstoff. Mit dem neuen Konzept wird Helium als kryogene Flüssigkeit verwendet. Dies ermöglicht es, eine Temperatur im Bereich von 4.2 K bis 300 K einzustellen.

Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Bachelorarbeit wurde ein Kannenmessstab für Transportmessungen im Temperaturbereich von 4.2 K bis 300 K aufgebaut.

Als erstes wurde ein Plan erstellt, welche Anforderungen der Kannenmessstab erfüllen soll. Dieser sollte einerseits der schnellen Charakterisierung von Proben dienen, andererseits sollte dieser durch geringe Umbauten in der Zukunft mit einem supraleitenden Magneten betrieben werden können. Auf Grundlage zweier vorliegenden Konzepte wurde ein eigenes Konzept, unter Berücksichtigung der elektrischen Leitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität der Bauteile, entworfen. Dazu wurde zunächst eine Konstruktion mit dem 3D-Modellierungsprogramm Inventor der Firma Autodesk entworfen. Es wurden CAD-Zeichnungen angefertigt, die an die Werkstatt des Physikalischen Instituts gereicht wurden. Des Weiteren wurden Bauteile, wie beispielsweise Flanschmaterial und O-Ringe, die für den Aufbau von Relevanz waren, bestellt. Um den Kannenmessstab als vollwertig bezeichnen zu können, wurde die Verkabelung in Zusammenarbeit mit der Elektronik-Werkstatt des Physikalischen Instituts geplant, durchgeführt und getestet. Nach dem Zusammenbau des Kannenmessstabes wurde dieser in Betrieb genommen und getestet.

In den Testmessungen wurde erkenntlich, dass der Kannenmessstab den geforderten Zweck vollkommen erfüllt. Die Handhabung und die Bedienung des gebauten Messstabes sind im Vergleich zu herkömmlichen Kryostaten relativ einfach. Die schnelle Charakterisierung von Proben ist mittels eines Kannenmessstabes nun realisierbar. Die Temperaturkontrolle des Systems ist sehr gut. Die Temperatur lässt sich präzise stabilisieren, wie in dem vorherigen Kapitel dargestellt wurde. Dieser Aspekt ermöglicht es, ebenso Rauschmessungen (Fluktuationen) durchzuführen.

Mittels erster Testmessungen konnte das Vorliegen eines signifikanten Temperaturgradienten zwischen Thermometer und Probe bereits ausgeschlossen werden. Da supraleitende organische Proben, κ -(D₈-ET)₂Cu[(CN)₂]Br und κ -(ET)₂Cu(NCS)₂, verwendet wurden und die Sprungtemperaturen der beiden Proben [16] mit der vom Lake-Shore angezeigten Temperatur relativ genau übereingestimmt haben, kann davon ausgegangen werden, dass der Gradient nicht allzu groß sein kann. Weitere Messungen an Standardproben können in der Zukunft diese Annahme über den Temperaturunterschied zwischen Probe und Thermometer weiter präzisieren. Falls dennoch ein großer Temperaturgradient

bei zukünftigen Messungen festgestellt werden sollte, gibt es die Möglichkeit, ein inneres Strahlungsschild anfertigen zu lassen. Ein kleines Problem, das für die Zukunft modifiziert werden soll, ist, dass bei der Abkühlung ab einer gewissen Temperatur ein stagnierendes Temperaturverhalten erkenntlich ist. Erforderlich ist das Austesten der verschiedenen Abkühlmethoden, wie beispielsweise den Kannenmessstab direkt mit Austauschgas zu befüllen oder verschiedene Helium-Füllstände der Helium-Transportkanne zu testen, um so den Wärmeeintrag besser kontrollieren zu können.

Zudem wurden bei der zweiten Messung Unterlegscheiben aus Kunststoff zwischen der Konusdichtung und dem Kupferblock angebracht. Diese sollten die Wärmeleitung vom IVC zur Probe reduzieren. Für nachfolgende Messungen kann die Dicke der Unterlegscheiben variiert werden, je nachdem wie sehr man das System vom Heliumbad entkoppeln möchte.

Darüber hinaus sind noch weitere Optimierungen des Arbeitsplatzes im Labor angestrebt. Bereits in Auftrag gegeben sind zum einen die Halterung an der Wand, um den Stab nach der Entnahme aus der Helium-Transportkanne sicher zu platzieren und zum anderen ein Kran für die Decke, um den Stab bei der Messung in der Transportkanne zu positionieren und fixieren.

Für die Zukunft steht im Vordergrund, in der Arbeitsgruppe Erfahrungswerte mit dem Messstab in Bezug auf Dauer der Evakuierung, Regelung der Temperatur und das Arbeiten mit dem Austauschgas, zu sammeln. Ein nächster Schritt ist es, einen Magneten auf einer angefertigten IVC-Kanne herzustellen und mittels der bereits vorhandenen Zuleitungen in Betrieb zu nehmen. Dies kann im Rahmen eines Folgeprojektes realisiert werden.