

## Platzanleitung – Leitfähigkeit komplexer Oxide (LKO)

### Geräte

- Refrigerator-Kryostat ROK10-300 mit Kompressor-Einheit (luftgekühlt) RW2, beides Leybold-AG
- DC-Sourcemeeter (= Strom- bzw. Spannungsquelle und Messgerät) Keithley 2400
- DC-Nanovoltmeter Keithley 182
- Temperatur-Controller (= Temperatur - Mess- und Regelgerät) LakeShore 330
- Vakuum-Messgerät Thermovac TM20, Leybold-AG
- Computer, inkl. IEEE-Inteface

### 1) Präparation der Probe

**Die physikalische Größe „Elektrische Leitfähigkeit“ ist eine Transporteigenschaft fester Körper. Sie beschreibt damit einen Nichtgleichgewichts-Zustand. Bei der Messung von Transporteigenschaften ist es notwendig, die zu transportierende Größe (hier: elektrische Ladung) in den Festkörper einzubringen. Das setzt eine sorgfältige Präparation voraus. Im vorliegenden Fall erfolgt die Messung der Leitfähigkeit nach der Vierleitermethode, wobei bei der verwendeten Probe (Manganat-Dünnschichtprobe) eine Stabgeometrie angenommen werden kann. Folgendes Vorgehen wird empfohlen:**

1. Zuerst müssen für die Probe vier Kupferdrähte mit Steckern vorbereitet werden (Eventuell sind noch einzelne fertige Stecker-Draht-Paare aus vorherigen Messungen vorhanden). Verwendet wird dünner Kupferdraht (Durchmesser 90  $\mu\text{m}$ , isoliert mit Polyurethan = PUR). Der Kupferdraht (Länge ca. 5-7 cm) muss an beiden Enden auf einer Länge von ca. 1 cm mit Lötzinn vollständig verzinkt werden (die Isolationschicht kann mit Hilfe des Lötkolbens bei ca. 350°C abgebrannt werden), um den elektrischen Kontakt zur Probe zu gewährleisten. Das Ergebnis kann unter dem Mikroskop kontrolliert werden. An ein Ende muss zusätzlich ein Mini-Stecker angelötet werden.
2. Aus einem Blatt Papier wird nun ein Quadrat ausgeschnitten (ca. 1,5 cm x 1,5 cm; passend für den Kaltkopf des Refrigerators). Das Papierquadrat (= Probenträger) wird an allen vier Ecken mit einer Nadel o.ä. durchstoßen. Durch die Löcher werden nun die vorbereiteten Kupferdrähte gezogen, so dass sie ca. 1 cm herausgucken. Zum Fixieren der Drähte am Papier kann auf jedes Loch etwas Klebstoff („KLEB ALL – CREME“) gegeben werden.
3. Als nächstes muss die Probe auf das Papierquadrat aufgebracht werden. Dazu biegt man am besten die Kabel etwas nach außen, bringt in der Mitte des Quadrats (sparsam!) etwas Klebstoff auf und befestigt das Substrat auf dem Papier (d.h. glänzende Seite der Probe nach oben !). Auch hier muss der Klebstoff einige Minuten trocknen bevor fortgefahren werden kann.
4. Ist der Klebstoff getrocknet, so beginnt der komplizierteste Teil der Arbeit, das Anbringen der Drahtenden an der Probe. Zwei der Kabelenden (an besten von gegenüberliegenden Ecken, die verhindert Verwechslungen) müssen zu den schmalen Seiten der Probe gebogen werden und am besten leicht unter die Probe geschoben werden (Stromkontakte).

Die anderen beiden Enden (Spannungskontakte) werden zu den längeren Seiten der Probe gebogen, wobei sie dort einen Abstand von ca. 4 mm haben sollten, und ggf. auch wieder leicht an oder unter die Probe geschoben, um sie zu fixieren. Mit einem Präparationsstäbchen aus Holz (**Achtung:** kein Metall verwenden, da dadurch die Probenschicht beschädigt werden kann !) wird das Leitsilber (muss vorher umgerührt werden, um Lösungsmittel und Silber zu mischen) an die Kontaktstellen der Kabel und der Probe gebracht (das Auftragen vom Leitsilber sollte vorher auf einem Kupferblech geübt werden).

Die Details können Abb.1 (siehe unten) entnommen werden !

5. Zur Überprüfung der Kontaktierung kann mit einem Multimeter der Widerstand zwischen jeweils zwei Steckern gemessen werden. Hierbei sollten sich Widerstandswerte im einstelligen Kiloohm-Bereich ergeben.
6. Die Probe muss im Ofen 30 Minuten bei 100°C ausgeheizt werden, um das Leitsilber auszuhärten.
7. Zuletzt muss noch die Geometrie der Probe bestimmt werden: Abstand zwischen den beiden Spannungsmesspunkten und Breite der Probe (siehe Skizze).

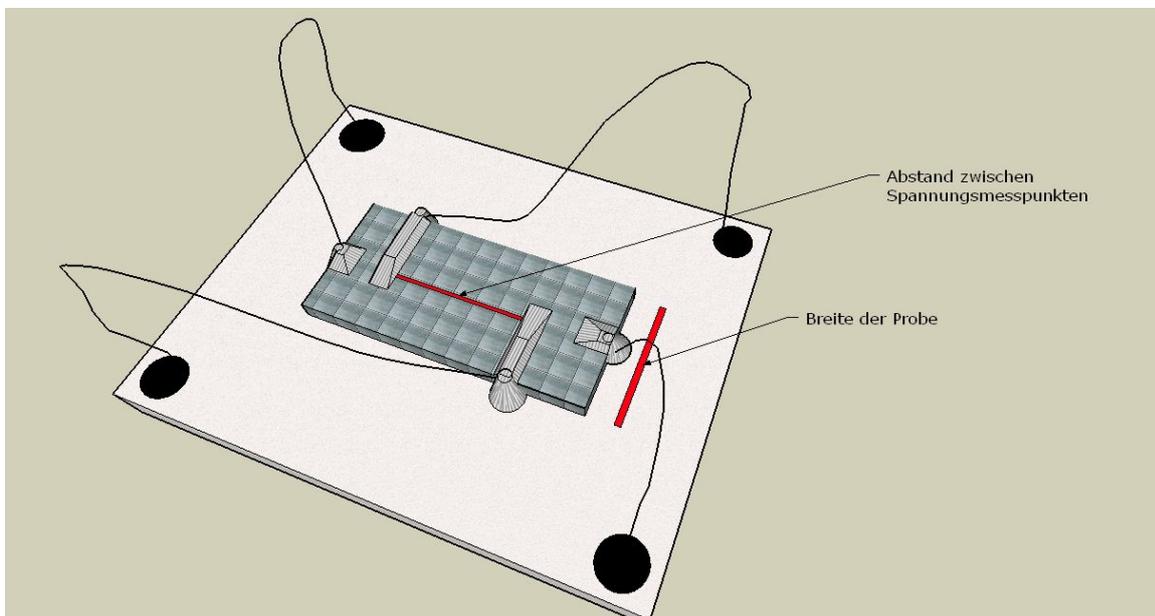


Abbildung 1

## 2) Vorbereitung der Messungen

1. Zunächst müssen alle drei Messgeräte (von oben nach unten: Stromquelle, Spannungsmessgerät, Temperaturcontroller, siehe Foto) eingeschaltet werden. An der Stromquelle wird als Teststrom 10  $\mu\text{A}$  eingestellt (siehe unten. Abb. 2). Der Temperaturcontroller wird auf eine Temperatur von 310 K eingestellt (Taste „SP“ drücken, Anzeige blinkt, Wert eingeben, mit „ENTER“ bestätigen, Heizer durch dreimaliges Drücken der Taste „HEATER“ auf „HIGH“ stellen und damit aktivieren), so dass der Probenhalter beheizt wird und das aufgebraute Kontaktfett zur thermischen Kontaktierung („APIEZON“) etwas flüssiger wird. Das Spannungsmessgerät wird auf automatischen Messbereich eingestellt (Taste AUTO).
2. Der Temperature-Controller zeigt zwei Temperaturen an: Proben temperatur (oben: Sensor B = Pt-Widerstandsthermometer) und Regeltemperatur (unten: Sensor A = Si-Diode, ggf. durch Drücken der Tast CONTROL anzeigen lassen).

3. Der Refrigerator muss zunächst belüftet werden. Dies geschieht mit Hilfe eines Dosierventils am oberen Ende der Leitung zum Vakuumpumpstand (**Achtung:** Belüften darf nur im vollkommen warmen Zustand erfolgen ! Niemals während oder nach Betrieb des Refrigerators). Nach dem Belüften ist das Dosierventil wieder zu schließen. Anschließend kann durch langsames Ziehen die obere Abdeckung vom Refrigerator abgenommen werden und der darunter liegende Strahlungsschutz (Al-Zylinder) entfernt werden.  
Nun wird die vorbereitete Probe auf den Kaltkopf aufgelegt und mit einer Pinzette o.ä. leicht angedrückt. Mit der Pinzette werden die Strom- und Spannungsanschlussstecker in die dafür vorgesehenen Buchsen gesteckt (grüne Markierung seitlich auf der grauen Steckerleiste, U hintere Kontakte, I vordere Kontakte, Polarität ist willkürlich).
4. Wurde alles korrekt angeschlossen, so sollte der Spannungsmesser bei einem Strom von  $10 \mu\text{A}$  ca.  $10 \dots 20 \text{ mV}$  anzeigen. Polt man den Strom um (Stromquelle, Tasten „EDIT“ und „+/-“, drücken), so sollte eine Spannung von ca.  $-10 \dots 20 \text{ mV}$  angezeigt werden. Die Spannungswerte für beide Stromrichtungen sind zu protokollieren.  
Der Refrigeratorkryostat wird nun in umgekehrter Reihenfolge (s.o.) wieder geschlossen. .
5. Nun wird der Hochvakuum-Pumpstand (Turbomolekularpumpstand) in Betrieb genommen (Schalter an Verteilerleiste rechts neben dem Tisch) und unmittelbar nach Einschalten das Durchgangsventil oben auf dem Pumpstand vollständig geöffnet. Der Druck sollte bis auf ca.  $5 \times 10^{-3}$  abfallen. Danach kann der Refrigerator eingeschaltet werden, indem der große Kippschalter am Kompressor (unter dem Tisch stehend) um  $90^\circ$  im Uhrzeigersinn gedreht wird.
6. Parallel dazu kann der zweite Student bereits den Computer hochfahren (s.u.) und das Messprogramm starten.



Abbildung 2

#### Stromquelle

- **Source I** drücken
- **Edit** drücken
- über Zifferntasten gew. Stromstärke eingeben (inkl. +/-), **Enter**
- dann Rear und Output drücken

#### Spannungsquelle

- **Auto** drücken, um automatische Messbereichswahl zu aktivieren

#### Temperaturmessgerät/-controller

- Falls **Anzeige Heater** während Messprogramm auf Null springt, Heater per **dreimaligem Tastendruck** auf Stufe 3 einstellen

### 3) Durchführung der Messungen

Die elektrische Gleichstromleitfähigkeit ist in Abhängigkeit von der Temperatur ohne äußeres Magnetfeld zu messen. Dazu werden zwei Messreihen, eine mit abnehmender und eine mit ansteigender Temperatur im Bereich  $20 \text{ K} < T < 300 \text{ K}$  realisiert. Der Messablauf wird automatisch mittels eines Computerprogramms gesteuert. Den Studenten obliegt die Kontrolle des korrekten Ablaufs der Messung.

1. Der Messcomputer arbeitet auf der Basis des Betriebssystems DOS. Ein Passwort-Schutz ist deshalb nicht erforderlich. Es stehen zwei Messprogramme zur Verfügung (vorzugsweise ist Variante A zu nutzen):

#### A) Messprogramm unter Nutzung von WIN311:

- PC starten
- In das Verzeichnis C:\WIN311 wechseln
- „WIN „ eingeben, „ENTER“ drücken. Windows 3.11 startet.
- Total Commander starten, dort in das Verzeichnis C:\RES\_REF wechseln
- RES\_REF.EXE ausführen. Das Messprogramm wird gestartet und beginnt mit dem Eingabefenster betreff der Messparameter
- Messparameter einstellen
  - a) „Filename“ (= Name der Ausgabedatei)
  - b) „Sample Description“ (= Beschreibung der Probe)
  - c) „Start Temperature“ und „End Temperature“ (= Start- und Endtemperaturen in Kelvin; max. möglicher Wert ist 300 K, **empfohlene Werte 300 K bzw. 20 K**)
  - d) „Temperature Slope“ (= Temperaturabfall bzw. -anstieg in Kelvin/Stunde, **empfohlener Wert 200 K/h**, negatives Vorzeichen bei abnehmender Temperatur muss nicht eingegeben werden.)
  - e) „Heater“ (= Heizerstufe, 0 = off, 1 = low, 2 = medium, 3 = high, **Standardwert 3**)
  - f) „Current“ (= Messstrom in Ampere, **empfohlener Wert  $10^{-5} \text{ A}$** )
  - g) „Counts to average“ (= Anzahl der Messungen zur Durchschnittsbildung, **empfohlener Wert 2**)
  - h) Kästchen „Run this step“ aktivieren
- Messung mit „RUN“ starten. Zunächst stellt das Programm die Starttemperatur ein und stabilisiert diese. Um sofort mit den Messungen beginnen zu können, kann dieser Schritt durch Drücken der Anweisung „CONTINUE“ übersprungen werden. Während der Messungen werden eine Temperatur-Zeit- und eine Widerstands-Temperatur-Kurve dargestellt. Die Messung erfolgt alle 10 s. Einzelne Messungen können durch Drücken der Taste „NEXT“ übersprungen werden.

## B) Messprogramm unter Nutzung von DOS:

- PC starten
- In das Verzeichnis C:\TPPROG\RESIST wechseln
- AUTOR134.EXE ausführen. Das Messprogramm wird gestartet.
- Mittels „DATA AQUISITION“ und „TAKE DATA CONT“ das Parameterfenster öffnen.
- Unter „KONTINUIERLICHE MESSUNG“ Messparameter einstellen
  - a) „Starttemperatur ? [K]“ (= Starttemperatur, **empfohlene Werte 310 K bzw. 20 K**)
  - b) „Endtemperatur ? [K]“ (= Endtemperatur, **empfohlene Werte 20 K bzw. 310 K**)
  - c) „Temperaturdrift ? [K/s]“ (= Temperatur-Sweep-rate, **empfohlene Werte -0.05 K/s bzw. +0.05 K/s**, Vorzeichen muss beachtet werden)
  - d) „Schrittweite“ (= Temperaturabstand der Messpunkte, **empfohlener Wert 1 K**)
  - e) „Anfangsstrom“ (= Messstrom in Ampere, **empfohlener Wert  $10^{-5}$  A**)
- Nach korrekter Eingabefenster mit „Y“ schließen.
- Unter „EINSTELLUNG CONTROLLER“ Parameter der Temperaturregelung einstellen:
  - a) „Setpoint ? [K]“ (= Starttemperatur, **empfohlene Werte 310 K bzw. 20 K**)
  - b) „Gain ?“ (= Proportionalparameter der Regelung, **empfohlener Wert 50**)
  - c) „Reset ?“ (= Integralparameter der Regelung, **empfohlener Werte 200**)
  - d) „Rate ?“ (= Differentialparameter der Regelung, **empfohlener Wert 100**)
  - e) „Heater Range ?“ (= Heizerstufe, 0 = off, 1 = low, 2 = medium, 3 = high, **Standardwert 3**)
- Nach korrekter Eingabefenster mit „Y“ schließen.
- System öffnet das Messfenster, Messung kann mit „START MESSUNG Y/N“ gestartet werden. Zunächst stellt das Programm die Starttemperatur ein und stabilisiert diese. Während der Messungen werden die Daten des letzten Messpunktes angezeigt. Eine grafische Darstellung erfolgt nicht.
- Die Daten (Spalte 1: Proben­temperatur in K, Spalte 2: gemittelter Probenwiderstand in  $\Omega$ ) werden jeweils im File C:\TPDAT\RESIST.DAT abgelegt (**Achtung:** Vor Beginn einer neuen Messreihe ist das Datenfile der vorangegangenen Messung umzubenennen, ansonsten wird es überschrieben.)

2. Der Messbereich der Anlage umfasst das Intervall  $10^{-6} \Omega < R < 10^8 \Omega$ .

3. Nach Beendigung der Messungen sind der Kompressor, Pumpstand (Eckventil schließen) sowie alle Messgeräte abzuschalten (**Achtung: Bei laufendem Kompressor und bis zu 5 Stunden danach befindet sich die 2. Kaltstufe auf einer Temperatur wesentlich unter 270 K und der Kryostat darf unter keinen Umständen belüftet und geöffnet werden !**)

#### 4) Auswertung der Ergebnisse

1. Stellen Sie die spezifische Leitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur grafisch dar. Diskutieren Sie den Verlauf der Messkurven. Geben Sie im Falle eines Leitfähigkeits-Phasenübergangs die Übergangstemperatur an. Diskutieren Sie, wodurch der Phasenübergang gekennzeichnet ist. Gehen Sie auch auf mögliche Unterschiede zwischen den aufgenommenen Messkurven ein und führen Sie eine qualitative Fehlerdiskussion durch.
2. Bei halbleitenden Proben kann aus den Ergebnissen die Anregungsenergie bestimmt werden, bei quasi-metallischen“ Proben ist das Restwiderstandsverhältnis (RRR)

$$RRR = \frac{R_{300K}}{R_{0K(\text{extrapoliert})}}$$

anzugeben

3. Ergänzungsvariante: Die Messung der elektrischen DC-Leitfähigkeit ist ein integrales Verfahren. Eine wesentliche Erweiterung der möglichen Interpretationen ergibt sich für den Fall, dass die Ladungsträgerkonzentration separat bestimmt werden kann. Schlagen Sie eine Anordnung/Erweiterung des Versuchs vor, mit der im vorhandenen System auch die Ladungsträgerkonzentration ermittelt werden kann. Wo liegen Probleme bei der praktischen Realisierung ?