



KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH
GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG
Institut für Festkörperforschung

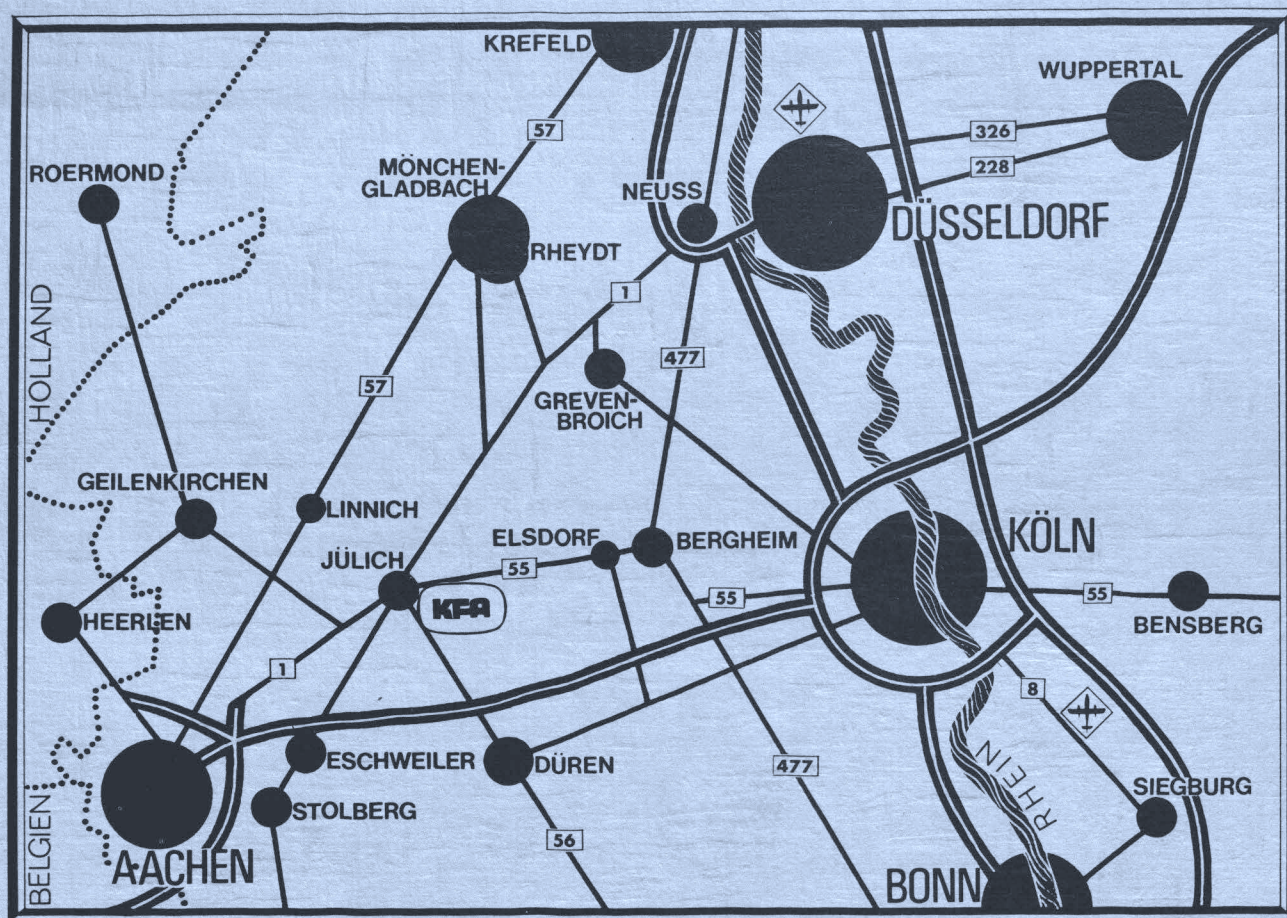
**Die Bestimmung von Verankerungskräften
für Flußlinien in Supraleitern
durch Neutronenbeugung**

von

G. Lippmann

JüI - 1214
Juli 1975

Als Manuskript gedruckt



Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 1214

Institut für Festkörperforschung Jül - 1214

Dok.: Type 2 Superconductor - Flux Line Pinning
 Flux Line - Pinning Force
 Flux Line Pinning - Neutron Diffraction
 Flux Line Pinning - Basic Interaction Force
 Nb - Flux Line Pinning, Neutron Diffraction
 Neutron Diffraction - Flux Line Lattice

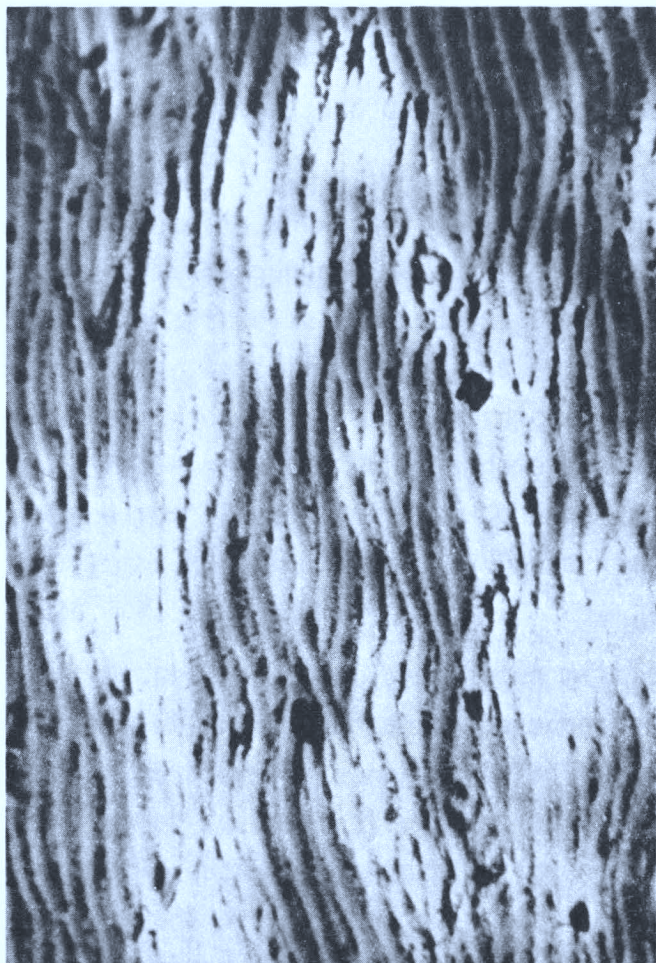
Im Tausch zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH,
 Jülich, Bundesrepublik Deutschland

Die Bestimmung von Verankerungskräften für Flußlinien in Supraleitern durch Neutronenbeugung

von

G. Lippmann

D 294 (Diss. Uni. Bochum)



*

* Sandwellen am Grund des Saimaa-Sees.
Die grauen Flächen sind Schatten der
Wellen an der Wasseroberfläche, die
schwarzen Stellen Ablagerungen von
Schwebstoffen. (Natürliches Modell für
den Verlauf von Flußlinien in Proben
mit Ausscheidungen bzw. mit lokalen
Schwankungen der Zusammensetzung.)

ZUSAMMENFASSUNG

In der vorliegenden Arbeit wurde mittels Neutronenbeugung am Flußliniengitter in Niob-Proben mit einer unterschiedlichen Konzentration an Nb_2N -Ausscheidungen bei 4.2 K die Verbreiterung der Bragg-Reflexe in Flußlinienrichtung gemessen. Diese Rockingkurven repräsentieren die Verteilung der Verkippswinkel von Flußliniensegmenten, die wegen der Verankerung der Flußlinien an den nicht-supraleitenden Ausscheidungen auftreten. Der charakteristische Parameter dieser Messungen, die Halbwertsbreite der Rockingkurven, änderte sich mit der Ausscheidungskonzentration und der makroskopischen Flußdichte und variierte zwischen 6° und 250° .

Labusch (1975) hat eine Theorie entwickelt, die die gemessenen Halbwertsbreiten mit den Ursachen der Verbiegungen, nämlich der Verankerungskraft von einer Flußlinie an einer Haftstelle, verknüpft. Damit konnten die Mittelwerte dieser Kräfte unmittelbarer bestimmt werden als es bisher auf dem Umweg über makroskopische Meßgrößen, wie der Volumenkraftdichte, möglich war. Die Kräfte stimmen innerhalb der Fehlergrenzen für alle gemessenen Proben überein, obwohl sich deren Ausscheidungskonzentrationen um eine Größenordnung unterscheiden. Bei einer reduzierten Flußdichte $B/B_{c2} = 0.5$ erhielt man für die mittlere Kraft $(18 \pm 4) \cdot 10^{-11} \text{N}$.

Ein Vergleich der mit Neutronenbeugung bestimmten mittleren Einzelkräfte $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ mit den aus Volumenkraftdichten P_V berechneten maximalen Verankerungskräften K_0 anderer Autoren (Antesberger 1973) am System ($\text{NbTa} + \text{Nb}_2\text{N}$ -Ausscheidungen) sowie einer Volumenkraftmessung an einer der hier verwendeten Proben von Fuhrmans (1975) ergab eine Übereinstimmung innerhalb eines Faktors zwei. Man muß beim Vergleich der beiden gegensätzlichen Methoden berücksichtigen, daß die Art der Mittelung bei den Messungen mittels Neutronenbeugung, die auf einer gradientenfreien Flußdichteverteilung in der Probe beruht, vor allem für kleine Flußdichten eine weit geringere als die maximale Einzelkraft zur Folge hat.

Der Beweis erscheint damit erbracht, daß die Theorie zur Berechnung von K_0 aus P_V das Verhalten von Flußlinien in Supraleitern mit Haftstellen richtig beschreibt. Eine höhere absolute Genauigkeit hängt bei beiden Verfahren davon ab, die Verankerungszentren in der Probe homogen verteilt einzubauen und ihre Konzentration mit Neutronenkleinwinkelstreuung oder metallurgischen Methoden genauer als bisher zu bestimmen.

ABSTRACT

In this paper neutron diffraction experiments by flux line lattices in Niobium samples at 4.2 K are reported. The samples contained non-superconducting Nb_2N -precipitates in various concentrations which act as pinning centers. The pinned flux lines are no longer exactly parallel to each other as they would be in an ideal type-II superconductor but are tilted by small angles with respect to the external field. This angular tilt results in a broadening of the Bragg-reflections in direction of the flux lines which is measured by recording rocking-curves. The characteristic parameter of the rocking-curves is their full width at half maximum; it varied with precipitate concentration and flux density and ranged from $6'$ to $250'$.

Labusch (1975) has derived a new theory which correlates the measured half-widths to the pinning force exerted on one flux line by one pinning center. By means of this theory the mean square values $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ of the interaction forces could be determined more directly than previously where in most cases pinning force densities had to be measured by macroscopic methods. The interaction forces coincided within experimental error for all samples even though their precipitate concentrations varied by an order of magnitude. At a reduced flux density of 0.5 a value for $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ of $(18 \pm 4) \cdot 10^{-11}$ N has been obtained.

A comparison has been made between the mean square interaction forces $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ and the maximum interaction forces K_0 determined from pinning force densities P_V . P_V has been measured on the system $\text{NbTa} + \text{Nb}_2\text{N}$ -precipitates by Antesberger (1973) and on one of the samples used in these experiments by Fuhrmans (1975). An agreement within a factor two has been found between $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ determined from the tilt angles and K_0 determined from P_V -measurements. In comparing the two completely different methods one has to take into consideration, however, that the averaging procedure inherent to the homogeneous flux density distribution used in the neutron experiment yields a mean square value for the interaction force which should always be smaller than the maximum interaction force obtained by the macroscopic methods. The deviation from the proportionality between $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ and K_0 becomes large specially at low flux densities.

This comparison seems to prove that the theory for the determination of K_0 from P_V describes the behaviour of flux lines in pinned superconductors in the right way. A higher absolute accuracy for both methods depends on a more homogeneous distribution of the pinning centers in the sample and on a more precise determination of their concentration by applying neutron small angle scattering or metallurgical techniques.

I N H A L T

	Seite
1. EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG	1
2. PROBEN - PRÄPARATION UND EIGENSCHAFTEN	4
2.1 Die Herstellung der Proben	4
2.2 Charakterisierung der Proben	7
2.2.1 Metallurgische Untersuchungen	7
2.2.2 Neutronen-Kleinwinkelstreuung an den Nb ₂ N-Ausscheidungen	10
3. NEUTRONENBEUGUNG AM FLUSSLINIENGITTER	16
3.1 Grundbegriffe	16
3.1.1 Auflösungsbetrachtungen	20
3.2 Bestimmung der Verankerungskraft aus der Winkel- verteilung der Flußlinienverbiegungen	24
4. MESSUNGEN UND AUSWERTUNG	32
4.1 Experimenteller Aufbau	32
4.2 Ergebnisse	39
4.2.1 Azimutale Mosaikbreiten	39
4.2.2 Erzeugung einer homogenen Flußdichteverteilung in der Probe	41
4.2.3 Mosaikbreiten aufgrund von Flußlinienverbiegungen	44
4.2.4 Elastische Konstanten des Flußliniengitters	47
4.2.5 Die mittlere Verankerungskraft einer Flußlinie an einer Haftstelle	50
4.3 Fehlerabschätzung	52
5. DISKUSSION	54
5.1 Interpretation der mittleren Verankerungskraft bei kleinen Flußdichten	54
5.2 Vergleich der gemessenen Einzelverankerungskraft mit der aus den Volumenkraftdichten berechneten	59
ANHANG	64
LITERATURVERZEICHNIS	65

1. EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG

Typ II Supraleiter befinden sich nur bis zu einem unteren kritischen Feld H_{c1} in der Meissner-Phase, in der der magnetische Fluß bis auf eine Oberflächenschicht aus der Probe verdrängt ist. Zwischen H_{c1} und dem oberen kritischen Feld H_{c2} dringt Fluß in Form von sogenannten Flußlinien in die Probe ein, da durch eine Vergrößerung der Oberfläche zwischen normalleitenden und supraleitenden Bereichen die Gesamtenergie des Systems erniedrigt wird (Abrikosov 1957). Die Flußlinien sind Bereiche, in deren Kern der supraleitende Ordnungsparameter, d.h. die Cooperpaardichte, auf Null absinkt; das im Kern maximale Magnetfeld wird durch Ringströme gegen die supraleitende Umgebung abgeschirmt. Der magnetische Fluß in einer Flußlinie ist quantisiert und wird Flußquantum Φ_0 genannt ($\Phi_0 = h/2e = 2.07 \cdot 10^{-15}$ Vsec). Den Feldbereich zwischen H_{c1} und H_{c2} nennt man Mischzustand oder Shubnikov-Phase.

In einem Einkristall ohne Verunreinigungen bilden die Flußlinien meist ein hexagonales Gitter, also eine regelmäßige Anordnung magnetischer Strukturen im Wirtskristall. Einer Anregung von De Gennes und Matricon (1964) folgend haben bereits 1964 Cribier und Mitarbeiter mit Neutronenbeugung die periodische Anordnung von Flußlinien und die Flußquantisierung nachgewiesen. Einige Jahre später wurde von Essmann und Täuble (1967) die Dekorationsmethode entwickelt, bei der die Durchstoßpunkte der Flußlinien an der Probenoberfläche durch Aufdampfen kleiner ferromagnetischer Partikel und mit Hilfe eines Abdruckverfahrens in einem Elektronenmikroskop sichtbar gemacht werden können. Diese Methode ließ die Neutronenbeugung an Flußlinien zunächst wieder in den Hintergrund treten. Sie ist jedoch auf niedrige Felder und Temperaturen beschränkt und liefert keine Information über die mikroskopische Flußlinienstruktur und keine repräsentativen Probenmittelwerte. Diese Einschränkungen haben seit Beginn dieses Jahrzehnts zu einer Renaissance der Neutronenbeugung an Flußliniengittern geführt, die vor allem in Jülich und Saclay mit verbesserten Methoden neue Erkenntnisse über die mikroskopischen Felder und über Gittereigenschaften gebracht haben (Schel-

ten, Ullmaier & Schmatz, 1971; Cribier, Simon & Thorel, 1972; Schelten, Ullmaier & Lippmann, 1972; Thorel et al. 1973; Weber, Schelten & Lippmann, 1973; Schelten, Lippmann & Ullmaier, 1974).

In einem idealen Typ II Supraleiter sind die Flußlinien senkrecht zur Feldrichtung frei verschiebbar. Dies führt beim Anlegen eines Transportstroms zu einer Bewegung der Flußlinien, da auf sie dann eine Magnuskraft wirkt. In technischen Supraleitern muß diese Bewegung verhindert werden, weil sie zu einer die Supraleitung zerstörenden Erwärmung der Probe führt.

Die Verankerung ("pinning") der Flußlinien und damit die technisch erwünschte Erhöhung der Stromtragfähigkeit wird durch eine Reihe von Faktoren beeinflusst. Als Haftstellen wirken z.B. Bereiche mit lokal unterschiedlichen supraleitenden Eigenschaften innerhalb der Probe, nicht supraleitende oder sogar magnetische Verunreinigungen, sowie Versetzungen oder andere Gitterfehler im Wirtsgitter. Die Stärke der Wechselwirkung zwischen Flußlinie und Haftstelle ist eine Funktion des Unterschieds der Eigenschaften von Haftstelle und Matrix.

Es gibt eine große Anzahl von Experimenten (vgl. z.B. Campbell & Evetts, 1972) zur Bestimmung der Volumendichte der Verankerungskraft. Diese Größe gibt zwar Auskunft über die über das Probenvolumen gemittelte Gesamtwirkung aller Einzelkräfte an den Haftstellen, sagt jedoch nichts aus über den Mechanismus der Verankerung selbst. Falls nicht mehrere Defektarten gleichzeitig vorliegen, die sich in komplizierter Weise überlagern können, so kann man mit Hilfe einer komplexen Theorie (Labusch, 1969) die Einzelverankerungskraft aus der Volumenkraftdichte berechnen.

In dieser Arbeit soll eine neue Methode vorgestellt werden, die es erlaubt, mittels Neutronenbeugung am Flußliniengitter die Wirkung der Einzelverankerungskraft unmittelbarer zu messen. Das Verfahren beruht auf der Tatsache, daß im ungestörten Flußlinienkristall die Flußlinien parallel zueinander verlaufen, unter dem Einfluß von Haftstellen jedoch Verkippungen von Flußli-

niensegmenten auftreten, deren Winkelverteilung man in einem Beugungsexperiment messen kann. Im Gegensatz zu den makroskopischen Methoden wird bei einer gradientenfreien Flußdichteverteilung in der Probe gemessen. Die Größe der Verkipfungswinkel sollte schließlich mit einer im Ansatz einfachen Theorie ein Maß für die Einzelverankerungskraft liefern.

Diese Messungen sind nur dann eindeutig, wenn möglichst nur ein einziges System von Haftstellen in der Probe vorliegt. In früheren Versuchen zur Ermittlung der Volumenkraftdichte (Antesberger, 1973) hatte sich dafür der Einbau von normalleitenden Nb_2N -Ausscheidungen in NbTa als geeignet erwiesen. Dieses System wurde auch in der vorliegenden Arbeit verwendet, nur mit dem Unterschied, daß wegen seiner besseren Neutronenstreueigenschaften hier Niob als Matrixsubstanz benutzt wurde.

Im folgenden Kapitel werden zunächst die Proben charakterisiert, in Kapitel 3 die Theorie zur Neutronenbeugung an Flußliniengittern erläutert und schließlich in den letzten beiden Kapiteln das Meßverfahren erläutert und die Meßergebnisse vorgestellt und diskutiert.

2. PROBEN — PRÄPARATION UND EIGENSCHAFTEN

Das Ziel bei der Probenherstellung war, ein System zu schaffen, bei dem möglichst nur ein Verankerungsmechanismus auftrat. Aufgrund von vorangegangenen Experimenten zur Bestimmung der Volumenkraftdichte am System NbTa (Antesberger & Ullmaier, 1974) und den für die Neutronenstreuung besonders geeigneten Eigenschaften von Niob schien für die beabsichtigten Untersuchungen das System von Diniobnitrid-Ausscheidungen in Niob am geeignetsten.

Nb_2N ist die normalleitende β -Phase des Systems Niob-Stickstoff. Es hat hexagonale Struktur mit den Gitterkonstanten $a = 3.062 \text{ \AA}$ und $c = 4.966 \text{ \AA}$ (Taylor & Doyle, 1967). Die gebildeten Ausscheidungen sind inkohärent in das Niob-Gitter eingebaut, d.h. es gibt an der Grenzfläche Matrix-Ausscheidung keine langreichweitigen Verzerrungen.

Reines Niob hat eine Sprungtemperatur T_c von 9.25 K und einen Ginzburg-Landau-Parameter κ von 0.8; bei der Siedetemperatur von Helium, 4.2 K, bei der alle Messungen dieser Arbeit durchgeführt wurden, beträgt das untere kritische Feld $H_{c1} = 1410 \text{ Oe}$, das obere kritische Feld $H_{c2} = 2730 \text{ Oe}$ und das thermodynamische kritische Feld $H_c = 1580 \text{ Oe}$ (alle Angaben nach Finnemore, Stromberg & Swenson, 1966). Freyhardt (1971) gibt für H_{c1} von reinem Niob 1350 Oe an.

Die Präparation der Proben und die erzielten Probeneigenschaften werden in den folgenden Abschnitten beschrieben.

2.1 Die Herstellung der Proben

Die Proben wurden in einzelnen Schritten von einem zylinderförmig gezogenen, $\langle 111 \rangle$ -orientierten Niob-Einkristall mittels Funkenerosion abgeschnitten, danach funkenerosiv poliert und zur Entfernung zerstörter Oberflächenschichten mit $\text{HF} + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ geätzt. Es entstanden so Scheiben von nicht exakt kreisförmigem Querschnitt mit etwa 12 mm Durchmesser und einer Dicke von 1 mm oder 2 mm. Diese Proben wurden zunächst im Ultrahoch-

vakuum (Enddruck $2.5 \cdot 10^{-10}$ Torr) sechs Stunden bei einer Temperatur von 2300°C entgast. Die Reinheit der Proben nach der Entgasung wurde kontrolliert, indem Magnetisierungskurven gemessen wurden; es zeigten sich sehr gut reversible Kurven mit einem oberen kritischen Feld H_{c2} von 2730 ± 10 Oe (s. Abb. 1). Dies entspricht dem in der Literatur (z.B. Finnemore, Stromberg & Swenson, 1966) genannten H_{c2} -Wert für reines Niob und zeigt, daß das Material frei von Verunreinigungen war. Diese würden nämlich zu einer Verkürzung der freien Weglänge der Leitungselektronen, d.h. zu einer Abnahme der Kohärenzlänge ξ der Cooperpaare und damit zu einem Anwachsen von H_{c2} führen.

Die Proben wurden anschließend in einzelnen Chargen, je nach ihrer Dicke für drei oder sechs Stunden, bei 1800°C einer Stickstoff-Atmosphäre von $2.5 \cdot 10^{-5}$ Torr Partialdruck ausgesetzt. Die Heizung der Proben erfolgte wie schon beim Entgasungsvorgang induktiv. Entsprechend den Druck-Konzentrations-Isothermen im System Nb-N (Gebhardt, Fromm & Rothenbacher, 1964) sollten dadurch etwa 1 at.% Stickstoff interstitiell in Niob gelöst werden. Die tatsächlich erreichten Konzentrationen, die aus einer genauen Wägung der Proben vor und nach dem Begasen bestimmt wurden, lagen zwischen 0.52 und 1.21 at.% (vgl. Tab. 1, S. 15). Durch schnelles Abschrecken mit Argon erreicht man, daß diese Stickstoffkonzentration auch bei Zimmertemperatur homogen gelöst bleibt. Auf diese Weise lassen sich Nb-N-Mischkristalle bis etwa 1.5 at.% N herstellen (Gebhardt, Dürschnabel & Hörz, 1966). Dieselben Autoren stellten fest, daß sich bis zu dieser Konzentration der elektrische Widerstand linear um $4.1 \mu\Omega\text{cm/at.}\%$ N gegenüber reinem Niob erhöht.

Auch nach diesem Schritt der Probenpräparation wurden die Magnetisierungskurven der Proben aufgenommen. Dies geschah mit einer konventionellen Meßmethode, bei der die in einer pick-up Spule am Probenort induzierte Spannung elektronisch integriert und als Funktion des äußeren Feldes aufgezeichnet wird. Die oberen kritischen Felder stiegen im Mittel auf den dreifachen Wert von reinem Niob. Die Kurven waren im Vergleich zu denen der getemperten Proben noch weitgehend reversibel (Abb. 1), so daß

man auf sehr wenig Ausscheidungen in den Proben schließen konnte, die als Haftstellen wirken.

Der letzte Schritt in der Herstellung einer möglichst homogenen Verteilung von Nb_2N -Ausscheidungen wurde durch stufenweises Tempern der Proben erreicht. Entsprechend dem Löslichkeitsdiagramm von N in Nb (Gebhardt et al. 1964) wird sich bei einer

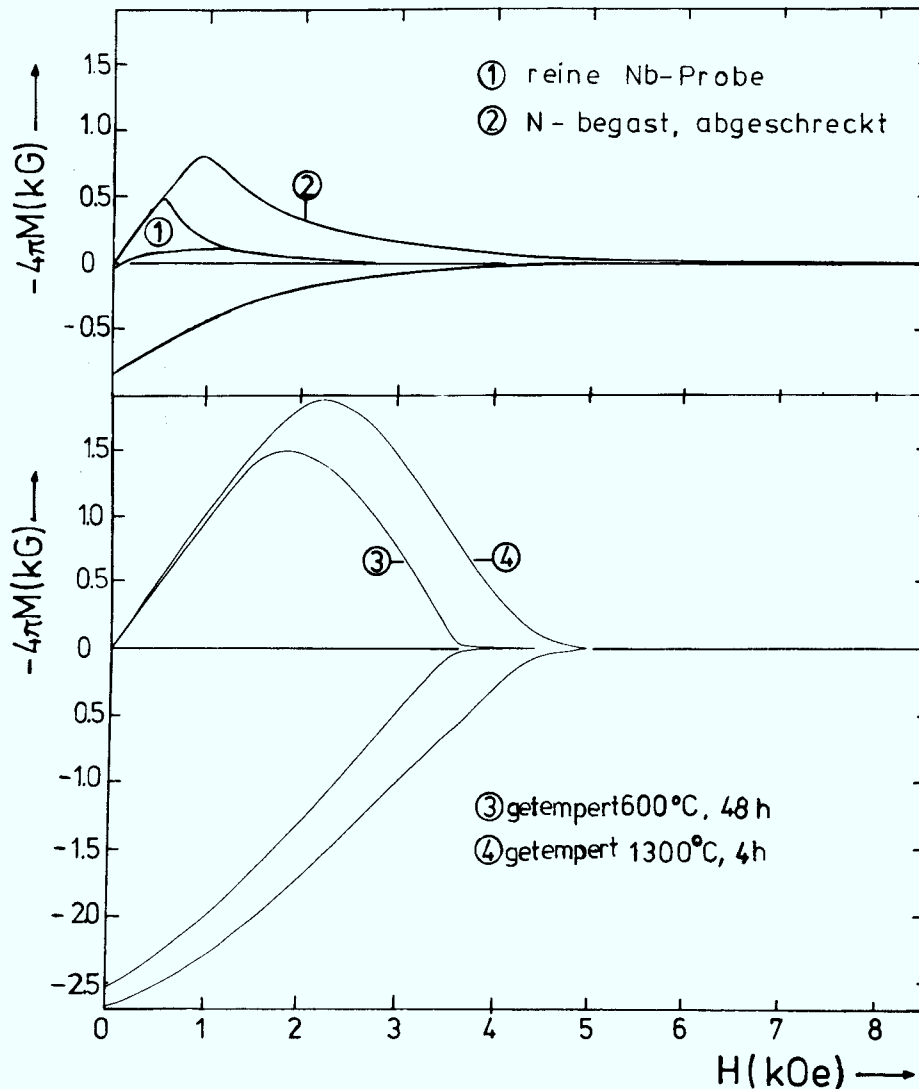


Abb. 1:

Magnetisierungskurven von Probe 4 in den verschiedenen Stadien der Probenpräparation.

ersten Temperstufe von 600°C fast aller Stickstoff ausscheiden. Mit zunehmender Temperatertemperatur wird dann wieder Stickstoff in der Matrix gelöst und die Konzentration an Ausscheidungen verringert. Durch schnelles Abschrecken friert man den gewünschten Zustand ein und erhält so eine Reihe von Proben mit variierender Ausscheidungsdichte.^x Da das obere kritische Feld von Niob

^x Für ihre Hilfe bei der Probenpräparation danke ich den Herren H.J. Bierfeld, M. Beyß, H. Gier und C. Mambor aus dem Institut für Materialentwicklung im IFF.

nur von der Konzentration an gelöstem Stickstoff abhängt, erhöht sich H_{c2} wieder mit zunehmender Auslagerungstemperatur (vgl. Abb. 1).

2.2 Charakterisierung der Proben

Zur Berechnung der Einzelverankerungskräfte aus den gemessenen mittleren Verkipfungswinkeln der Flußlinien (s. Kap. 4.2) war es erforderlich, die relative Orientierung der Nb_2N -Ausscheidungen im Wirtskristall und ihre Konzentration zu kennen. Es ist bekannt (Dollins & Wert, 1969; Dahlstrom & Eyre, 1972), daß sich Nb_2N in Form von Scheiben auf $\{100\}$ -Flächen des bcc-Gitters von Niob ausscheidet. Schober & Antesberger (1973) haben mit dem Elektronenmikroskop Nb_2N -Ausscheidungen in NbTa untersucht; sie geben für den Durchmesser der Scheiben 2000 - 5000 Å und als Dicke einige hundert Å an.

2.2.1 Metallurgische Untersuchungen

Größe, Verteilung und Dichte der Ausscheidungen wurde auch am vorliegenden System eingehend untersucht. Einen qualitativen Eindruck über Konzentration und Art der Verteilung der Ausscheidungen geben metallurgische Schliffe. Dazu wird eine Probenoberfläche mechanisch poliert und mit einem Gemisch aus Milchsäure, HF und HNO_3 (Verhältnis 3:2:1) ca. eine halbe Minute lang geätzt. Das Ätzmittel greift die Nb_2N -Phase an, die entstehenden Ätzgrübchen können durch ein Mikroskop fotografiert werden.^x Die Aufnahmen (s. Abb. 2a) zeigen eine inhomogene Verteilung der Ausscheidungen, deren Ursachen nicht genau bekannt sind, aber möglicherweise von einem Versetzungsnetzwerk in der Probe verursacht werden.^{xx} Die Ausscheidungs-dichte an den Rändern der Probe war in einem Band von ca. 0,4 mm Dicke um etwa eine Größenordnung höher als im zentralen Teil der Probe (Abb. 2b). Dieser Inhomogenitätsbereich, dessen Tiefe etwa der Probendicke entspricht, könnte mit der an Scheibenrand und Scheibenmitte unterschiedlichen Abschreckgeschwin-

^x Für die Schliffbildaufnahmen danke ich Herrn U. Linke vom Institut Materialentwicklung des IFF.

^{xx} H. Wenzl, private Mitteilung

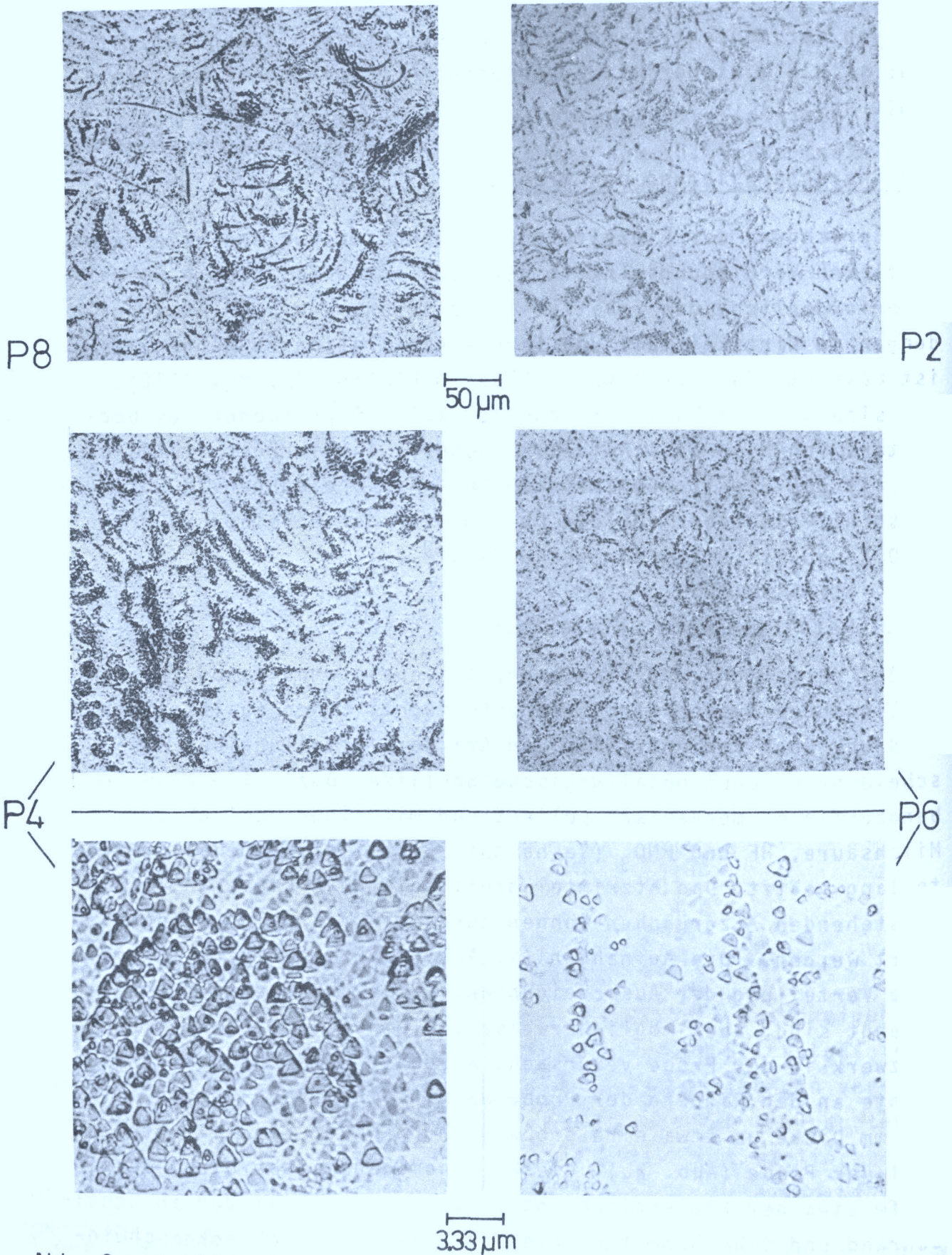


Abb. 2a: Schliffbilder der begasten und getemperten Proben, Bildausschnitte aus der Probenmitte. Die Ätzgrübchen entstehen an den Plätzen der Nb_2N -Ausscheidungen und sind wegen der Orientierung der Proben dreieckig (bcc Gitter; Bildnormale zeigt in $\langle 111 \rangle$ -Richtung). Vergrößerung oben 200:1, unten 3000:1.

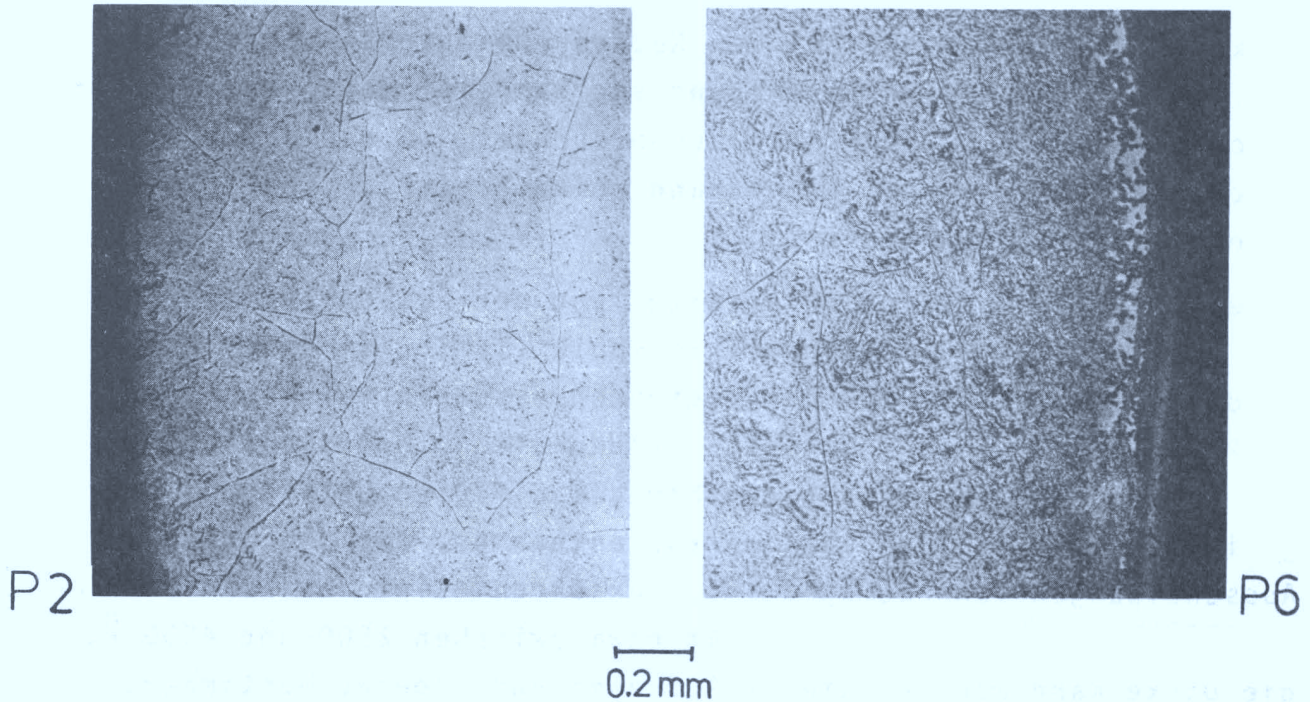


Abb. 2b: Schliffbilder vom Probenrand der begasten und getemper-
ten Proben. Vergrößerung 50:1.

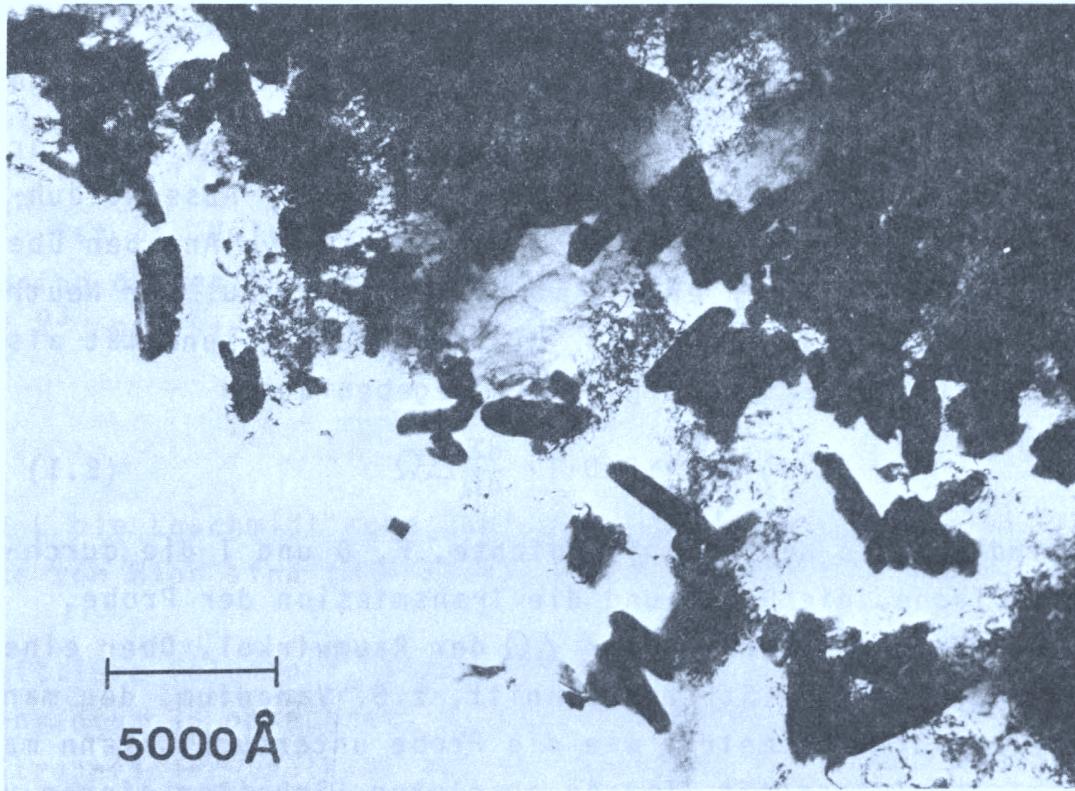


Abb. 3: TEM-Bild von Nb_2N in Niob (Probe 8). Die Ausscheidungen
(dunkle, zigarrenförmige Gebilde) befinden sich durch
das Ätzen nicht mehr am selben Ort wie vor der Präpara-
tion, sondern sind regellos orientiert "angeschwemmt".
Vergrößerung ca. 44000:1.

digkeit zusammenhängen. Bei den Neutronenbeugungsexperimenten war jedoch ohnehin zur Vermeidung von Randeinflüssen nur der Bereich des halben Durchmessers ausgeleuchtet, so daß durch die höhere Konzentration am Probenrand keine Beeinflussung des Meßergebnisses zu erwarten ist.

Eine Auskunft über die Größenverteilung der Ausscheidungen gibt die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM)^x. Eine der Proben wurde dazu nach Abschluß der Neutronenmessungen auf etwa 1000 Å Dicke abgeätzt. In Transmission werden die Nb₂N-Ausscheidungen als dunkle Schattenrisse gegenüber dem diffusen Untergrund abgebildet (Abb. 3). Man kann daraus entnehmen, daß die Größe der Ausscheidungen sehr homogen ist; der Durchmesser der scheibenförmigen Ausscheidungen schwankt etwa zwischen 2500 und 4500 Å, die Dicke kann man aus dieser Aufnahme nur ungenau bestimmen, da die Ausscheidungen hier in Parallelprojektion erscheinen. Es sind auch keine quantitativen Aussagen über die Ausscheidungskonzentration möglich.

2.2.2 Neutronen-Kleinwinkelstreuung an den Nb₂N-Ausscheidungen

Durch die Elektronenmikroskopie hat man bereits eine gute Vorstellung von der Größe und der Konzentration der Ausscheidungen in der Probe. Quantitative und repräsentative Angaben über diese beiden Unbekannten erhält man jedoch erst aus der Neutronen-Kleinwinkelstreuung (N-KWS). Die gestreute Intensität als Funktion des Streuvektors, $I(\tau)$, ist gegeben durch

$$I(\tau) = \Phi_n \cdot F \cdot D \cdot T \cdot \frac{d\Sigma}{d\Omega} \Delta\Omega \quad (2.1)$$

Dabei sind Φ_n die Neutronenflußdichte, F , D und T die durchstrahlte Fläche, die Dicke und die Transmission der Probe, $d\Sigma/d\Omega$ der Streuquerschnitt und $\Delta\Omega$ der Raumwinkel. Über einen Streuer mit bekanntem Streuquerschnitt, z.B. Vanadium, den man in derselben Streugeometrie wie die Probe untersucht, kann man die gemessene Intensität $I(\tau)$ in absoluten Einheiten eichen und so $d\Sigma/d\Omega$ für die Proben ermitteln. Der gesamte Streuquerschnitt pro sterad $d\Sigma/d\Omega$ ist bei statistischer Verteilung der Ausscheidungen gegeben durch

^x Für die Untersuchungen am Elektronenmikroskop danke ich Herrn Dr. T. Schober vom Institut Materialentwicklung des IFF.

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = n_A \cdot (\varphi_b - \bar{\varphi}_b)^2 \cdot V_A^2 \cdot |F(\tau)|^2 \quad (2.2)$$

n_A ist die Volumendichte der Streuer, V_A das Volumen eines Streuers; φ_b und $\bar{\varphi}_b$ bezeichnen die Streulängendichten von Streuer bzw. Matrix. $F(\tau)$ ist der Formfaktor, der per def. für $\tau = 0$ eins wird. Der Streuvektor τ hängt von der Wellenlänge λ und dem Streuwinkel ϑ wie folgt ab (vgl. auch Kap. 3.1):

$$\tau = \frac{4\pi}{\lambda} \cdot \sin \frac{\vartheta}{2}$$

Kennt man die anderen Größen in Gleichung (2.2), so kann man z.B. aus der Vorwärtsstreuung $d\Sigma(\tau = 0)/d\Omega$ die Ausscheidungskonzentration n_A ausrechnen.

Die Streulängendichte von Nb_2N erhält man definitionsgemäß aus

$$\varphi_{Nb_2N} = \frac{1}{\Omega_{Nb_2N}^c} (2 b_{Nb} + b_N) \quad (2.3a)$$

Die Streulängen b der betreffenden Elemente sind nach Bacon (1962, S. 31 f.) $b_{Nb} = 0.691 \cdot 10^{-12}$ cm und $b_N = 0.940 \cdot 10^{-12}$ cm. $\Omega_{Nb_2N}^c$ ist das Volumen der Elementarzelle von Nb_2N und mit den zu Beginn dieses Kapitels angegebenen Gitterkonstanten gleich $40.32 \text{ \AA}^3$. Die Streulängendichte von Niob ist

$$\varphi_{Nb} = \frac{b_{Nb}}{\Omega_c^{Nb}} = \left(\frac{L}{M \cdot \epsilon} \right) \cdot b_{Nb} \quad (2.3b)$$

wobei L die Loschmidt'sche Zahl und M bzw. ϵ Atomgewicht bzw. Dichte von Niob sind ($M = 92.91$, $\epsilon = 8.57 \text{ g/cm}^3$).

Das mittlere Volumen V_A einer Ausscheidung wurde aus dem Streumassenradius R_g berechnet. R_g stellt ein Maß für Form und Größe des Streuers dar und kann aus der Steigung der Streukurve in Guinier'scher Auftragung $-\ln I(\tau)$ gegen τ^2 entnommen werden. Es gilt nämlich für kleine Streuvektoren (Guinier, 1963, S. 329):

$$\frac{I(\tau)}{I(0)} = e^{-R_g^2 \cdot \tau^2 / 3} \quad (2.4)$$

Für einen ellipsoidförmigen Streuer gilt die Beziehung (Guinier, a.a.O.):

$$R_g^2 = \frac{1}{5} (a^2 + b^2 + c^2) \quad (2.5)$$

a, b und c sind die Halbachsen des Ellipsoids.

Die Scheibenform der Ausscheidungen kann man geometrisch durch ein Ellipsoid mit dem Achsenverhältnis

$$a : b : c = 1 : 1 : \gamma$$

annähern. Aus den TEM-Aufnahmen an Probe 8 und solchen von Schöber & Antesberger (1973) sieht man, daß $\gamma \approx \frac{1}{7}$ ist. Das Volumen einer Ausscheidung ist somit als Funktion des Streumassenradius und des Achsenverhältnisses

$$V_A = \frac{4\pi}{3} \cdot R_g^3 \cdot \gamma \left(\frac{5}{2 + \gamma^2} \right)^{3/2} \quad (2.6)$$

Die Kleinwinkelstreuexperimente an den Proben wurden in gleicher Geometrie, d.h. mit derselben Ausleuchtung der Proben vorgenommen wie die Neutronenbeugungsexperimente an den Flußliniengittern (s. Kap. 4.1). Dadurch wurde sichergestellt, daß dieselben Konzentrationsbereiche in die Berechnung von n_A eingingen wie für die spätere Bestimmung der Einzelverankerungskräfte. Ein typisches Streuspektrum ist in Abb. 4 gezeigt.

Der Streumassenradius läßt sich auf zweierlei Weise bestimmen: Nach Gleichung (2.4) erhält man R_g aus der Steigung einer Auftragung von $\ln I(\tau)$ gegen τ^2 . Da der Meßbereich zu kleinen Streuvektoren hin durch den verfügbaren Wellenlängen- und Winkelbereich begrenzt ist, bringt diese Methode eine gewisse Unsicherheit mit sich, da nicht von vorneherein bekannt ist, bis zu welchem τ man Gleichung (2.4) anwenden darf. Diese Schwierigkeit kann umgangen werden: Nach Glatter (1975) wird die Fourier-Transformierte der gemessenen Streufunktion mit Spline-Funktionen nach dem Verfahren der kleinsten Fehlerquadrate berechnet und anschließend R_g als 2. Moment dieser gewonnenen Funktion ermittelt.

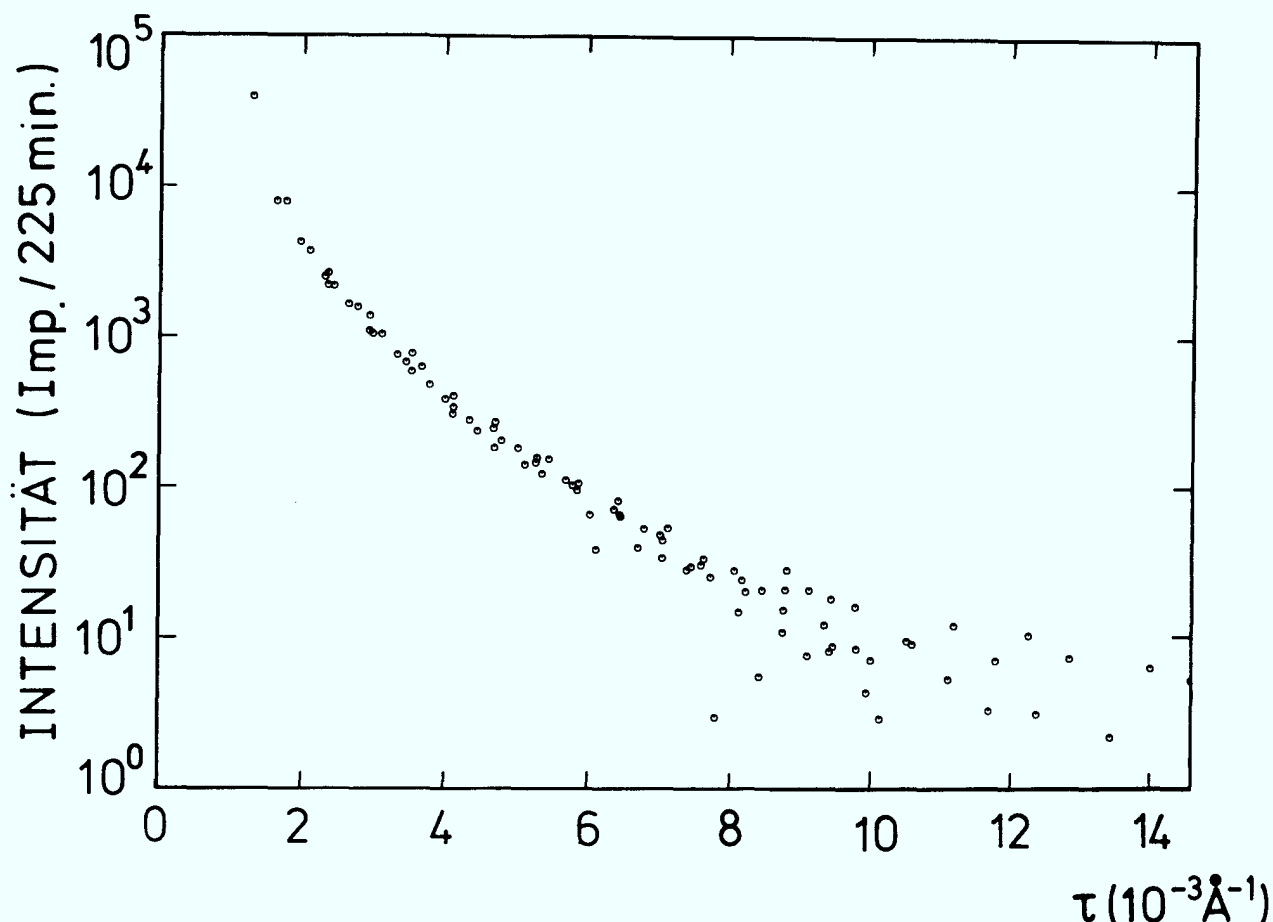


Abb. 4: Neutronen-Kleinwinkelstreuung von Nb_2N -Ausscheidungen in Niob. Streuintensität (logarithmischer Maßstab !) als Funktion des Streuvektors τ für Probe 8.

In einem aufwendigen Rechenprogramm^x ergab sich für alle Proben innerhalb der Fehlergrenzen unabhängig von der Ausscheidungskonzentration der gleiche Streumassenradius von

$$R_g = 1200 \pm 50 \text{ \AA}.$$

Die graphische Methode aus der Steigung der Streukurve in Guinier-Auftragung lieferte als Mittelwert für R_g $1090 \pm 130 \text{ \AA}$. Das erwähnte Programm berechnet zusätzlich zu R_g auch einen extrapolierten Wert für die Vorwärtsstreuung, so daß nun alle Größen in Gleichung (2.2) bekannt sind und n_A berechnet werden kann. Die Ergebnisse aus den Neutronen-Kleinwinkelstreuemessungen, Vorwärts-Streuquerschnitt und Ausscheidungskonzentration, sind mit in Tab. 1 (S. 15) enthalten.

^x Für das Rechenprogramm, das mir Herr Dr. O. Glatter, Institut für Röntgenfeinstrukturanalyse Graz, während seines Aufenthalts am IFF zur Verfügung gestellt hat, bin ich ihm zu großem Dank verpflichtet.

Der Fehler der beschriebenen Methode zur n_A -Bestimmung hängt vor allem von einem genauen Kenntnis von R_g ab, der mit der 6. Potenz in die Rechnung eingeht. Der Fehler für R_g lag bei den vorliegenden Messungen etwa bei $\pm 4 \%$; die Unsicherheit des Achsenverhältnisses der Ausscheidungen sei auf etwa $\pm 10 \%$ geschätzt ($\frac{1}{8} < \nu < \frac{1}{6}$), der Fehler des Vorwärtsstreuquerschnitts liegt in der Größenordnung von $\Delta R_g / R_g$. Unter Berücksichtigung aller Einzelfehler wird der Gesamtfehler für n_A

$$\frac{\Delta n_A}{n_A} \approx \pm 40 \% .$$

Trotz dieses großen Fehlers in der Bestimmung von n_A ist das beschriebene Verfahren einem von Antesberger (1973) angegebenen vorzuziehen. Dort wird n_A aus der nach Wägung ermittelten Gesamtkonzentration c_G des gelösten Stickstoffs und der zur Zunahme von H_{c2} proportionalen Matrixkonzentration c_M berechnet. Die Differenz $c_G - c_M$ liefert den Stickstoffanteil, der sich in den Ausscheidungen befindet und läßt auf deren Volumendichte schließen, vorausgesetzt man kennt das mittlere Volumen einer Ausscheidung. Da die Ausscheidungsichte am Probenrand jedoch viel höher als in der Mitte war, hat dieses Verfahren noch größere systematische Fehler und kann n_A insbesondere für den von Neutronen gesehenen inneren Probenbereich weit ungenauer als die hier angewandte Methode der Neutronen-KWS wiedergeben. Die aus H_{c2} und c_G bestimmten Werte von n_A liegen um einen Faktor 5 bis 20 über den mit N-KWS bestimmten, die in Tab. 1 aufgeführt sind.

Tabelle 1 faßt alle metallurgischen und supraleitenden Parameter der verwendeten Proben zusammen.

		Probe 1	P 8	P 2	P 4	P 6
Durchmesser	2R(mm)	12.1	12.1	11.9	11.9	12.1
Dicke	D (mm)	1.977	0.972	1.986	1.972	0.974
1)Entmagnetisie- rungsfaktor	N	0.789	0.887	0.789	0.789	0.887
2)Temperbehandlung	/	/	a,b,c,d	a,b,c	a,b,c,d	a,b,c
Gesamtkonz. an Stickstoff	c _G (at%)	/	1.21	0.83	0.90	0.52
Anteil des in den Ausscheid. gebun- denen Stickstoffs	c _A (at%)	/	0.89	0.60	0.57	0.27
Vorwärts-Streuquer- schnitt	($\frac{d\Sigma}{d\Omega}$) ₀ (m ⁻¹)	/	7.6 · 10 ⁵	6.2 · 10 ⁵	2.4 · 10 ⁵	0.8 · 10 ⁵
Volumendichte der Ausscheidungen	n _A (m ⁻³)	/	1.3 · 10 ¹⁸	1.0 · 10 ¹⁸	4.0 · 10 ¹⁷	1.3 · 10 ¹⁷
oberes krit. Feld bei 4.2 K	H _{c2} (Oe)	2740	4610	4060	4630	4200
3)Kohärenzlänge bei 4.2 K	ξ (Å)	350	270	285	270	280
κ ₁ =H _{c2} /√2 H _c bei 4.2 K		1.23	2.06	1.82	2.07	1.88
4)Ginzburg-Landau Parameter	κ	0.8	1.64	1.40	1.65	1.46

1) Entmagnetisierungsfaktor parallel zur kurzen Achse eines flachen Ellipsoids (Bozorth & Chapin 1942)

$$N = X^2 \left(1 - \frac{D}{2R} \cdot X \cdot \arcsin \frac{1}{X} \right) \text{ mit } X = \left(1 - \left(\frac{D}{2R} \right)^2 \right)^{-1/2}$$

2) Temperbehandlung a: 600 °C, 10⁻⁶ Torr, 48 h
b: 800 °C, 1.5 · 10⁻⁷ Torr, 15 h
c: 900 °C, 3 · 10⁻⁸ Torr, 16 h
d: 1300 °C, 10⁻¹⁰ Torr, 4 h

3) berechnet aus H_{c2} = Φ₀/2πξ² (Φ₀ = 2.07 · 10⁻⁷ G cm²)

4) κ = κ⁰ + $\frac{H_{c2} - H_{c2}^0}{\sqrt{2} H_c}$ nach Goodman (1962) und Auer & Ullmaier (1973)

Index ⁰ bezieht sich auf die Daten von reinem Nb (vgl. S. 4).

Tab. 1: Metallurgische und supraleitende Parameter der Proben

3. NEUTRONENBEUGUNG AM FLUSSLINIENGITTER

3.1 Grundbegriffe

Flußlinien bilden in einkristallinen Proben wieder ein einkristallines Gitter, dessen Symmetrie und Perfektheit wesentlich vom Gittertyp des Wirtskristalls und dessen Orientierung relativ zum Magnetfeld abhängt; außerdem spielen Temperatur und Flußdichte eine Rolle (Schelten, Lippmann & Ullmaier, 1974). Ein perfektes hexagonales Flußliniengitter (FLG) entsteht dann, wenn die Richtung des äußeren Magnetfeldes mit einer dreizähligen Achse des Kristallgitters zusammenfällt. Diese Anordnung war daher auch für die in dieser Arbeit verwendeten Proben gewählt (vgl. Kap. 2.1), so daß sich die folgenden Betrachtungen ausschließlich auf ein hexagonales FLG beziehen. In Abb. 5 ist das dazu gehörende reziproke Gitter dargestellt. Es ist zweidimensional, die Ausdehnung der reziproken Gitterpunkte senkrecht zur Zeichenebene ist umgekehrt proportional zum kohärent streuenden Teil einer Flußlinie; da diese immer von einer Probenoberfläche zur gegenüberliegenden verläuft, ist für gerade Flußlinien die Ausdehnung eines Gitterpunktes parallel zu ihrer Richtung sehr klein.

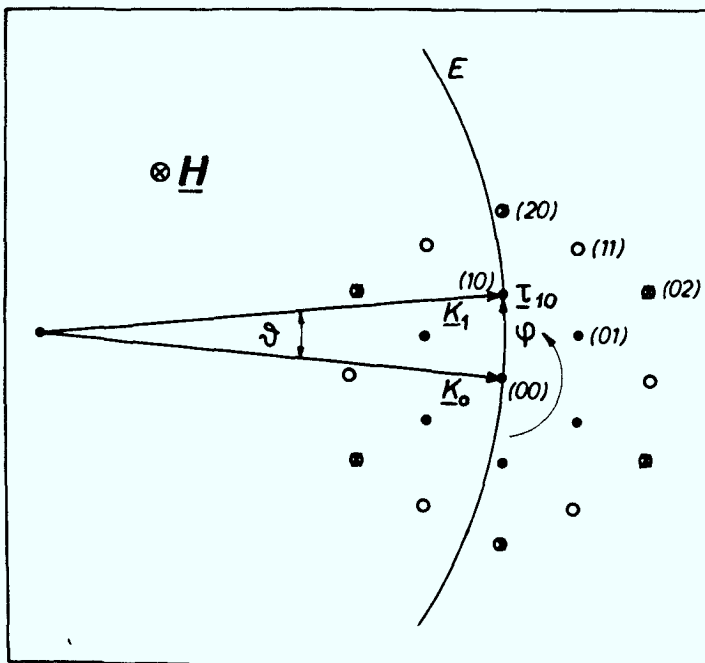


Abb. 5:

Reziprokes FLG und Streugeometrie. $\underline{k}_0$ und $\underline{k}_1$ sind die Wellenvektoren des einfallenden bzw. gestreuten Strahls, $\underline{\tau}_{10}$ ein reziproker Gittervektor, 2θ der Streuwinkel, φ der Probendrehwinkel und E die Ewaldkugel. Die Längen sind nicht maßstabgerecht, es ist $k_0 = k_1 \gg \tau_{10}$. Äquivalente Gitterpunkte sind durch dasselbe Symbol gekennzeichnet. Das Magnetfeld $\underline{H}$ steht senkrecht zur Bildebene.

In dieser Abbildung befindet sich das FLG in Reflexstellung, d.h. die Ewaldkugel durch den Ursprung schneidet einen rezipro-

ken Gitterpunkt. Dann ist die Bragg-Bedingung

$$\underline{k}_1 - \underline{k}_0 = \underline{\tau}_{hk} \quad (3.1)$$

erfüllt. Dabei gilt

$$|\underline{k}_0| = |\underline{k}_1| = \frac{2\pi}{\lambda} \quad \text{und} \quad |\underline{\tau}_{hk}| = \frac{2\pi}{d_{hk}} \quad (3.2)$$

was unmittelbar zur bekannten Bragg-Gleichung für das erste Beugungsmaximum führt:

$$\lambda = 2 d_{hk} \sin(\vartheta_{hk}/2) \quad (3.3)$$

λ ist dabei die Neutronenwellenlänge und d_{hk} der Netzebenenabstand einer Ebene $\{hk\}$ ($d_{hk} = \frac{a}{2} \sqrt{3} / (h^2 + k^2 + hk)^{1/2}$; a = Gitterparameter); die anderen Symbole sind in Abb. 5 erklärt. Da die verwendete Neutronenwellenlänge bei 9 Å lag (vgl. auch Kap. 4.1), sieht man aus der Bragg-Gleichung, daß für Gitterparameter a zwischen 2400 und 800 Å ($\cong$ Flußdichten zwischen 415 und 3730 G) Streuwinkel für einen 10-Reflex ϑ_{10} etwa zwischen 15' und 45' auftreten, d.h., diese Art von Bragg-Streuung fällt in den Kleinwinkelbereich. Für einen Abstand von Probe und Detektor von 10 m bedeuten die angegebenen Winkel einen Abstand zwischen gestreutem und Primärstrahl von 4.4 bis 13.1 cm.

Die makroskopische, d.h. die über die Probe gemittelte Flußdichte B ist als Verhältnis von Flußquantum Φ_0 zur Fläche einer Elementarzelle F_c definiert:

$$B = \frac{\Phi_0}{F_c} .$$

Da für ein hexagonales FLG

$$F_c = \frac{a^2}{2} \sqrt{3}$$

gilt, kann man den Gitterparameter aus der Flußdichte ausrechnen:

$$a = \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\Phi_0}{B} \right)^{1/2} \quad (3.4)$$

Ein Vergleich der beiden Verfahren zur Bestimmung des Gitterparameters — über den Streuwinkel aus der Bragg-Gleichung (3.3) bzw. aus der makroskopischen Flußdichte, die man aus der Magnetisierungskurve abliest, mittels Glg. (3.4) — hat schon früher die Identität der auf beide Arten ermittelten Gitterparameter gezeigt (Schelten et al. 1972, Weber et al. 1973). Zur bequemen Umrechnung der verschiedenen Größen ineinander — B , a , ϑ und τ — ist im Anhang eine Tabelle angegeben.

Ein ideales FLG würde als Streukurve eine Deltafunktion an den reziproken Gitterpunkten liefern. Im realen Fall kommt es natürlich zu einer Ausdehnung eines Reflexes in den drei Raumrichtungen. Die Struktur eines Reflexes in Richtung des einfallenden Strahls, die sogenannte (azimutale) Mosaikbreite gibt Aufschluß darüber, in welchem Ausmaß das Gitter aus einzelnen Kristalliten besteht, die entweder gegeneinander verkippt oder, bei unterschiedlicher Größe, gegeneinander verschoben sein können. Man kann dies im Experiment durch das Messen von sogenannten Rockingkurven feststellen; dazu wird die gesamte Streuintensität in Abhängigkeit vom Drehwinkel φ um die Feldachse (vgl. Abb. 5) registriert.

Eine Ausdehnung der Gitterpunkte in radialer Richtung, d.h. senkrecht zum einfallenden Strahl, läßt auf Schwankungen des Gitterparameters schließen. Experimentell läßt sich dies, bei ausreichender Auflösung, aus der Halbwertsbreite eines Streuspektrums als Funktion des Streuwinkels ϑ ableiten.

Eine Ausdehnung des Gitterpunktes senkrecht zu der in Abb. 5 gezeichneten Streuebene kommt durch unvollkommene Parallelität der Flußlinien zueinander zustande. Diese Störung wird besonders durch Verankerungszentren verursacht, die eine starke Verbiegung der Flußlinien zur Folge haben. Die Winkelverteilung der Verkippfungswinkel ist daher ein Maß für die mittlere Verankerungskraft an einer Haftstelle. Experimentell erhält man diese Winkelverteilung, indem man die Ausdehnung eines Reflexes in Feldrichtung abtastet. Wie später in Kap. 3.1.1 erläutert wird, ist die Auflösung des benutzten Spektrometers nur in Richtung des

einfallenden Strahls sehr gut. Daher war es notwendig, das Magnetfeld in Richtung der einfallenden Neutronen zu drehen, d.h. die reziproke Gitterebene des FLG gegenüber der in Abb. 5 gezeichneten Stellung bei beibehaltener Streuebene um 90° zu kippen. Die entstehende Streugeometrie ist in Abb. 6 skizziert. Man zieht durch die Kippung der reziproken Gitterebene vor allem Vorteil aus der guten Auflösung parallel zu $\underline{k}_0$, die dadurch zustande kommt, daß die Ewaldkugel sehr wenig ausgeschmiert ist. Die Verschmierung in einem Wellenlängenintervall zwischen λ_0 und λ'_0 äußert sich in Ewaldkugeln mit Radien zwischen k_0 und k'_0 , die sich im Ursprung (00) berühren und daher für den im Vergleich zu k_0 kurzen Hebelarm τ nur eine geringe Verbreiterung darstellen. Die Wellenlängenverschmierung verschlechtert die Auflösung erst wesentlich für große Streuvektoren $\tau \gg k_0$, wie sie in der diffusen Neutronenstreuung auftreten.

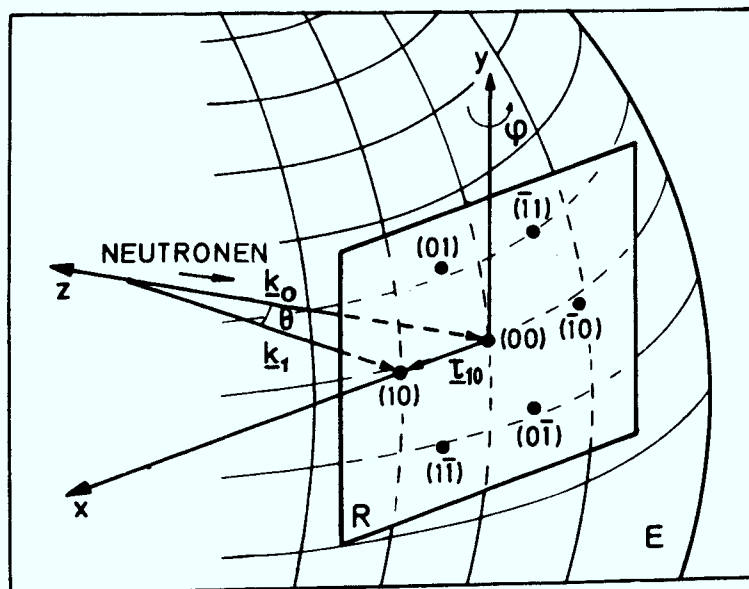


Abb. 6: Streugeometrie zur Messung von Flußlinienverbiegungen. Die reziproke Gitterebene R des FLG steht jetzt senkrecht auf $\underline{k}_0$ und tangiert die Ewaldkugel E im Ursprung (00). Die Probe wird um die y-Achse um einen Winkel φ gedreht. Die anderen Symbole haben dieselbe Bedeutung wie in Abb. 5.

Es sei noch einmal betont, daß wegen der unterschiedlichen Auflösung in den verschiedenen Richtungen relativ zur Streuebene am Jülicher Spektrometer zwei verschiedene Meßanordnungen mit je zwei Arten der Analyse der Streuintensität für Untersuchungen an Flußliniengittern möglich und notwendig sind. Der Übersichtlichkeit halber sind die vier Methoden in einer Tabelle zusammengestellt:

Tabelle 2: Übersicht über die verschiedenen Meßmethoden bei der Neutronenstreuung an Flußliniengittern.

Streuspektrum	Feld relativ zum einfallenden Strahl	
	$\underline{H} \perp \underline{k}_0$	$\underline{H} \parallel \underline{k}_0$
$I(\varphi)$	azimutale Mosaikbreite; Gittersymmetrie	gibt Aufschluß über Verbiegung der Flußlinien
$I(\vartheta)$		radiale Mosaikbreite

Im folgenden werden fast ausschließlich Messungen in der Mode $I_{\parallel}(\varphi)$ diskutiert; ergänzende Aussagen über das FLG wurden für das hier beschriebene Experiment aus $I_{\perp}(\varphi)$ -Spektren gewonnen.

3.1.1 Auflösungsüberlegungen

Im vorhergehenden Abschnitt wurde erläutert, daß die Intensitätsverteilung in allen drei Raumrichtungen in der Umgebung eines reziproken Gitterpunkts Aufschluß über die Perfektheit des FLG gibt. Die drei charakteristischen Größen in diesem Zusammenhang waren

- i) die radiale Mosaikbreite, d.h. die Ausdehnung eines Reflexes in Richtung von $\underline{\tau}_{hk}$,
- ii) die azimutale Mosaikbreite, d.h. die Ausdehnung eines Reflexes senkrecht zu $\underline{\tau}_{hk}$ und zu $\underline{B}$,
- iii) die Mosaikbreite aufgrund von Flußlinienverbiegungen, d.h. die Ausdehnung eines Reflexes parallel zur Feldrichtung.

Um die Ausdehnung eines reziproken Gitterpunkts zu messen, muß man natürlich die Auflösung des Instruments kennen. In der "Parallel-Geometrie" (Abb. 6) sind die Auflösungselemente in den drei Raumrichtungen parallel zu $\underline{\tau}_{hk}$, senkrecht zu $\underline{\tau}_{hk}$ und $\underline{k}_0$ und schließlich parallel zu $\underline{k}_0$ angeordnet, d.h. sie zeigen in x-, y- und z-Richtung. Die Varianzen der Auflösungskurven in diesen drei Richtungen nennen wir $\Delta\tau_r$, $\Delta\tau_{\perp}$ und $\Delta\tau_{\parallel}$.

Wie üblich in einem Streuexperiment hängen Auflösung und Intensität eng zusammen; man kann die eine immer nur auf Kosten der

anderen verbessern. Aus dem gegebenen experimentellen Aufbau, der in Kap. 4.1 detailliert beschrieben wird, und der unter Intensitätsüberlegungen konzipiert wurde, ergibt sich für $\Delta\tau_r$ und $\Delta\tau_l$ nur eine mäßige Auflösung. Die Varianz der Auflösungskurve parallel zu τ_{hk} ist nach Schmatz et al. (1974) gegeben durch

$$\Delta\tau_r = \frac{k_0}{2\sqrt{3}} \left[\left(\frac{d_D}{L}\right)^2 + \left(\frac{d_E}{L}\right)^2 + d_p^2 \cdot \left(\frac{1}{L} + \frac{1}{L}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda}\right)^2 \cdot \vartheta^2 \right]^{1/2} \quad (3.5)$$

Sie kommt zum einen als Überlagerung von geometrischen Einflüssen zustande, nämlich der Breite eines Detektorelements d_D , des Einfallsschlitzes d_E und des Probenschlitzes d_p , zum anderen wird sie von der Wellenlängenauflösung $\Delta\lambda/\lambda$ (vgl. Kap. 4.1) beeinflusst. Der Faktor 2 im λ -Term ist erforderlich, weil hier im Gegensatz zu der Annahme bei Schmatz et al. (1974) eine dreieckförmige anstatt einer rechteckigen Wellenlängenverteilung vorliegt. Die Breiten d_E und d_D maßen je 1 cm, $d_p \approx 0.5$ cm, die Kollimatorlänge L und der Abstand L Probe-Detektor betrugen 5.80 bzw. 10.00 m und die Wellenlängenauflösung $\Delta\lambda/\lambda \approx 0.25$. Bei mittleren Streuwinkeln ϑ von $30'$ erhält man daraus als Varianz der Auflösung in radialer Richtung

$$\frac{\Delta\tau_r}{\tau_{hk}} = \pm 0.13 \quad .$$

In vertikaler Richtung wird die Auflösung praktisch unabhängig von $\Delta\lambda/\lambda$; d_D in (3.5) ist jetzt durch die effektive Höhe eines Detektorelements von 2.5 cm zu ersetzen. Damit wird die Varianz

$$\frac{\Delta\tau_l}{\tau_{hk}} = \pm 0.11 \quad .$$

Die Auflösung parallel zum einfallenden Strahl wird fast ausschließlich von der Wellenlängenunschärfe beeinflusst, die zu einer Verbreiterung der Ewaldkugel führt. Der Abstand s der reziproken Gitterebene in der Position senkrecht zu $\underline{k}_0$ (Abb. 6) von der Ewaldkugel beträgt nämlich $s = \tau \cdot \frac{\vartheta}{2}$; da nach Glg. (3.2) und (3.3) $\tau \approx k_0 \cdot \vartheta$, ist

$$s \approx \frac{\tau^2}{2 \cdot k_0} \quad .$$

Die Verbreiterung dieses Abstands ist proportional zur Wellenlängenunschärfe $\Delta\lambda/\lambda = \Delta k_0/k_0$:

$$\Delta s = \frac{\tau^2}{2 \cdot k_0^2} \cdot \Delta k_0 = \frac{\tau^2}{2 \cdot k_0} \frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \tau \frac{\vartheta}{2} \frac{\Delta\lambda}{\lambda}$$

Wenn man nun Δs mit der Verbreiterung $\Delta\tau_{||}$ eines Reflexes parallel zu $\underline{k}_0$ identifiziert, errechnet man mit $\vartheta = 30'$ und $\Delta\lambda/\lambda \approx 0.25$ für

$$\frac{\Delta\tau_{||}}{\tau_{hk}} = \pm 1.1 \cdot 10^{-3} .$$

Diese gute Auflösung in Strahlrichtung war der Grund, die Flußlinien in diesem Experiment parallel zum einfallenden Strahl anzuordnen. Nur so war die Auflösung ausreichend, die durch die Flußlinienverbiegungen verursachte Reflexverbreiterung in dieser Richtung zu analysieren.

Die tatsächliche Auflösungsfunktion für die gegebenen Verhältnisse — Blendengröße, Kollimatorlänge, Wellenlängenverschmierung — wurde als Funktion des Streuwinkels (und damit der Flußdichte) in einem Computerprogramm exakt berechnet.^x Zunächst wurde dazu die Winkelverteilung der Neutronen berechnet, die das Kollimatorrohr durchfliegen (Abb. 7). Diese Funktion wurde mit

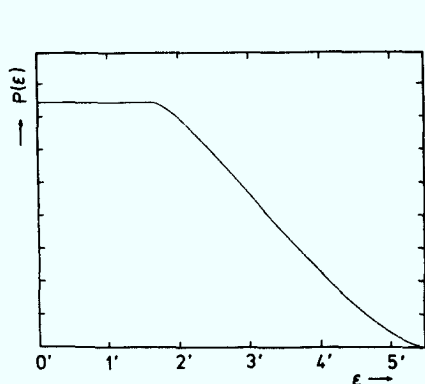


Abb. 7:

Winkelverteilung $P(\epsilon)$ des kollimierten Neutronenstrahls.

der Wellenlängenverteilung des einfallenden Strahls gefaltet. Dies ergab die instrumentelle Auflösungsfunktion, die die Rockingkurve eines perfekten Flußlinienkristalls darstellt.

Die azimutale Mosaikbreite des FLG verursacht in der gewählten Geometrie eine zusätzliche Verbreiterung der Rockingkurven. Wie

^x Für die Erstellung des Programms während seines Aufenthaltes am IFF bin ich Herrn Dr. R.W. Hendricks, Oak Ridge National Laboratory, sehr dankbar.

man sich an Hand der Streugeometrie (Abb. 6) überlegen kann, befindet sich ein mosaikverbreiteter Gitterpunkt bei einer Drehung des Kristalls um die y -Achse über einen weiteren Winkelbereich in Reflexstellung als ein nichtausgeschmierter Reflex. Selbst für polykristalline FLG bleibt jedoch die gute Auflösung erhalten:

Um ein Gitter von der Stellung senkrecht zu $\underline{k}_0$ in Reflexposition zu bringen, muß man es um einen Winkel

$$\varphi_0 = \frac{s}{\tau} = \frac{\tau}{2 \cdot k_0}$$

um die y -Achse drehen. Liegt der Gitterpunkt nicht genau in der Streuebene, sondern um einen Winkel ψ um die z -Achse verdreht, dann muß man um einen Winkel

$$\varphi_1 = \frac{\tau}{2 \cdot k_0 \cdot \cos \psi}$$

drehen, bis man Reflexion erhält. Entsprechend werden für einen Reflex mit der Mosaikbreite ψ in einem Winkelintervall

$$\Delta \varphi = \varphi_1 - \varphi_0 = \frac{\tau}{2 \cdot k_0} \cdot \left(\frac{1}{\cos \psi} - 1 \right)$$

Neutronen reflektiert. Der maximale Winkel relativ zur Streuebene, aus dem noch Streuintensität auf dem Zählrohr registriert wird, beträgt bei den kleinsten Streuwinkeln etwa 30° , da das Zählrohr auf 2.5 cm effektiven Durchmesser eingeengt wurde. Selbst für $\psi = \pm 30^\circ$ nimmt der Drehwinkel jedoch nur um $\approx 15\%$ gegenüber dem idealen Gitter zu. Man sieht daraus, daß die Mosaikbreite zwar die instrumentelle Auflösungsfunktion verbreitert, jedoch selbst bei polykristallinen Gittern dieser zusätzliche Beitrag gering ist und die Auflösung des Systems Probe-Instrument ("System-Auflösung") parallel zum einfallenden Strahl nicht wesentlich verschlechtert.

Beispiele für die Form der Auflösungsfunktion finden sich bei den Streuspektren (Abb. 17); der Verlauf der Halbwertsbreite von instrumenteller und System-Auflösungsfunktion in Abhängigkeit vom Streuvektor bzw. von der Flußdichte ist in Abb. 18 gezeigt.

3.2 Bestimmung der Verankerungskraft aus der Winkelverteilung der Flußlinienverbiegungen

Der totale Wirkungsquerschnitt $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ ist gleich dem Quadrat der Streuamplitude. Sie ist für magnetische Streuung proportional zur Fourier-Transformierten des Wechselwirkungspotentials, nämlich dem Produkt aus dem magnetischen Moment des Neutrons, μ_n , und der mikroskopischen Feldverteilung $h(\underline{R})$:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left| \frac{M}{2\pi\hbar^2} \mu_n \int h(\underline{R}) e^{i\underline{I}\underline{R}} d^3\underline{R} \right|^2 \quad (3.6)$$

M ist die Masse des Neutrons und $\hbar$ die Planck-Konstante. Es gilt

$$\mu_n \frac{M}{2\pi\hbar^2} \Phi_0 = \frac{\gamma}{4}$$

wobei $\gamma = 1.91$ das magnetische Moment des Neutrons in Einheiten des Kernmagnetons ist. $\underline{R}$ und $\underline{I}$ (sprich: "Tau") sind die Ortsvektoren im realen und im reziproken Raum. Wie in Abb. 8 skizziert, kann man diese Vektoren zerlegen in Komponenten senkrecht und parallel zur Flußlinienrichtung bzw. in Komponenten, die in der reziproken Gitterebene oder senkrecht dazu liegen:

$$\underline{R} = (\underline{r}, z) \quad \text{mit} \quad \underline{r} = \underline{r}_L + \underline{u} + \underline{r}' \quad (3.7)$$

$$\underline{I} = (\underline{\tau}, q_z)$$

$\underline{r}_L$ ist der Gittervektor eines idealen Gitters, $\underline{u}(\underline{r}, z)$ gibt die Verschiebung des realen Gitters an und $\underline{r}'$ tastet die Elementarzelle ab. Mit der Aufspaltung der Vektoren kann man das Integral in (3.6) neu schreiben als

$$\int h(\underline{R}) e^{i\underline{I}\underline{R}} d^3\underline{R} = \int \int_{\substack{\text{Länge} \\ \text{Fläche}}} dz d\underline{r} h(\underline{r}) \exp[i(\underline{\tau}, q_z) \cdot ((\underline{r}_L + \underline{u} + \underline{r}'), z)]$$

Durch die so vorgenommene Umformung kann man wegen der Gitterperiodizität die Integration über die Probenfläche in eine Summe über alle Gittervektoren $\underline{r}_L$ zerlegen und nur mehr über die Fläche einer Elementarzelle F_c integrieren. Vorausgesetzt wird dabei, daß das Integral über eine Elementarzelle an allen Orten dasselbe ist, unabhängig von der Verschiebung $\underline{u}(\underline{r}, z)$. So erhält man schließlich

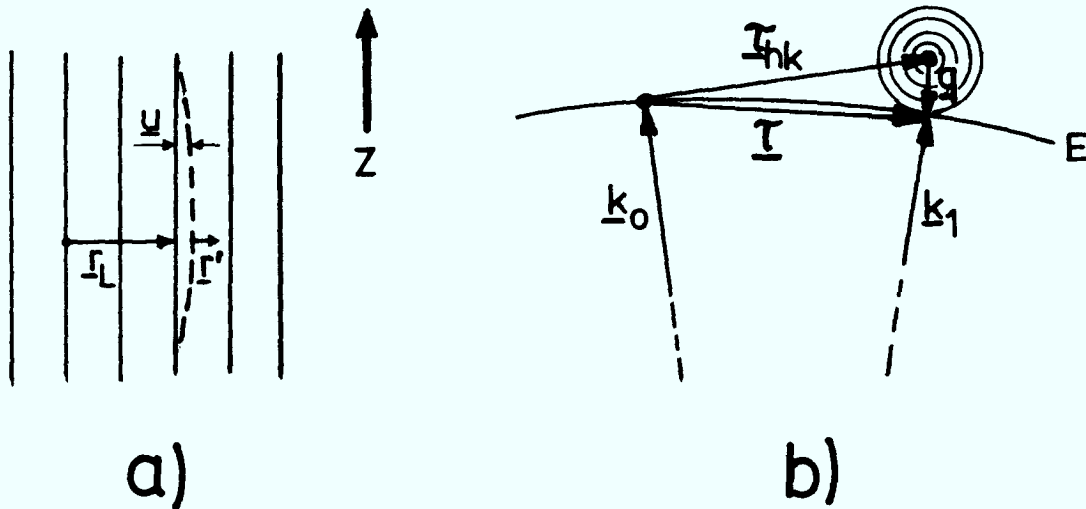


Abb. 8: Skizze der Vektoren im Flußliniengitter,
a) realer Raum, b) reziproker Raum.
Die einzelnen Symbole sind im Text erklärt.

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left(\frac{\gamma}{4} \right)^2 \left| \int_{\text{Länge}} dz e^{iq_z z} \sum_{\underline{r}_L} e^{i\tau \underline{r}_L} \frac{1}{\Phi_0} \int_{\underline{r}'} h(\underline{r}') e^{i\tau \underline{r}'} d\underline{r}' \cdot e^{i\tau \underline{u}} \right|^2 \quad (3.8)$$

Der Term $\frac{1}{\Phi_0} \int h(\underline{r}') e^{i\tau \underline{r}'} d\underline{r}'$ ist der Formfaktor $F(\tau)$ des FLG, d.h. die zweidimensionale Fourier-Transformierte der magnetischen Feldverteilung in einer Einheitszelle. Gleichung (3.8) vereinfacht sich also zu

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left| \frac{\gamma}{4} F(\tau) \right|^2 \left| \int_{\text{Länge}} \sum_{\underline{r}_L} \exp(i[\tau(\underline{r}_L + \underline{u}) + q_z z]) dz \right|^2 \quad (3.9)$$

Die Integralsumme beim zweiten Term in (3.9) ist der Strukturfaktor $S(\tau, q_z)$ des FLG. Der Streuquerschnitt läßt sich damit einfach ausdrücken als

$$\boxed{\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left| \frac{\gamma}{4} F(\tau) \right|^2 \cdot |S(\tau, q_z)|^2} \quad (3.10)$$

mit

$$S(\tau, q_z) = \int_{-D/2}^{D/2} \sum_{\underline{r}_L} \exp(i[\tau \cdot (\underline{r}_L + \underline{u}(\underline{r}, z)) + q_z z]) dz \quad (3.11)$$

$|F(\underline{\tau})|^2$ wird von Gitterstörungen nur wenig beeinflusst, für gro-
se Flußlinienabstände wird der Formfaktor sogar unabhängig von
jeder Auslenkung u . Eine Information über die Verschiebungen
des FLG steckt daher ausschließlich im Strukturfaktor S . Die zu
 S notwendigen Rechnungen, Beweise und Herleitungen sind aus-
führlich bei Labusch (1975) dargestellt. Hier soll im folgenden
nur ein kurzer Abriß der für das Verständnis der Endformel not-
wendigen Zusammenhänge gegeben werden.

Für $u = 0$ erhält man

$$|S(\underline{\tau}, q_z)|^2 = (2\pi)^3 \frac{V}{F_c^2} \sum_{\underline{\tau}_{hk}} \delta(\underline{\tau} - \underline{\tau}_{hk}) \cdot \delta(q_z) \quad (3.12)$$

d.h. die gesamte Streuintensität konzentriert sich in scharfen
Bragg-Reflexen bei $\underline{\tau} = \underline{\tau}_{hk}$ und $q_z = 0$ (V ist das Volumen der
Probe). Für das gestörte FLG kann man nach längerer Rechnung
 $|S|^2$ ausdrücken durch

$$|S|^2 = \frac{V}{F_c} \sum_{\underline{r}_L} \int \exp(i[\underline{\tau} \underline{r}_L + q_z z]) \cdot \exp(K(\underline{r}_L, z) - K(0,0)) dz \quad (3.13)$$

wobei

$$K(\underline{r}_L, z) = \langle (\underline{\tau}_{hk} \cdot \underline{u}(\underline{r}'_L + \underline{r}_L, z' + z)) (\underline{\tau}_{hk} \cdot \underline{u}(\underline{r}'_L, z')) \rangle_{\underline{r}'_L, z'} \quad (3.14)$$

die Selbstkorrelation der auf $\underline{\tau}_{hk}$ projizierten Verschiebungen
ist.

Im elastischen Grenzwert wird die Verschiebung $\underline{u}$ als lineare
Überlagerung der Produkte aus den Wechselwirkungskräften f und
dem Tensor der elastischen Green's Funktion $\underline{\underline{G}}(\underline{r}, z)$ angesetzt:

$$\underline{u}(\underline{r}, z) = \sum_m \underline{\underline{G}}(\underline{r} - \underline{r}_m, z - z_m) \cdot \underline{f}_m \quad (3.15)$$

Es wird dabei über alle Orte m summiert. Die Fourier-Transfor-
mierte von $\underline{\underline{G}}(\underline{r}, z)$ ist gegeben durch

$$\underline{\underline{\tilde{G}}}(\underline{q}) = \left[\begin{array}{cc} c_{11}q_x^2 + c_{66}q_y^2 + c_{44}q_z^2 + \frac{\alpha}{F_c} ; & (c_{12} + c_{66})q_xq_y \\ (c_{12} + c_{66})q_xq_y & ; c_{66}q_x^2 + c_{11}q_y^2 + c_{44}q_z^2 + \frac{\alpha}{F_c} \end{array} \right]^{-1} \quad (3.16)$$

c_{ij} sind die elastischen Konstanten des FLG in Voigt'scher Notation. α ist ein zusätzlicher Beitrag zur Steifigkeit des FLG aufgrund geänderter Wechselwirkungskräfte; diese Änderungen werden durch kleine lokale Verschiebungen der Flußlinien hervorgerufen, die bei deren Verankerung an den Haftstellen auftreten.

Falls die Wechselwirkungsplätze statistisch verteilt sind, erhält man nach Labusch (1975) aus (3.14) unter Benutzung von Glgn. (3.15) und (3.16) für $K(\underline{r}_L, z)$ an der Stelle $\underline{r}_L = 0$, da nur $K(0, z)$ für die weitere Rechnung benötigt wird:

$$K(0, z) = n \langle f^2 \rangle \tau_{hk}^2 \cdot \frac{1}{32\pi} \left[\frac{1}{c_{11}} + \frac{1}{c_{66}} \right] \sqrt{\frac{F_c}{\alpha c_{44}}} \exp\left(-\sqrt{\frac{\alpha}{F_c \cdot c_{44}}} |z|\right) \quad (3.17)$$

n ist die Volumendichte der Angriffspunkte von Flußlinien an den Ausscheidungen und ist in etwa gegeben durch das Produkt aus der Ausscheidungsichte und der feldabhängigen Zahl von Flußlinien pro Ausscheidung. $\langle f^2 \rangle$ ist der quadratische Mittelwert der auftretenden Verankerungskräfte.

Nach Integration von Glg. (3.13) über q_x und q_y und Einsetzen von (3.17) erhält man für das relative Intensitätsprofil

$$\boxed{\frac{I(\varphi)}{I_{\text{total}}} = e^{-a} \cdot \delta(\varphi) + \frac{1}{2\pi} \int \exp(i\varphi\xi) \cdot [\exp(a \cdot e^{-b\xi} - a) - e^{-a}] d\xi} \quad (3.18)$$

mit den Substitutionen

$$\varphi = q_z / |\tau_{hk}|$$

$$\xi = |\tau_{hk}| \cdot z$$

$$a = K(0, 0) = n \langle f^2 \rangle \tau_{hk}^2 \frac{1}{32\pi} \left[\frac{1}{c_{11}} + \frac{1}{c_{66}} \right] \sqrt{\frac{F_c}{\alpha c_{44}}}$$

$$b = \sqrt{\frac{\alpha}{F_c \cdot \tau_{hk}^2 \cdot c_{44}}}$$

$I_{\text{tot}} = \int I(\varphi) d\varphi$ ist die gesamte Streuintensität.

Die Gleichung (3.18) läßt als Streukurve einen scharfen peak erwarten, der durch einen Debye-Waller-Faktor gedämpft ist und auf einem breiten Sockel sitzt. Bei keinem der gemessenen Spektren $I(\varphi)$ (vgl. Kap. 4.2) konnte jedoch ein solcher zusätzlicher peak entdeckt werden. Dies läßt eine Abschätzung für die untere Grenze des Parameters a zu, der mangels einer Kenntnis von α nicht berechnet werden kann: Bei den gegebenen experimentellen Bedingungen ist ein solcher zusätzlicher peak zu erkennen, falls seine Höhe $\frac{1}{\varepsilon} \geq \frac{1}{10} h$ der Höhe h des Hauptpeaks und seine Breite ε — bei kleinen Flußdichten — mindestens $4'$ beträgt, d.h. der Breite der Auflösungsfunktion bei ≈ 800 G entspricht. Die normierten Intensitäten der beiden peaks verhalten sich wie e^{-a} zu $(1 - e^{-a})$; dieses Verhältnis ist nach der Skizze (Abb. 9) und der Annahme $\frac{1}{\varepsilon} \geq \frac{1}{10} h$ auch gleich

$$\frac{\varepsilon \cdot \frac{1}{\varepsilon}}{\varphi_h \cdot h} \geq \frac{\varepsilon}{10 \varphi_h} \stackrel{!}{=} \frac{e^{-a}}{1 - e^{-a}} \geq e^{-a}$$

Daraus folgt mit $\varphi_h \approx 100'$:

$$a \geq 5 .$$

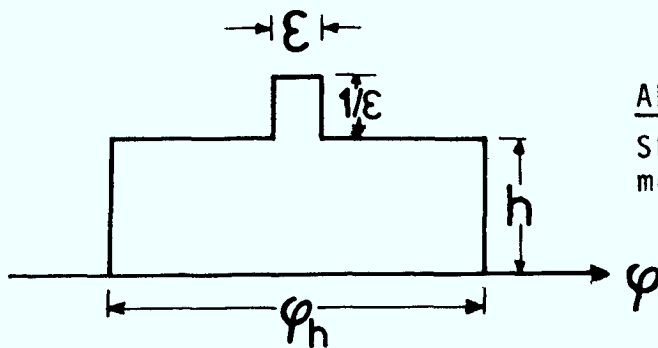


Abb. 9:

Skizze zur Abschätzung des Parameters a in Glg. (3.18).

Zu einer genauen Analyse wurde das Integral in (3.18) numerisch exakt berechnet. Unter Vernachlässigung des ersten Terms und der Substitution $\eta = b|\xi|$ läßt sich die Gleichung umformen zu

$$\frac{b\pi}{a} \cdot \frac{I(\frac{\varphi}{b})}{I_{\text{total}}} = \frac{1}{a} \int_0^{\infty} \cos(\frac{\varphi}{b} \eta) \cdot (e^{a(e^{-\eta} - 1)} - e^{-a}) d\eta \quad (3.19)$$

Die rechte Seite dieser Gleichung wurde für verschiedene Parameter a berechnet. Das Ergebnis dieser Rechnung ist in Abb. 10a zu sehen. Aus diesen Kurven entnehmen wir die Halbwertsbreiten $(\frac{\varphi}{b})_h$, die in Abb. 10b zusammen mit dem durch a dividierten Wert, $\frac{1}{a}(\frac{\varphi}{b})_h$, als Funktion von a dargestellt sind.

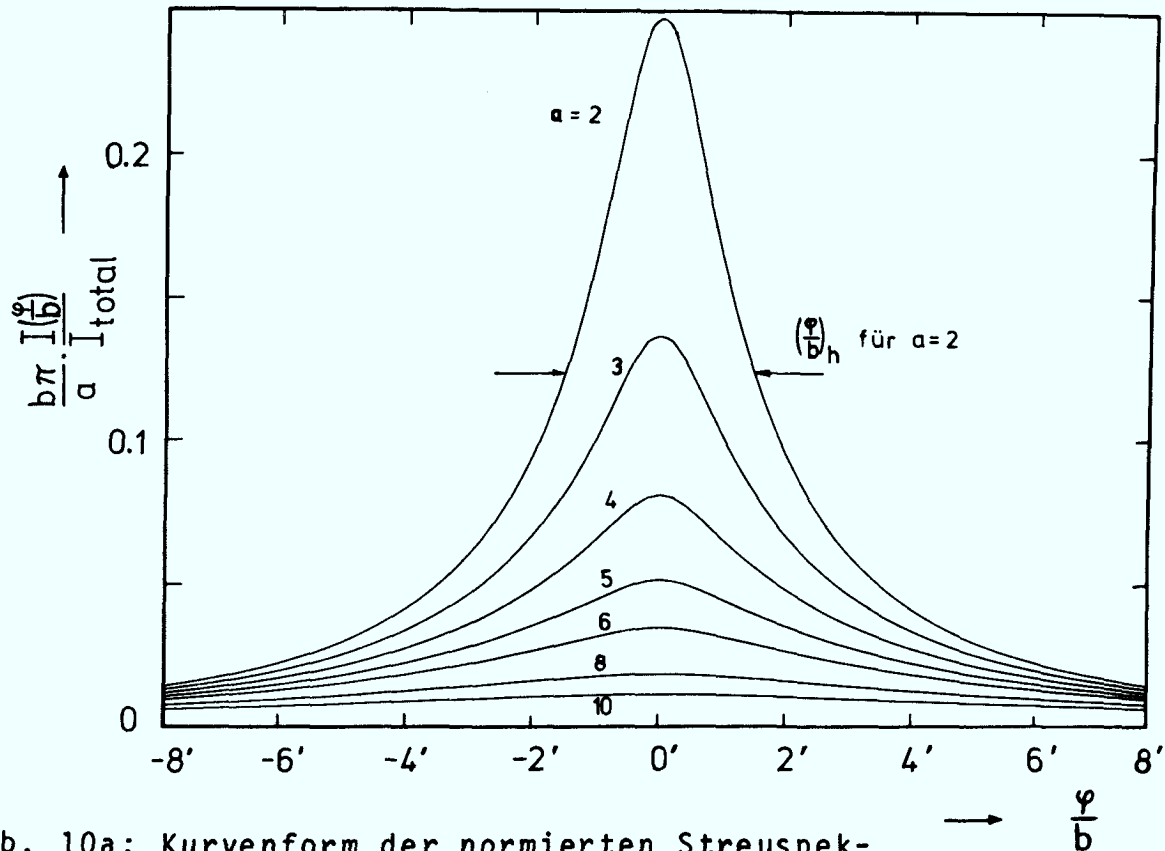


Abb. 10a: Kurvenform der normierten Streuspektren nach Gleichung (3.19).

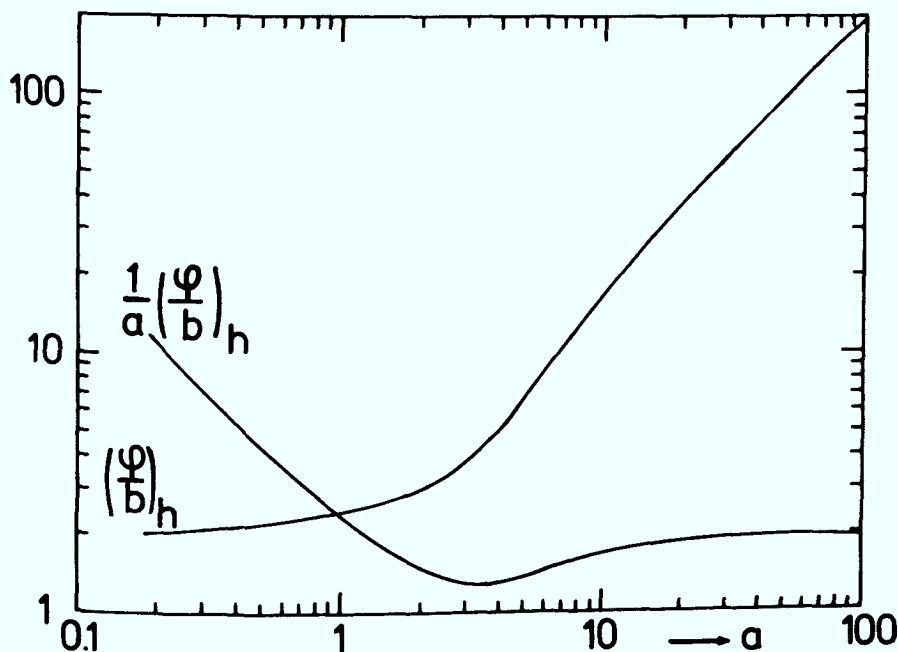


Abb. 10b:
Halbwertsbreite $(\frac{\varphi}{b})_h$ dieser Kurven, sowie $\frac{1}{a}(\frac{\varphi}{b})_h$ als Funktion des Labusch-Parameters a .

Im Produkt $a \cdot b$ kürzt sich die unbekannte Größe α heraus; für große a wird außerdem $\frac{1}{a}(\frac{\varphi}{b})_h$ konstant:

Man sieht, daß $\frac{1}{a}(\frac{\varphi}{b})_h \rightarrow 2$ für $a \rightarrow \infty$, d.h. $\varphi_h \rightarrow 2ab$ für $a \rightarrow \infty$. Es ist

$$\varphi_h = (1.8 \pm 0.2) \cdot ab \quad \text{für} \quad 9 \leq a < \infty \quad (3.20)$$

Man kann mit dieser Beziehung direkt aus den gemessenen Halbwertsbreiten φ_h der Rockingkurven die gewünschten Größen $n \cdot \langle f^2 \rangle$ bzw. $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ berechnen. Es ist

$$n \langle f^2 \rangle = \frac{\varphi_h \cdot 32 \pi}{c \cdot \tau_{hk} \frac{1}{c_{44}} \left(\frac{1}{c_{11}} + \frac{1}{c_{66}} \right)} \quad (3.21)$$

mit $c = 1.8 \pm 0.2$ (s. 3.20).

Labusch gibt als Näherungslösung für die Gleichung (3.18) an

$$\frac{I(\varphi)}{I_{\text{total}}} = \frac{a}{\pi b} \cdot \frac{1}{1 + a^2 + (\varphi/b)^2} \quad (3.22)$$

Man kann zeigen, daß diese Näherung für alle a sehr gut erfüllt ist. Trägt man nämlich den reziproken Funktionswert von (3.19) gegen $(\varphi/b)^2$ auf, dann ergibt sich, daß die Steigung σ dieser Kurven mit einer Abweichung $\leq 2\%$ gegen 1 geht, sobald der Funktionswert $I(\frac{\varphi}{b}) \leq I(0)/10$, für $a > 10$ sogar schon dann, sobald $I(\frac{\varphi}{b}) \leq I(0)/4$ beträgt. Anders formuliert heißt das

$$\sigma = \frac{d \left(\frac{I(\varphi)}{I_{\text{tot}}} \right)^{-1}}{d(\varphi^2)} = \frac{\pi}{ab} \quad (3.23)$$

Dies ist identisch der Steigung der Näherungsfunktion (3.22), wenn man dort $I_{\text{tot}}/I(\varphi)$ gegen φ^2 aufträgt. Darüber hinaus ist die volle Halbwertsbreite der Lorentzkurve (3.22)

$$\varphi_h = 2b \sqrt{1 + a^2} \quad (3.24)$$

die für $a \geq 5$ mit einem Fehler $\leq 2\%$ durch

$$\varphi_h \approx 2 \cdot ab$$

zu nähern ist. Damit ist der Kreis geschlossen zur Herleitung von φ_h (s. (3.20)) aus der exakten Berechnung des Integrals in der Ausgangsgleichung (3.18). Die numerische Analyse dieser Gleichung nach den geschilderten Gesichtspunkten hat erwiesen, daß die Berechnung von $n \cdot \langle f^2 \rangle$ aus der Steigung σ einen etwas geringeren systematischen Fehler aufweist als die Berechnung aus der Halbwertsbreite φ_h der Meßkurven. Dennoch wurde für die Auswertung (s. Kap. 4.2) die zuerst angeführte Methode nach Glg. (3.21) der Berechnung aus den Steigungen nach (3.23) vorgezogen, da erstere weit weniger aufwendig ist als letztere, die eine Neuauftragung der mehreren hundert Spektren erfordert hätte.

4. MESSUNGEN UND AUSWERTUNG

4.1 Experimenteller Aufbau

Bereits in Kap. 3.1 wurde darauf hingewiesen, daß Bragg-Streuung an Flußliniengittern mit langwelligen Neutronen zu Streuwinkeln von i.a. $\leq 1^\circ$ führt. Deshalb wurden die Messungen an der Neutronen-Kleinwinkelstreuapparat durchgeföhrt, die sich im Externen Labor am Strahl SV5 des Forschungsreaktors DIDO der KFA Jülich befindet. Abgesehen von den peripheren Messungen zur Bestimmung der Teilchengröße und -konzentration (s. Kap. 2.2.2), handelt es sich bei diesem Experiment also nicht um Kleinwinkelstreuung; das Instrument wurde sozusagen als Zweiachsenspektrometer betrieben.

Die von der kalten Neutronenquelle im Reaktor moderierten Neutronen werden über Neutronenleiter aus nickelbedampften Glasplatten in das Externe Labor geleitet. Das Primärspektrum der Neutronenwellenlängen fällt für $\lambda > 6 \text{ \AA}$ monoton zu langen Wellenlängen ab (vgl. Bauer, Zinken & Tholen, 1974). Über einen mechanischen Geschwindigkeitsselektor wurden Neutronen der gewünschten Wellenlänge selektiert. λ betrug für den größten Teil der Messungen $9.3 \text{ \AA}$ bei einer vollen Halbwertsbreite $\Delta\lambda$ von $2.3 \text{ \AA}$. Gegen Ende der Messungen trat ein mechanischer Defekt am Selektor auf. Ein Ersatzgerät mußte bei einer mittleren Wellenlänge von $7.6 \text{ \AA}$ mit einem $\Delta\lambda$ von $2.65 \text{ \AA}$ betrieben werden. Bei einigen Messungen für Flußdichten $\leq 500 \text{ G}$ war es erforderlich, zu längeren Wellenlängen von $13.0 \pm 3.2 \text{ \AA}$ überzugehen, um einen größeren Streuwinkel ϑ und damit eine räumliche Trennung des gestreuten Strahls vom Strahlfänger des Primärstrahls zu erreichen. Flugzeitspektren der beiden Selektoren sind in Abb. 11 dargestellt.

Einen Überblick über den experimentellen Aufbau gibt Abb. 12. Der quasi-monochromatische Neutronenstrahl wurde mit Blenden aus Cadmium-Blech kollimiert. Die Größen der Blenden stellen immer einen Kompromiß zwischen Intensität und Auflösung dar. Die gestreute Intensität I ist proportional zum Probenvolumen und den Raumwinkeln, unter denen Detektor und Eintrittsblende gese-

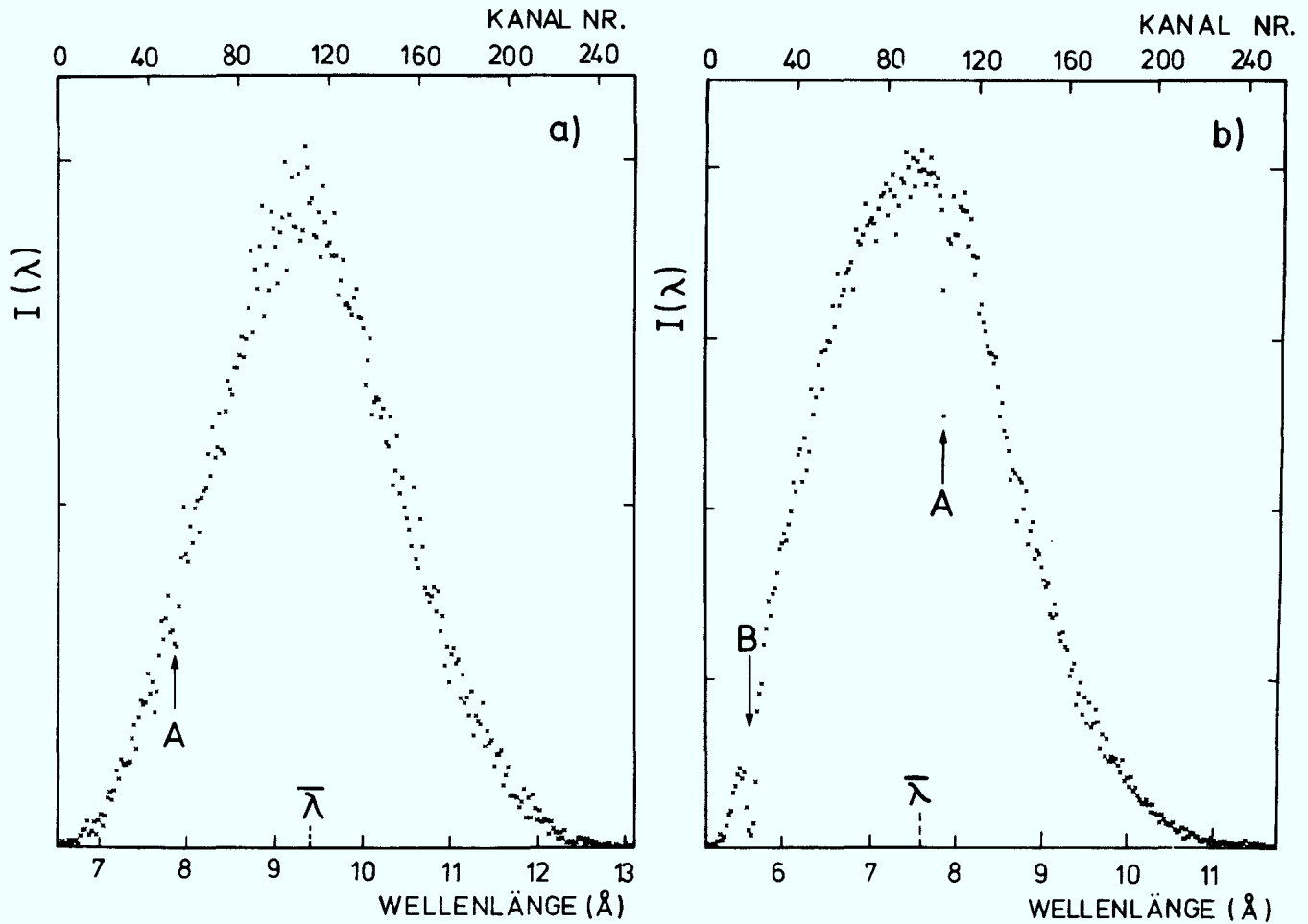


Abb. 11: Flugzeitspektren der beiden verwendeten Selektoren (1 Kanal $\hat{=}$ 64 μ s; Abstand Probe - Detektor 10 m).
 a) Selektor 1, $\bar{\lambda} = 9.4$ Å, b) Selektor 2, $\bar{\lambda} = 7.6$ Å.
 A Intensitätsverlust aufgrund des 111-Rückwärts-Reflexes bei 7.893 Å des im Strahl befindlichen Bi-Filters der kalten Quelle.
 B Intensitätsverlust aufgrund der Monochromatorkristalle vom Spektrometer SV 5 bei $\lambda = 5.68$ Å.

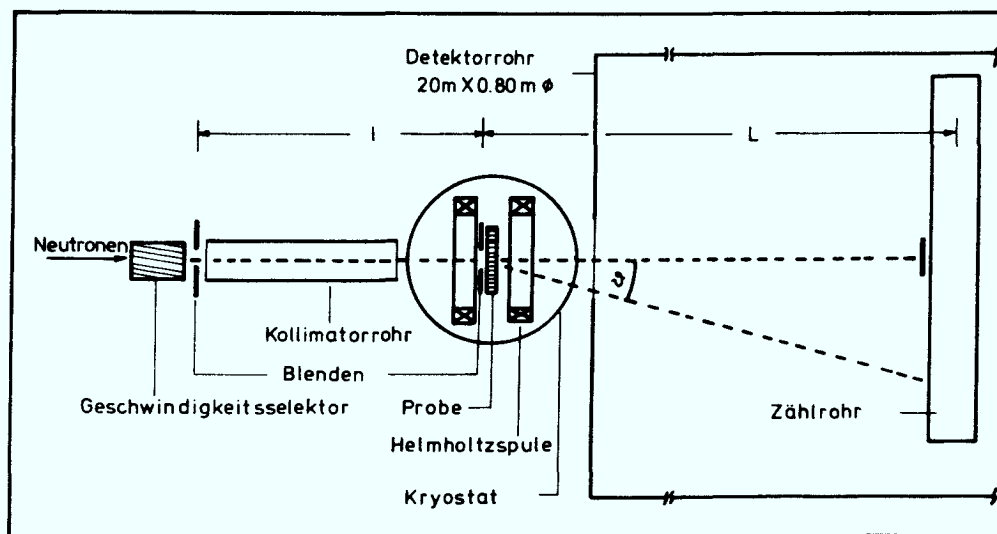


Abb. 12: Experimenteller Aufbau (Draufsicht, nicht maßstabsgerecht).

hen werden. Bei festgehaltenen Längen l und L (s. Abb. 13) und vorgegebener Detektorfläche ist I nur noch eine Funktion der Flächen von Eintritts- und Austrittsspalt:

$$I \sim d_E^2 d_P^2 \quad (4.1)$$

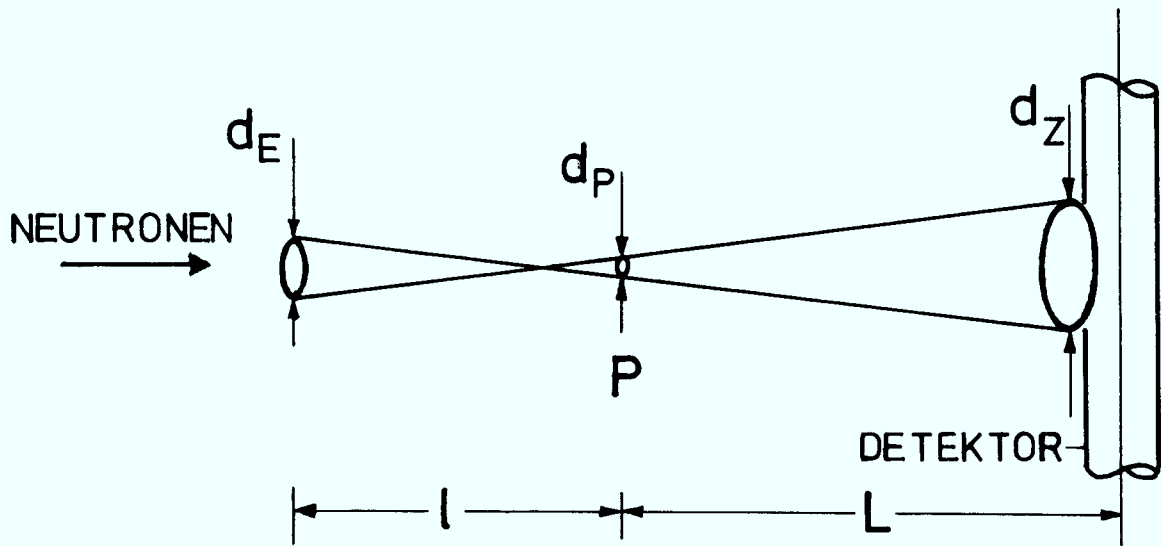


Abb. 13: Skizze zu Kollimatorbetrachtungen; l = Kollimatorlänge, L = Abstand Probe-Detektor, P = Probenort. d_E , d_P , d_Z sind die Durchmesser von Eintritts- und Austrittsspalt sowie der Strahlaufweitung am Detektor.

Aus einfachen geometrischen Überlegungen folgt:

$$d_E = \frac{1}{L} (d_Z - d_P) - d_P \quad (4.2)$$

Damit kann man die Spaltdurchmesser d_E und d_P bezüglich der Intensität bei vorgegebener größtmöglicher Strahlaufweitung d_Z am Detektor und festen Längen l und L optimieren. Es wird

$$d_E = \frac{d_Z}{2} \cdot \frac{1}{L} \quad (4.3)$$

$$d_P = \frac{d_Z}{2} \cdot \frac{1}{1 + L}$$

Die Breite des Strahlfängers vor den Zählrohren beträgt zwar 56 mm, jedoch schien es aus Gründen einer einfacheren Justierbarkeit und eines möglichst niedrigen Neutronenuntergrunds an-

gezeigt, die rechnerische Strahlaufweitung bei einem Detektorabstand $L = 10.00$ m auf ca. 40 mm zu begrenzen. Die Kollimatorlänge l war während des Experimentes auf 5.80 m fixiert. Aus den Beziehungen (4.3) errechnen sich damit optimale Blendendurchmesser von 11.6 mm und 7.3 mm für Ein- bzw. Austrittsblende. Für die Messung wurden schließlich kreisförmige Blenden von 12.0 bzw. 6.5 mm Durchmesser gewählt. Die Austrittsblende saß dabei direkt vor der Probe im Kryostaten. Die Ausleuchtung von nur etwa dem halben Probendurchmesser hatte außerdem den Grund, die Auswirkung von radialen Inhomogenitäten des äußeren Feldes zu reduzieren und die besonders am Rand der scheibenförmigen Proben inhomogene Ausscheidungsichte für die Streuung zu meiden. Die in Kap. 2.2.2 beschriebene Kleinwinkelstreuung zur Bestimmung des Streumassenradius und der Ausscheidungsichte wurden übrigens in einem durchgehenden Vakuum mit denselben Blenden durchgeführt, so daß die dabei ermittelten Werte mit den für die Auswertung der Experimente am FLG verwendeten Werten korrelieren.

Zusätzlich zu den Messungen in der "Parallel-Geometrie"

($\underline{H} \parallel \underline{k}_0$) wurden auch in der herkömmlichen Weise, d.h. mit $\underline{H} \perp \underline{k}_0$, die Mosaikbreite und der Streuwinkel bestimmt. Dazu wurde der Strahl mit rechteckigen Blenden kollimiert, die Eingangsblende maß dabei $10 \times 50 \text{ mm}^2$, die Ausgangsblende an der Probe, je nach Probendicke, $4 \times 1 \text{ mm}^2$ oder $4 \times 2 \text{ mm}^2$.

Da die Proben mit dem supraleitenden Magneten in einem Bad flüssigen Heliums eintauchten, verlief der Neutronenstrahl nicht ausschließlich im Vakuum. Neben dem He-Kryostat von 15 cm Durchmesser waren Luftstrecken von insgesamt 23.5 cm im Strahlengang. Der dadurch hervorgerufene Untergrund an diffuser Streuung war jedoch wegen der großen Entfernung Probe-Detektor zu vernachlässigen.

Der Nachweis der gestreuten Neutronen erfolgte in einem ortsauflösenden BF_3 -Zählrohr. Das Detektorsystem^x der KWS-Anlage besteht aus 5 Zählrohren, die parallel zueinander übereinander-

^x Einzelheiten dazu wie über den detaillierten Aufbau des gesamten Spektrometers findet man bei Schelten (1972).

liegend angeordnet sind; für die im folgenden beschriebenen Messungen wurde jedoch immer nur das mittlere Zählrohr ausgewertet, das koplanar zur Streuebene angeordnet ist. Die darunter- oder darüberliegenden Zählrohre werden nämlich vom Kreis um den reziproken Ursprung mit Radius τ (Abb. 6) nicht rechtwinkelig geschnitten; deshalb tragen auch azimutale Anteile eines Reflexscheibschens zur Streuung bei, was zu einer erschwerten Interpretation der Spektren führt. Dieselben Überlegungen führten auch dazu, das benutzte Zählrohr mit einer Cadmium-Ummantelung in seinem Durchmesser auf die Hälfte, d.h. 2,5 cm, einzuengen.

Zentraler Teil des Experimentaufbaus war der Helium-Badkryostat.^x Er besteht in herkömmlicher Anordnung aus Vakuumteil, Mantelbehälter für flüssigen Stickstoff und zentralem Heliumbehälter mit 15 cm Innendurchmesser. Der Stickstoffbehälter ist nicht bis zur Strahlhöhe durchgezogen; ein angeflanschter Strahlungsschild mit Fenstern im Strahlengang übernimmt im untersten Teil des Kryostaten die Wärmestrahlungsabschirmung. Der unterste Teil des Vakuumbehälters ist aus Aluminium gefertigt, das im Strahlengang auf 1 mm Wandstärke abgedreht ist. Der Edelstahl-Heliumbehälter hat im Strahlengang bullaugenförmige Aussparungen von 65 mm Durchmesser, die mit indiumgedichteten Alufolien (0.2 mm) abgeschlossen sind. Die Aussparungen des N_2 -gekühlten Strahlungsschildes sind mit 0.02 mm dicker Alufolie beklebt. Insgesamt hat der Neutronenstrahl also sechs Fenster mit zusammen 2.44 mm Aluminium zu durchlaufen, zusätzlich zu den je 1 mm dicken Fenstern aus dem gleichen Material am Ende des Kollimatorrohres bzw. beim Eintritt in das Detektorrohr. Die Absorption durch die Fenster beträgt weniger als 2 % von der Primärintensität, die Fensterstreuung verursacht nur einen vom Drehwinkel unabhängigen Untergrund geringer Intensität, den man durch eine Leermessung leicht abseparieren kann. Der vertikale Aufbau der Experimentiereinrichtung ist in Abb. 14 gezeigt.

^x Nach eigenen Angaben in der Abteilung Konstruktion und Werkstatt des IFF entworfen und von der Firma Leybold, Köln, gebaut.

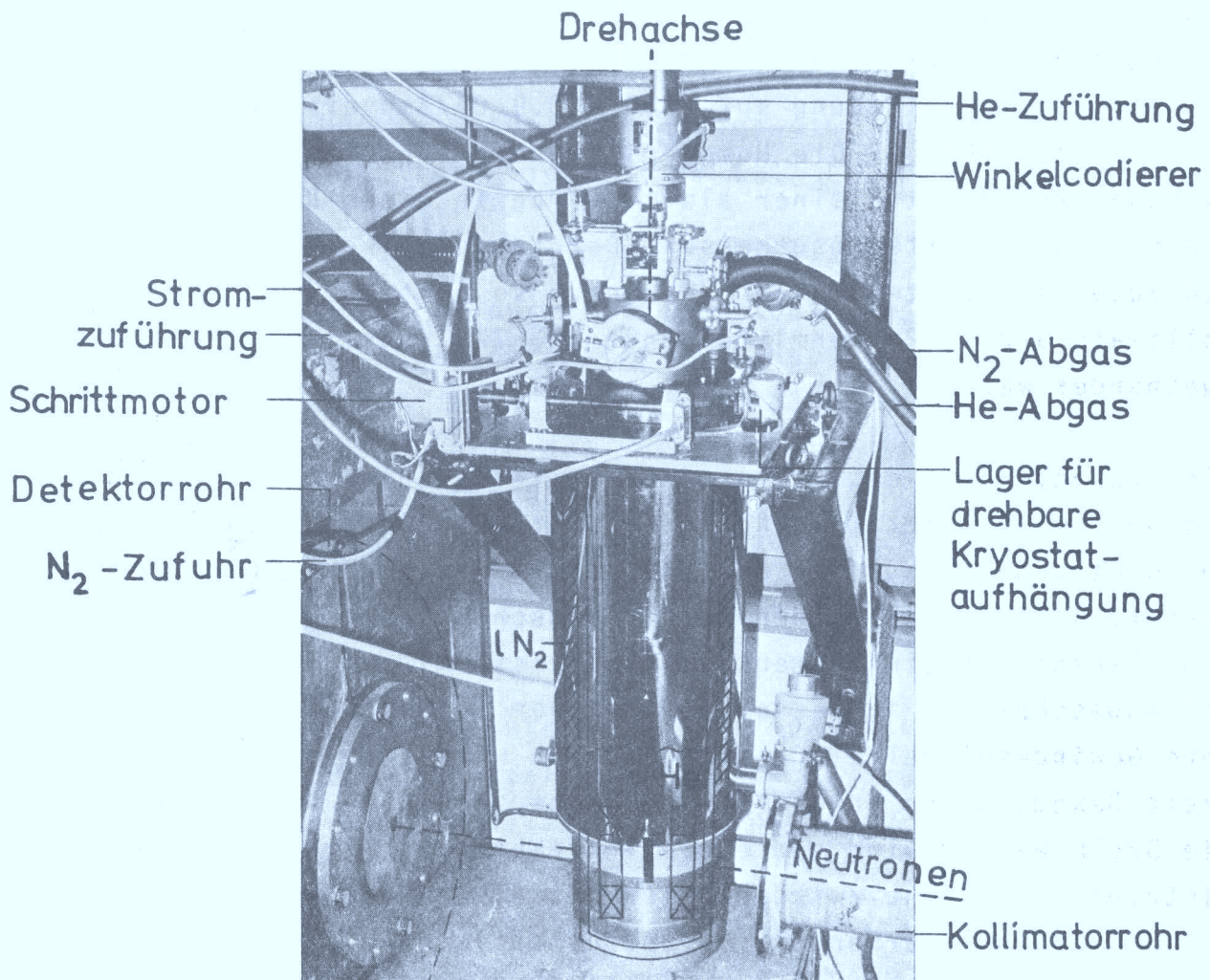


Abb. 14: Experimenteller Aufbau

In den Kryostat lassen sich ohne weitere Umbauten zwei Einsätze mit verschiedener Spulenaufhängung und Probenhalterung einbauen. Der eine Einsatz wurde für die begleitenden Messungen in herkömmlicher Streugeometrie benutzt. Dabei sind Magnet- und Probenachse senkrecht zur Streuebene. Man erhält in dieser Geometrie Aufschluß über die Mosaikbreite und eventuelle Polykristallinität des FLG der verwendeten Proben. Da diese Anordnung und Meßmethode schon wiederholt beschrieben wurde (Schelten, Ullmaier & Schmatz 1971; Weber, Schelten & Lippmann 1974; Schelten, Lippmann & Ullmaier 1974), soll hier nicht weiter darauf eingegangen werden.

Der zweite Kryostateinsatz trägt an seinem unteren Ende eine liegende Helmholtzspule, in deren Mitte die Proben mit der Schei-

bennormalen parallel zur Feldachse montiert werden konnten. Die berechnete Spulenkonstante wurde mit einer Hallsondenmessung bestätigt; die Auslegung auf 87.7 ± 0.9 Oe/Amp ermöglichte Felder bis ca. 4000 Oe. Die Homogenität des Magnetfeldes in axialer Richtung wurde mit kleiner als $1.5 \text{ }^{\circ}/\text{oo}$ in einem Bereich ± 1 cm von der Spulenmitte ausgemessen. Der Kryostat konnte mit Stellschrauben der Seite und der Höhe nach so justiert werden, daß Kollimatorachse, Probenmittelpunkt und Zählrohrmitte kollinear zueinander waren.

Eine Besonderheit des Kryostaten ist seine Aufhängung, die eine Drehung um die vertikale Achse erlaubt. Die Aufhängung besteht aus drei kugelgelagerten Rollenblöcken, die einem mit dem Kryostat verschraubten, runden Metallflansch Führung geben. An diesen Flansch ist ein Segment eines kreisförmigen Schneckengewindes angeschraubt, in das eine von einem Schrittmotor angetriebene Gewindespindel eingreift. Dadurch wird eine fast schlupffreie Bewegung des Kryostaten um seine vertikale Achse erzielt. Die Drehbewegung wird von einem inkrementalen Winkelcodierer registriert, der ohne Zwischengelenke oder Zahnräder fest mit dem Drehmittelpunkt verbunden ist und daher immer die tatsächliche Winkelposition des Kryostaten anzeigt. Das Instrument^x liefert 40 000 Impulse für eine volle Umdrehung. Die Impulse wurden über einen elektronischen Untersetzer mit variabler Kanalbreite^{xx} als direkte Adressen in den Prozeßrechner PDP 8/I übernommen, der zur Datenerfassung und Steuerung der KWS-Anlage dient. Jedes vom Zählrohr registrierte Ereignis wurde so dem momentanen Winkel des Kryostaten und damit der Probe relativ zu $\underline{k}_0$ zugeordnet, d.h. der Inhalt des entsprechenden Kanals wurde um eins erhöht. Die ortsauflösende Eigenschaft des Detektors wurde in dieser Betriebsart nur benutzt, um über einen digitalen Diskriminator zu entscheiden, ob ein gestreutes Neutron links oder rechts von der Einfallrichtung des Primärstrahls eintraf. Damit wurde gleichzeitig, aber unabhängig voneinander, die Intensität registriert, die beim periodischen Durchfahren der Ewaldkugel an einem Re-

^x Inkrementaler Drehgeber ROD 1/45.7 und Anzeigegerät Typ 300.1 der Firma Heidenhain, Traunreut.

^{xx} Für den Entwurf und Bau dieses Geräts danke ich der Abteilung Nukleare Elektronik des ZEL, insbesondere Herrn R. Reinartz.

flex oder dem dazu symmetrischen gestreut wurde (vgl. Abb. 6). Auf diese Weise wurde die Ausdehnung eines Reflexes in der z-Richtung gemessen und im wesentlichen über die beiden anderen Richtungen automatisch integriert.

Die kleinste Winkelauflösung in der geschilderten Betriebsart mit Links-Rechts-Unterscheidung beträgt 1.08' pro Kanal. Sie kann je nach der Breite des Winkelfensters, in dem ein Reflex abgetastet werden soll, auf das 2^n -fache vergrößert werden (n ganzzahlig ≥ 1). Die Umkehrpunkte des sweep-Bereichs werden übrigens nicht durch mechanische Endschalter, sondern durch eine elektronische Adressenvorwahl festgelegt und können so sehr leicht und genau den experimentellen Erfordernissen angepaßt werden.

Die Impulsverarbeitung der Detektoren und sonstige Einzelheiten zur Schaltung und Steuerung der gesamten KWS-Anlage können bei Abend (1969) bzw. Abend et al. (1970) nachgelesen werden.

4.2 Ergebnisse

4.2.1 Azimutale Mosaikbreiten

Um einen Überblick über die Güte des Flußliniengitters (FLG) zu gewinnen, wurden in herkömmlicher Meßanordnung ($\underline{H} \perp \underline{k}_0$) die azimutalen Mosaikbreiten des FLG aller Proben gemessen, das ist die Reflexverbreiterung senkrecht zum Streuvektor in der Streuebene. Es stellte sich heraus, daß das FLG der Proben 2, 4 und 8 polykristallin war, das von Probe 6 dagegen noch einkristallin, jedoch mit einer gegenüber der reinen Probe beträchtlich erhöhten Mosaikbreite (Abb. 15). Mit Laue-Rückstreuenaufnahmen und Topographieaufnahmen der Oberfläche^x war bestätigt worden, daß die Wirtskristalle selbst auch nach der Beladung mit Stickstoff und der Temperung Einkristalle geblieben waren. In früheren Experimenten an Niob-Einkristallen (Weber, Schelten & Lippmann 1973, 1974) war die Einkristallinität des FLG auch bei λ -Werten bis

^x Für die Anfertigung der Laue- bzw. der Topographie-Aufnahmen danke ich Herrn K. Bickmann bzw. Herrn G. Mair, Inst. f. Materialentwicklung des IFF.

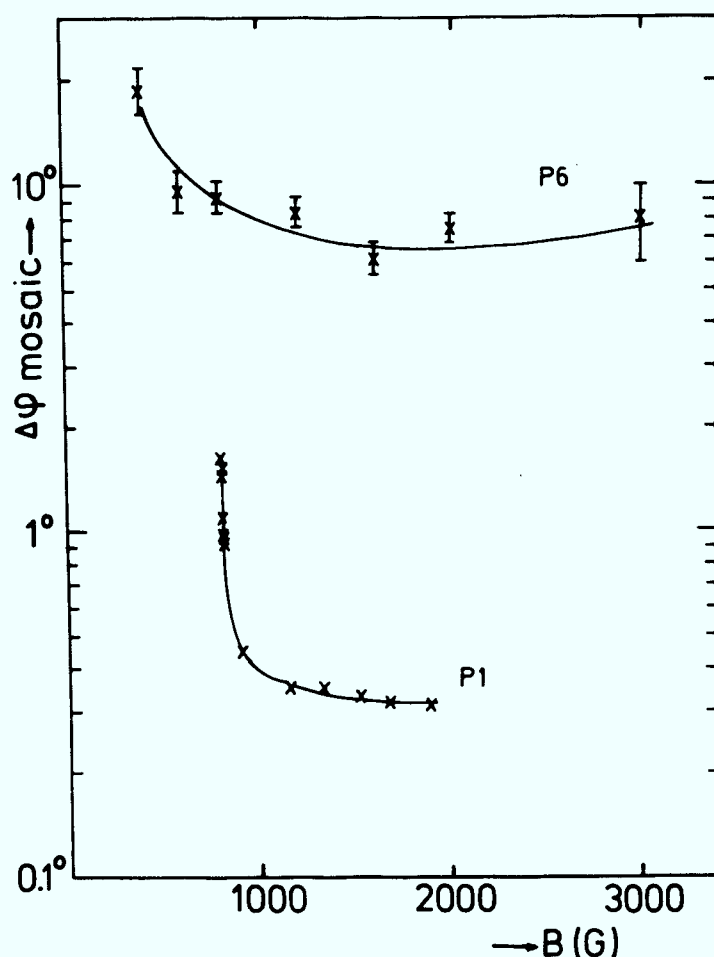


Abb. 15:

Mosaikbreite der FLG der reinen (P 1) und einer gepinnten Probe (P 6) als Funktion der Flußdichte.

2.5 festgestellt worden. Es scheint also, daß eine Konzentration an Nb_2N -Ausscheidungen $\gtrsim 2 \cdot 10^{17} \text{ m}^{-3}$ die sonst beobachtete Einkristallinität des FLG zerstört.

Für die Messungen der Verteilung der Verkipfungswinkel wurden die Proben in den Kryostateinsatz mit liegender Spule eingebaut. Die $\langle 110 \rangle$ -Richtung hatte sich in allen früheren Messungen an $\langle 111 \rangle$ -orientiertem Niob als nächste-Nachbar-Richtung für die Flußlinien erwiesen, d.h. diese Kristallorientierung relativ zum Magnetfeld ist für die Ausbildung eines perfekten hexagonalen FLG am geeignetsten. Deshalb wurden alle Proben beim Einbau nach vorherigen Laue-Aufnahmen so orientiert, daß eine der sechs zur $\langle 111 \rangle$ -Scheibennormalen senkrechten $\langle 110 \rangle$ -Richtungen parallel zum $\underline{\tau}$ -Vektor zeigte. Da sich der Probenhalter von außen um seine Mittelachse drehen ließ, konnte man bei den Proben mit einkristallinem FLG die genaue Ausrichtung $\langle 110 \rangle // \underline{\tau}$ zusätzlich über die winkelabhängige Streuintensität justieren.

4.2.2 Erzeugung einer homogenen Flußdichteverteilung in der Probe

Bei allen Messungen an den dotierten Proben mußte grundsätzlich nach dem Einstellen eines bestimmten äußeren Feldes H_a die Probe mittels einer Heizwicklung im Probenhalter über T_c aufgeheizt werden. Erst nach dem Abkühlen im Feld zeigte sich die kohärente Streuung. Ohne diese Prozedur trat dagegen nur diffuse Streuung auf, allenfalls bei hohen Feldern $\geq 0.7 \cdot H_{c2}$ ließ sich in manchen Fällen ein breiter peak ausmachen. Dieses Verhalten der Proben kann man so erklären, daß — wie die sehr irreversiblen Magnetisierungskurven zeigen — sich ein starker Flußdichtegradient in der Probe einstellt, der offensichtlich die Kohärenz der Streuung an den Gitterebenen zunichte macht. Durch das beschriebene Aufheizen der Proben im Feld über T_c kann der Fluß in die Probe eindringen und bleibt dann beim Wiederabkühlen auf die Temperatur des Heliumbades homogen in der Probe verteilt. Zur Bestätigung dieser Annahme wurde eine Magnetisierungskurve an Probe 2 in der Weise aufgenommen, daß die Probe bei einer Reihe von Meßpunkten im äußeren Feld geheizt wurde. Innerhalb der Meßgenauigkeit konnte nach dem Abkühlen keine Abweichung der Magnetisierungskurve von der $B=H$ -Geraden festgestellt werden.

Dieses Verfahren ist für die Interpretation der gemessenen Haftkräfte von großer Bedeutung und soll daher auf seine mikroskopischen Auswirkungen hin genauer analysiert werden:

Der Fluß, der beim Aufheizen über T_c in die Probe eindringt, stellt sich nach dem Abkühlen in einen Gleichgewichtszustand derart ein, daß sich nur an den Rändern der Probe der kritische Gradient ausbildet. Innerhalb der Eindringtiefe λ erniedrigt sich das Feld in der Probe auf den Wert, den es bei einer reversiblen Probe einnehmen würde; zum Probeninneren hin steigt es jedoch innerhalb einer Distanz Δr wieder auf den makroskopischen Wert. Aus Volumenkraftdichten P_V , die bekanntlich mit dem kritischen Gradienten dB/dr über

$$P_V = B \cdot \left. \frac{dB}{dr} \frac{dH}{dB} \right|_{\text{rev}} \quad (4.4)$$

verknüpft sind $((dH/dB)_{\text{rev}} = \text{Steigung der reversiblen Magnetisierungskurven})$, kann man den Gradienten und damit Δr abschätzen; für mittlere Flußdichten B ist $\Delta r \lesssim 1/10 \text{ mm}$.

Der schematische Verlauf des Feldes und der Stromdichte am Rand der Probe ist in Abb. 16 skizziert.

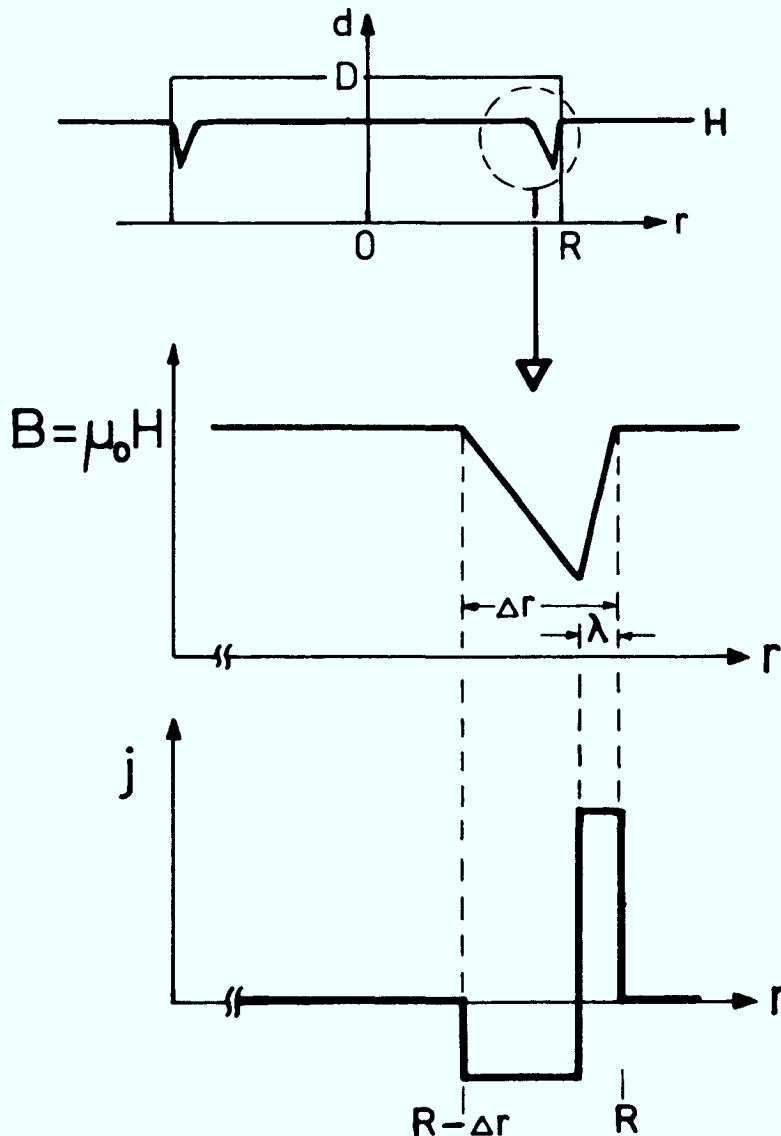


Abb. 16:

Schematischer Verlauf der Feldstärke und der Stromdichte am Rand der Probe nach dem Aufheizen über T_c und Abkühlen im Feld.

Ein Flußdichtegradient ist aufgrund der fundamentalen Beziehung

$$\text{rot } \underline{H} = \underline{j} \quad (4.5)$$

immer mit einer Stromdichte j und damit einem Abschirmstrom verbunden. Da $\underline{H}$ in der verwendeten Geometrie im wesentlichen nur eine z -Komponente besitzt,

$$\underline{H} = (0, 0, H_z) \quad (4.6)$$

kann man aus Symmetrieüberlegungen schließen, daß $\underline{j}$ nur eine φ -Komponente haben kann. Der über die Probe gemittelte Strom I

ist gegeben durch

$$\overline{I}_{\varphi} = \int j_{\varphi} dF = \int_{R-\Delta r}^R j_{\varphi} \cdot D dr \quad (4.7)$$

(D = Probendicke). Aus (4.5) und (4.6) folgt:

$$j_{\varphi} = \frac{dH_z}{dr} \quad (4.8)$$

In (4.7) eingesetzt liefert dies schließlich als mittleren Gesamtstrom

$$\overline{I}_{\varphi} = 0$$

Das heißt, in erster Näherung entstehen in der Probenmitte keine durch Abschirmströme hervorgerufenen entmagnetisierten Felder! In einer genaueren Rechnung muß man auch die Struktur und den unterschiedlichen Abstand vom Probenzentrum der Sprünge in der j-Kurve berücksichtigen, jedoch ist der Einfluß dieser Korrekturen vernachlässigbar. Bei den Neutronenbeugungsexperimenten wurde jeweils nur die Probenmitte über den halben Durchmesser durchstrahlt. Der Abschätzung zufolge kann man daher sicher sein, daß der Meßeffekt nicht von den wenig gestörten Randzonen beeinflusst wird. Mit dieser Erklärung entfällt für die hier untersuchten Proben auch das Argument, womit man für eine früher untersuchte reine Niob-Probe (Lippmann et al. 1973) den größten Teil der Reflexverbreiterung durch inhomogene entmagnetisierende Felder erklären konnte.

Es sei an dieser Stelle betont, daß bei den hier beschriebenen Messungen gerade Wert darauf gelegt wurde, überall in der Probe die gleiche mittlere Flußdichte zu haben, d.h., einen makroskopischen Flußdichtegradienten in der Probe zu vermeiden und nur die Wechselwirkung der Flußlinien mit den Verankerungszentren zu beobachten. Dies ist in direktem Gegensatz zu allen makroskopischen Meßverfahren der Verankerungskraftdichte, die auf dem Vorhandensein eines solchen Gradienten basieren.

4.2.3 Mosaikbreiten aufgrund von Flußlinienverbiegungen

Ein reziproker Gitterpunkt und sein dazu symmetrischer wurden periodisch durch die Ewald-Kugel gefahren (vgl. Abb. 6) und die entsprechende Intensität wurde als Funktion des Drehwinkels registriert. Dazu rotierte der Kryostat um seine Achse in einem einstellbaren φ -Fenster. Diese Art der Messung liefert als zusätzliche Information den Streuwinkel ϑ in Form der Winkeldifferenz der Schwerpunkte der beiden Spektren, wie man sich an Hand von Abb. 5 überlegen kann. Der Gitterparameter des FLG ließ sich sowohl nach Gleichung (3.3) aus ϑ als auch nach Gleichung (3.4) aus dem eingestellten Feld $H = B/\mu_0$ berechnen. Bei großen Halbwertsbreiten der Spektren, d.h. bei kleinen Feldern, läßt sich die Schwerpunkts- und damit ϑ -Bestimmung nicht mehr genügend genau durchführen. Für diese Fälle wurden zusätzliche Messungen in der Mode $I_{\perp}(\vartheta)$ bzw. $I_{\parallel}(\vartheta)$ durchgeführt (vgl. Tab. 2, S. 20), die die Übereinstimmung von $a(B)$ und $a(\vartheta)$ auch bei kleinen Flußdichten bis herab zu 100 G bestätigten.

Bei den Proben mit Ausscheidungen zeigte sich somit keine anziehende Wechselwirkung der Flußlinien (vgl. z.B. Schelten, Ullmaier & Schmatz 1971), die sich durch einen konstanten Gitterparameter und damit eine konstante lokale Flußdichte B_0 bei abnehmendem äußeren Feld bemerkbar macht. Es muß offen bleiben, ob diese Erscheinung durch die Verankerung der Flußlinien oder durch das relativ große κ unterbunden wird. Kramer (1973) berechnete die Phasengrenze für den Übergang Typ II/1 (Phasenübergang 1. Art bei H_{c1} , Auftreten von B_0) zu Typ II/2 Supraleitern in der κ -t-Ebene ($t = T/T_c$); danach verschwindet die anziehende Wechselwirkung bei unserer Probentemperatur für $\kappa > 1.34$. Bei den hier verwendeten stickstoffbegasten Proben lag κ jedoch immer über diesem Wert.

Die Intensitätsverteilungen ("Rockingkurven") wurden für die einzelnen Proben bei einer Reihe von verschiedenen Flußdichten aufgenommen. Sie repräsentieren jeweils die Verteilung der Winkel, um die die Flußliniensegmente gegen das äußere Feld verkippt sind. Zwei Beispiele für Rockingkurven sind in Abb. 17 gezeigt.

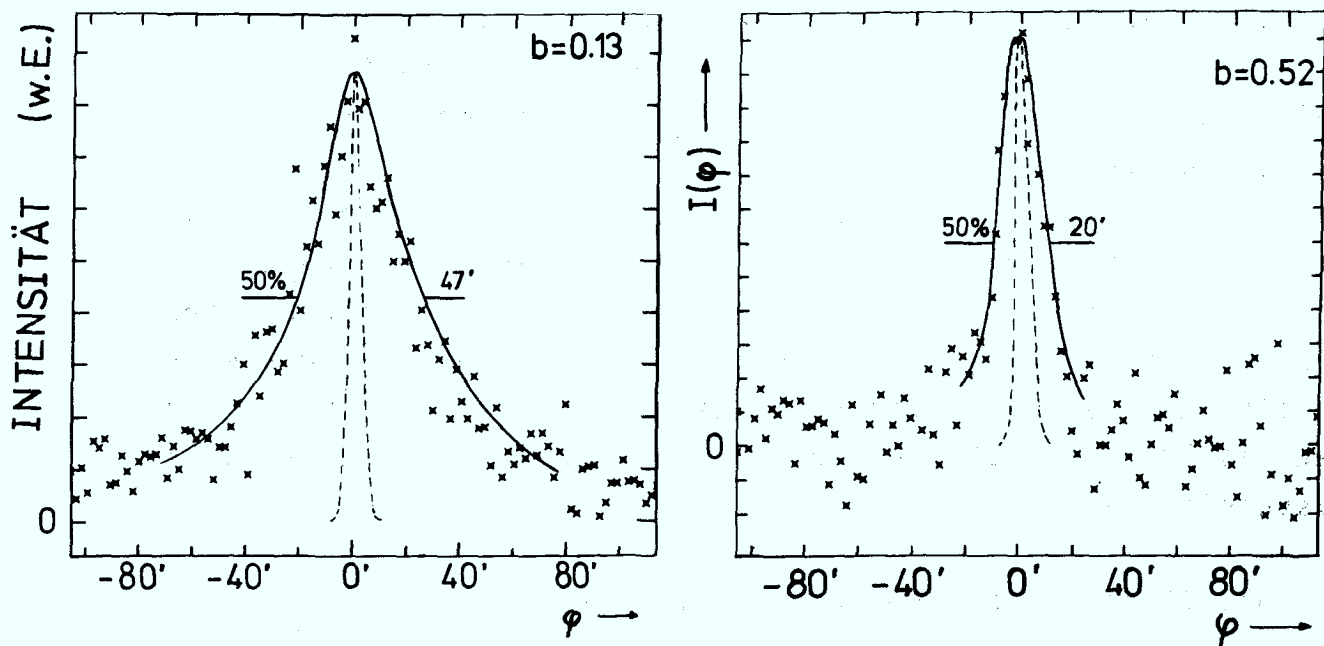


Abb. 17: Streuintensität als Funktion des Drehwinkels für zwei verschiedene Flußdichten bei Probe 4. ----- = gerechnete Auflösungskurve (s. Abschnitt 3.1.1).

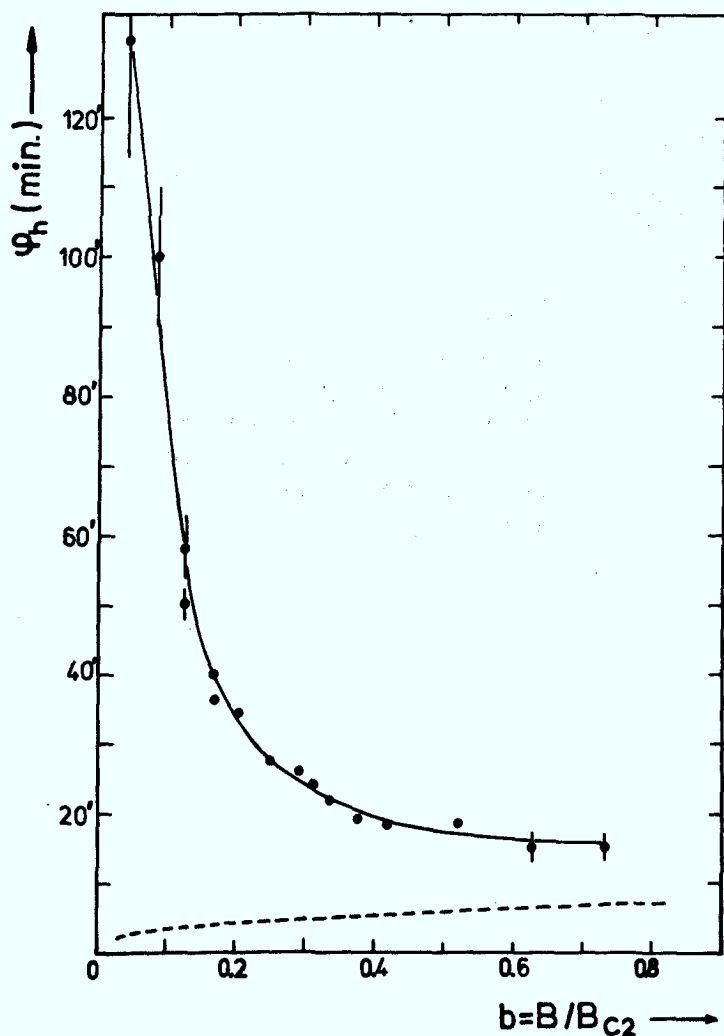


Abb. 18:

Verlauf der Halbwertsbreite φ_h der Rockingkurven von Probe 4 als Funktion der reduzierten Flußdichte, sowie die Breite der berechneten System-Auflösungskurve (-----) lt. Abschnitt 3.1.1.

Die Breite der instrumentellen Auflösungskurve liegt innerhalb der Strichdicke der System-Auflösungsbreite.

4.2.4 Elastische Konstanten des Flußliniengitters

Für die Berechnung der mittleren Einzelverankerungskraft $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ aus der Beziehung (3.21) benötigt man die elastischen Konstanten des FLG. Nach einer Theorie von Labusch kann man sie aus der reversiblen Magnetisierungskurve wie folgt ausrechnen (Labusch 1967, 1969a):

$$c_{11} = B^2 \cdot \frac{dH}{dB} + c_{66} \quad (4.9a)$$

$$c_{12} = B^2 \cdot \frac{dH}{dB} - c_{66} \quad (4.9b)$$

$$c_{44} = B \cdot H(B) \quad (4.9c)$$

$$c_{66} = \frac{1}{2} \int_0^B B'^2 \frac{d^2 H}{dB'^2} dB' \quad \text{für } H \geq H_{c1} \quad (4.9d)$$

$$c_{66} = 0.48 \frac{\mu_0 H_c^2 K^2 (2K^2 - 1)}{[1 + \beta(2K^2 - 1)]^2} \cdot \left(1 - \frac{B}{B_{c2}}\right)^2 \quad \text{für } H \leq H_{c2} \quad (4.9e)$$

$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Vs/Am, β ist ein Geometriefaktor und für ein hexagonales FLG gleich 1.1596 (Kleiner, Roth & Autler 1964). Der Kompressionsmodul K errechnet sich aus $(c_{11} + c_{12})/2$ und ist damit nach (4.9a,b) gleich $B^2 \cdot \frac{dH}{dB}$; da $c_{66} \ll B^2 \frac{dH}{dB}$ (außer für $B/B_{c2} \ll 1$), ist $K \approx c_{11} \approx c_{12}$. Der Schubmodul, d.h. die Abscherung des FLG in einer Ebene senkrecht zu den Flußlinien, wird durch c_{66} ausgedrückt. Für c_{66} gibt es keine geschlossene analytische Darstellung, die im ganzen Bereich $H_{c1} \leq H \leq H_{c2}$ gilt. c_{44} gibt die Scherung des Gitters aus der z-Richtung an. Durch partielle Integration läßt sich Gleichung (4.9d) umformen zu

$$c_{66} = \frac{1}{2} c_{11}' - c_{44} + \int_0^B H(B') dB' \quad \text{für } H \geq H_{c1} \quad (4.9f)$$

mit $c_{11}' = B^2 \frac{dH}{dB}$.

Diese Darstellung ist numerisch leichter zu handhaben als die Integration der zweiten Ableitung $d^2 H/dB^2$ in der ursprünglichen Formel (4.9d).

Es sei darauf hingewiesen, daß in die Formeln (4.9) die Größen B und H in MKS- und nicht in Gauß'schen Einheiten eingesetzt

werden müssen. Es gilt bekanntlich als Umrechnung vom Gauß'schen in das MKS-System:

$$1 \text{ G} = 10^{-4} \text{ Vs/m}^2 \quad \text{und} \quad 1 \text{ Oe} = 10^3 / (4\pi) \text{ A/m}.$$

Ein gewisses Problem für die Auswertung bestand darin, daß für die Berechnung der c_{ij} reversible Magnetisierungskurven erforderlich sind, die an langen zylindrischen Proben (Entmagnetisierungsfaktor!) gemessen waren. Diese idealen Proben sollten dasselbe H_{c2} und damit dieselbe Matrixkonzentration an gelöstem Stickstoff wie die hier verwendeten gepinnten Proben mit irreversiblen Magnetisierungskurven aufweisen. Nach dem Beladen mit Stickstoff und Abschrecken (vgl. Kap. 2.1) erhält man Proben mit fast reversiblen Kurven.

Die zur Berechnung der c_{ij} zugänglichen Magnetisierungskurven^x wiesen zwar nicht exakt dieselben H_{c2} -Werte wie die in dieser Arbeit gemessenen Proben auf, jedoch lag der von vier Proben überdeckte Bereich zwischen 3150 und 6110 Oe so, daß die c_{ij} linear zu den benötigten H_{c2} zuverlässig integriert werden konnten. Lediglich die Berechnung von c_{66} für den Niedrigfeldfall erwies sich als sehr fehlerbehaftet, da die zur Verfügung stehenden Magnetisierungskurven in der Nähe von H_{c1} zunehmend irreversibel verliefen und daher in diesem Bereich reversible Kurven nur unvollkommen interpoliert werden konnten. Aus diesem Grunde tragen c_{66} und der Faktor $C = \left[\frac{1}{c_{44}} \left(\frac{1}{c_{11}} + \frac{1}{c_{66}} \right) \right]^{-1}$ in der Abb. 20 in dem betreffenden Feldbereich ein Fehlerband.

Ein Versuch wurde gemacht, die numerische Auswertung der Magnetisierungskurven zu erleichtern, indem analytische Formeln für die Berechnung von B als Funktion von H angewendet wurden. Befriedigende Ergebnisse, für Felder $\geq 0.5 H_{c2}$ sogar ausgezeichnete Übereinstimmung mit den Meßkurven, ergab ein empirischer Kurvenfit nach Kes, v.d. Klein & de Klerk (1973), der für Tem-

^x Herr Dr. G. Antesberger, IFF, hat mir dankenswerterweise Magnetisierungskurven von zylindrischen Nb-Einkristallen, die nach dem Abschrecken gemessen wurden, zur Auswertung überlassen.

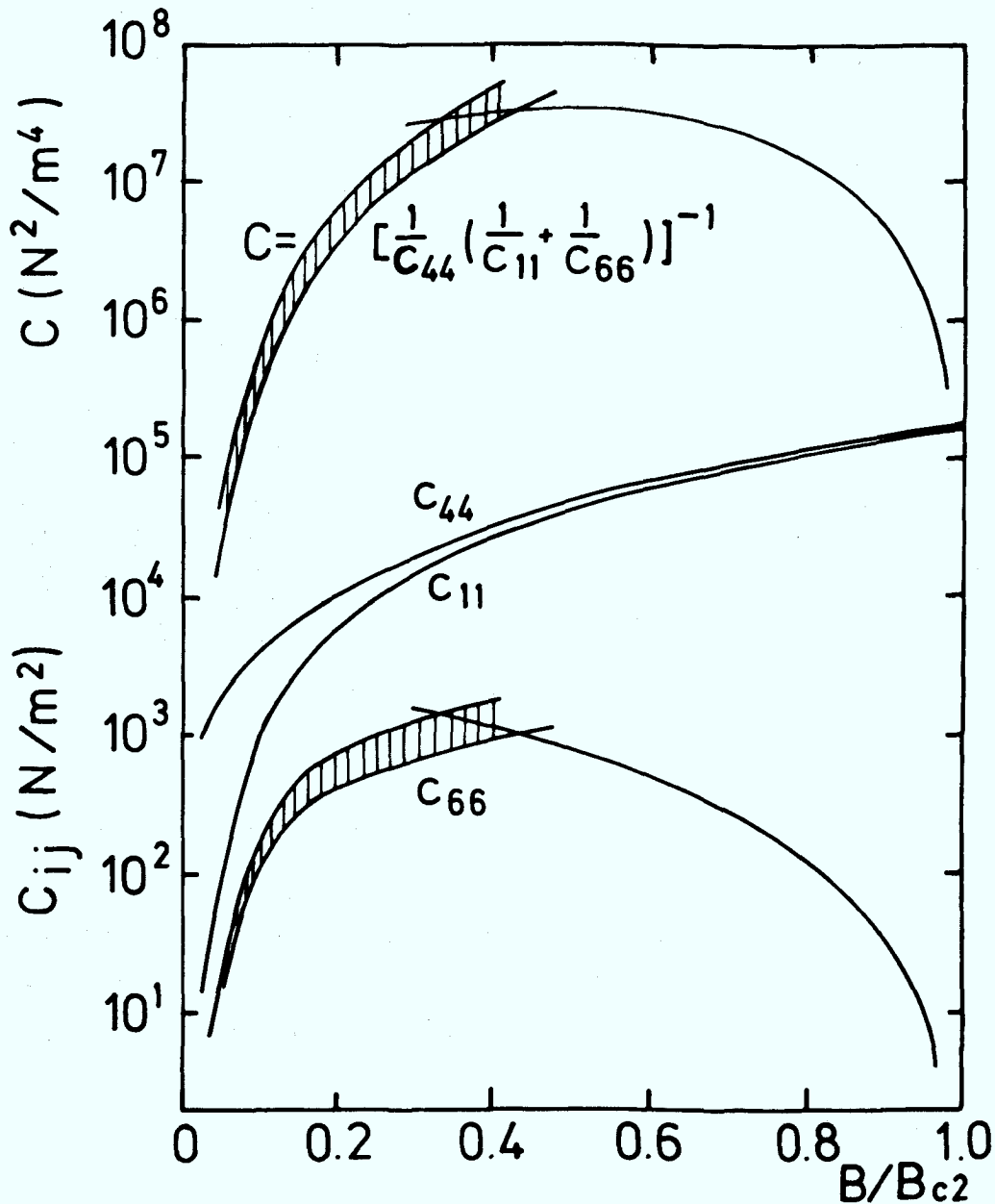


Abb. 20: Elastische Konstanten des FLG und Faktor C aus Gleichung (3.21) für Probe Nb $\langle 100 \rangle^x$ ($H_{c2} = 4670$ Oe, $\chi = 1.7$).

peraturen $T/T_c > 0.4$ und Ginzburg-Landau Parameter $\chi \leq 4$ anwendbar ist:

$$B = H - H_{c1} + H_{c1} \cdot \left(\frac{H - H_{c1}}{H_{c2} - H_{c1}} \right)^\theta \quad (4.10)$$

Gleichung (4.10) enthält zwei Parameter, H_{c1} und θ , die man prinzipiell durch Anpassen der theoretischen an die experimentelle Kurve in zwei Punkten berechnen könnte. H_{c1} erhält man jedoch genauer aus einer von Harden & Arp (1963) abgeleiteten Beziehung

^x siehe Fußnote Seite 48.

von H_{c1}/H_c als Funktion von χ . Der Exponent θ wurde durch Anpassen der experimentellen Kurve in einem Punkt berechnet. Ein Beispiel für eine so berechnete Magnetisierungskurve ist in Abb. 21 gegeben.

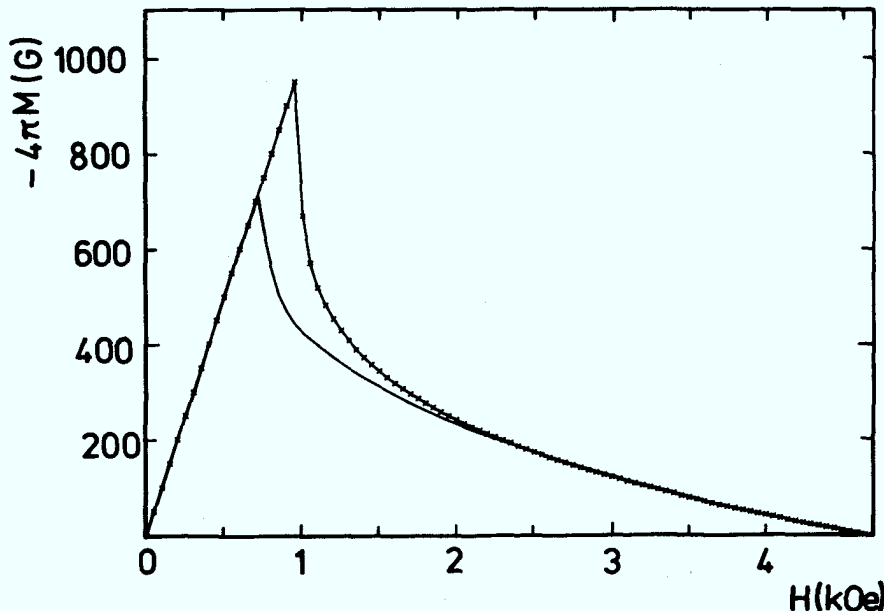


Abb. 21:

Magnetisierung $-4\pi M$ als Funktion des äußeren Feldes H für Nb $\langle 100 \rangle$;
 — interpoliert aus der gemessenen, leicht irreversiblen Magnetisierungskurve, ~~XXXX~~ berechnet aus Glchg. (4.10) mit $H_{c1} = 980$ Oe und $\theta = 0.22$.

4.2.5 Die mittlere Verankerungskraft einer Flußlinie an einer Haftstelle

Mit der Kenntnis der elastischen Konstanten kann man schließlich daran gehen, die mittlere Verankerungskraft $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ aus der von der Labusch-Theorie abgeleiteten Beziehung (3.21) auszurechnen:

$$n \langle f^2 \rangle = \frac{C \cdot 32\pi \cdot \phi_h}{c \cdot \tau_{hk}} \quad (3.21)$$

mit $C = \left[\left(\frac{1}{c_{11}} + \frac{1}{c_{66}} \right) \frac{1}{c_{44}} \right]^{-1}$ und $c = 1.8 \pm 0.2$ (vgl. 3.20). Der reziproke Gittervektor τ_{hk} ist hier mit τ_{10} zu identifizieren, da die Rockingkurven nur am 10-Reflex gemessen wurden (τ ist proportional zu $\sqrt{B}$). Die Dichte n der Angriffspunkte der Flußlinien an den Ausscheidungen ist in etwa gegeben durch das Produkt aus der Ausscheidungsichte n_A (Zahlenwerte s. Tab. 1, S. 15) und der Zahl n_{FL} der Flußlinien, die durch eine Ausscheidung laufen. n_{FL} ist umgekehrt proportional zur Fläche F_c einer Elementarzelle des Flußliniengitters. Damit ist

$$n = n_A \cdot n_{FL} = n_A \cdot \frac{F}{F_c} = n_A \cdot \frac{F \cdot B}{\Phi_0} \quad (4.11)$$

F ist die auf die $\langle 11 \rangle$ -Ebene projizierte Fläche einer Ausscheidung, deren mittlere Größe man aus den Neutronen-KWS-Experimen-

ten kennt (vgl. Kap. 2.2.2). Diese Definition von n proportional zur Zahl n_{FL} der Durchstoßpunkte von Flußlinien durch eine Ausscheidung ist nicht ganz korrekt. Für eine detaillierte Diskussion dieses Punktes sei auf die Fehlerbetrachtung (S. 52) verwiesen.

Die mit den gemessenen Halbwertsbreiten φ_h unter Verwendung der elastischen Konstanten aus Gleichung (3.21) berechnete mittlere Verankerungskraft $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ ist in Abb. 22 als Funktion der reduzierten Flußdichte dargestellt.

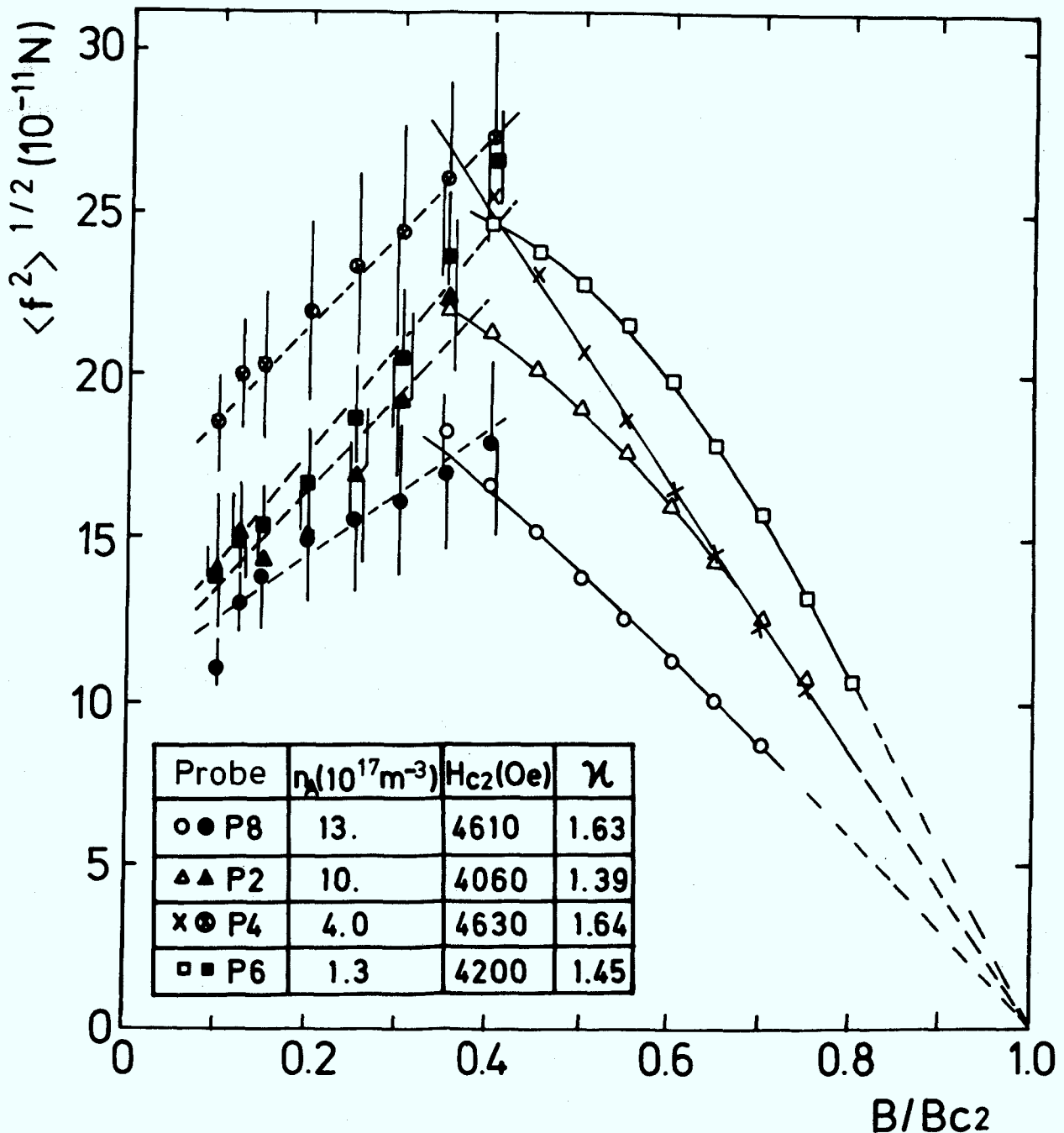


Abb. 22: Mittlere Verankerungskraft einer Flußlinie an einer Haftstelle als Funktion der reduzierten Flußdichte für die Nb-Proben mit unterschiedlicher Ausscheidungsdichte.

Die beiden Äste für die Kurven für die einzelnen Proben kommen durch die unterschiedlichen Berechnungsweisen von c_{66} für kleine und große Flußdichten zustande (Glg. 4.9d bzw. 4.9e); die Fehlerbalken der linken Kurvenäste resultieren jeweils aus der vorher beschriebenen Unkenntnis des genauen Verlaufs der reversiblen Magnetisierungskurve für kleine B/B_{c2} .

Es ist hervorzuheben, daß die Ergebnisse für die einzelnen Proben im Rahmen der Fehlergrenzen übereinstimmen, wie aus der gleich anschließenden Betrachtung folgt. Dies ist bemerkenswert, da ihre Ausscheidungskonzentrationen um eine Größenordnung differieren. Andererseits sollte man dies auch erwarten für Proben, die sich metallurgisch und in ihrem Verankerungsmechanismus nicht wesentlich unterscheiden.

4.3 Fehlerabschätzung

Bei der Berechnung von $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ aus (3.21) trägt am meisten der Faktor $n = n_A \cdot n_{FL}$, die Dichte der Angriffspunkte der Verankerungskraft, zum Fehler der Kraft bei. Wie in Kap. 2.2.2 begründet, muß man schon für die Dichte der Ausscheidungen einen Fehler von $\Delta n_A/n_A \approx \pm 0.4$ annehmen. Es ist darüber hinaus nicht ganz korrekt, n proportional zur Zahl der Flußlinien pro Ausscheidung, n_{FL} , zu setzen. Flußlinien, die sich bereits in der von den nicht-supraleitenden Ausscheidungen gebildeten Potentialmulde befinden, sind dort nämlich frei verschiebbar und erfahren keine Verankerungskraft. Als Haftstellen wirken nur die Ränder einer Ausscheidung in einem Bereich von etwa $\pm \xi$, wie in Abb. 23 skizziert ist.

Da die auf eine $\langle 111 \rangle$ -Ebene projizierte Fläche einer Ausscheidung im Mittel $6.6 \cdot 10^6 \text{ \AA}^2$ beträgt, passen im experimentell überdeckten Flußdichtebereich von ca. 500 bis 3000 G zwischen 1.6 und 9.5 Flußlinien in eine Ausscheidung. Ein Streifen von der Breite 2ξ überdeckt eine Fläche von ca. $5.2 \cdot 10^6 \text{ \AA}^2$. Durch Einsetzen von n_{FL} in die Berechnung von n überschätzt man daher die Zahl der wirksamen Verankerungspunkte um etwa 25 %. Da der effektive Verankerungsbereich ohnehin nicht genau bekannt ist,

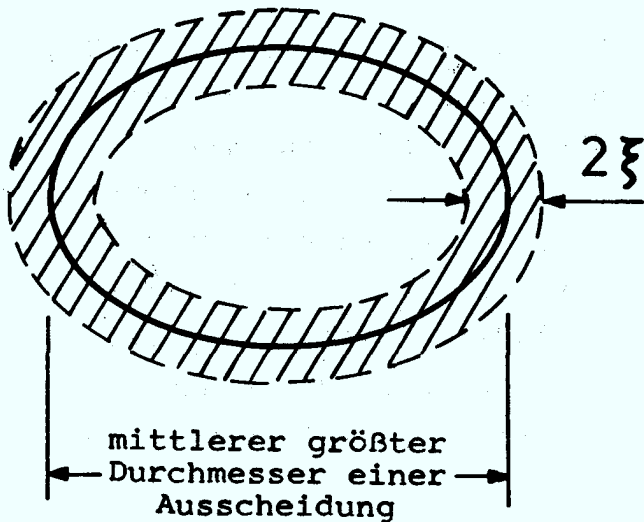


Abb. 23:

In eine $\langle 111 \rangle$ -Ebene projizierte Fläche einer scheibenförmigen Ausscheidung. Das schraffierte Gebiet stellt den wirksamen Verankerungsbereich über einen Flußlinienkerndurchmesser 2ξ dar.

kann man diese zusätzliche Unsicherheit in Kauf nehmen, da sie den Gesamtfehler für die mittlere Einzelverankerungskraft $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ nicht wesentlich erhöht.

Die Fehler der Meßgröße φ_h betragen ca. 5 %, der rechnerische Fehler der elastischen Konstanten ist für $B/B_{c2} \geq 0.4$ vernachlässigbar. Wie weit die elastischen Konstanten, vor allem c_{66} , jedoch in der angegebenen Form von der Theorie her als sicher angesehen werden können, bleibt noch offen. τ_{hk} wurde aus der Flußdichte berechnet, die Konstante c wurde bereits in der Herleitung der Ausgangsgleichung (3.20) mit einer Genauigkeit von 10 % angegeben. Insgesamt kommt man damit auf einen relativen Fehler von

$$\frac{\Delta \langle f^2 \rangle^{1/2}}{\langle f^2 \rangle^{1/2}} \approx \pm 25 \% .$$

5. DISKUSSION

Es fällt auf, daß alle Kurven $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ als Funktion von $b = B/B_{c2}$ (Abb. 22) durch ein Maximum laufen und mit $b \rightarrow 0$ wieder abnehmen. Dieses Verhalten ist zunächst Überraschend, wenn man annimmt, daß $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ proportional zur maximalen Einzelverankerungskraft K_0 sein soll. Diese muß bei $B = 0$ ihren Maximalwert haben, da eine isolierte Flußlinie noch keine elastische Wechselwirkung gegenüber anderen Flußlinien erfährt. Andererseits muß K_0 bei B_{c2} verschwinden, so daß man unter der Voraussetzung eines monotonen Verhaltens von K_0 einen Verlauf erwarten kann, wie er in Abb. 24 skizziert ist.

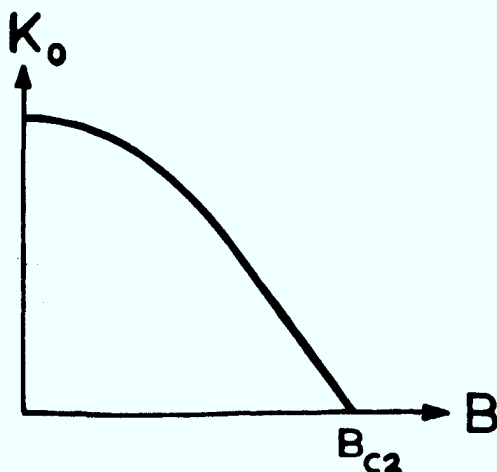


Abb. 24:

Schematischer Verlauf der maximalen Einzelverankerungskraft K_0 zwischen einer Flußlinie und einer Haftstelle als Funktion der Flußdichte.

5.1 Interpretation der mittleren Verankerungskraft bei kleinen Flußdichten

Um den Verlauf von $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ in Abb. 22 zu verstehen, der dem postulierten qualitativen Verhalten von K_0 widerspricht, muß man sich klar machen, daß die mit der Einstellung einer gradientenfreien Flußdichteverteilung verbundene Art der Mittelung bei kleinen Feldern nicht mehr die maximale Kraft K_0 liefert. Dazu ist folgende Überlegung notwendig:

Von den möglichen Verankerungsmechanismen — z.B. paraelastische und dielastische Wechselwirkung, para- und diamagnetische Wechselwirkung (s. z.B. Campbell & Evetts 1972; Ullmaier 1973; Dew-Hughes 1974) — trifft für das vorliegende System am wahrscheinlichsten die Kernwechselwirkung zu. Zur Erzeugung einer Flußlinie muß pro Längeneinheit die Kondensationsenergie Φ auf-

gebracht werden, um den Bereich des Kernes einer Flußlinie vom supraleitenden in den normalleitenden Zustand überzuführen. Sie kann für eine isolierte Flußlinie näherungsweise angegeben werden mit

$$\Phi = \mu_0 \pi \xi^2 \cdot H_c^2 / 2 \quad (5.1)$$

(s. z.B. De Gennes 1966, S.60). Die Kondensationsenergie wird eingespart, wenn eine Flußlinie durch ein bereits normalleitendes Gebiet verläuft, so daß eine anziehende Wechselwirkung, die sogenannte Kernwechselwirkung zustande kommt. Antesberger & Ullmaier (1974) haben gezeigt, daß im System von Nb₂-Ausscheidungen in NbTa die Kernwechselwirkung der dominierende Verankerungsmechanismus ist. Die Einsparung an Kondensationsenergie führt zu einer Potentialmulde $E(x)$ der freien Energie an einer Ausscheidung, deren Tiefe feldabhängig ist (bei Flußdichten nahe B_{c2} ist die Variation des supraleitenden Ordnungsparameters nur noch wenig ausgeprägt und die Kernwechselwirkung daher geringer). Die daraus resultierende Verankerungskraft $\underline{f} = - \nabla E$ steht in Konkurrenz zur rücktreibenden Kraft K_r aufgrund der elastischen Wechselwirkung der Flußlinien mit allen anderen. K_r ist mit der Auslenkung u am Ort, wo die Kraft angreift, und einer response-Funktion auf eine Punktkraft, $G'(0)$, verknüpft (Labusch 1969a):

$$u = G'(0) \cdot K_r \quad (5.2)$$

Für den Feldbereich, in dem die sogenannte "Gitternäherung" (Labusch 1969) gilt — das ist für alle Felder genügend oberhalb von H_{c1} der Fall — ist $G'(0)$ gegeben durch (Labusch 1969a)

$$G'(0) = \frac{1}{4\sqrt{\pi}} \left(\frac{B}{\Phi_0} \right)^{1/2} \left(\frac{1}{\sqrt{c_{11}c_{44}}} + \frac{1}{\sqrt{c_{66}c_{44}}} \right) \quad (5.3)$$

Die in Abb. 25 skizzierte örtliche Variation von f erstreckt sich jeweils etwa über den Kerndurchmesser 2ξ einer Flußlinie. Eine Flußlinie, die bei den vorher beschriebenen Wachstumsbedingungen des FLG — Aufheizen der Probe über T_c und Abkühlen bei eingeschaltetem äußeren Feld — mit seinem Kerndurchmesser gerade innerhalb des skizzierten Kraftfeldes zu liegen kommt, wird aufgrund der Kernwechselwirkung in den Potentialtopf hineingezogen.

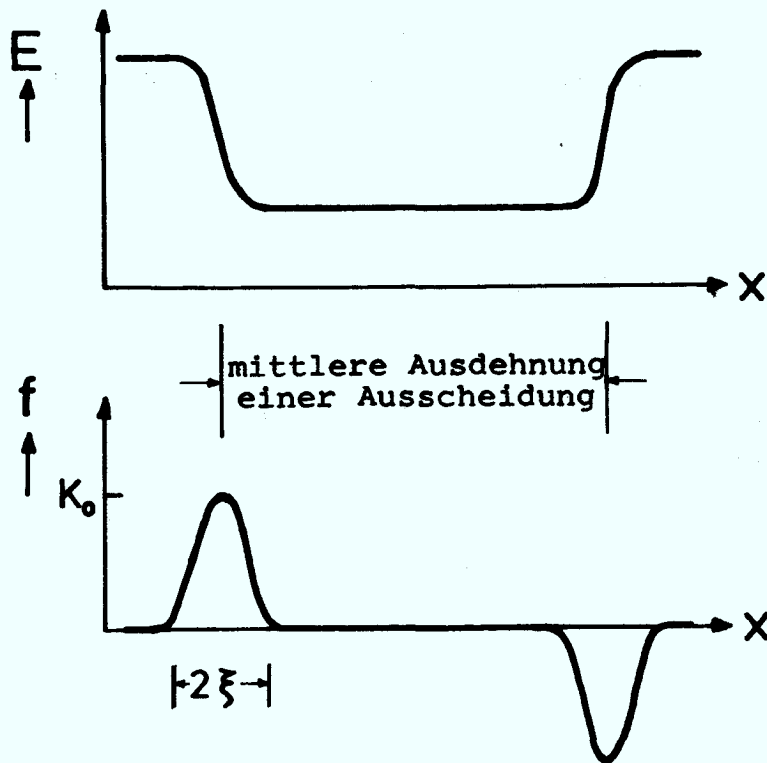


Abb. 25:

Schema der Variation der freien Energie E und der Verankerungskraft f auf die Flußlinien an einer Ausscheidung.

Dem wirkt aber die von der elastischen Wechselwirkung der Flußlinien herrührende Kraft entgegen. Die Gleichgewichtsposition stellt sich so ein, daß die beiden Kräfte gleich sind, d.h.

$$f = K_r.$$

Die für eine quantitative Abschätzung der möglichen Gleichgewichtspositionen benötigte Größe $G'(0)$ wurde aus Glg. (5.3) berechnet und ist in Abb. 26 in logarithmischem Maßstab dargestellt.

Der reziproke Wert von $G'(0)$ ist in einer Auftragung K_r gegen u die Steigung der Geraden $K_r(u)$. Da sowohl $1/G'(0)$ als auch die maximale Kraft K_0 feldabhängig sind, werden sich für eine Flußlinie, die sich beim "Einschalten" des Verankerungsmechanismus gerade am Rand einer Ausscheidung befindet, qualitativ folgende feldabhängige Gleichgewichtspositionen einstellen (Abb. 27):

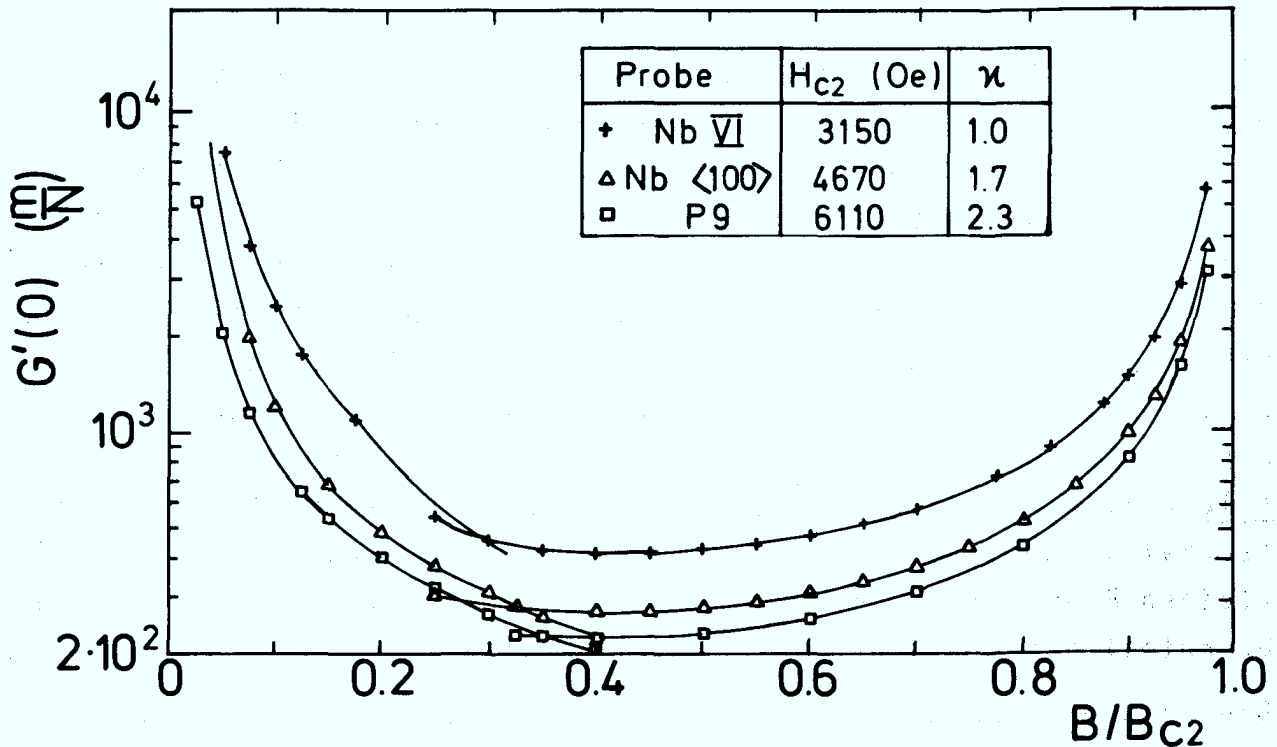


Abb. 26: Modul $G'(0)$ (Glg. (5.3)) als Funktion der reduzierten Flußdichte von Niob-Proben mit bekannten Magnetisierungskurven.

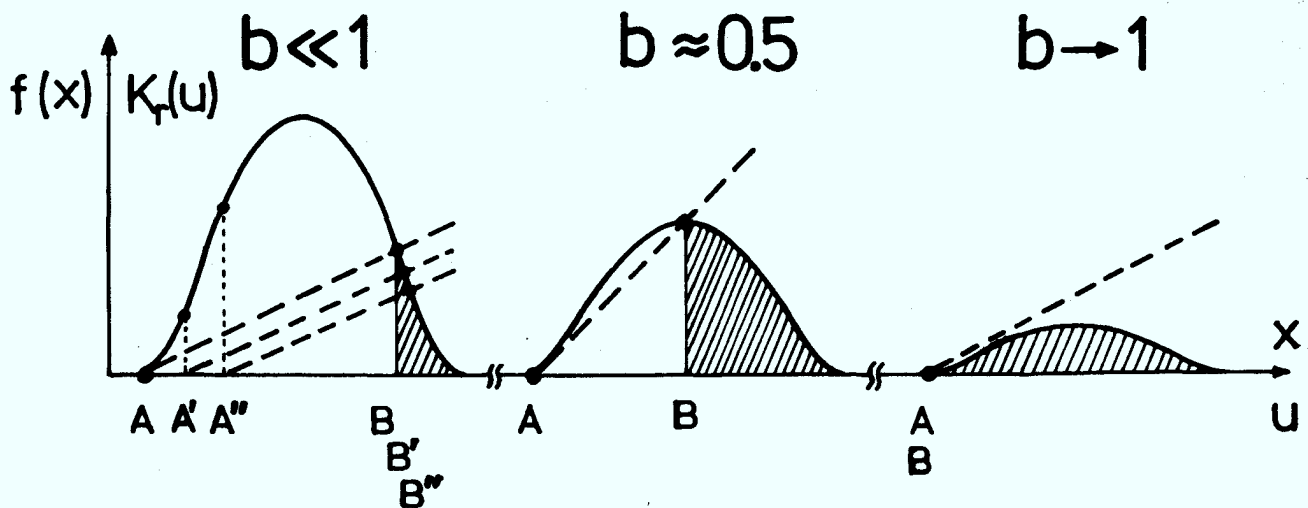


Abb. 27: Schema der möglichen Gleichgewichtspositionen einer Flußlinie in Abhängigkeit von der Flußdichte unter dem Einfluß von Kernwechselwirkung und elastischer Wechselwirkung.

———— anziehende Kraft f als Funktion des Ortes x ,
 ----- rücktreibende Kraft K_r als Funktion der Auslenkung u .

Gezeichnet ist nur eine Hälfte des in Abb. 25 skizzierten Kraftfeldes.

Eine Flußlinie am Rande einer Ausscheidung (Position A) wird bis zur Gleichgewichtsposition B hin ausgelenkt. Alle schon weiter innerhalb der Ausscheidung, d.h. rechts von A, liegenden Fluß-

Linien (A' , A'' , ...) werden auf Positionen rechts von B hin wandern (B' , B'' , ...). Der Maximalwert K_0 der Kraft nimmt mit der Flußdichte ab und muß bei B_{c2} Null werden; die Steigung der Funktion $K_r(u)$ (Gleichg. 5.2) variiert mit der Flußdichte und hat bei $B_{c2}/2$ ein breites Maximum (vgl. Abb. 26; Steigung = $1/G'(0)$). Dieses qualitativ sicher zutreffende Verhalten erlaubt den Schluß, daß bei der mit Neutronenstreuung durchgeführten Mittelung über alle Verbiegungen der Flußlinien, d.h. ihre Auslenkungen aus der ungestörten Lage, für kleine bis mittlere Flußdichten nicht über alle Kräfte, sondern feldabhängig nur über einen bestimmten Teil (schraffierte Bereiche in Abb. 27) gemittelt wird. Vor allem bei kleinen Flußdichten umfaßt diese Art der Mittelung nur mehr einen Bruchteil der möglichen Verankerungskräfte f .

Die mittlere Kraft $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ ist stets kleiner als die maximale Einzelkraft K_0 (ausgenommen $f(x)$ besitzt Rechteckform); für eine dreieckförmige Funktion $f(x)$ gilt beispielsweise $\langle f^2 \rangle^{1/2} = K_0/\sqrt{3}$. Das Zusammenspiel von anziehender Kraft $f(x)$ und rücktreibender Kraft $K_r(u)$ hat jedoch zur Folge, daß die Proportionalität von $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ und K_0 nicht für alle Flußdichten erhalten bleibt, sondern daß sich das Verhältnis von Mittelwert und Maximalwert der Einzelverankerungskraft mit abnehmendem B verkleinert.

Als qualitatives Kriterium, bis zu welchem Wert von B/B_{c2} die Mittelung über alle Kräfte erfolgt und damit $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ unabhängig von B proportional zu K_0 wird, kann man aufgrund obiger Überlegungen abschätzen

$$u_m \leq 2 \xi \quad (5.4)$$

d.h. die maximale Auslenkung u_m einer Flußlinie, an der die maximale Kraft K_0 angreift, muß kleiner als der Wirkungsbereich 2ξ der Kraft sein. Da K_0 an dieser Stelle immer noch nicht bekannt ist, wird als erste Näherung stattdessen $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ aus Abb. 22 zur Berechnung von u_m verwendet. Das Ergebnis dieser Rechnung ist in Abb. 28 zu sehen.

Wie bei den früheren Rechnungen, in denen die elastischen Konstanten benötigt wurden, ist auch hier ein Fehlerband beim Kurvenverlauf für kleine Flußdichten anzubringen. Das Kriterium

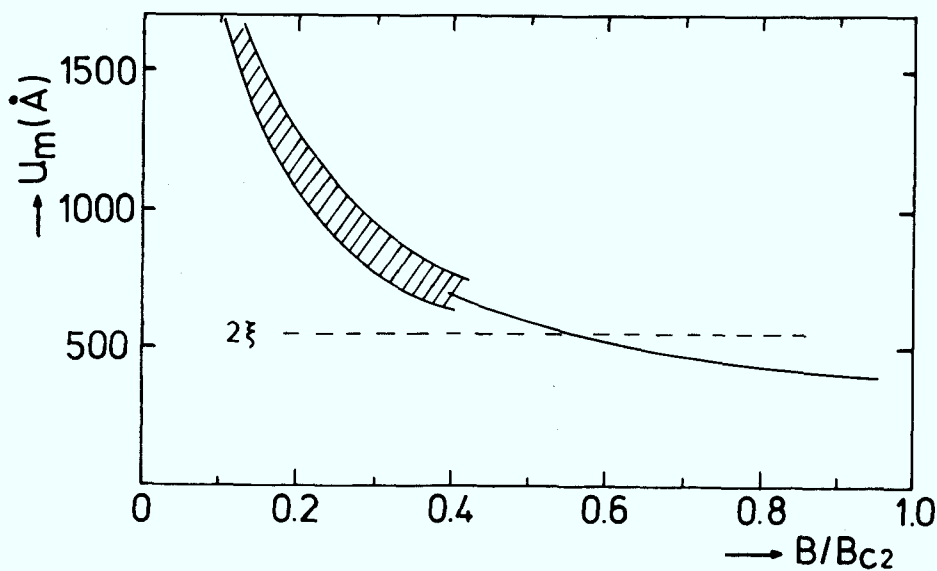


Abb. 28: Maximale Auslenkung u_m einer Flußlinie nach Gleichung (5.2) als Funktion der reduzierten Flußdichte b für Probe 4. $\xi = 270 \text{ \AA}$ für P4 (s. Tab. 1, S. 15).

(5.4) ist etwa für $0.5 \leq b \leq 1.0$ erfüllt. Da sich ξ und $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ für die anderen Proben nicht wesentlich unterscheiden, gilt diese Aussage auch für die restlichen Proben.

Diese Überlegungen zeigen also, daß die mittels Neutronenstreuung und dem benutzten Verfahren zur gradientenfreien Erzeugung eines FLG gemessenen mittleren Verankerungskräfte für $b \leq 0.5$ nicht mehr proportional zu den maximalen Haftkräften an einer Ausscheidung sind! Die gemessenen Werte $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ fallen gegen $b = 0$ hin ab, weil dann eine besondere Mittelung ins Spiel kommt, die B-abhängige Abweichungen von K_0 liefert.

5.2 Vergleich der gemessenen Einzelverankerungskraft mit der aus den Volumenkraftdichten berechneten

Ein wesentliches Ziel für diese Arbeit war, einen Vergleich der mit Neutronen gemessenen mittleren Verankerungskraft und der aus der statistischen Theorie von Labusch (1969) abgeleiteten Verknüpfung der Volumenkraftdichte P_V und der maximalen Einzelkraft K_0 anzustellen und die Gültigkeit dieser Theorie dadurch zu testen. Labusch gibt an

$$P_V = n_A d_y K_0^2 \frac{B}{\Phi_0} \frac{1}{2} G'(0) \quad \text{für} \quad \frac{\alpha}{4\pi c_{66}} \ll 1 \quad (5.5)$$

mit d_y = mittlere Dicke der Ausscheidungen senkrecht zum Feld. $G'(0)$ ist bereits in (5.3) definiert, die Bedeutung von α ist bei Gleichung (3.16) erläutert.

P_V konnte an den für die Neutronenstreuexperimente verwendeten scheibenförmigen Proben wegen ihres geringen Volumens nicht mit einer der herkömmlichen Methoden gemessen werden, die meist auf eine Bestimmung des Flußdichtegradienten in der Probe hinauslaufen (s. z.B. Campbell & Evetts 1972). Es existiert jedoch eine von Fuhrmans (1974) entwickelte Meßmethode für P_V , die nicht auf große Probenvolumina beschränkt ist. Hierzu wird die Probe um eine Achse senkrecht zur Feldrichtung in einem Magnetfeld rotiert. Die Flußlinien haben jedoch die Tendenz, im Magnetfeld ausgerichtet zu bleiben und verursachen daher eine die Drehbewegung hemmende viskose Reibung. Das resultierende Drehmoment kann man über die Verdrillung eines Torsionsfadens, an dem die rotierende Probe aufgehängt ist, messen und daraus die Volumenkraftdichte berechnen. Auf diese Weise wurde eine der Proben untersucht und P_V bestimmt.^x Das Ergebnis ist in Abb. 29 zu sehen.

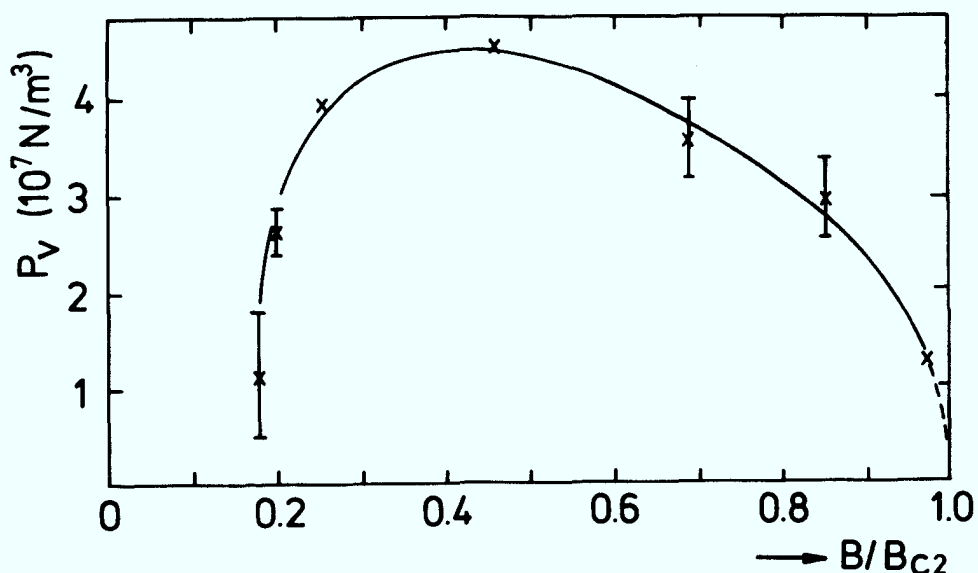


Abb. 29: Volumenkraftdichte P_V von Probe 2 bei 4.2 K als Funktion der reduzierten Flußdichte.^x

^x Für diese Messungen danke ich Herrn Dr. M. Fuhrmans, Institut für Angewandte Physik der Universität Münster.

Daraus wurden schließlich mittels Gleichung (5.5) innerhalb deren Gültigkeitsbereich einige Werte für K_0 berechnet. Hierzu wurde die mittlere Ausdehnung der Ausscheidungen d_y nach den in Kap. 2.2 beschriebenen Untersuchungen mit $660 \text{ \AA}$ eingesetzt und $G'(0)$ aus Abb. 26 entnommen. Das Ergebnis der Rechnung ist zusammen mit dem zu kleinen Feldern hin extrapolierten Verlauf von $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ in Abb. 30 eingezeichnet.

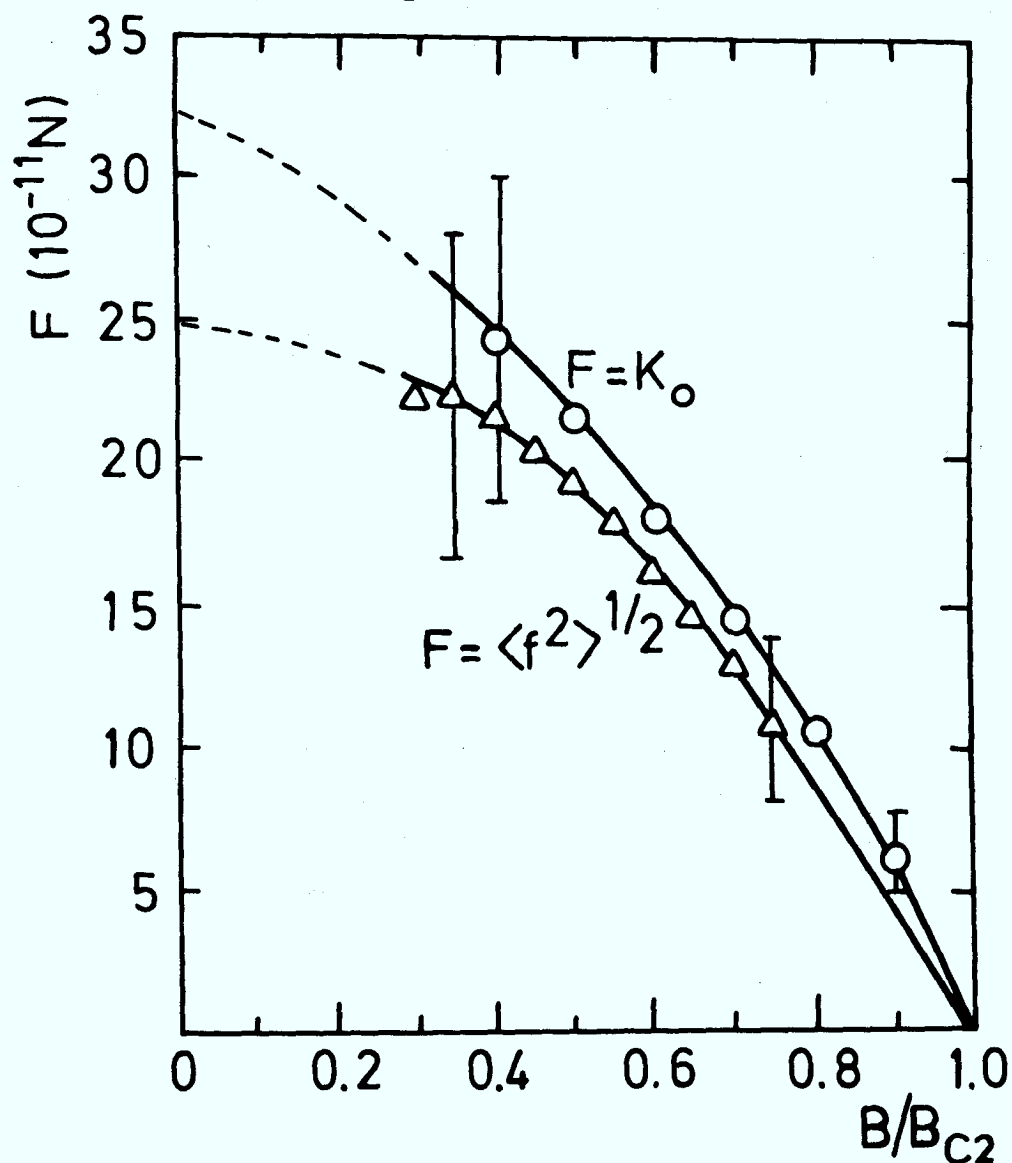


Abb. 30: Mittlere Verankerungskraft $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ für ($b \leq 0.4$ extrapoliert) und die aus P_y (Abb. 29) berechneten Werte der maximalen Verankerungskraft K_0 für Probe 2.

Die Übereinstimmung der mit ganz verschiedenen Meßmethoden und mit Hilfe völlig unterschiedlicher Theorien gewonnenen Werte für $\langle f^2 \rangle^{1/2}$ und K_0 scheint auf den ersten Blick außerordentlich be-

friedigend. Es muß aber daran erinnert werden, daß die angegebenen Fehler jeweils nur die experimentellen Unsicherheiten bei der Bestimmung der einzelnen Meßgrößen umfassen, und besonders von der ungenauen Kenntnis der Dichte der Verankerungspunkte geprägt sind. Wie schon vorher angedeutet (s. Kap. 4.3), bleibt für beide Theorien die zusätzliche Unsicherheit der Berechnung von C_{66} , das zudem verschieden in beide Theorien eingeht. Außerdem beruht die Theorie zur Berechnung von K_0 aus P_V auf der in Frage gestellten Gültigkeit des Modells des kritischen Zustands (s. z.B. Campbell & Evetts 1972) sowie auf einer Reihe von Vereinfachungen bei der Entwicklung der statistischen Theorie (Labusch 1969). Mit diesen Vorbemerkungen ist das experimentelle Ergebnis von Abb. 30 noch in Einklang mit dem nach Kap. 5.1 erwarteten Verhältnis der beiden Kräfte $\langle f^2 \rangle^{1/2} : K_0 \approx 1/\sqrt{3}$.

Es gibt nur noch ein weiteres Experiment, bei dem Volumenkraftdichten an einem System mit Nb_2N -Ausscheidungen gemessen wurden. Antesberger (1973) hat an $NbTa$ -Proben mit Nb_2 -Ausscheidungen mit einer herkömmlichen Methode P_V bestimmt und daraus mit Hilfe der Labusch-Theorie mittels Glg. (5.5) Einzelkräfte berechnet. Er erhält bei 4.2 K und $b = 0.5$ und $K_0 = 2.0 \cdot 10^{-11}$ N. Ein Mittelwert für $\langle f^2 \rangle^{1/2} \cdot \sqrt{3}$ in dieser Arbeit ist $30 \cdot 10^{-11}$ N. Aus der vorher begründeten Annahme, daß die Kernwechselwirkung als Verankerungsmechanismus dominiert, leiten Antesberger & Ullmaier (1974) aus Glg. (5.1) eine Abhängigkeit für K_0 von H_{c2} und κ_1 her:

$$K_0 = \left(\frac{\Phi_0 \mu_0 \pi}{32} \right)^{1/2} \cdot \frac{H_{c2}^{3/2}}{\kappa_1^2} \cdot d_z \quad \text{für } b \rightarrow 0 \quad (5.6)$$

d_z = Ausdehnung einer Ausscheidung in Flußlinienrichtung.

Wenn man über die Proportionalität zu $H_{c2}^{3/2} / \kappa_1^2$ die für beide Systeme unterschiedlichen supraleitenden Parameter berücksichtigt, reduziert sich der Unterschied der oben verglichenen Werte für die Einzelkraft auf einen Faktor 4. Diese Diskrepanz überrascht nicht in Anbetracht des groben Modells zur Herleitung von (5.6) sowie der in der Berechnung von K_0 aus P_V steckenden Annahmen und Näherungen und der Unsicherheit, die der von Antes-

berger (1973) verwendeten Methode zur Bestimmung der Ausscheidungsichte aus H_{c2} -Werten und den Stickstoffeinwaagen anhaftet (vgl. auch S. 14).

Der Vollständigkeit halber sei noch der aus (5.6) berechnete Wert von K_0 für die hier verwendeten Proben angegeben. Man erhält mit $d_z \approx 940 \text{ \AA}$ und den in Tab. 1 (S. 15) angegebenen Werten für H_{c2} und K_1 für alle Proben als Mittelwert

$$K_0 = 8 \cdot 10^{-11} \text{ N für } b \rightarrow 0.$$

Bei dieser Abschätzung ist lediglich die Kraft, die sich aus der Einsparung der Kondensationsenergie ergibt, berechnet worden. Es gibt aber noch andere Energiebeiträge, die eingespart werden, wenn eine Flußlinie durch einen normal leitenden Bereich verläuft, die hier nicht berücksichtigt sind und bei Niob die Kondensationsenergie übertreffen. Dies erklärt die Diskrepanz zwischen K_0 von $8 \cdot 10^{-11} \text{ N}$ aus der Abschätzung und dem für $b \rightarrow 0$ extrapolierten experimentellen Wert von $K_0 = 24 \cdot \sqrt{3} \cdot 10^{-11} = 40 \cdot 10^{-11} \text{ N}$.

Der Vergleich der in dieser Arbeit bestimmten mittleren Einzelverankerungskräfte mit den aus Volumenkraftdichten berechneten Einzelkräften zeigt also, daß beide Verfahren zu demselben Ergebnis führen, wenn man sich bewußt macht, daß man mit der Neutronenbeugungsmethode, d.h. der benutzten gradientenfreien Flußdichteverteilung, den quadratischen Mittelwert der Kraft mißt und diese Mittelung nicht die maximale Einzelkraft zwischen einer Flußlinie und einer Haftstelle liefert. Das ungute Gefühl, das man bisher bei der Interpretation der über die makroskopische Methoden gemessenen Kräfte haben mußte, scheint damit aus dem Weg geräumt.

Eine höhere absolute Genauigkeit kann man bei beiden Verfahren nur erreichen, indem man die Methoden verbessert, mit denen die Ausscheidungen in der Probe homogener verteilt und die Ausscheidungskonzentration in der Probe präziser bestimmt werden kann.

Von der physikalischen Seite her ist es notwendig, die Wechselwirkung der Flußlinien, die gemeinsam an einer Flußlinie verankert sind, in die Rechnung mit einzubeziehen und eine genaue Theorie des Verankerungsmechanismus zu erarbeiten, d.h. z.B. die Feldabhängigkeit der Kondensationsenergie zu berechnen.

ANHANG

Verknüpfung der makroskopisch meßbaren Größen, Flußdichte B und Streuwinkel ϑ_{hk} , mit den mikroskopischen Größen, Gitterparameter a und reziproker Gittervektor τ_{hk} . Vorausgesetzt sind Kleinwinkelnäherung $\sin \vartheta_{hk} \approx \vartheta_{hk}$, sowie hexagonales Flußliniengitter. Flußquantum $\Phi_0 = 2.07 \cdot 10^{-15}$ Vs, Geometriefaktor für eine Gitterebene $\{hk\}$: $p_{hk} = (h^2 + k^2 + hk)^{1/2}$, λ = Wellenlänge. Die angegebenen Zahlenfaktoren gelten, wenn a und λ in $\text{\AA}$, τ_{hk} in $\text{\AA}^{-1}$, B in G und ϑ_{hk} in Bogenminuten eingesetzt werden und ergeben die entsprechenden Größen in den genannten Einheiten.

Größe	als Funktion von			
	B	a	τ_{hk}	ϑ_{hk}
$B =$	—	$\frac{2\Phi_0}{\sqrt{3}} \cdot \frac{1}{a^2}$ $2.3902 \cdot 10^9$	$\frac{\sqrt{3}}{8\pi^2} \Phi_0 \cdot \left(\frac{\tau_{hk}}{p_{hk}}\right)^2$ $4.5409 \cdot 10^7$	$\frac{\sqrt{3}\Phi_0}{2} \cdot \left(\frac{\vartheta_{hk}}{\lambda p_{hk}}\right)^2$ $1.5169 \cdot 10^2$
$a =$	$\frac{2\Phi_0}{\sqrt{3}}^{1/2} \cdot \frac{1}{\sqrt{B}}$ $4.8890 \cdot 10^4$	—	$\frac{4\pi}{\sqrt{3}} \cdot \frac{p_{hk}}{\tau_{hk}}$ 7.2552	$\frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\lambda p_{hk}}{\vartheta_{hk}}$ $3.9696 \cdot 10^3$
$\tau_{hk} =$	$\left(\frac{8\pi^2}{\sqrt{3}\Phi_0}\right)^{1/2} \cdot p_{hk} \sqrt{B}$ $1.4840 \cdot 10^{-4}$	$\frac{4\pi}{\sqrt{3}} \cdot \frac{p_{hk}}{a}$ 7.2552	—	$2\pi \cdot \frac{\vartheta_{hk}}{\lambda}$ $1.8277 \cdot 10^{-3}$
$\vartheta_{hk} =$	$\left(\frac{2}{\sqrt{3}\Phi_0}\right)^{1/2} \lambda p_{hk} \sqrt{B}$ $8.1194 \cdot 10^{-2}$	$\frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \frac{\lambda p_{hk}}{a}$ $3.9696 \cdot 10^3$	$\frac{1}{2\pi} \cdot \lambda \tau_{hk}$ $5.4713 \cdot 10^2$	—

LITERATURVERZEICHNIS

- Abend, K. (1969) Berichte der Kernforschungsanlage Jülich
JOL-582-ZE
- Abend, K., Schmatz, W., Schelten, J. & Müller, K.D. (1970) Nuclear Instr. and Methods 83, 111
- Abrikosov, A.A. (1957) Zh. eksper. teor. Fiz. 32, 1442 bzw.
Soviet Phys.-JETP 5, 1174
- Antesberger, G. (1973) Berichte der Kernforschungsanlage Jülich
JOL-994-FF
- Antesberger, G. & Ullmaier, H. (1974) Phil. Mag. 29, 1101
- Auer, J. & Ullmaier, H. (1973) Phys. Rev. B 7, 136
- Bacon, G.E. (1962) "Neutron Diffraction", 2nd ed., Oxford
- Bauer, G., Zinken, A. & Tholen, A. (1974) Berichte der Kern-
forschungsanlage Jülich JOL-1075-FF
- Bozorth, R.M. & Chapin, D.M. (1942) J. Appl. Phys. 13, 320
- Campbell, A.M. & Evetts, J.E. (1972) Adv. in Physics 21, 199-428
- Cribier, D., Jacrot, B., Rao, L.M. & Farnoux, B. (1964) Phys.
Lett. 9, 106
- Cribier, D., Simon, Y. & Thorel, P. (1972) Phys. Rev. Lett. 28,
1370
- Dahlstrom, N. & Eyre, B.L. (1972) Met. Sc. J. 6, 96
- De Gennes, P.G. "Superconductivity of Metals and Alloys",
New York (1966)
- De Gennes, P.G. & Matricon, I. (1964) Rev. Mod. Phys. 36, 45
- Dew-Hughes, D. (1974) Phil. Mag. 30, 293
- Dollins, C. & Wert, C. (1969) Acta Met. 17, 711
- Essmann, V. & Träuble, H. (1967) Phys. Lett. A 24, 526
- Finnemore, D.K., Stromberg, T.F. & Swenson, C.A. (1966) Phys.
Rev. 149, 231
- Freyhardt, H.C. (1971) Phil. Mag. 23, 345
- Fuhrmans, M. (1974) Dissertation Universität Münster
- Fuhrmans, M. (1975) private Mitteilung
- Gebhardt, E., Fromm, E. & Rothenbacher, R. (1964) Metallwissen-
schaft und Technik 18, 691
- Gebhardt, E., Dürschnabel, W. & Hörz, G. (1966) J. Nucl. Mat.
18, 119
- Glatte, O. (1975) erscheint in J. Appl. Cryst.

- Goodman, B.B. (1962) IBM J. Res. Develop. 6, 63
- Guinier, A., "X-Ray Diffraction", San Francisco (1963)
- Harden, J.L. & Arp, V. (1963) Cryogenics 3, 105
- Kes, P.H., van der Klein, C.A.M. & de Klerk, D. (1973) J. Low Temp. Phys. 10, 759
- Kleiner, W.H., Roth, L.M. & Antler, S.H. (1964) Phys. Rev. 133, A 1226
- Kramer, L. (1973) Z. Physik 258, 367
- Labusch, R. (1967) phys. stat. sol. 19, 715
- Labusch, R. (1969) Crystal Lattice Defects 1, 1
- Labusch, R. (1969a) phys. stat. sol. 32, 439
- Labusch, R. (1975) erscheint in phys. stat. sol. (b)
- Lippmann, G., Schelten, J., Hendricks, R.W. & Schmatz, W. (1973) phys. stat. sol. (b) 58, 633
- Schelten, J. (1972) Kerntechnik 14, 86
- Schelten, J., Ullmaier, H. & Schmatz, W. (1971) phys. stat. sol. (b) 48, 619
- Schelten, J., Ullmaier, H. & Lippmann, G. (1972) Z. Physik 253, 219
- Schelten, J., Lippmann, G. & Ullmaier, H. (1974) J. Low Temp. Phys. 14, 213
- Schmatz, W., Springer, T., Schelten, J. & Ibel, K. (1974) J. Appl. Cryst. 7, 96
- Schober, T. & Antesberger, G. (1973) Scripta Met. 7, 731
- Taylor, A. & Doyle, N.J. (1967) J. Less Common Met. 13, 399
- Thorel, P., Kahn, R., Simon, Y. & Cribier, D. (1973) J. Phys. Radium 34, 447
- Ullmaier, H. (1973) Habilitationsschrift Technische Hochschule Aachen, Berichte der Kernforschungsanlage Jülich JOL-958-FF
- Weber, H.W., Schelten, J. & Lippmann, G. (1973) phys. stat. sol. (b) 57, 515
- Weber, H.W., Schelten, J. & Lippmann, G. (1974) J. Low Temp. Phys. 16, 367

Bei der Abfassung dieser Arbeit war ich bemüht, an geeigneter Stelle all denen zu danken, die mich bei der Probenpräparation, den metallurgischen Untersuchungen und bei speziellen Problemen der Auswertung unterstützt haben. Zusätzlich möchte ich mich bedanken bei Herrn K. Stange und Herrn W. Fisseler für die sorgfältige Ausführung der Abbildungen sowie bei Frau M.L. Klein für die gewissenhafte Bearbeitung des Manuskripts.

Herr Dr. G. Antesberger hat mir dankenswerterweise seine Experimentiereinrichtung zum Messen von Magnetisierungskurven zur Verfügung gestellt und mir dabei wie bei der Probenpräparation mit vielen praktischen Ratschlägen geholfen.

Herrn Dr. H. Ullmaier verdanke ich viele hilfreiche und nützliche Anregungen. Seiner Initiative ist es auch zuzuschreiben, daß sich Prof. Dr. R. Labusch vom Institut für Metallphysik der Universität Göttingen mit der Theorie zu den vorliegenden Messungen befaßt hat. Für die große Mühe und sein Engagement bei der Ausarbeitung der für eine sinnvolle Interpretation der Messungen notwendigen theoretischen Zusammenhänge schulde ich Prof. Labusch großen Dank.

Sehr herzlich danke ich Herrn Dr. J. Schelten, der in zahlreichen Diskussionen mit Vorschlägen und konstruktiver Kritik zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat.

Mein besonderer Dank gilt schließlich Herrn Prof. Dr. W. Schmatz, Direktor am Institut für Festkörperforschung der KFA Jülich, unter dessen Anleitung und Förderung diese Arbeit entstand. Er hat mit vielen klärenden Gesprächen und wertvollen Anregungen sein andauerndes Interesse am Fortgang dieser Arbeit bekundet.