

# Oberflächenmagnetisierung an flüssigem $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$

von  
Andreas Goris

Diplomarbeit in Physik

angefertigt am

Helmholtz- Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der

Mathematisch–Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich–Wilhelms–Universität Bonn

im Juni 2004

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate als solche kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. K. Maier

Koreferent: Prof. Dr. H. Hübel

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Physikalische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	Magnetismus . . . . .	3
2.1.1	Diamagnetismus . . . . .	4
2.1.2	Paramagnetismus . . . . .	4
2.1.3	Spontane magnetische Ordnung . . . . .	6
2.1.4	Domänen . . . . .	7
2.1.5	Temperaturverhalten und magnetischer Phasenübergang . . .	10
2.2	Unterkühlte Metallschmelzen . . . . .	12
2.2.1	Thermodynamische Grundlagen . . . . .	12
2.2.2	Keimbildung . . . . .	13
2.2.3	Das System $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ . . . . .	15
2.3	Elektromagnetische Levitation . . . . .	16
2.4	Magnetooptischer Kerr-Effekt . . . . .	17
<b>3</b>	<b>Experimenteller Aufbau</b>	<b>21</b>
3.1	Herstellung der $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ Proben . . . . .	21
3.2	Levitationsanlage . . . . .	22
3.2.1	Stabilisierung der Probe . . . . .	24
3.3	Messung der Proben­temperatur . . . . .	27
3.3.1	Quotientenpyrometer . . . . .	27
3.3.2	Temperaturkalibrierung . . . . .	29
3.4	Polarisationsmessung . . . . .	29
3.4.1	Laser . . . . .	29
3.4.2	Strahlführung . . . . .	30
3.4.3	Justage der Polarisationsrichtung . . . . .	32

3.5	Experimenteller Ablauf . . . . .	32
<b>4</b>	<b>Messergebnisse</b>	<b>35</b>
4.1	Fluxmetermessungen . . . . .	35
4.2	Kerr-Effekt Messungen . . . . .	36
<b>5</b>	<b>Diskussion</b>	<b>41</b>
<b>6</b>	<b>Ausblick</b>	<b>43</b>
<b>A</b>		<b>44</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Obwohl Magnetismus zu den am längsten bekannten physikalischen Phänomenen gehört, ist er doch auch gleichzeitig eines der am längsten unverstanden gebliebenen.

Der Hauptgrund für das frühe Wissen um die magnetische Kraftwirkung liegt im natürlichen Vorkommen des magnetischen Materials Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), von dem schon THALES VON MILET (um 625 - 546 v.Chr.) wusste, dass es Eisen anzieht. Er schrieb dessen Ursache einer anziehenden Seele im Magneten zu. ARISTOTELES (384-322 v.Chr.) beschrieb den Magnetismus als eine Übermittlung der Kraftwirkung des Magneten an den ihn umgebende Luft.

Die neuzeitliche Lehre des Magnetismus begründete WILLIAM GILBERT in seinem 1600 veröffentlichten Werk „*De magnete magneticisque corporibus et de magno magnete Tellure physiologia nova*“. Er war auch der erste, der das Ausrichten von Kompassnadeln darauf zurückführte, dass die Erde selbst magnetisch sein müsse. 1820 entdeckte H.C. ØRSTED den Elektromagnetismus, 1824 stellte D. POISSON eine Theorie des Magnetismus mit einem Flüssigkeitsmodell auf.

Eine erste Beschreibung des Magnetismus auf der Basis der Elektronentheorie stellte 1905 P. LANGEVIN auf, sie lieferte eine Erklärung für die Erscheinungsformen Dia- und Paramagnetismus und deren Temperaturverhalten. P. WEISS postulierte die Existenz von bestimmten Bereichen in ferromagnetischen Materialien, die eine spontane Magnetisierung aufweisen (Weissche Bezirke). W. HEISENBERG lieferte 1928 eine auf der Quantentheorie basierende Erklärung, die er auf den Ferromagnetismus anwandte.

Bis in die Mitte des letzten Jahrhunderts nahm man an, dass Ferromagnetismus an die feste Phase gebunden sei. Tatsächlich geht die magnetische Ordnung eines Materials oberhalb einer gewissen Temperatur, der CURIE-Temperatur verloren. Die

Curie-Temperatur liegt bei allen bekannten Materialien um mindestens 350K unterhalb der Schmelztemperatur, sodaß die ferromagnetischen Eigenschaften verloren gehen, lange bevor die flüssige Phase erreicht wird.

Diese Annahme musste allerdings mit der Idee der Unterkühlung von Metallschmelzen geändert werden. Dass Ferromagnetismus in amorphen, also ungeordneten Materialien auftreten kann, zeigte A.I. GUBANOV in theoretischen Überlegungen [Gub60].

1994 schließlich gelang es einer Arbeitsgruppe von Prof. Dr. K. Maier an der Universität Bonn bei einer unter die Curie Temperatur unterkühlte, flüssige  $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$  Legierung ferromagnetisches Verhalten nachzuweisen [PNH+94].

Ziel dieser Arbeit ist es, die Untersuchungen zur Magnetisierung im Bereich der Curie-Temperatur mittels des magnetooptischen Kerr-Effekts fortzuführen.

# Kapitel 2

## Physikalische Grundlagen

In der internationalen Literatur werden unterschiedliche Bezeichnungen für die magnetischen Größen benutzt. Daher sind zunächst die hier verwendeten Bezeichnungen und Definitionen aufgeführt:

$\vec{B}$ : magnetische Induktion, gemessen in Tesla = T = Vs/m<sup>2</sup>  $\hat{=}$  10<sup>4</sup> Gauß

$\vec{H}$ : magnetische Feldstärke, gemessen in A/m

$\vec{M}$ : Magnetisierung, gemessen in A/m

$\mu_0 = 4 \pi \cdot 10^{-7}$  Vs/Am : Induktionskonstante

$\mu_r$ : Permeabilität, dimensionslos

$\chi = \mu_r - 1$ : Suszeptibilität, dimensionslos

$\mu_B = e\hbar/2m_e = 9,2740 \cdot 10^{-24}$  Am<sup>2</sup> : Bohr-Magneton

### 2.1 Magnetismus

Die Induktion  $\vec{B}$  ist im Vakuum proportional zur Feldstärke  $\vec{H}$ :

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$$

In Materie ändert sich der Zusammenhang zwischen  $\vec{B}$  und  $\vec{H}$ . Diese Änderung wird entweder multiplikativ durch die Größe  $\mu_r$  berücksichtigt:

$$\vec{B} = \mu_0 \mu_r \vec{H}$$

oder additiv durch die Magnetisierung  $\vec{M}$ :

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) = \mu_0(1 + \chi)\vec{H}$$

Permeabilität  $\mu_r$  und Suszeptibilität beschreiben beide die magnetischen Eigenschaften der betreffenden Materie und sind verknüpft durch:  $\mu_r = 1 + \chi$ .

Die Suszeptibilität  $\chi$  wird dabei definiert als:

$$\chi = \frac{dM}{dH}$$

und erlaubt eine einfache Einteilung der verschiedenen Erscheinungsformen des Magnetismus. Dabei kann die Magnetisierung  $\vec{M}$  parallel zum Feld  $\vec{H}$  ausgerichtet sein ( $\chi > 0$ ), oder antiparallel ( $\chi < 0$ ), je nachdem, ob die Bahn- oder die Spinnomente dominieren.

Man unterscheidet je nach Ursache ihrer Entstehung verschiedene Formen des Magnetismus, die im folgenden näher beschrieben werden.

### 2.1.1 Diamagnetismus

Diamagnetismus ist eine Eigenschaft aller Stoffe. Er ist darauf zurückzuführen, dass durch ein äußeres Magnetfeld in den Bahnmomenten eines Material Kreisströme induziert werden. Das mit den Kreisströmen verbundene magnetische Moment ist dem äußeren Magnetfeld gemäß der Lenzschen Regel entgegengesetzt. Für die Suszeptibilität  $\chi$  ergibt sich daher ein negativer Wert. Ein Diamagnet wird somit vom äußeren Feld abgestoßen.

Typische Werte der Suszeptibilität von diamagnetischen Stoffen liegen in der Größenordnung von  $-10^{-5}$  (Abb. 2.1) und zeigen nahezu keine Temperaturabhängigkeit. Eine Ausnahme hiervon bilden die Supraleiter vom Typ 1, die in Bereichen unterhalb der Sprungtemperatur eine Suszeptibilität von -1 aufweisen. Diese sind damit ideale Diamagnete und verdrängen ein Magnetfeld, bis auf eine Randschicht von ca. 100nm, vollständig (*Meissner-Ochsenfeld-Effekt*).

### 2.1.2 Paramagnetismus

Liegt keine abgeschlossene Schalenstruktur oder eine ungerade Anzahl an Elektronen vor, so wird der diamagnetische durch einen paramagnetischen Anteil überkompensiert. Paramagnetische Materialien besitzen eine Suszeptibilität von  $10^{-3}$  bis  $10^{-5}$  (Abb. 2.1).



Durch die nicht abgeschlossenen Schalen haben paramagnetische Stoffe permanente magnetische Momente, die untereinander nur schwach wechselwirken. Ohne äußeres Feld sind die magnetischen Momente statistisch verteilt. Legt man ein Magnetfeld an, so richten sich die Dipole aufgrund des dann wirkenden Drehmoments parallel zu den Feldlinien aus. Die thermische Bewegung wirkt dieser Ausrichtung jedoch entgegen, sodaß die Anzahl der Momente parallel zum Feld von der Temperatur und der Stärke des Feldes abhängt. Bei einem äußeren Feld von einem Tesla und Raumtemperatur sind daher typischerweise weniger als ein Prozent der Momente parallel zum Feld ausgerichtet. Sobald das äußere Feld abgeschaltet wird, geht die magnetische Ordnung verloren.

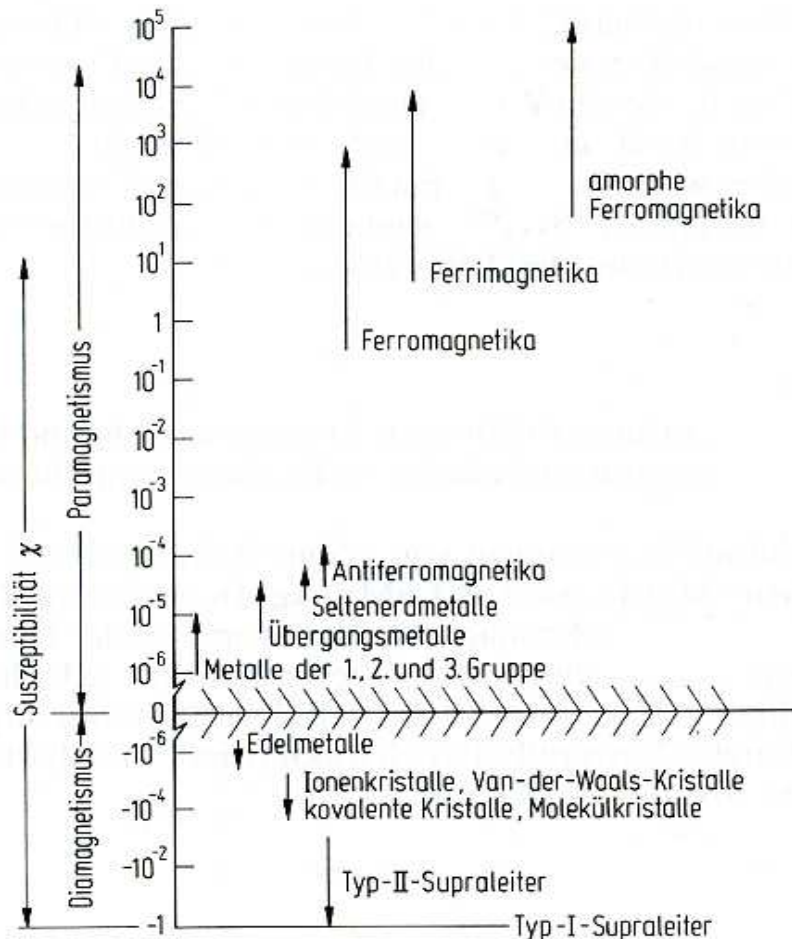


Abbildung 2.1: Suszeptibilitätswerte der verschiedenen Erscheinungsformen des Magnetismus. Man beachte die logarithmische Darstellung der Ordinate [KL92]

Die Temperaturabhängigkeit der paramagnetischen Suszeptibilität  $\chi_{para}$  folgt dem Curieschen Gesetz:

$$\chi_{para} = \frac{C_m}{T}$$

mit der Curiekonstanten  $C_m$

### 2.1.3 Spontane magnetische Ordnung

Substanzen, die permanente magnetische Momente enthalten, können unterhalb einer kritischen Temperatur, der Curie-Temperatur, in einen magnetisch geordneten Zustand, also eine spontane Magnetisierung ohne äußeres Feld übergehen. Die Ursache hierfür liegt in der gegenseitigen Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten der Atome bzw. den damit verbundenen Elektronenspins.

Im Heisenberg-Modell [Hei26] wird die Austauschenergie zweier Gitteratome beschrieben durch den Austauschterm mit den Spinvektoren  $\vec{S}_i$  und  $\vec{S}_j$  :

$$H = -2J_{ij}\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j$$

Das Austauschintegral  $J_{ij}$  ergibt sich dabei aus der Überlappung der beiden Gitteratome und kann nur in den einfachsten Fällen direkt ausgerechnet werden. Aber auch ohne Überlappung der Ortswellenfunktionen kann eine Austauschwechselwirkung stattfinden. Diese Art der Kopplung geschieht indirekt, z.B. indem ein diamagnetisches Ion zwischen zwei magnetischen Ionen vermittelt, man spricht auch von „Superaustausch“.

Bei einigen seltenen Erden ist das magnetische Moment durch die 4f Elektronen bedingt, deren gegenseitige Überlappung jedoch vernachlässigbar klein ist. Hier erfolgt die Kopplung durch die Leitungselektronen, die durch das magnetische Moment der Atomrümpfe ausgerichtet werden. Diese nach ihren Entdeckern benannte RKKY-Wechselwirkung [RK54, Kas56, Yos75] zeigt eine lange Reichweite und oszillatorisches Verhalten, denn je nach Abstand zweier Atomrümpfe resultiert ein ferro- oder antiferromagnetisches Verhalten.

Das Austauschintegral im Heisenberg-Modell wurde ursprünglich zur Behandlung der direkten Austauschwechselwirkung eingeführt. Es lässt sich aber auch zur Beschreibung der indirekten Wechselwirkung verwenden, wobei dann eine andere Interpretation verwendet wird [Kop89]. Näheres zur Theorie des kollektiven Magnetismus in [Nol86].

Je nach Ausrichtung der Spins untereinander unterscheidet man verschiedene Formen der magnetischen Ordnung (Abb. 2.2).

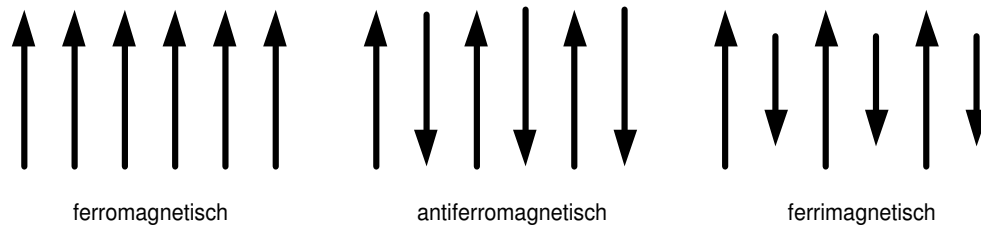


Abbildung 2.2: **Links:** Beim Ferromagnetismus findet sich eine parallele Spinanordnung. **Mitte:** Antiferromagnete bilden eine antiparallele Spinanordnung, die Magnetisierung mittelt sich zu Null. **Rechts:** Ferrimagnetismus, eine dem Antiferromagnetismus ähnliche Struktur, die Spins in einer Richtung sind vom Betrag her jedoch ungleich den zu ihnen antiparallelen Spins.

**Ferromagnetismus:** Hier sind alle Spins parallel ausgerichtet, auch ohne ein äusseres Magnetfeld erreicht man eine hohe Sättigungsmagnetisierung unterhalb der Curie-Temperatur. Eisen, Nickel und Kobalt gehören zu den ferromagnetischen Stoffen. Auch Gadolinium ist ferromagnetisch, hier liegt die Curie-Temperatur allerdings bei nur 290K, sodass die magnetische Ordnung schon bei Raumtemperatur verloren geht.

**Antiferromagnetismus:** Die Spins sind unterhalb der kritischen Néel-Temperatur antiparallel ausgerichtet und kompensieren sich gegenseitig. Daher ist trotz geordneter Zustände der Spins die Magnetisierung ohne äußeres Feld Null. Beispiele für antiferromagnetische Stoffe sind MnO, FeO, CoO, NiO und Cr.

**Ferrimagnetismus:** Hierbei handelt es sich um eine antiferromagnetische Ordnung, wobei sich die benachbarten magnetischen Momente wegen unterschiedlicher Größe nur teilweise kompensieren. Unterhalb der Néel-Temperatur bleibt daher eine Restmagnetisierung übrig. Ferrimagnete werden auch als Ferrite bezeichnet, wozu auch das seit alters her bekannte Magnetit zählt.

#### 2.1.4 Domänen

Obwohl die Elektronenspins eine magnetische Ordnung aufweisen, ist die Magnetisierung nicht immer nach aussen sichtbar. Ohne äußeres Feld zerfällt die Magnetisierung des Materials in eine energetisch günstigere Anordnung unterschiedlich orientierter magnetischer Domänen, den *Weisschen Bezirken*, die eine Größe von 1-100  $\mu\text{m}$  aufweisen und selbst bis zur Sättigung magnetisiert sind. In diesen Bezirken sind die Spins also zum grössten Teil in einer bestimmten Richtung orientiert, in einem Kristall ist dies vorzugsweise eine *leichte Richtung*.

Erst durch Anlegen eines starken äußeren Feldes drehen sich die Spins in den Domänen in die vorgegebene Richtung. Diese Drehung vollzieht sich jedoch nicht stetig, sondern sprunghaft (*Barkhauseneffekt*), da sich in den Wänden zwischen den Domänen, den *Bloch-Wänden*, eine Spannung aufbaut, die mit der Erhöhung des äußeren Feldes sukzessive abgebaut wird. Die Domänen in der vom Feld vorgegebenen Richtung wachsen auf Kosten anders ausgerichteter Domänen und klappen schließlich um, bis alle Bereiche ausgerichtet sind und die Sättigungsmagnetisierung erreicht ist (Abb. 2.3).

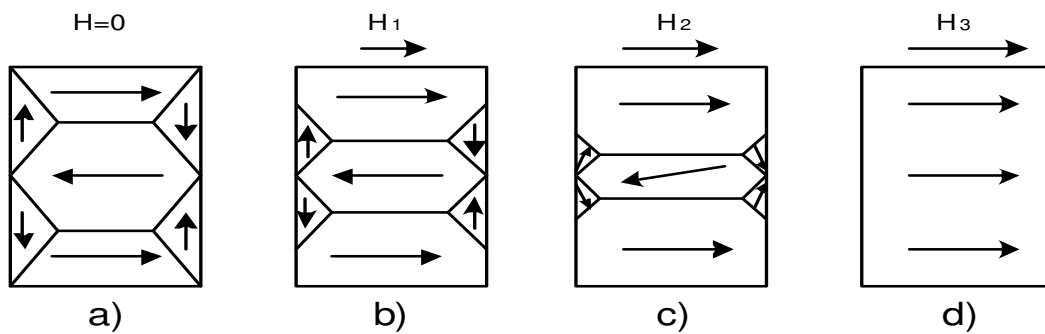


Abbildung 2.3: Entstehung der Domänen: a) Das äussere Feld  $H$  ist gleich Null, die Domänenstruktur bildet ein nach aussen möglichst geringes Streufeld b) Es wird ein schwaches Feld  $H_1$  angelegt, die Domänenwände verschieben sich c) das Feld wird verstärkt auf  $H_2$ , erste Drehungen der Domänen sind zu beobachten d) Das äussere Feld  $H_3$  ist stark genug um alle Domänen auszurichten

Die Ausbildung von Domänen ist ein charakteristisches Verhalten von Festkörpern, die eine spontane magnetische Ordnung zeigen. Eine typische Domänenstruktur eines Ni-Einkristalls ist in Abb.2.4 zu sehen.

Die Aufteilung der Domänen erfolgt grundsätzlich so, daß die von den Oberflächenladungen erzeugte Streufeldenergie möglichst gering wird. Das erklärt auch die lamellenartige Struktur, bei denen benachbarte Domänen meist eine Antiparallele oder um  $90^\circ$  gedrehte Spinstruktur zueinander aufweisen. In den Domänenwänden erfahren die Spins eine Drehung in die Spinrichtung der benachbarten Domäne. Die Stärke der Wände ergibt sich aus einem Gleichgewicht zwischen der Austauschenergie, die eine möglichst große Wanddicke bevorzugt, und der Kristallenergie, die eine kleine Wanddicke begünstigt. Für Kobalt liegt die Wanddicke bei 16nm.

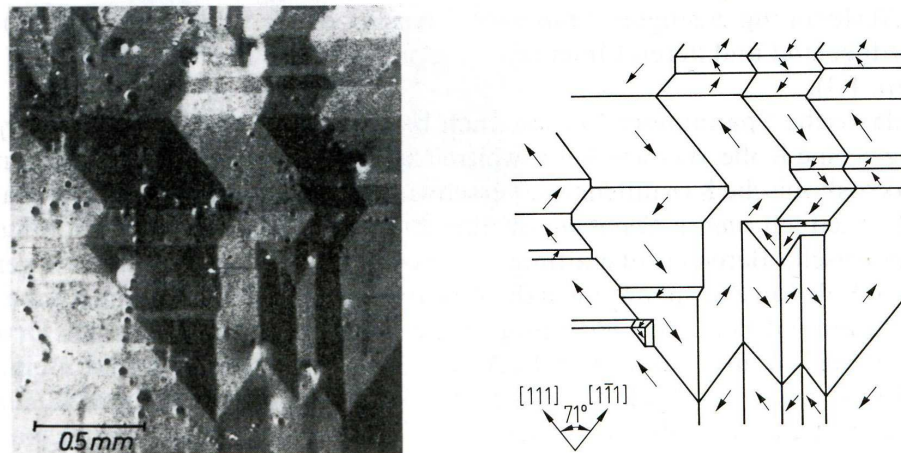


Abbildung 2.4: Darstellung der Domänen eines Ni-Einkristalls, Aufnahmetechnik: magnetooptischer Kerr-Effekt. Rechts: schematische Darstellung der Domänenstruktur mit Angabe der Spinrichtung

Da es aber in einer Flüssigkeit keine Vorzugsrichtungen gibt, stellt sich die Frage, wie sich die Domänen in diesem Fall ausbilden oder ob die Flüssigkeit möglicherweise selbst eine Domäne darstellt. B. Groh und S. Dietrich [GD97] haben hierzu ein Modell entwickelt, das die Ausrichtung der Spins in einer Flüssigkeit bei minimalem Streufeld zeigt (Abb. 2.5). Auf der Oberfläche des kugelförmigen Flüssigkeitstropfen verlaufen die Spins parallel zueinander.

Man verwendet je nach Anwendung drei verschiedene Methoden, um die Domänenstruktur sichtbar zu machen:

- **Bitter-Streifen-Technik:** Trägt man auf einer ferromagnetischen Probe einen dünnen Film einer Lösung auf, in der sich mikroskopische ferromagnetische Teilchen befinden (kolloidale Lösung), so lagern sich die Teilchen in den Bereichen großer Feldgradienten an. Sie sammeln sich daher im Bereich der Domänenwände, die so sichtbar gemacht werden können. Diese Methode eignet sich allerdings nur in einem Temperaturbereich nahe der Raumtemperatur.
- **Lorentz-Mikroskopie:** Treten Elektronenstrahlen durch eine dünne ferromagnetische Schicht, so werden sie aufgrund der Lorentzkraft abgelenkt. Diese Ablenkung kann zur Kontrasterzeugung und damit Sichtbarmachung der unterschiedlich stark magnetisierten Bereichen verwendet werden.

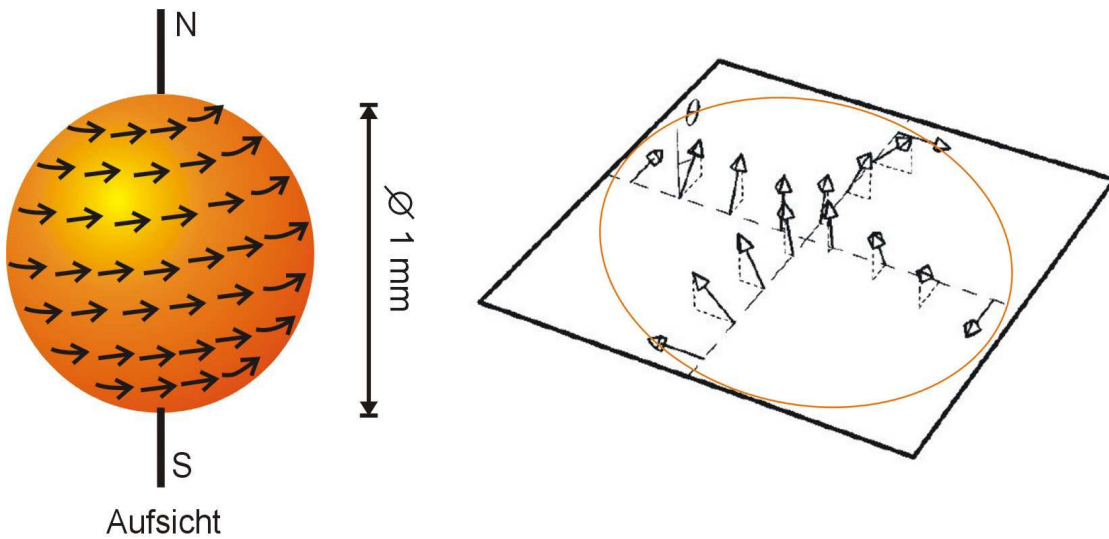


Abbildung 2.5: Links: bei einer ferromagnetischen Flüssigkeit erwartet man an der Oberfläche eine vortexförmige Struktur. Die Spins sind parallel zueinander ausgerichtet. Rechts: äquatorialer Schnitt durch die Kugel, die Spins zeigen in der Mitte nach oben und klappen nach aussen hin um. [GD97]

- **Magnetooptischer Kerr-Effekt (MOKE):** Polarisiertes Licht ändert bei der Reflektion an einer ferromagnetischen Oberfläche seine Polarisationsrichtung. Die Änderung des Drehwinkels ist proportional zur Magnetisierung der Oberfläche. Da der Kerr-Effekt berührungslos und in Reflektion arbeitet, ist er für dieses Experiment die optimale Methode. Mehr zum MOKE in Kapitel 2.4.

Einen umfassenden Einblick in die Theorie und Darstellung von magnetischen Domänen findet sich in [HS98].

### 2.1.5 Temperaturverhalten und magnetischer Phasenübergang

Die thermische Unordnung wirkt der spontanen magnetischen Ordnung durch die Austauschwechselwirkung entgegen, daher zeigen ferromagnetische Materialien eine ausgeprägte Temperaturabhängigkeit: mit steigender thermischer Energie nimmt die Magnetisierung ab, bis schliesslich bei der kritischen Curie-Temperatur die magnetische Ordnung verlorengeht und das Material paramagnetisch wird. Die maximale Magnetisierung wird dementsprechend bei einer Temperatur von 0K erreicht. Der Übergang vom ferromagnetischen zum paramagnetischen Zustand ist ein thermo-

dynamischer Phasenübergang zweiter Ordnung, man spricht analog dazu auch von einem *magnetischen Phasenübergang*.

Man unterscheidet prinzipiell zwischen drei verschiedenen Temperaturbereichen: dem Tieftemperaturbereich  $T < T_C$ , dem *kritischen Temperaturbereich*  $T \approx T_C$  und dem Hochtemperaturbereich  $T > T_C$ .

**Tieftemperaturbereich:** Am absoluten Temperaturnullpunkt ist die spontane Magnetisierung maximal und gleich der Sättigungsmagnetisierung  $M_s = M_0$ . Erhöht man die Temperatur, so nimmt die Magnetisierung stetig ab bis sie schließlich kurz vor Erreichen der Curie-Temperatur gegen Null geht (*ferromagnetische Curie-Temperatur*, s. Abb 2.6). Nach der Spinwellentheorie folgt die Temperaturabhängigkeit dabei dem Blochschen  $T^{3/2}$  Gesetz:

$$\frac{\vec{M}_S(0) - \vec{M}_S(T)}{\vec{M}_S(0)} \propto T^{3/2},$$

welches das tatsächliche Verhalten für die meisten Ferromagnete im Tieftemperaturbereich recht gut wiedergibt.

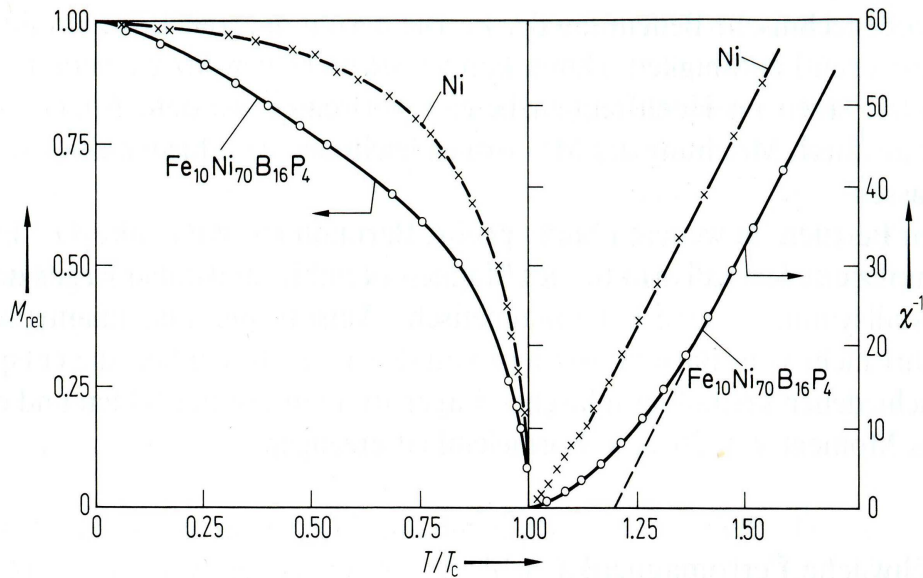


Abbildung 2.6: Links ist die relative Magnetisierung  $M_{rel}$ , die bei Erreichen der ferromagnetischen Curie-Temperatur gegen Null geht, rechts die Suszeptibilität für kristallines Nickel und eine amorphe Legierung gegen den Quotienten  $T/T_C$  aufgetragen. Beide Stoffe zeigen qualitativ ähnliches Verhalten. Die Extrapolation von  $\chi^{-1}$  gegen 0 führt auf die paramagnetische Curie-Temperatur  $\Theta$  [KL92]

**Kritischer Temperaturbereich:** Im kritischen Bereich um die Curie-Temperatur unterscheidet man wiederum drei verschiedene Temperaturbereiche, bei denen man jeweils unterschiedliche Potenzabhängigkeiten für die Magnetisierung bzw. die Suszeptibilität findet:

$$T < T_C : M_S(T) \propto |T - T_C|^\beta$$

$$T = T_C : M_S(T) \propto H^{1/\delta}$$

$$T > T_C : \chi(T) \propto (T - T_C)^{-\gamma}$$

Dabei sind  $\beta, \gamma$  und  $\delta$  die *kritischen Exponenten*, die durch  $\gamma = \beta(\delta - 1)$  miteinander verknüpft sind und für die folgende Werte experimentell ermittelt wurden:  $\beta \approx 0,3-0,4$ ,  $\gamma \approx 1,3-1,4$  und  $\delta \approx 4-5$ . Der Grund für die Ähnlichkeit der Exponenten bei verschiedenen Materialien liegt in der nahe  $T_C$  extrem großen Kohärenzlänge, die über kleinere, materialspezifische Fluktuationen mittelt.

**Hochtemperaturbereich:** Oberhalb der Curie-Temperatur geht die ferromagnetische Ordnung verloren. Man beschreibt das magnetische Verhalten des Systems in diesem Bereich daher nicht mehr durch die Magnetisierung, sondern durch die Suszeptibilität  $\chi$ . Auf der rechten Seite von Abb. 2.6, für Temperaturen oberhalb der ferromagnetischen Curie-Temperatur  $T_C^f$  ist die inverse Suszeptibilität  $\chi^{-1}$  aufgetragen. Extrapoliert man die so erhaltene Gerade für  $\chi^{-1} \rightarrow 0$  so erhält man die paramagnetische Curie-Temperatur  $\Theta$ .

## 2.2 Unterkühlte Metallschmelzen

Materialien können unter die Schmelztemperatur abgekühlt werden, ohne in die feste Phase überzugehen. Dieses Phänomen nennt man *Unterkühlung*. So kann Wasser z.B. auf  $-30^\circ\text{C}$  abgekühlt werden, ohne zu kristallisieren.

### 2.2.1 Thermodynamische Grundlagen

Ein thermodynamisches System im Gleichgewichtszustand wird durch die thermodynamischen Potentiale beschrieben, wozu die innere Energie  $U$ , die freie Energie  $F$ , die Enthalpie  $H$  und die Gibbsche bzw. freie Enthalpie  $G$  gehören.

In den meisten Anwendungen nutzt man die freie Enthalpie  $G$  zur Beschreibung des Systems, da deren natürliche Parameter, der Druck  $p$  und die Temperatur  $T$ , leicht zu kontrollieren sind. Für jeden Gleichgewichtszustand nimmt dabei die freie



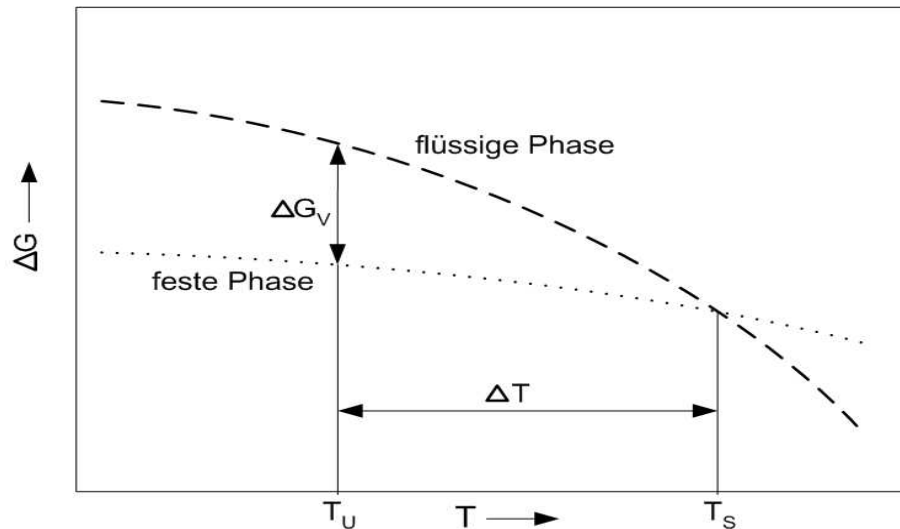


Abbildung 2.7: Die freie Enthalpie  $\Delta G$  aufgetragen gegen die Temperatur  $T$  für die feste und die flüssige Phase. Die existierende Phase wird durch den jeweils niedrigsten Wert für  $\Delta G$  bestimmt. Wird die Schmelze um  $\Delta T$  unterkühlt, so ist die entstehende Enthalpiedifferenz  $\Delta G$  die treibende Kraft für einen Phasenübergang.

Enthalpie den niedrigsten Wert an und es gilt:

$$\Delta G = \Delta(H - TS).$$

Hierbei ist  $S$  die Entropie und  $H = U + pV$  die Enthalpie mit dem Volumen  $V$ . Abb 2.7 zeigt den Verlauf der freien Enthalpie für die feste und flüssige Phase mit steigender Temperatur. Der jeweils stabile Zustand liegt beim niedrigsten Wert für die freie Enthalpie vor. Unterkühlt man die Substanz unter die Schmelztemperatur, so nimmt die freie Energie  $\Delta G$  zu und es liegt ein metastabiler Zustand vor.

### 2.2.2 Keimbildung

Der Übergang von flüssig zu fest bildet sich zunächst in kleinen Bereichen, den *Keimen* aus. Diese Keime stellen einige hundert Atome grosse, feste Inseln innerhalb der Flüssigkeit dar und lösen sich unterhalb einer kritischen Grösse leicht wieder auf. Zwischen den festen Keimen und der sie umgebenden Flüssigkeit entstehen Grenzflächen, zu deren Entstehung die freie Enthalpie  $\Delta G_{grenz}$  aufgebracht werden muss. Andererseits verringert sich die freie Enthalpie pro Volumen  $\Delta G_V$  beim Phasenübergang von flüssig nach fest. Insgesamt muß  $\Delta G = \Delta G_{grenz} + \Delta G_V$  mit wachsendem

Volumenanteil der neuen Phase abnehmen, die freiwerdende Erstarrungsenergie muß also grösser sein als die aufzubringende Energie zur Oberflächenbildung.

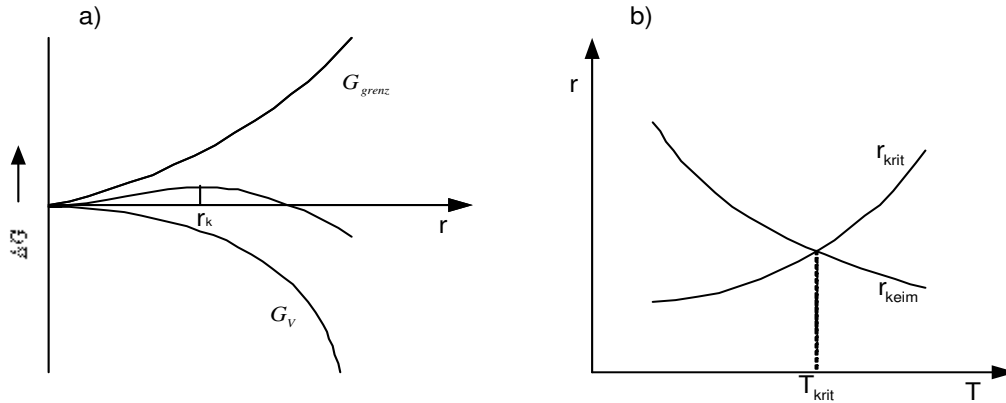


Abbildung 2.8: a) Abhängigkeit der Enthalpieänderung von der Keimgrösse: mit zunehmendem Keimradius steigt  $\Delta G$  durch Vergrösserung der Oberfläche, gleichzeitig sinkt  $\Delta G$  durch den Phasenübergang des entsprechenden Volumens, es resultiert eine Kurve, die ihr Maximum beim kritischen Keimradius  $r_k$  hat, erst dann kann der Keim weiter wachsen. b) Nimmt die Temperatur ab, so steigt die Grösse der entstehenden Keime, gleichzeitig verringert sich die kritische Grösse ab der die Kristallisation der Flüssigkeit einsetzt. Oberhalb von  $T_{krit}$  lösen sich die Keime auf, unterhalb wachsen sie weiter.

Der Keim erreicht einen stabilen Zustand, wenn eine kritische Keimgrösse  $r_k$  erreicht ist. Ist der Keimradius grösser als  $r_k$  so dehnt sich der Keim weiter aus und die Schmelze erstarrt (Abb. 2.8a). Die kritische Keimgrösse, die mindestens nötig ist um einen Phasenübergang herbeizuführen, sinkt mit abnehmender Temperatur. Gleichzeitig steigt jedoch die Grösse der entstehenden Keime in der Flüssigkeit, sodass der Phasenübergang von flüssig zu fest mit sinkender Temperatur immer wahrscheinlicher wird (Abb. 2.8b).

Wenn der kritische Keimradius aufgrund zu starker Unterkühlung überschritten wird, so kommt es zur *Rekaleszenz*: die Probe kristallisiert und setzt innerhalb weniger Mikrosekunden die gesamte durch die Unterkühlung gespeicherte latente Wärme frei und die Erstarrung pflanzt sich mit bis zu 35 m/s durch die Flüssigkeit fort [VWWH98]. Diese plötzliche Freisetzung der Energie erhöht die Temperatur der Probe sprunghaft und kann als *Rekaleszenzblitz* beobachtet werden. Bei einer Unterkühlung von 340K beträgt die kritische Keimgrösse nach einer groben Abschätzung 1000 Atome [Res96].

Die bisher besprochene Keimbildung resultiert aus Clusterbildung im Material

selbst und wird daher *homogene Keimbildung* genannt. Im Gegensatz dazu entsteht die *heterogene Keimbildung* durch Kontakt der Probe mit kristallinen Fremdphasen, wie z.B. Schmutz oder Tiegelwänden etc.

### 2.2.3 Das System $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$

Um Ferromagnetismus in einer Flüssigkeit nachweisen zu können, benötigt man ein Material, dessen Schmelztemperatur  $T_{liq}$  möglichst nahe an der Curie Temperatur  $T_C$  liegt. Optimal geeignet ist eine Legierung aus Kobalt (Co) und Palladium (Pd). mit einem Atomprozentanteil von 80% Co und 20% Pd. Unter allen binären Legierungen hat diese den kleinsten Abstand zwischen  $T_C = 1271\text{K}$  und  $T_{liq} = 1621\text{K}$ , beträgt also  $350\text{K}$  [Bak92]

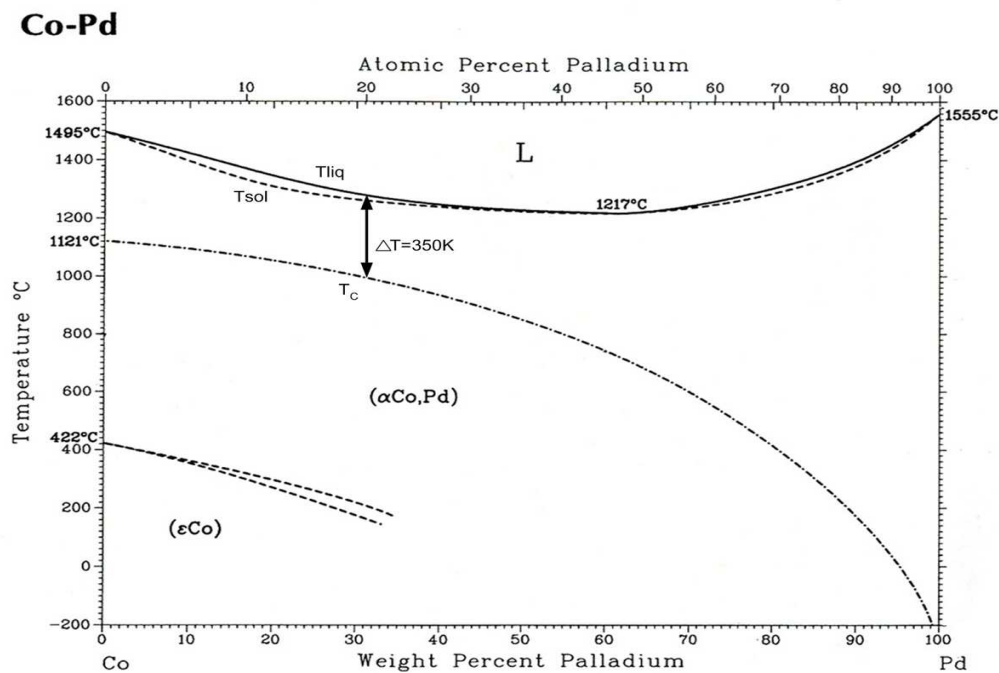


Abbildung 2.9: Phasendiagramm der Legierung Kobalt-Palladium. Die obere, durchgezogene Linie kennzeichnet den Verlauf der Liquidustemperatur, direkt darunter, gestrichelt, die Solidustemperatur. Die strichpunktierte Linie unter  $T_{sol}$  gibt den Verlauf der Curie-Temperatur wider. Zwischen der Liquidustemperatur und der Curie-Temperatur gibt es ein Abstandsminimum bei einem Atomprozentverhältnis von 80 zu 20 von  $350\text{K}$ . Das System ist über den gesamten Konzentrationsbereich vollständig mischbar und nimmt oberhalb von  $422^\circ\text{C}$  eine kubisch flächenzentrierte Struktur an [Bak92].

Im Gegensatz zu einkomponentigen Systemen, die eine feste Schmelztemperatur haben, gibt es bei Legierungen einen ganzen Schmelzbereich, in dem beide Phasen koexistieren können. Dieser Bereich wird zur festen Phase begrenzt durch die Solidustemperatur  $T_{sol}$  und zur flüssigen Phase durch die Liquidustemperatur  $T_{liq}$  (Abb. 2.9).

$\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$  ist über den gesamten Konzentrationsbereich vollständig mischbar, daher ist die Bildung von Ausscheidungen ausgeschlossen. Da das System oberhalb 700K eine kubisch-flächenzentrierte (kfz) Struktur aufweist, kommt es der Nahordnung in einer Flüssigkeit mit dichtester Kugelpackung sehr nahe, sodass die magnetische Struktur in beiden Phasen vergleichbar sein sollte.

## 2.3 Elektromagnetische Levitation

Um heterogene Keimbildung und damit eine frühe Rekaleszenz zu verhindern, sollte die  $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$  Probe nach Möglichkeit keinen Kontakt mit einem Tiegel oder ähnlichen Behälter haben. Als optimale Methode bietet sich hier das berührungslose Verfahren der *elektromagnetischen Levitation* an.

Dazu wird die feste Probe in einer Spule platziert, die von einem hochfrequenten Wechselstrom durchflossen wird. Die Hochfrequenz erzeugt in der Probe Wechselströme, die gemäß der Lenzschen Regel ihrer Ursache, also dem Feld der Spule entgegengerichtet sind. Bei einem inhomogenen Feld wird die Probe somit in feldschwächere Bereiche gedrängt. Durch die so entstehende Levitationskraft  $\vec{F}_L$  kann die Gravitationskraft kompensiert und die Probe zum Schweben gebracht werden [AK23a, AK23b].

Da die Probe einen endlichen Widerstand aufweist ist nicht nur ein Schweben möglich, gleichzeitig erreicht man durch das Wechselfeld ein Aufheizen der Probe. Die dabei aufgenommene Leistung  $P_L$  und die Levitationskraft  $\vec{F}_L$  sind gegeben durch:

$$P_L \propto F(x)\rho(T)r\vec{H}^2$$

$$\vec{F}_L \propto G(x)r^3(\vec{H} \cdot \vec{\nabla})\vec{H},$$

wobei  $\rho(T)$  der Widerstand  $r$  der Radius der Probe und  $\vec{H}$  die Amplitude des magnetischen Wechselfelds bedeuten.

Die Hochfrequenz wird mit einer Leistung von 1.2kW in die Spule eingebracht, das entspricht einem Spulenstrom von 42A. Bei einem Probendurchmesser von ca.

1mm und einem Gewicht von ca. 11mg wird eine Frequenz von 18MHz gewählt. Da die Levitationskraft nur im Bereich der Skintiefe angreift, kann man die für eine bestimmte Probengröße optimale Frequenz errechnen.

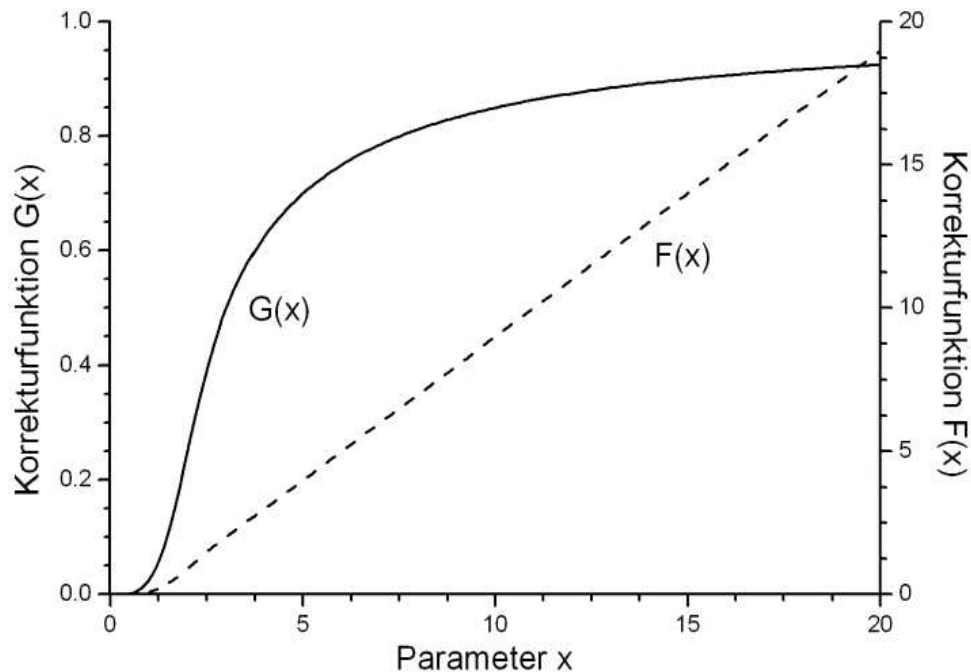


Abbildung 2.10: Korrekturfunktionen  $F(x)$  und  $G(x)$  für die Levitationskraft  $\vec{F}_L$  und die aufgenommene elektrische Leistung  $P_L$ . Durch den Parameter  $x = r/\delta$  werden Probengröße  $x$  und über die Skintiefe  $\delta$  die HF mit einbezogen. Es hat sich ein Verhältnis von  $F(x)$  zu  $G(x)$  im Bereich von  $x=5$  bis  $x=10$  bewährt, da hier bei ausreichender Tragekraft genügend Heizleistung zur Verfügung steht.

## 2.4 Magnetooptischer Kerr-Effekt

Von den in 2.1.4 besprochenen Methoden zur Darstellung der magnetischen Ordnung wird für dieses Experiment der magnetooptische Kerr-Effekt gewählt. Da diese Technik berührungslos arbeitet, trägt sie nicht zu zusätzlicher heterogener Keimbildung bei und beeinflusst somit nicht den Unterkühlungsvorgang.

Der Kerr-Effekt geht zurück auf JOHN KERR, der 1876 fand, dass das an den Polschuhen eines Magneten reflektierte, linear polarisierte Licht seine Polarisation in Abhängigkeit von der Stärke des Magnetfelds ändert. Der Grad der Drehung

der Polarisationssebene ist dabei proportional zur Magnetisierung der reflektierenden Probe.

Der einfallende Lichtstrahl induziert bei der Reflektion eine Schwingung der Oberflächenelektronen. Je nach Orientierung des Magnetfelds im Material wirkt dann eine resultierende Lorentzkraft auf die so schwingenden Elektronen, welche eine kleine Bewegung senkrecht dazu erzeugt. Diese Bewegung generiert nach dem Huygenschen Prinzip eine zweite Amplitude, in Reflektion ist dies die Kerr-Amplitude  $R_K$  (Abb 2.11-2.13) [HS98].

Allgemein beschreibt man die Wechselwirkung von Licht mit magnetischen Stoffen durch das *dielektrische Gesetz*:

$$\vec{D} = \epsilon \vec{E}$$

mit  $\epsilon$  als Dielektrizitätstensor, womit das Reflektionsverhalten an ferromagnetischen Materialien beschrieben werden kann. Für kubische Kristalle hat  $\epsilon$  folgende Form:

$$\epsilon = \epsilon \begin{pmatrix} 1 & -iQ_V m_3 b & iQ_V m_2 \\ iQ_V m_3 & 1 & -iQ_V m_1 \\ -iQ_V m_2 & iQ_V m_1 & 1 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} B_1 m_1^2 & B_2 m_1 m_2 & B_2 m_1 m_3 \\ B_2 m_1 m_2 & B_1 m_2^2 & B_2 m_2 m_3 \\ B_2 m_1 m_3 & B_2 m_2 m_3 & B_1 m_3^2 \end{pmatrix}$$

Dabei ist  $Q_V$  die Voigtsche Materialkonstante, die die magnetooptische Rotation der Einfallsebene des polarisierten Lichts beschreibt,  $\vec{m} = \vec{J}/J_S$  ist die Richtung des Magnetisierungsvektors. Da  $Q_V$  frequenzabhängig ist, zeigt auch der Kerr-Effekt eine Frequenzabhängigkeit. Für Effekte erster Ordnung kann der zweite Term von  $\epsilon$  vernachlässigt und das dielektrische Gesetz geschrieben werden als:

$$\vec{D} = \epsilon(\vec{E} + iQ_V \vec{m} \times \vec{E})$$

Dabei kommt es nur zu einer Drehung der Polarisationssebene, wenn die Ausserdiagonalelemente von  $\epsilon$  Null sind, bzw. das Vektorprodukt zwischen  $\vec{m}$  und  $\vec{E}$  nicht verschwindet.

Da der Magnetisierungsvektor auf der Oberfläche des Materials unterschiedliche Richtungen relativ zum einfallenden Licht haben kann, unterscheidet man zwischen dem polaren, longitudinalen und transversalen Kerr-Effekt.

### Polarer Kerr-Effekt

Hierbei steht der Magnetisierungsvektor senkrecht zur Oberfläche. Trifft Licht senkrecht zur Einfallsebene auf die Oberfläche, so wirkt eine Lorentzkraft senkrecht zu

Einfallsebene und Magnetisierung auf die Dipole im Material, die bei einem Winkel  $\alpha$  von Null Grad am stärksten ist, da dann die senkrechte Komponente des elektrischen Feldvektors maximal wird (Abb. 2.11).

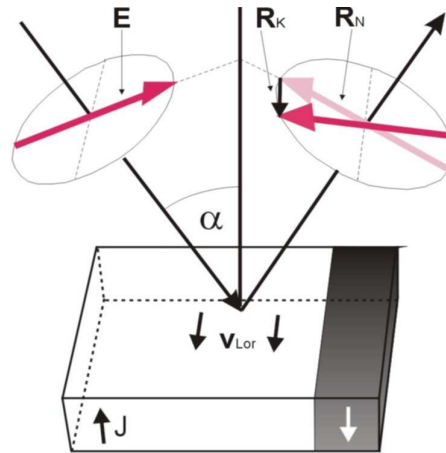


Abbildung 2.11: Polarer Kerr Effekt,  $\vec{J}$  senkrecht zur Oberfläche.  $\vec{E}$  zeigt die Richtung der Polarisation des einfallenden Lichtstrahls an,  $R_K$  die Drehung des reflektierten Strahls [HS98]

### Longitudinaler Kerr-Effekt

Die Magnetisierung ist hier parallel zur Oberfläche orientiert. Für die Polarisationsrichtung unterscheidet man dabei zwei Fälle: beim parallelen longitudinalen Kerr-Effekt ist das Licht parallel zur Einfallsebene orientiert, beim senkrechten longitudinalen Kerr-Effekt senkrecht dazu. Abb 2.12 zeigt die Ablenkungsrichtung der Polarisation als  $\vec{R}_K$ . Ist die Polarisationsrichtung nicht gegen die Oberfläche geneigt, also  $\theta_0 = 0^\circ$ , so ändert sich die Polarisationsrichtung nicht, da die Lorentzkraft entweder Null ist oder in Richtung der Polarisation liegt.

### Transversaler Kerr-Effekt

Beim transversalen Kerr-Effekt ist die Magnetisierung wie beim longitudinalen parallel zur Oberfläche orientiert, diesmal aber senkrecht zur Einfallsebene des Lichtes. Für senkrechte Polarisation verschwindet der Kerr-Effekt. Bei paralleler Ausrichtung resultiert keine Drehung der Polarisationssebene, sondern eine zusätzliche Kerr-Amplitude. Auch hier nimmt der Kerr-Effekt mit zunehmendem Winkel  $\alpha$  zu.

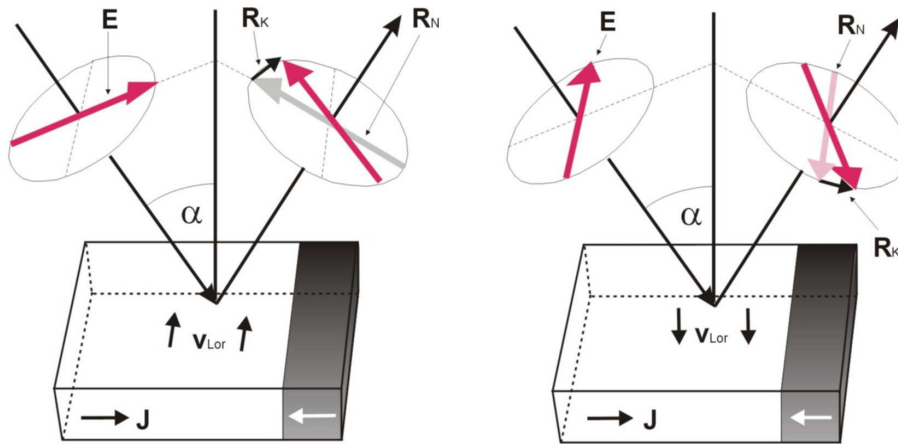


Abbildung 2.12: Links: longitudinal paralleler-Kerr Effekt, die Magnetisierung ist parallel zur Oberfläche, die Polarisation parallel zur Einfallsebene. Rechts: longitudinal senkrechter Kerr-Effekt, Polarisation senkrecht zur Einfallsebene. In beiden Fällen muss der Lichtstrahl relativ zur Oberfläche geneigt sein, da die resultierende Lorentzkraft Null wäre, bzw. in die gleiche Richtung wie der Polarisationsvektor zeigen würde. Je grösser der Winkel  $\alpha$ , desto ausgeprägter der Kerr-Effekt.

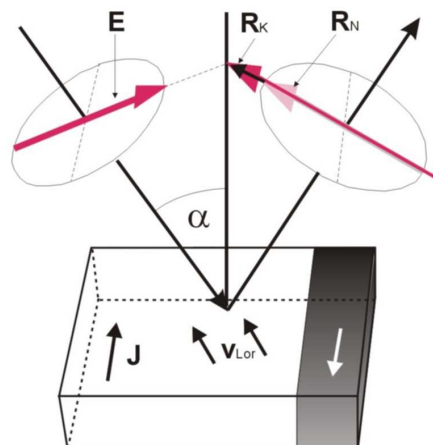


Abbildung 2.13: Transversaler Kerr-Effekt: Die Magnetisierung liegt parallel zur Oberfläche und senkrecht zur Einfallsebene. Liegt die Polarisation in der Einfallsebene, so vergrössert sich die Amplitude, senkrecht zur Einfallsebene ist kein Effekt zu beobachten.



# Kapitel 3

## Experimenteller Aufbau

Um Ferromagnetismus in der flüssigen Phase nachweisen zu können, ist es unabdingbar, eine Anlage zur Verfügung zu haben, die eine möglichst große Unterkühlung des Probenmaterials gewährleistet. Oberstes Ziel dabei ist eine weitestgehende Reduzierung der heterogenen Keimbildung. Dazu müssen Verunreinigungen an oder in der Nähe der Probe vermieden werden.

Im folgenden soll diese Anlage, die Präparation der Proben und der experimentelle Ablauf näher erläutert werden.

### 3.1 Herstellung der $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ Proben

Damit heterogene Keimbildung möglichst vermieden wird, haben die verwendeten Materialien, Kobalt und Palladium die höchste Reinheitsstufe von 99,997% bzw. 99,99%. Beide Stoffe liegen in Drahtform vor, mit einem Durchmesser von 0,5 bzw. 0,125mm. Diese Drahtstücke werden zurechtgeschnitten und mit einer Genauigkeit von 0,1mg abgewogen, um ein Atomprozentverhältnis von 80:20 Co:Pd zu erhalten. Die Kobaltstücke werden hufeisenförmig gebogen, bevor der Palladiumdraht um das Kobalt gewickelt wird (Abb 3.1).

Nach dem Zusammenbringen beider Komponenten werden sie in einem Ethanolbad fünf Minuten lang mit Ultraschall gesäubert und anschliessend abgewogen. Die so präparierten Proben haben ein Gewicht zwischen 10mg und 13mg. In ihrer Hufeisenform werden die Proben in die Spule eingebracht und nach Abpumpen und anschliessendem Fluten der Anlage mit hochreinem Wasserstoff (Reinheit 6.0) zum Schweben gebracht und aufgeheizt. Nach dem Aufschmelzen nehmen die Proben durch Minimieren der Oberflächenenergie Kugelform an und besitzen so einen

Durchmesser von ca. 1mm.



Abbildung 3.1: v.l.n.r: Co und Pd Drahtstücke mit 0,5 bzw. 0,125mm Durchmesser, fertig gewickelte Probe, daneben aufgeschmolzen Probe im Grössenvergleich mit 1 Cent Stück

## 3.2 Levitationsanlage

Der schematische Aufbau der Levitationsanlage ist in Abb. 3.2 zu sehen. Der verwendete HF-Generator besitzt eine Amplitudenstabilität von mehr als 99% und eine Frequenzabweichung von 0,1%. Er erzeugt ein 18MHz HF-Signal, welches bis 20kHz moduliert werden kann.

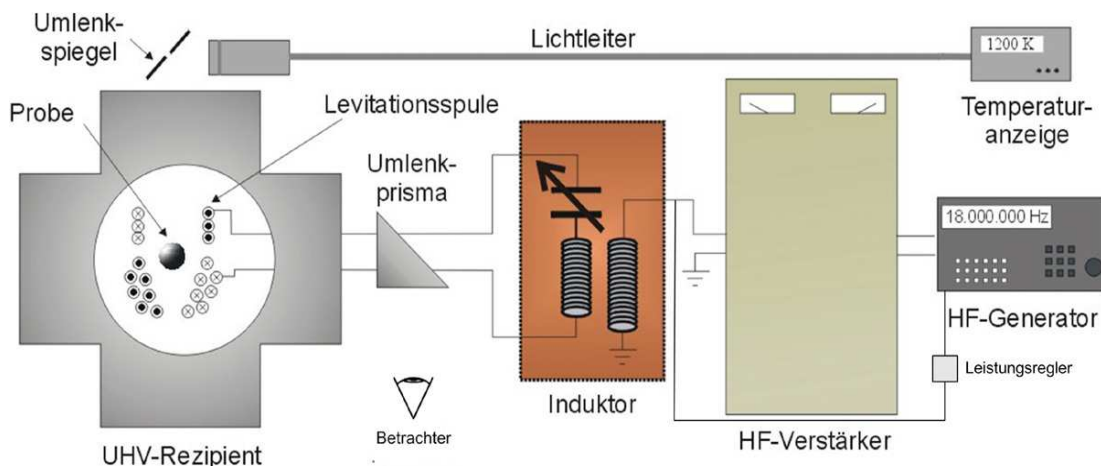


Abbildung 3.2: Levitationsanlage: Das vom HF-Generator erzeugte 18MHz Signal wird verstärkt und durch den Induktor abgestimmt. Das so verstärkte Signal wird auf die im Rezipienten befindliche Spule gegeben, die mit einem Umlenkprisma betrachtet werden kann. Die Temperatur wird berührungslos über ein Quotientenpyrometer gemessen.

Dieses Signal wird in einen Hochfrequenzverstärker eingespeist, der eine maximale Ausgangsleistung von 2,5 kW zur Verfügung stellt. Das so aufbereitete Signal durchläuft einen Induktor, der eine Anpassung der Spulenimpedanz an den Verstärkerausgang ermöglicht. Die Anpassung erfolgt über einen regelbaren, bis 55kV hochspannungsfesten Jennings-Hochvakuum Kondensator in Kombination mit einer sekundären (1,5 Windungen) und einer primären Spule (22 Windungen), bei der das je nach Art der Levitationsspule gewünschte Windungsverhältnis abgegriffen werden kann. Die Spule und der Kondensator befinden sich abgeschirmt in einen 1,5mm starken Kupferbehälter [Alb96], um die Beeinflussung anderer Bauteile zu minimieren. Zwischen dem Verstärker und dem Induktor befindet sich ein Richtkopppler, durch dessen Ausgang ein Leistungsregler gesteuert wird, um ein störungsfreies HF-Signal zu erhalten.

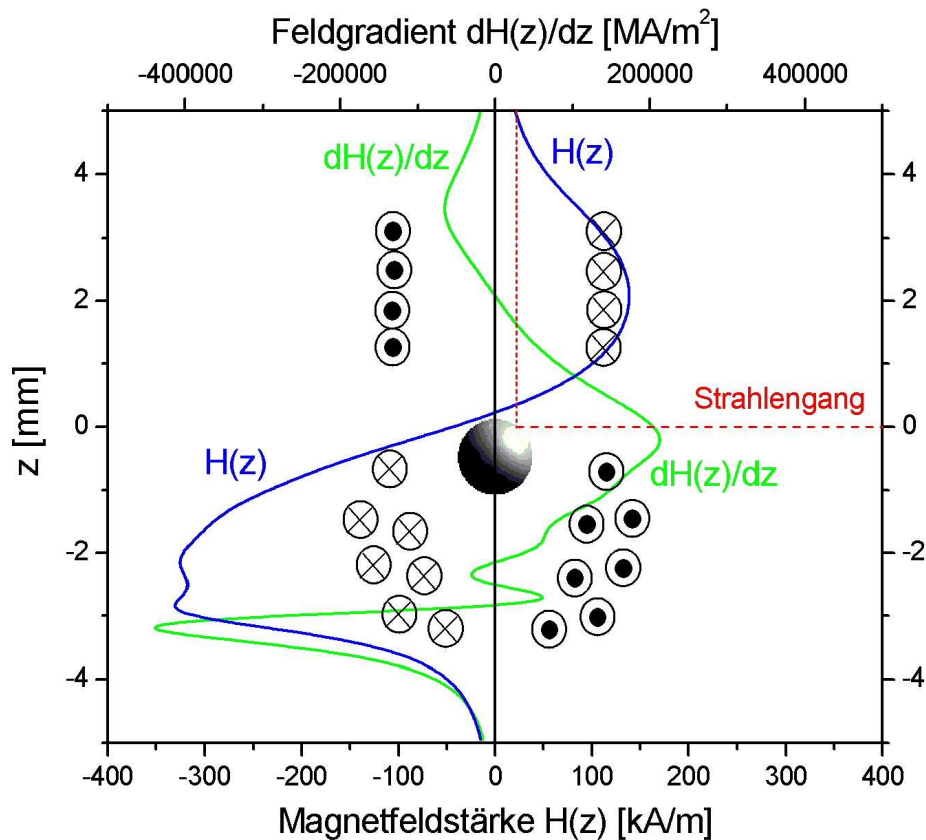


Abbildung 3.3: Querschnitt der Levitationsspule mit Magnetfeld  $H(z)$  und Magnetfeldgradient  $dH(z)/dz$ . Die Probe schwebt im Maximum des Feldgradienten

Das abgestimmte Signal wird über Kupferrohre in den Rezipienten bis zur Levitationsspule gebracht. Diese besteht aus einem sauerstofffreien Kupferrohr mit einem Aussendurchmesser von 0,6mm und einer Wandstärke von 0,12mm. Das durch die Spule erzeugte Magnetfeld und den Magnetfeldgradienten zeigt Abb. 3.3.

Aufgrund der hohen in der Levitationsspule deponierten Leistung ist es notwendig, eine ausreichende Kühlung der Spule zu gewährleisten. Über einen Wasserdruckverstärker [Alb96] kann daher ein beständiger Wasserstrom durch die Spule mit einem Druck von ca. 100bar sichergestellt werden, der bei Temperaturen in der Nähe des Curie-Punktes durch Abschalten einer zusätzlichen Pumpe auf ca. 30bar gedrosselt werden kann, um Vibrationen, die zur Keimbildung führen könnten, zu minimieren.

Die Bewegungsrichtung des Druckverstärkers wird über vier Elektroventile umgeschaltet, die mit Mu-Metall abgeschirmt sind. Zusätzlich ist der Rezipient vom Druckverstärker durch ein 1mm dickes Stahlblech getrennt.

Direkt unter der Spule befindet sich ein 2mm dickes, nach oben verjüngendes und offenes Quarzglasröhrchen, durch welches Wasserstoff durch die untere Windung der Spule senkrecht nach oben auf die Probe geblasen werden kann. Die Stärke des Wasserstoffstroms wird über Netzteil gesteuert. Über die Wasserstoffzufuhr kann die Probe gekühlt werden.

Der UHV-Rezipient, in dem sich die Probe während der Messung befindet, ist verschiebbar auf einem Tisch montiert und kann daher von der HF-Versorgung abgetrennt werden, um zwischen den Messungen einen problemlosen Zugang zur Levitationsspule zu gewährleisten, damit Proben ausgewechselt oder die Spule gereinigt oder ausgetauscht werden kann. Vor der Messung wird ein Druck von weniger als  $10^{-5}$ mbar im Rezipienten erzeugt. Nach mehrmaligem Spülen mit hochreinem Wasserstoff (Reinheit: 99,9999%), der zusätzlich durch eine Oxisorb-Patrone gefiltert wird, verbleibt eine  $H_2$  Atmosphäre, deren Druck mit dem Aussendruck über ein Ventil abgeglichen wird, im Rezipienten. Der Wasserstoff sorgt nicht nur für eine Reduktion von Keimen auf der Probe, sondern begünstigt auch die Wärmeabfuhr durch Konvektion und Wärmeleitung. Strukturelle oder magnetische Eigenschaften der Probe werden durch das Wasserstoffgas nicht beeinflusst [BHM+96].

### 3.2.1 Stabilisierung der Probe

Bei Temperaturen oberhalb von  $T_C$  ermöglicht die oben beschriebene Anlage eine recht stabile Position der Probe. Erreicht man beim Abkühlvorgang jedoch die Nähe

von  $T_C$ , so erhöht sich die Suszeptibilität der Probe, welche dadurch in Bereiche grösserer Feldstärke gezogen wird. Hier ist allerdings die zugeführte Leistung grösser, sodass die Probe sich wieder aufheizt und in feldschwächere Bereiche zurückgeht, was wiederum für ein Abkühlen der Probe sorgt. Das führt dazu, dass die Probe vertikal oszilliert und so eine Messung unmöglich macht.

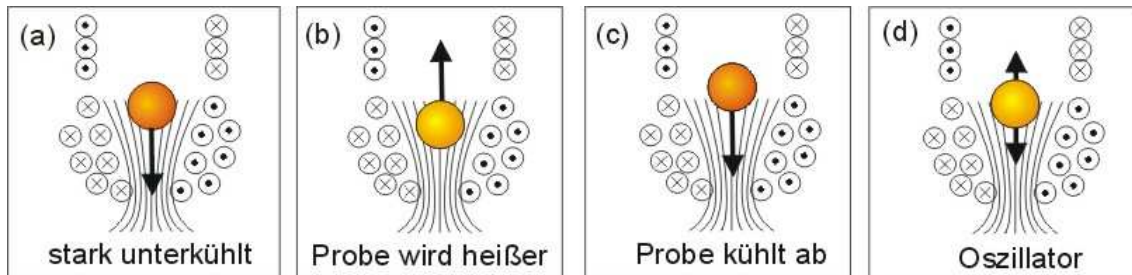


Abbildung 3.4: v.l.n.r.: Erreicht die Probe die Curie-Temperatur, so nimmt die Suszeptibilität zu, die Probe wird zu grösserer Feldstärke hin angezogen. Dadurch heizt sie sich auf und bewegt sich wieder nach oben, die Temperatur nimmt ab. Die Probe oszilliert vertikal und macht eine Messung unmöglich.

Um das Oszillieren der Probe zu vermeiden, wurde daher ein Regelungssystem entwickelt.

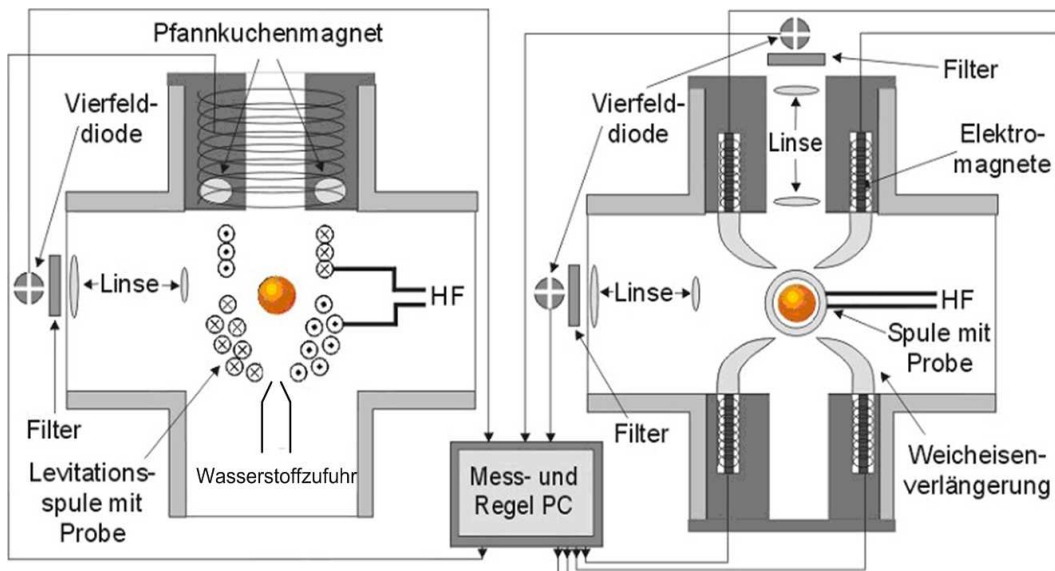


Abbildung 3.5: Regelungssystem zur Stabilisierung der Probe: Die Position der Probe wird über Vierfelddioden ermittelt, an eine PC-Regelkarte weitergeleitet und über Elektromagnete korrigiert.

Die Strahlung der Probe wird mit Hilfe von Linsensystemen auf zwei Vierfelddioden fokussiert. Mit Hilfe dieser Dioden wird die Position der Probe in xyz-Richtung bestimmt. Diese Information wird an eine PC-Regelkarte weitergeleitet und dort verarbeitet. Die vertikale Stabilisierung der Probe erfolgt dann über einen Pfannkuchmagneten, die horizontale Stabilisierung wird über zwei Stabelektromagnete mit Eisenkernverlängerung erreicht. Während der Messung wird die Regelung ausgeschaltet und die vertikale Magnetisierung auf einen konstanten Wert eingestellt, näheres zur Probenstabilisierung in [Bec98, Bueh98].

### 3.3 Messung der Probentemperatur

Da die Messung der Probentemperatur berührungslos erfolgen muss, wird ein Strahlungs-pyrometer zur Temperaturbestimmung verwendet. Der Zusammenhang zwischen Strahlung und Temperatur für einen schwarzen Körper wird beschrieben durch das Plancksche Strahlungsgesetz:

$$L(\lambda, T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{e^{hc/\lambda k_B T} - 1}$$

mit  $L(\lambda, T)$  = Strahlungsleistung,  $\lambda$  = Wellenlänge,  $h$  = Plancksches Wirkungsquantum,  $c$  = Lichtgeschwindigkeit,  $k_B$  = Boltzmannkonstante und  $T$  = Temperatur.

Im hier verwendeten Temperaturbereich von weniger als 2000K ist jedoch der Faktor  $e^{hc/\lambda k_B T} \gg 1$ , sodass man zum Wienschen Strahlungsgesetz übergehen kann:

$$L_{Wien}(\lambda, T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{e^{hc/\lambda k_B T}}$$

Ein schwarzer Körper, für den die oben angegebenen Gesetze streng gelten, absorbiert alle auf ihn treffende Strahlung und hat unter allen Temperaturstrahlern das größte Emissionsvermögen. Da es sich bei der verwendeten  $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$  Probe jedoch nicht um einen schwarzen Strahler handelt, ist deren Emissivität kleiner, was durch das Kirchhoffsche Gesetz zum Ausdruck gebracht wird:

$$L(\lambda, T) = \epsilon(\lambda, T) \cdot L_S(\lambda, T)$$

Die Strahlungsleistung eines beliebigen Körpers,  $L(\lambda, T)$  ist also um den Faktor seiner Emissivität  $\epsilon(\lambda, T)$  geringer als die eines schwarzen Strahlers bei vorgegebener Wellenlänge und Temperatur. Setzt man das Wiensche Strahlungsgesetz in diese Beziehung ein, so erhält man:

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_S} + \frac{\lambda k_B}{hc} \cdot \ln \epsilon(\lambda, T).$$

#### 3.3.1 Quotientenpyrometer

Da sich die Emissivität eines Körpers mit der Temperatur ändern kann und sich nur schwer messen lässt, vergleicht man die Strahlungsleistung zweier benachbarter Wellenlängen, da sich diese im hier interessanten Wellenlängenbereich nur wenig ändert. Auf dieser Grundlage basiert die Funktion des Quotientenpyrometers. Für die Verhältnistemperatur  $T_s$  gilt:

$$\frac{\rho(\lambda_1, T)}{\rho(\lambda_2, T)} = \frac{\rho_S(\lambda_1, T_S)}{\rho_S(\lambda_2, T_S)}$$

Einsetzen in das Wiensche Strahlungsgesetz liefert:

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_S} + \frac{\lambda k_B}{hc} \cdot \frac{1}{\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2}} \cdot \ln \frac{\epsilon(\lambda_1, T)}{\epsilon(\lambda_2, T)}.$$

Bei Metallen im interessierenden Temperaturbereich ist das Verhältnis der Emis-sivitäten bei zwei verschiedenen Wellenlängen nahezu gleich:  $\frac{\epsilon(\lambda_1, T)}{\epsilon(\lambda_2, T)} = \text{const.}$ , damit kann man schreiben:

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_S} + \text{const.}$$

Mit der im Experiment zu bestimmenden Liquidustemperatur kann das Pyrometer dann geeicht werden.

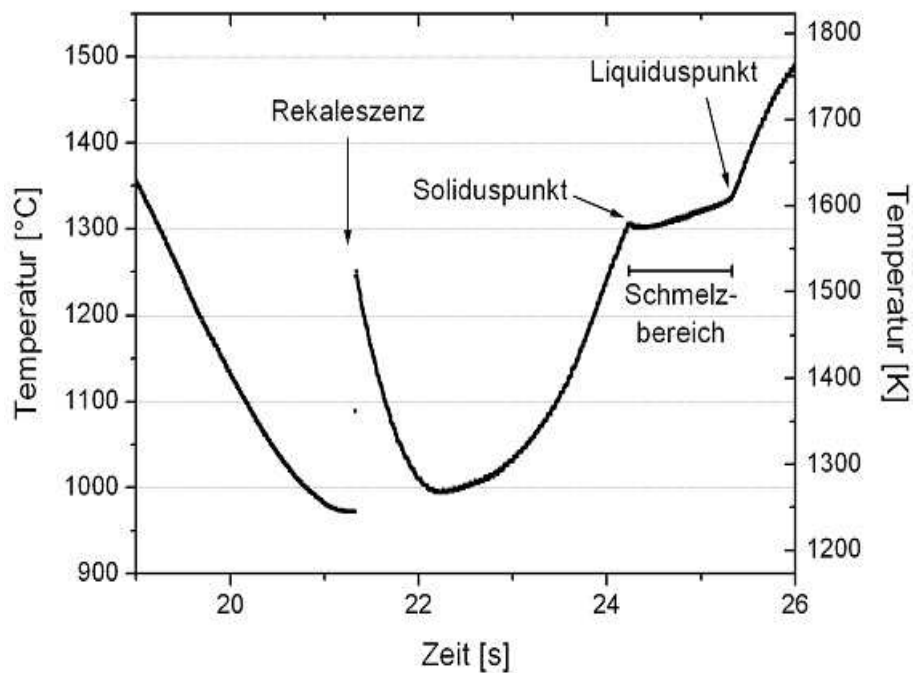


Abbildung 3.6: Temperaturverlauf eines kompletten Abkühl- und Aufschmelzvorgangs. Wird die Probe zu stark unterkühlt, so kommt es zur Rekaleszenz, die durch einen Rekaleszenzblitz sichtbar wird. Die in der Probe gespeicherte latente Wärme wird plötzlich freigesetzt und die Temperatur steigt sprunghaft an. Nach diesem Vorgang wird die Probe erneut aufgeheizt und mit Erreichen des Soliduspunktes beginnt der Aufschmelzvorgang, der mit Erreichen des Liquiduspunktes abgeschlossen ist. Das Pyrometer wird mit dem ermittelten Wert des Liquiduspunktes geeicht.



### 3.3.2 Temperaturkalibrierung

Das Quotientenpyrometer verwendet als Vergleichswellenlängen 950nm und 1050nm. Die so gewonnenen Werte für die Strahlungsleistung werden als Strom- bzw. Spannungssignale ausgegeben. Zur Eichung der Optik wird die Probe auf das Zentrum des Sensors abgebildet.

Nachdem die Proben aufgeschmolzen wurden, wird die zugeführte Leistung gesenkt, bis es zur Rekaleszenz kommt. Dann wird die erstarrte Probe erneut aufgeheizt, bis sie zunächst ihren Soliduspunkt erreicht, an dem sie beginnt aufzuschmelzen. An diesem Punkt wird die Steigung der Temperaturkurve flacher, da die zugeführte Energie teilweise zum Schmelzen benötigt wird und die abgegebene Strahlungsleistung langsamer zunimmt. Schließlich ist die Probe vollständig geschmolzen, der Liquiduspunkt ist erreicht und die Steigung im Temperaturverlauf nimmt wieder zu.

Die aufgezeichneten Temperaturen werden überprüft und das Emissivitätsverhältnis des Pyrometers danach eingestellt. So kann eine Messgenauigkeit der Temperatur bis auf 3K erreicht werden. In Abb. 3.5 ist eine typische Temperaturkurve mit Rekaleszenz, Solidus- und Liquiduspunkt zu sehen.

## 3.4 Polarisationsmessung

Um die Änderung der Polarisationsrichtung nach der Reflektion auf der Probe aufzuzeichnen wird ein Laser mit zusätzlichem Polarisator verwendet, der sich oberhalb des Rezipienten befindet. Der von der Probe reflektierte Strahl wird durch einen Analysator in einen ordentlichen und einen ausserordentlichen Strahl aufgespalten, die durch zwei Photodioden detektiert werden. Von diesen beiden Signalen wird das Differenzsignal gebildet, welches ein Maß für die Polarisationsänderung darstellt. Eine schematische Darstellung des Strahlengangs zeigt Abb. 3.6.

### 3.4.1 Laser

Der im Experiment verwendete Diodenlaser strahlt bei Raumtemperatur rotes Licht mit einer Wellenlänge von 658nm aus. Die Betriebsspannung des Lasers beträgt 5 V und wird über eine stabilisierte Spannungsquelle geliefert. Angesteuert wird der Laser über ein invertiertes TTL Signal. Im kontinuierlichen Betrieb wird eine Ausgangsleistung von maximal 35mW erreicht.

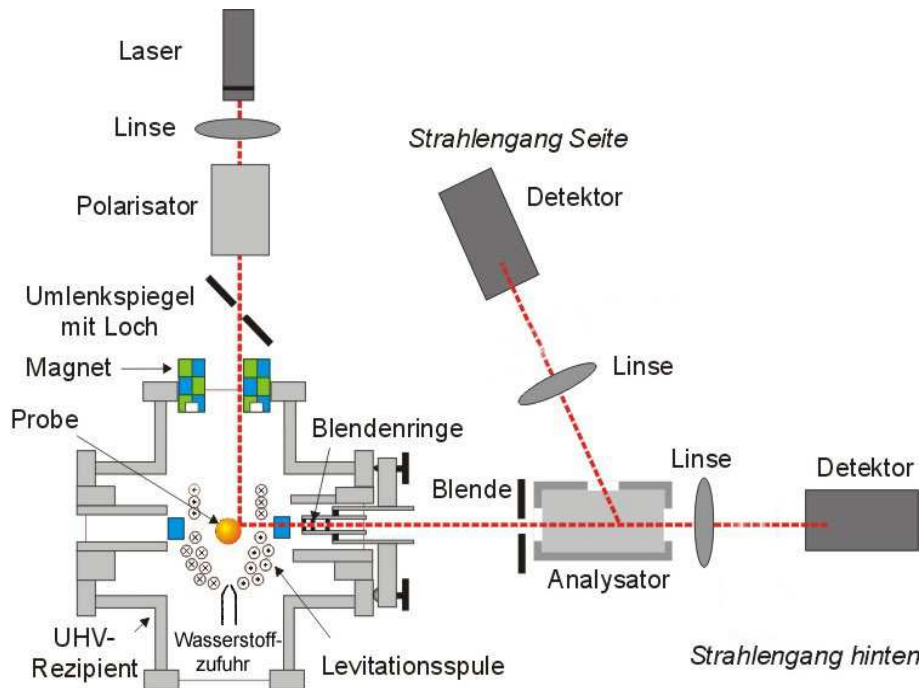


Abbildung 3.7: Der von oben strahlende Laser wird durch eine Linse fokussiert und durch ein Glan-Thompson Prisma zusätzlich polarisiert. Durch eine Blende im Umlenkspiegel gelangt der Strahl zur Probe. Das reflektierte Signal wird durch mehrere Blenden geleitet, bis es schließlich auf den Analysator trifft und dort aufgespalten wird. Die beiden so erzeugten Signale werden detektiert und das Differenzsignal gebildet, welches ein Maß für die Polarisation ist.

Der Laser kann über einen xy-Tisch und über eine in z-Richtung angebrachte Befestigungsstange in allen drei Freiheitsgraden verstellt und zusätzlich gekippt werden, um den Laserstrahl optimal auf der Probe platzieren zu können. Der Laser selbst ist drehbar im Kupferblock gelagert, um die natürlich vorhandene Polarisation des Laser in die gewünschte Richtung drehen zu können.

### 3.4.2 Strahlführung

Der Laserstrahl wird durch eine Linse mit  $f=0,3\text{m}$  auf die Probe fokussiert. Da die Kugel nur einen Durchmesser von  $1\text{mm}$  hat, was eine stark divergierende Reflektion bedeutet, würde ein defokussierter Strahl eine erhebliche Schwächung des Signals verursachen. Ein hinter der Linse angebrachter Polarisator, bestehend aus einem Glan-Thompson Prisma, erhöht die vorhandene Polarisation des Lasers von  $100:1$  auf  $6 \cdot 10^6:1$ . Im Umlenkspiegel oberhalb des Rezipienten, der die Temperaturstrahlung der Probe über einen Lichtleiter in das Pyrometer reflektiert, befindet sich ein Loch

mit einer Blende. Der Strahl passiert diese Blende, tritt über ein Fenster in den Rezipienten ein und wird von der schwebenden Probe unter einem Winkel von  $45^\circ$  reflektiert.

Nach dem Austritt aus dem Rezipienten passiert der Strahl ein Blendensystem mit Durchmessern von 1,5 - 3mm, das aus einem Aluminiumrohr mit geschwärzter Innenwand besteht. Durch die Schwärzung sollen Reflektionen, die elliptische Polarisationskomponenten erzeugen und damit die Streuung des Signals vergrößern würden, minimiert werden.

Das so optimierte Signal gelangt in den Analysator, einem Glan-Thompson Prisma, das um  $45^\circ$  gegenüber der Polarisations Ebene des von der Probe reflektierten Lichtes gedreht ist.

Hier wird eine Strahlteilung vorgenommen: der ausserordentliche Strahl wird durchgelassen, der ordentliche Strahl wird unter einem Winkel von  $72^\circ$  reflektiert. So erhält man zwei Strahlen, die senkrecht zueinander polarisiert sind und nach korrekter Justage des Analysators identische Amplituden aufweisen. Die Intensität beider Signale wird durch einen Differenzverstärker aufbereitet, der das so verstärkte Differenzsignal der beiden Eingangssignale ausgibt. Dieses Differenzsignal ändert seine Amplitude, sobald sich die Polarisationsrichtung des von der Probe reflektierten Signal dreht. Eine schematische Darstellung des Analysators zeigt Abb. 3.7.

Eine Änderung im Polarisationsverhalten, und damit der Magnetisierung der Probe, kann also direkt an der Amplitude des Differenzsignals abgelesen werden.

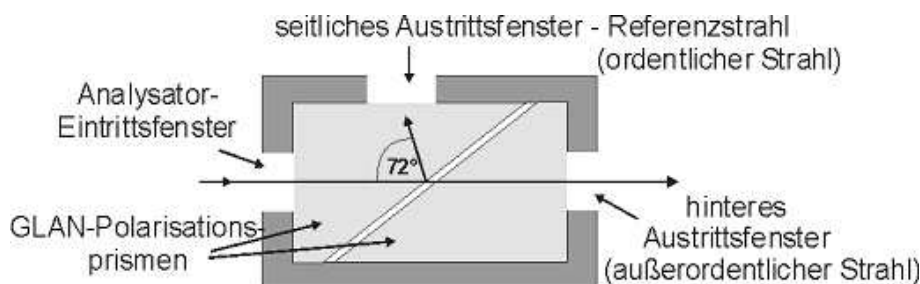


Abbildung 3.8: Strahlteilung im Analysator: Von links trifft der Eintrittsstrahl auf die Glan Prismen. Der Strahl wird aufgeteilt in einen ordentlich Strahl, der unter einem Winkel von  $72^\circ$  reflektiert wird und einen ausserordentlichen Strahl, der das Prisma mit einem kleinen Parallelversatz passiert.

### 3.4.3 Justage der Polarisationsrichtung

Zur Justage der Polarisationssebene ist der Analysator drehbar gelagert. Er befindet sich im Inneren von zwei Zylindern, die über ein Kohlefasergestänge mit Hilfe einer Mikrometerschraube gegeneinander verdreht werden können. Die Mikrometerschraube lässt sich mit einer Genauigkeit von  $2\mu\text{m}$  einstellen. Da das Gestänge einen Kreis mit einem Radius von  $r = 0,34\text{m}$  durchläuft, resultiert eine Drehwinkelgenauigkeit von  $3,4 \cdot 10^{-4}$  Grad. Um eine temperaturbedingte Deformation der Anlage zu verhindern, ist der Raum klimatisiert und ermöglicht eine Stabilität der Raumtemperatur von 2 Grad.

## 3.5 Experimenteller Ablauf

Um einen reibungslosen und korrekten Ablauf der Messungen zu ermöglichen, müssen alle Parameter und Vorgänge sorgfältig aufeinander abgestimmt werden.

Zunächst wird die Spule gereinigt, eine abgewogene und gesäuberte  $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$  Probe in die Spule gelegt, das Glasröhrchen zur Wasserstoffzufuhr justiert und der Rezipient geschlossen. Nach Abpumpen der Luft wird der Rezipient zweimal mit Wasserstoff gespült und eine  $\text{H}_2$  Atmosphäre, die auf den äusseren Luftdruck eingestellt wurde, im Rezipienten belassen. Der HF-Verstärker wird mittels 50 Ohm Widerstand abgestimmt und an die Anlage angeschlossen. Das Aufzeichnungsprogramm wird aktiviert, der Wasserdruck durch die Spule auf 100bar erhöht und der HF-Generator gestartet. Die Leistung wird hochgeregelt, bis die Probe rotglühend schwebt.

Nun muss die Regelung zur Stabilisierung der Probe eingeschaltet und justiert werden, um die Probe während der Messung räumlich zu fixieren. Die Wärmestrahlung der Probe wird über den Umlenkspiegel auf den mit dem Pyrometer verbundenen Lichtleiter reflektiert. Der Lichtleiter wird justiert, bis das Pyrometer maximale Intensität anzeigt. Schließlich wird der Laserstrahl eingeschaltet und ausgerichtet, um eine maximale Amplitude der beiden Diodensignale zu erreichen. An der so fixierten, schwebenden Probe können nun über mehrere Stunden Messungen durchgeführt werden.

Nachdem die gewünschte Temperatur über den Leistungsregler eingestellt wurde, kann die Messung gestartet werden. Eine schematische Zeichnung der dazu verwendeten Komponenten und ihrer Kommunikation untereinander ist in Abb 3.8 zu sehen. Über den PC wird ein Impuls ausgelöst, der 400ms andauert. In dieser Zeit

wird die horizontale Regelung zur Probenstabilisierung ausgeschaltet und die Probe über die Wasserstoffzufuhr gekühlt wird. Das vertikale geregelte Magnetfeld wird auf einen festen Wert eingestellt um eine Magnetisierung der Probe zu ermöglichen.

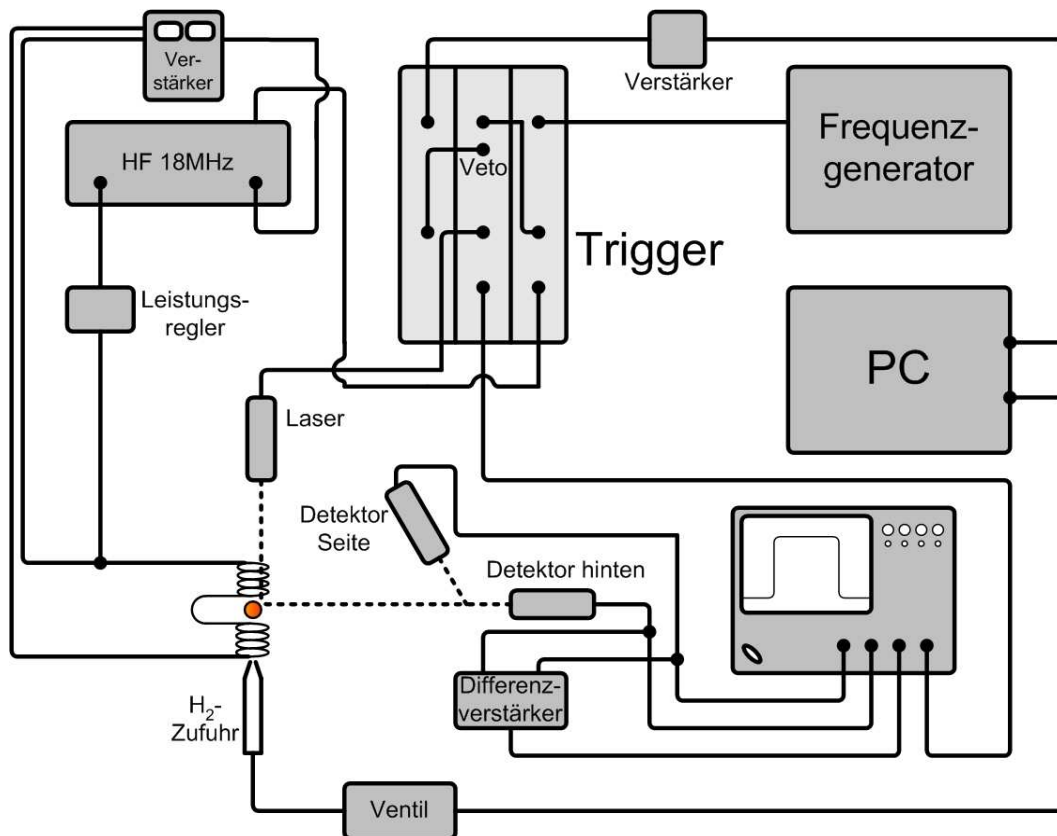


Abbildung 3.9: Schematische Darstellung der verwendeten Komponenten und ihres Aufbaus. Vom PC aus wird das Startsignal für eine Messung gegeben, welches den Messablauf automatisiert steuert. Die Messdauer wird mit 400 ms vom PC aus vorgegeben, kann aber nach den Erfordernissen angepasst werden.

Während der 400ms werden 100 Messpunkte aufgezeichnet, dabei wird jeweils der HF-Generator für  $220\mu\text{s}$  aus und der Laser für  $80\mu\text{s}$  eingeschaltet. Die HF hat eine Abklingzeit von etwa  $10\mu\text{s}$ , daher wird das Lasersignal so innerhalb des HF-Signals positioniert, dass eine Beeinflussung der Probe ausgeschlossen werden kann. Eine Zeitlinie mit der Steuerung der einzelnen Komponenten ist in Abb. 3.9 zu sehen.

Die Messwerte werden mit einem Oszilloskop (Tektronix TDS-5034) aufgezeichnet. Ein einzelnes Lasersignal besteht dabei aus 10.000 Messpunkten. Da zwischen den Signalen ein Leerlauf von 3,8 ms besteht, nimmt da Oszilloskop die Werte im Fast-Frame-Modus auf, bei dem die Datenaufnahme zwischen den Pulsen gestoppt

wird. Nach Aufzeichnen der Messwerte über 400 ms wird die Temperatur mit dem Leistungsregler gesenkt und erneut gemessen. So wird verfahren, bis die Probe soweit abgekühlt wurde, bis sie rekalesziert.

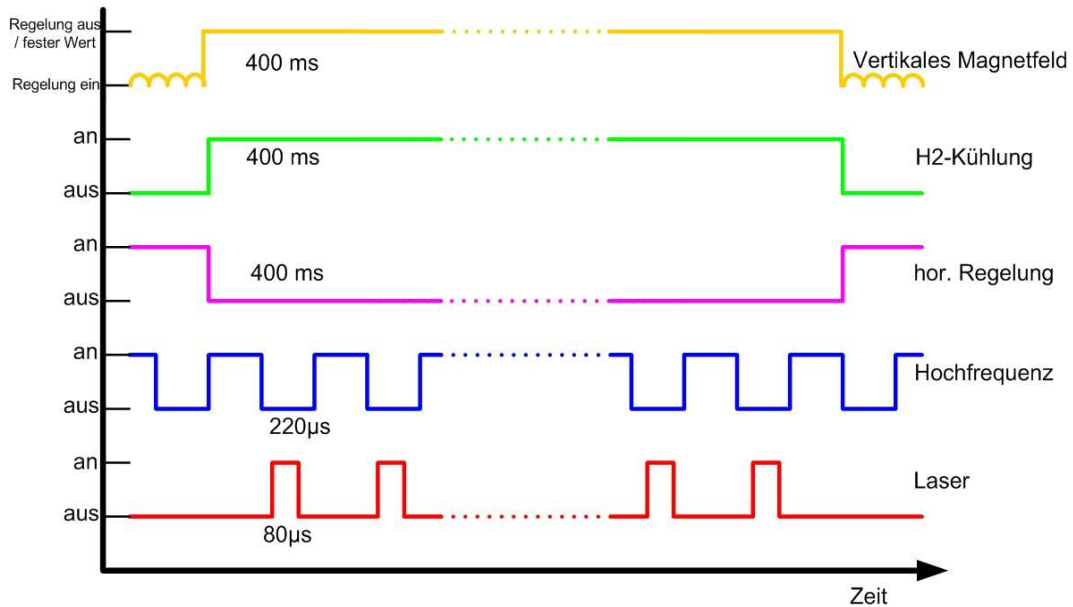


Abbildung 3.10: Zeitlicher Verlauf einer Messung: Nachdem vom PC ein 400ms Triggerpuls ausgelöst wurde, wird die H<sub>2</sub> Kühlung an- und die horizontale Regelung ausgeschaltet. Die vertikale Regelung wird ausgeschaltet und das vertikale Magnetfeld auf einen konstanten Wert eingestellt. In dieser Zeit werden 100 reflektierte Lasersignale mit einer Länge von 85µs immer dann aufgezeichnet, wenn die HF ausgeschaltet ist, um eine Beeinflussung des Probe durch die Hochfrequenz zu vermeiden. Die Länge der HF-Pulse beträgt 220µs.

# Kapitel 4

## Messergebnisse

Zunächst wurde mit einem Fluxmeter die Magnetisierung, in Abhängigkeit von der Temperatur, in der Nähe des Curie-Punktes der festen Phase bestimmt. Zur Bestimmung der Magnetisierung in der flüssigen Phase wurde die Anlage umgebaut. Es wurde eine neue Messmethode erfolgreich eingeführt, die eine höhere Temperatureauflösung und eine Aufzeichnung der Messwerte bis in unmittelbare Nähe der Rekaleszenz ermöglicht.

### 4.1 Fluxmetermessungen

Die Magnetisierungsmessung über den Kerr-Effekt liefert nur bei flüssiger Probe brauchbare Ergebnisse, da der reflektierte Laserstrahl nur dann eine zufriedenstellende Signalstabilität aufweist.

Zur Bestimmung der Magnetisierung einer festen Probe, die beliebig weit unter die Curie-Temperatur abgekühlt werden kann, wurde daher zunächst ein Tiegel aus Bornitrid hergestellt, der die Probe in der Spule fixiert.

Bornitrid weist wie Graphit eine hexagonale Kristallstruktur auf. Es besitzt eine Temperaturbeständigkeit bis 2500 °C, lässt sich sehr gut mechanisch bearbeiten und wurde daher als Tiegelmateriale verwendet. Der Tiegel hat seitlich eine kleine Öffnung, in die die Probe eingelegt werden kann. Eine Bohrung längs des Tiegels ermöglicht eine Kühlung der Probe durch Wasserstoffzufuhr. Um einen möglichst stabilen Sitz in der Spule zu gewährleisten, läuft der Tiegel am unteren Ende konisch zusammen (Abb. 4.1). Da hier keine Unterkühlung angestrebt wird, spielt die direkte Berührung der Probe mit dem Tiegel, die eine starke heterogene Keimbildung bedeuten würde, keine Rolle.

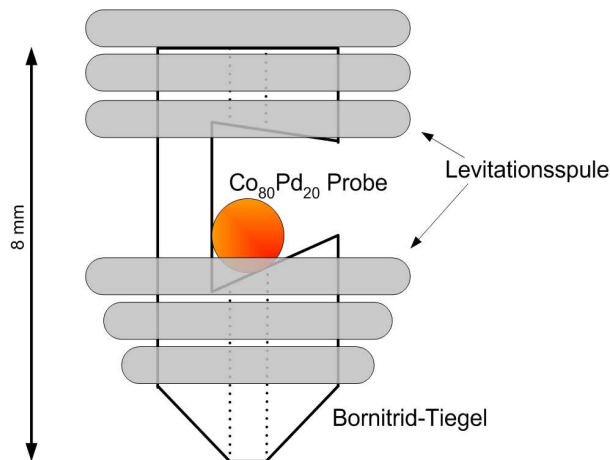


Abbildung 4.1: Bornitridtiegel zur Fixierung der Probe in der Spule. Durch die untere Öffnung kann Wasserstoff zur Kühlung auf die Probe geblasen werden.

Die Messung der Magnetisierung zeigt einen deutlichen Anstieg in der Nähe der Curie-Temperatur und ein Abnicken bei deren Unterschreiten, da hier schon die magnetische Ordnung und damit eine Sättigung eingesetzt hat.

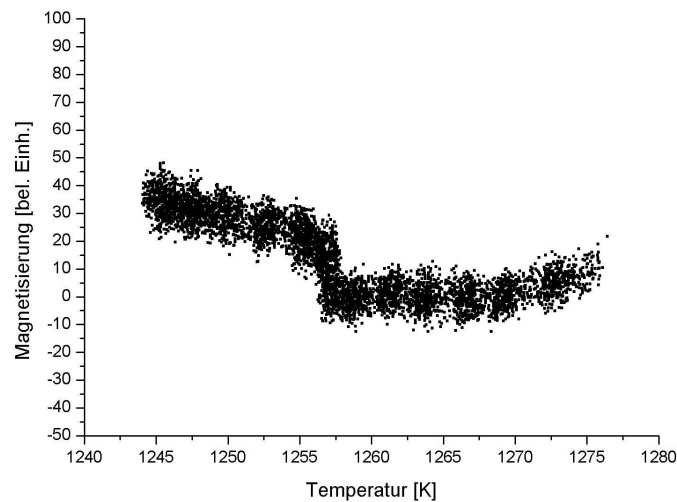


Abbildung 4.2: Mit dem Fluxmeter gemessene Magnetisierung: deutlich ist der Sprung an der Curie-Temperatur zu sehen.

## 4.2 Kerr-Effekt Messungen

Nachdem mit dem Fluxmeter die Magnetisierung im Bereich der Curie-Temperatur der festen Probe gemessen wurde, wurde die Anlage zur Kerr-Effekt Messung um-



gebaut.

Anhand der Signalform der beiden Dioden, die den reflektierten Laserstrahl detektieren, ist direkt ersichtlich, ob die Probe flüssig oder schon rekalesziert, also fest ist (Abb. 4.3).

Da die flüssige Probenoberfläche einen nahezu perfekten Spiegel bildet und das Reflektionsverhalten dementsprechend konstant bleibt, verläuft das Signal mit fast gleich bleibender Amplitude, dabei ist zu beachten, dass es nicht zu störenden Reflexionen im Strahlengang kommt.

Wird das Signal hingegen von einer festen Oberfläche reflektiert, so sieht man deren Rauigkeit deutlich anhand von Sprüngen in der Amplitude und deren unregelmäßigem Verlauf. Zwischen fest und flüssig kann somit sowohl am Temperaturverlauf wie auch am reflektierten Signal unterschieden werden. Rekalesziert die Probe während der Messung, so kann sie sofort wieder aufgeheizt werden.

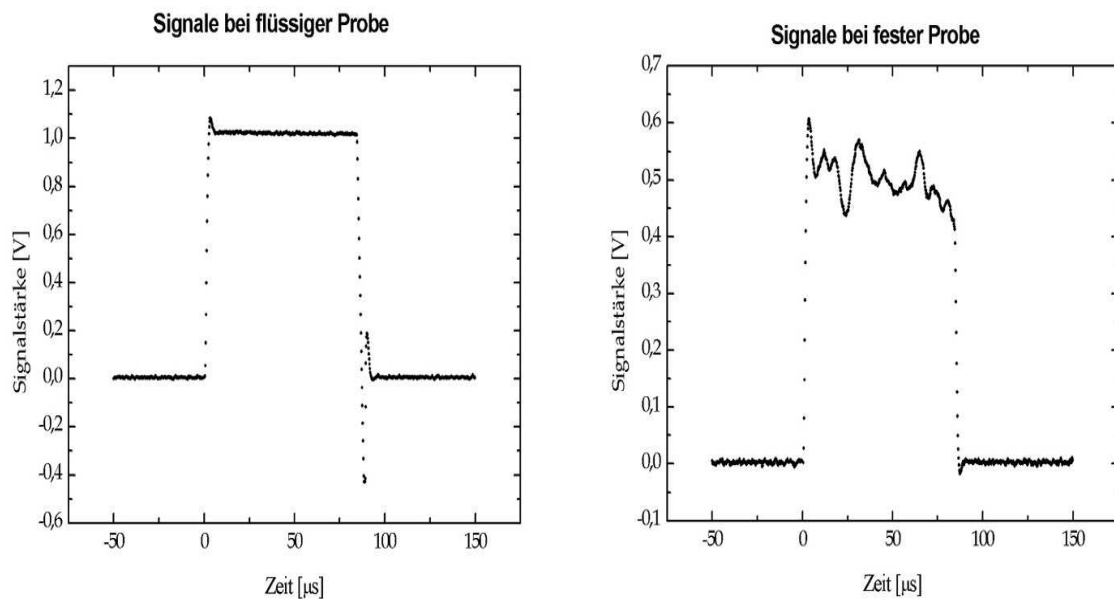


Abbildung 4.3: Links: Signalverlauf bei flüssiger Probe: Da die Probenoberfläche einen perfekten Spiegel bildet, sind Schwankungen in der Amplitude des reflektierten Signals minimal. Rechts: Signalverlauf bei fester Probe: Durch die Rauigkeit der Oberfläche wird der reflektierte Strahl gestreut, die Signalamplitude variiert stark.

Die Amplitude der von den beiden Dioden gelieferten Signale erreicht nach justieren des Lasers einen Wert von 1,0 - 1,4 V. Von diesen Signalen wird das Differenzsignal gebildet, an dem eine Änderung der Magnetisierung abgelesen werden kann (Abb 4.4). Die Über- und Unterschwinger am Beginn und am Ende des Signal-

verlaufs werden durch die Elektronik erzeugt und nicht zur Auswertung verwendet.

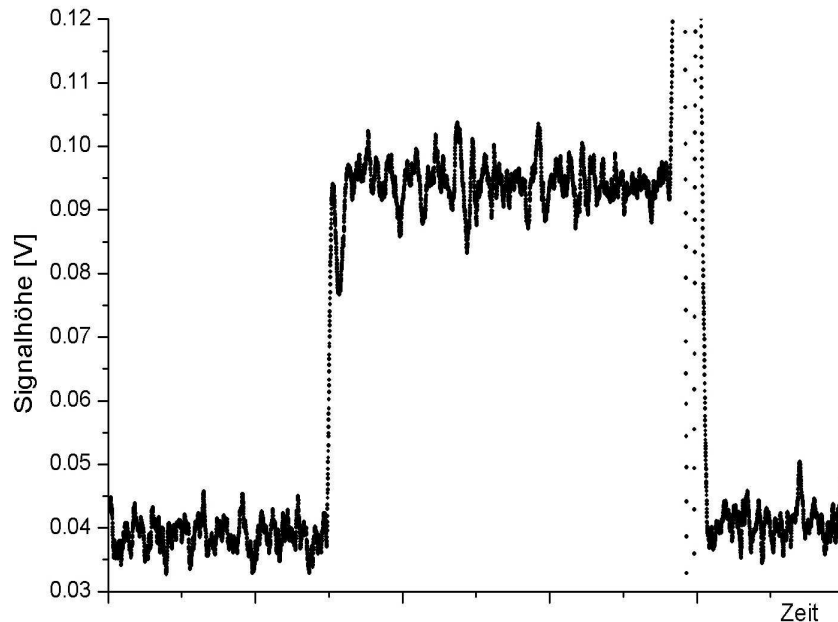


Abbildung 4.4: Das aus den beiden Dioden gewonnene Differenzsignal. Die Messpunkte werden aus den Mittelwerten zwischen dem Plateau und dem Offset erzeugt. Eine Messung enthält 100 dieser Peaks, aus deren Signalhöhe die Magnetisierung abgelesen werden kann.

In früheren Messungen wurde die Temperatur während der Aufzeichnung nicht geändert, sondern nach jeder Messung schrittweise bis zur Rekaleszenz gesenkt [Bec02, Isf01].

Da diese Methode jedoch sehr zeitaufwendig war, hat man einen Temperaturabstand für die Messungen von 10-30K gewählt. Nachteile ergeben sich dabei insbesondere im Bereich der Curie-Temperatur: Da die Probe hier jederzeit rekaleszieren kann, ist es sehr schwierig von Hand unmittelbar vor der Rekaleszenz zu messen, da diese nicht vorhergesagt werden kann. Gerade der Temperaturbereich um den Curie-Punkt ist jedoch am interessantesten, hier wäre eine dichtere Verteilung der Messwerte sehr wünschenswert. Schliesslich birgt jede Rekaleszenz, die ein erneutes Schmelzen der Probe notwendig macht, immer ein Risiko des Verlustes der Probe und aufgrund des möglichen Kontaktes mit der Levitationsspule auch eine Verunreinigung.

Hier wurde daher dazu übergegangen, mehr Messwerte pro Zeit aufzunehmen.

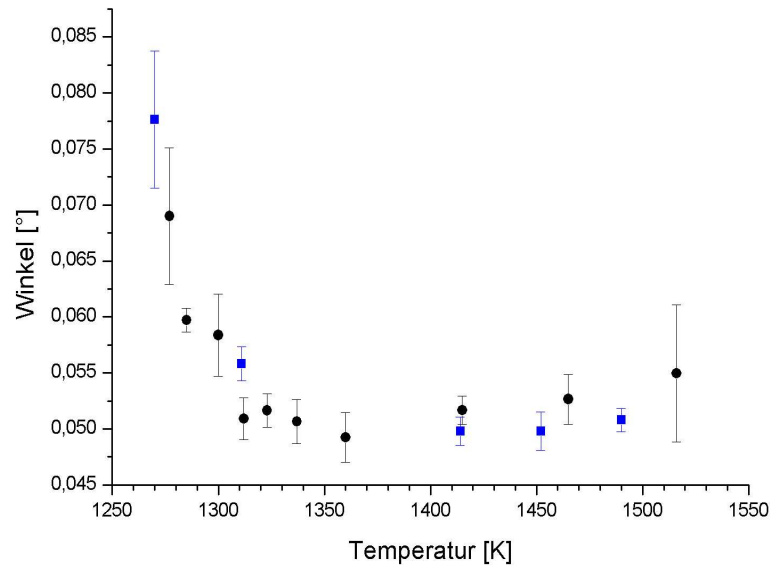


Abbildung 4.5: Bei früheren Messungen wurde die Temperatur pro Messpunkt von Hand eingestellt. Die Temperaturauflösung betrug 10K.

In einem Messfenster von 400ms werden jetzt hundert Signale mit einer Auflösung von je 10.000 Punkten aufgenommen, während die Temperatur über die Wasserkühlung kontinuierlich gesenkt wird. Da die Probe in diesen 400ms um 20-30K abgekühlt wird, kann eine Temperaturauflösung von 0,2-0,3 K erreicht werden. Zusätzlich besteht dadurch die Möglichkeit, während der Aufzeichnung bis auf wenige Millisekunden vor die Rekaleszenz herunterzukühlen, falls die Rekaleszenz im Messfenster liegt.

Von den 10.000 Messpunkten pro Peak wird der Mittelwert gebildet und dessen Differenz zum Offset errechnet. Die so erhaltenen Werte werden gegen die Temperatur aufgetragen, die Messfehler ergeben sich aus der Standardabweichung der Mittelwerte von Offset und Messpeak. Die Temperatur wurde vom PC mitprotokolliert und kann so den einzelnen Signalen zugeordnet werden.

Die folgenden Messungen zeigen die unterschiedlich starke Magnetisierung der Probe in der Nähe der Curie-Temperatur bei verschiedenen starken vertikalen Magnetfeldern. Die Magnetfeldstärke der vertikalen Magnetisierung wird über den Spulenstrom eingestellt.

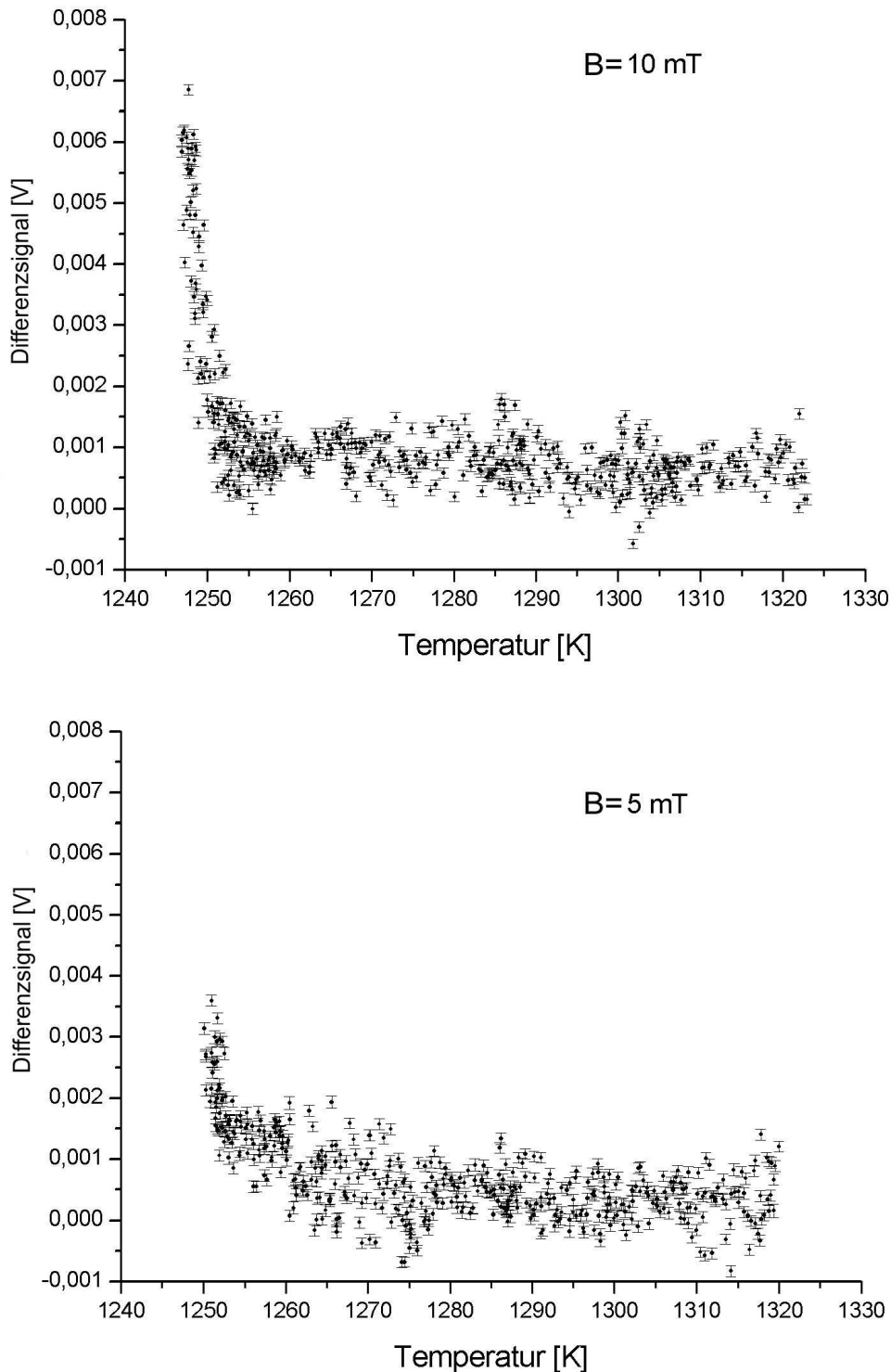


Abbildung 4.6: Die Kerr-Drehung des Signals lässt sich direkt an der Amplitudenhöhe des Differenzsignals ablesen. Der über 10.000 Punkte gemittelte Wert für das Differenzsignal wird gegen die Temperatur aufgetragen, die tiefste erreichte Temperatur liegt bei  $T = 1246\text{K}$ . Oben: Magnetfeldstärke am Probenort 10mT. Unten: Magnetfeldstärke 5mT. Bei  $B=10\text{mT}$  wird die Spinorientierung parallel zur Oberfläche bis  $T_C$  unterdrückt, daher steigt die Magnetisierung erst bei  $T_C$  stark an. Bei  $B=5\text{mT}$  ist eine leichte Zunahme der Magnetisierung schon ab 1280K zu beobachten, auch hier nimmt die Magnetisierung bei  $T_C$  stark zu.

# Kapitel 5

## Diskussion

Die neue Aufzeichnungsmethode wurde erfolgreich eingeführt und frühere Ergebnisse konnten bestätigt werden. Der Anstieg der Magnetisierung in der Nähe der Curie-Temperatur wurde erneut nachgewiesen.

Durch die Aufzeichnung von 100 Messpunkten in einem Temperaturintervall von 20-30K wurde eine wesentlich höhere Temporaturauflösung erreicht, was insbesondere im Bereich der Magnetisierungsänderung der Probe nahe der Curie-Temperatur von Vorteil ist. Zusätzlich ist es jetzt möglich, während einer Aufzeichnung bis zur Rekaleszenz zu messen, falls dieses Ereignis innerhalb der Aufzeichnungsdauer von 400ms liegt.

Die Streuung der Messwerte hängt entscheidend von der Signalqualität des reflektierten Laserstrahls ab. Durch Reflektionen während der Strahlführung können zusätzliche Polarisationskomponenten erzeugt werden, die der vorhandenen Polarisation beigemischt werden und so für Amplitudenschwankungen sorgen. So gehört es zu den nächsten Zielen, diese Streuungen so weit wie möglich zu reduzieren.

Bei einem vertikalen Magnetfeld von 5mT ist schon vor Erreichen von  $T_C$  ein leichter Anstieg in der Magnetisierung zu beobachten, bei 10mT steigt die Magnetisierung erst bei Erreichen von  $T_C$  an.

Im paramagnetischen Bereich oberhalb der Curie-Temperatur zeigt die magnetische Orientierung an der vom Laser bestrahlten Fläche in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Oberfläche. Hier gibt es daher einen Anteil des polaren Kerr-Effekts am reflektierten Strahl. Je stärker das äussere Feld, desto später orientieren sich die Spins parallel zur Oberfläche und bewirken dann einen longitudinalen Kerr-Effekt, der eine starke Änderung im Differenzsignal hervorruft. Die magnetische Orientierung lässt sich also leicht beeinflussen, eine „Ummagnetisierung“ des Materials ist schon

mit einem schwachen äusseren Feld möglich. Dieses Verhalten könnte ein Hinweis auf den flüssigen Ferromagneten als „idealen Weichmagneten“ sein [HK80].

# Kapitel 6

## Ausblick

Nachdem die Messdauer durch die neue Messmethode deutlich verringert werden konnte, lassen sich nun weitere Untersuchungen an der Probe durchführen. Zunächst wäre es sehr interessant, andere Materialien auf ihr magnetisches Verhalten bei Annäherung an die Curie-Temperatur zu untersuchen. Bei reinem Kobalt liegt  $T_C$  um 374K unter der Schmelztemperatur. Nach den bisherigen Erfahrungen sollte es damit möglich sein bis nahe an die Curie-Temperatur herunterzukühlen.

Eine Kartierung der Oberflächenmagnetisierung wäre auch ein lohnendes Ziel, um Aussagen über die Orientierung der Magnetisierung treffen zu können. Hierzu lässt sich die Orientierung des vertikalen Magnetfeldes drehen, was einer Drehung der Probe entsprechen würde. Da die Grösse der Reflektion auf der Probe im Bereich von einigen  $\mu\text{m}^2$  liegt, besteht die Möglichkeit die Oberfläche im Bereich dieser Genauigkeit auszumessen.

Die Drehung der Polarisationsrichtung des reflektierten Lichts durch den Kerr-Effekt hängt von der Frequenz des eingestrahlteten Lichtes ab. So könnte man durch die Verwendung eines blauen Lasers eine stärkere Drehung erzeugen und damit eine höhere Genauigkeit bei der Messung erreichen.

# Anhang A

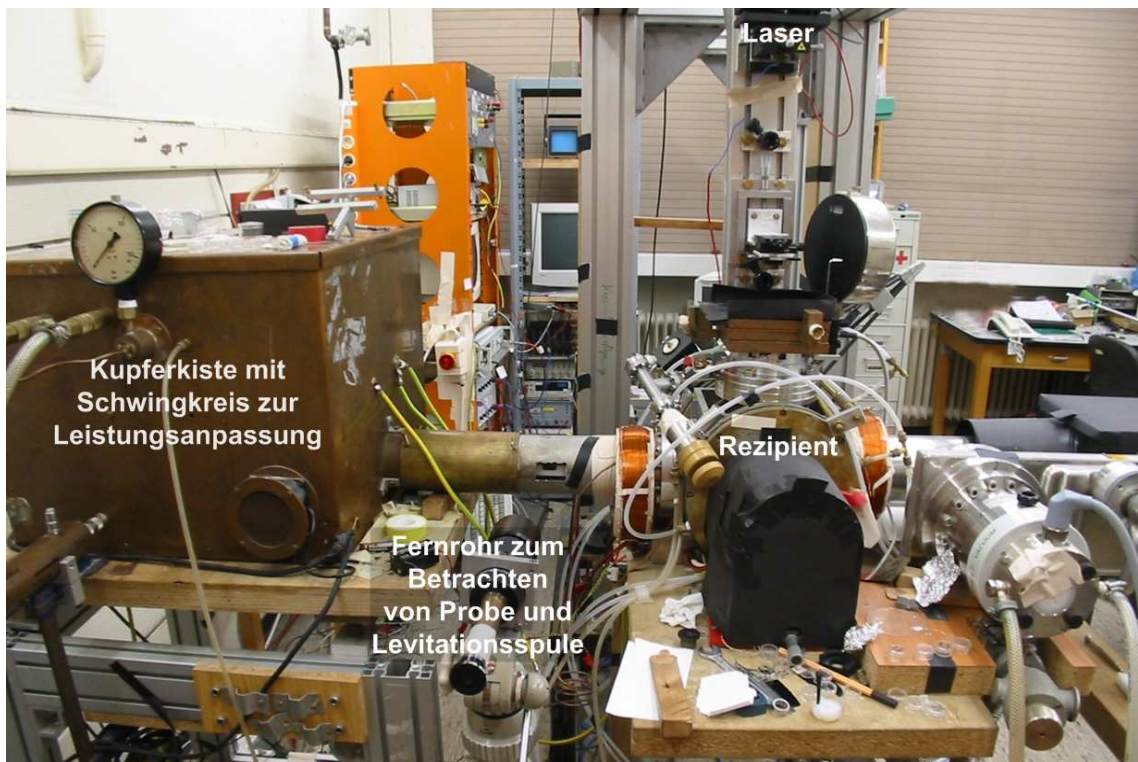


Abbildung A.1: V.l.n.r.: Kupferkiste mit Schwingkreis zur Leistungsanpassung mit Verbindung zum Rezipienten, in dem sich die Levitationsspule befindet, davor das Fernrohr mit dem die Spule über ein Umlenkprisma betrachtet wird. Über dem Rezipienten ist der Laser zu sehen, der von oben auf die Probe strahlt.



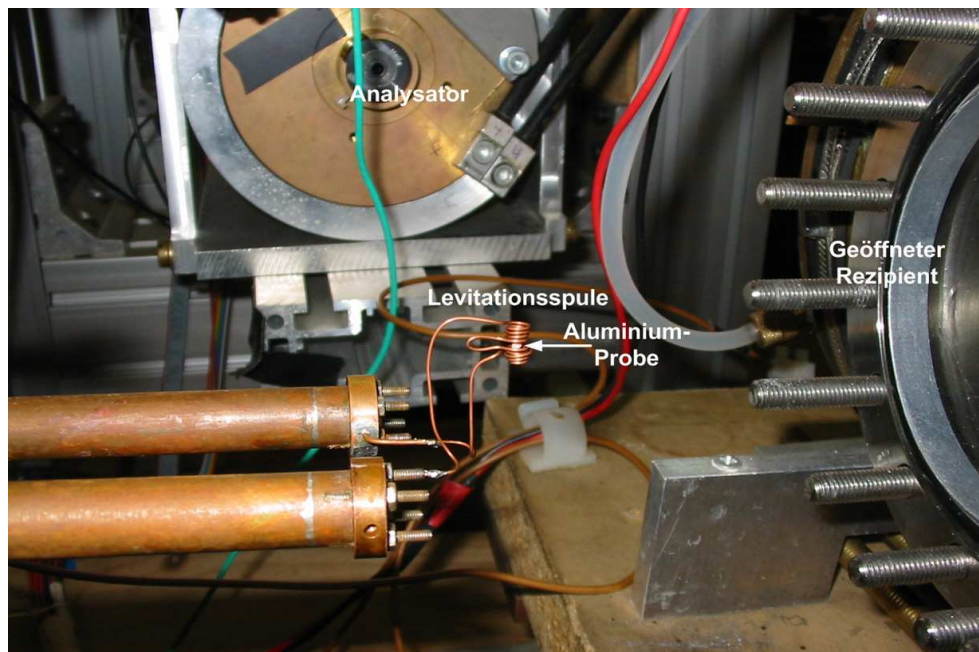


Abbildung A.2: Um die Spule auf Tragkraft und Heizleistung zu überprüfen befindet sich eine schwebende und aufgeheizte Aluminiumprobe darin. Rechts ist der geöffnete Rezipient zu sehen.

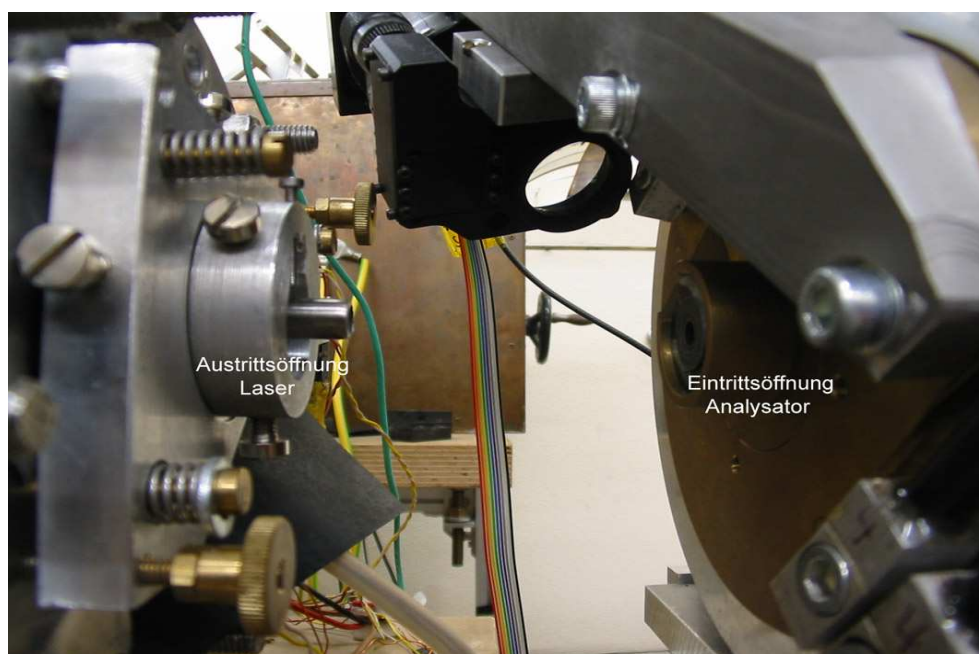


Abbildung A.3: Links die Austrittsöffnung des Lasers durch ein mit Blenden versehenes Aluminiumröhrchen. Rechts die Eintrittsöffnung des Analysators.

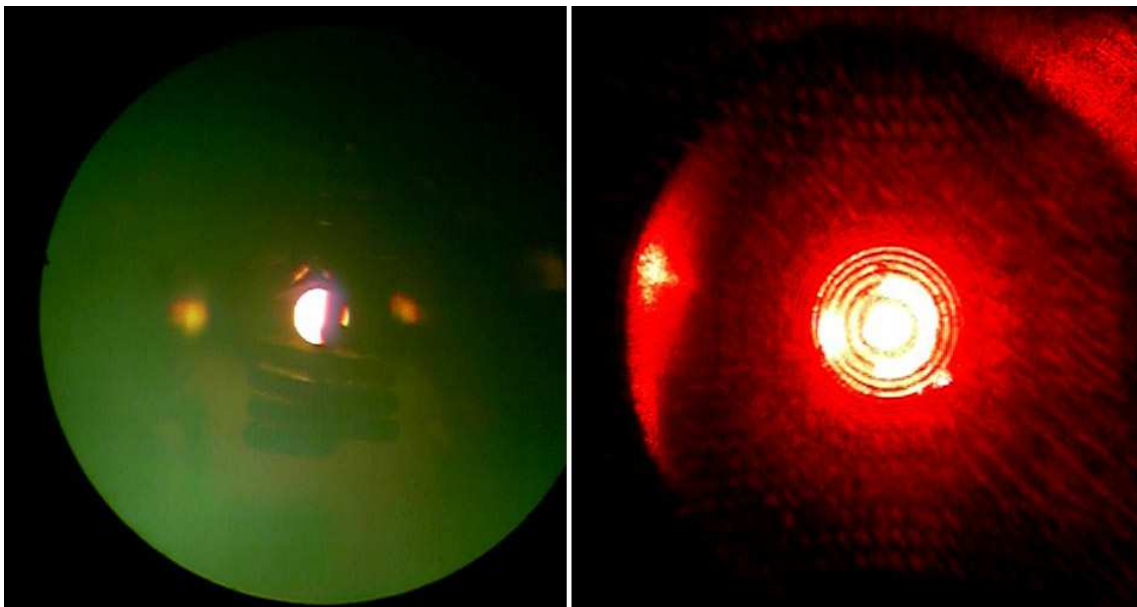


Abbildung A.4: Links: Blick auf die in der Mitte der Spule schwebende Probe durch das Fernrohr. Rechts: Beugungsmuster des von der Probe reflektierten Laserstrahls.

# Literaturverzeichnis

- [Alb96] T. Albrecht: *Nachweis der ferromagnetischen Phase der  $Co_{80}Pd_{20}$ -Schmelze*. Diplomarbeit, Universität Bonn, Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik (1996)
- [AK23a] H. Anschutz-Kaemfe. Patent Nr.:193397 (1923)
- [AK23b] H. Anschutz-Kaemfe. Patent Nr.:1589039 (1923)
- [Bak92] H. Baker: *Alloy Phase Diagrams*. Band 3, ASM International (1992)
- [Bec98] M. Beckmann: *Messungen mit einer Förster-Sonde am magnetischen Phasenübergang von  $Co_{80}Pd_{20}$* . Diplomarbeit, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1998)
- [Bec02] M. Beckmann: *Modulationskalorimetrie und magnetooptische Untersuchungen am magnetischen Phasenübergang von flüssigem  $Co_{80}Pd_{20}$* . Dissertation, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (2002)
- [BHM+96] C. Bührer, U. Holzwarth, K. Maier, D. Platzek und J. Reske: *Applied Physics A* 63 (1996) 191
- [BQ98] S. D. Bader und Z. Q. Qiu: *Kerr Effect and Surface Magnetism*. In: *Nonlinear Optics in Metals*. Editor: K.H. Bennemann; New York (1998)
- [Bueh98] C. Bührer: *Der flüssige Ferromagnet - Kritisches Verhalten am magnetischen Phasenübergang der flüssigen Phase von  $Co_{80}Pd_{20}$* . Dissertation, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1996)
- [FJ65] E. Fromm und H. Jehn: *Electromagnetic Forces and Power Absorption in Levitation Melting*. *British J. Appl. Phys.*, 16 (1965) 653

- [GD97] B. Groh und S. Dietrich: *Spatial Structures of Dipolar Ferromagnetic Liquids*. Phys. Rev. Lett., 79 (4)
- [Gub60] A. I. Gubanov: Fiz. Tverd. Tela (TT), 2 (1960) 502
- [Hei26] W. Heisenberg. Z. Phys., 38 (1926) 41
- [HBM+98] D. Herlach, C. Bührer, K. Maier, D. Platzek und J. Reske: *Magnetic Ordering in a Supercooled Co-Pd Melt studied by Muon-Spin Rotation*. Europhys. Lett., 44 (1) (1998)
- [HK80] K. Handrich, S. Kobe: *Amorphe Ferromagnetika*. Akademie Verlag, Berlin (1980)
- [HS98] A. Hubert und R. Schäfer: *Magnetic domains, The Analysis of Magnetic Microstructures*. Springer Verlag. Berlin Heidelberg New York (1998)
- [Isf01] L.M. Isfan: *Kerr-Effekt-Messungen an flüssigem Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>*. Diplomarbeit, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (2001)
- [Kas56] T. Kasuya, Progr. Theor. Phys., Kyoto, 16, 45, 58, 1956
- [KL92] H. Kronmüller und M. Lambeck: *Magnetismus in Festkörpern*. In: Bergmann-Schaefer, Bd. 6, Kap. 8; W. de Gruyter, Berlin, New York (1992)
- [Kop89] K. Kopitzki: *Einführung in die Festkörperphysik*. Teubner Studienbücher, Stuttgart 1989
- [Nol86] W. Nolting: *Quantentheorie des Magnetismus 1 und 2*. Teubner Studienbücher, Stuttgart 1986
- [PNH+94] D. Platzek, C. Notthoff, D. M. Herlach, G. Jacobs, D. Herlach und K. Maier: *Liquid metal undercooled below its Curie temperature*. Appl. Phys. Lett., 65 (13) (1994) 1723
- [Pla97] D. Platzek: *Ein flüssiger Ferromagnet - Untersuchungen mit mikroskopischen Sonden*. Dissertation, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1997)

- [Res96] J. Reske. *Flüssige Ferromagnete - Untersuchungen zur magnetischen Ordnung in unterkühlten Co-Pd-Schmelzen*. Dissertation, Universität Bonn, Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik (1996).
- [RK54] M.A. Ruderman, C. Kittel, Phys. Rev. 96, 99, 1954
- [VWWH98] T. Volkmann, A.G. Wilde, R. Willnecker und D.M. Herlach. *Nonequilibrium solidification of hypercooled Co-Pd melts*. Journal of Applied Physics, **83** (6) (1998) 3028
- [Yos75] K. Yoshida, Phys. Rev. 106, 893, 1957

## Danksagung

Zuerst möchte ich Herrn Maier für das Bereitstellen des aufregenden und spannenden Themas des Flüssigmagneten danken. Er hatte immer ein offenes Ohr falls Fragen oder Probleme auftauchten und half nicht nur in schwierigen Situationen mit seinem schier unerschöpflichen Ideenreichtum weiter.

Herrn Professor Hübel danke ich für die Übernahme des Koreferats.

Lucian Isfan, der mit seinem ihm eigenen Humor neben dem fachlichen für ein ebenso amüsanter Jahr beim Experimentieren sorgte.

Der gesamten Maiertruppe, denen ich durch die Arbeit im Keller leider viel zu selten beiwohnen konnte, nicht nur für das Korrekturlesen und die Anregungen für diese Arbeit, sondern auch den Zusammenhalt, der nicht nur bei den gemeinsamen Aktivitäten für Rückhalt sorgte. Hier möchte mich auch bei Frau Maier bedanken, die durch ihr Kochkunst für das Wohl aller bei den regelmässigen Zusammenkünften im Hause Maier sorgte.

Der Feinmechanik- und der Elektronikwerkstatt danke ich für ihre tatkräftige Unterstützung bei Problemen, insbesondere bei Komponenten im Experiment, die ein ausgeprägtes Eigenleben entwickelten.

Meinen Eltern danke ich für ihre Unterstützung während des Studiums.

Meiner Freundin Andrea danke ich insbesondere für ihre Geduld während der Entstehung dieser Arbeit.