

Kapazitives Dilatometer für Magnetostruktionsmessungen

Philipp Gegenwart, Frank Kromer, Robert Kuchler und Franziska Weickert

Messungen der Längenänderung $\Delta l(B)$ einer Probe in Abhängigkeit eines angelegten Magnetfelds B können zur Klärung vielerlei Fragestellungen beitragen. Für uns besteht insbesondere das Interesse, horizontale Phasengrenzlinien in B - T -Phasendiagrammen mittels einer thermodynamischen Methode bis hinab zu tiefsten Temperaturen (10 mK) und bis zu sehr großen Magnetfeldern (20 T) zu ermitteln. Die erwünschte hohe Auflösung von $\Delta l = 10^{-1}$ Å bei einer Probenlänge $l \leq 5$ mm macht eine kapazitive Methode notwendig. Im Folgenden werden zunächst die besonderen Anforderungen an das Design der Messzelle diskutiert, ihr Aufbau erläutert, sowie abschließend erste Messungen vorgestellt.

Die bei einem zeitlich veränderlichen Magnetfeld ($dB/dt \neq 0$) auftretenden Induktionsströme im Zellmaterial führen zur Ausbildung eines magnetischen Moments, welches in Wechselwirkung mit dem äußeren Magnetfeld ein Drehmoment auf die beweglichen Teile der Messzelle ausübt. Dies kann zu einer Änderung der Plattenposition und damit zu einer Verfälschung des Messsignals in Abhängigkeit von dB/dt führen, die als "dynamischer Zelleffekt" bezeichnet wird. Um mechanische Verspannungen beim Abkühlprozess zu vermeiden, ist eine hohe Homogenität des Zellmaterials erforderlich. Außerdem muss der thermische Gleichgewichtszustand möglichst schnell erreicht werden, und es dürfen keine magnetfeldinduzierten Phasenübergänge auftreten. Schließlich muss der Magnetostruktionskoeffizient des Zellmaterials sehr klein sein und das Material sollte sich ohne besondere Spezialwerkzeuge verarbeiten lassen. Zur Materialauswahl wurden Testmessungen der thermischen Ausdehnung im Magnetfeld mit dem vorhandenen Probenhalter aus Silber ($T \geq 50$ mK, $B \leq 8$ T) an verschiedenen Kunststoffen, Keramiken und Metallen durchgeführt. Als das den mannigfaltigen Anforderungen am ehesten entsprechende Material erwies sich die Legierung Kupfer-Beryllium mit einem Beryllium-Anteil von 1,84%. Da die Beryllium-Konzentration klein ist, liegt der Ausdehnungskoeffizient bei allen Temperaturen nahe dem Wert von reinem Kupfer während die elektrische Leitfähigkeit um den Faktor 30 reduziert ist. Dies führt

zu einer Minimierung des oben beschriebenen "dynamischen Zelleffekts". Abb. 1 zeigt eine Schnittzeichnung und eine Fotografie der Zelle. Auf Höhe der CuBe-Blattfedern besitzen sowohl der feste Rahmen als auch das bewegliche Innenstück einen Öffnungswinkel von 30° , der einerseits eine hinreichend gute mechanische Stabilität und andererseits den direkten Zugang zum Probenraum gewährleistet. Die Kondensatorplatten sind elektrisch isolierend in ihr jeweiliges Rahmenstück eingepasst. Auf Höhe der unteren Kondensatorplatte kann das Rahmensegment abgenommen werden. Dies erlaubt eine optimale Ausrichtung der Platten relativ zu ihren Rahmenstücken. Durch Lappen wird eine einheitliche Oberflächenebene von Kondensatorplatten und Rahmen geschaffen, so dass sich die Platten nach der Montage in einer planparallelen Position befinden. Die Zelle ist so konstruiert, dass im entspannten Zustand ein Plattenabstand von 0,25 mm erzielt wird. Dies führt zu einer "Leerkapazität" von

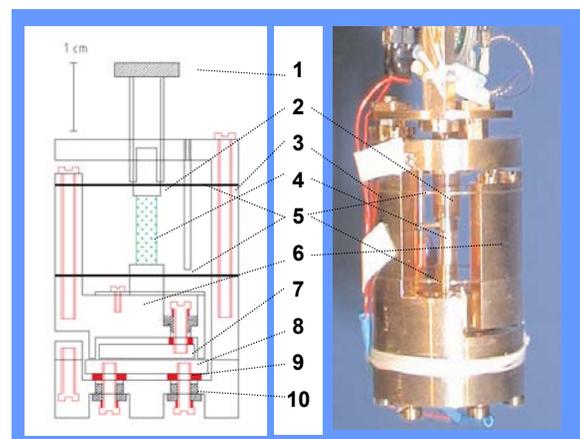


Abb. 1: Schnittzeichnung (links) und Fotografie (rechts) der Messzelle. 1: Einstellschraube, 2: Stempel, 3: Rahmen (fest), 4: Probe (hier CuBe-Stück), 5: CuBe-Blattfedern, 6: bewegliches Innenstück, 7: obere Kondensatorplatte, 8: untere Kondensatorplatte, 9: Saphir-Unterlegscheibe, 10: Vespel-Isolierstück.

Fig. 1: Cross sectional view (left) and photography (right) of the cell. 1: adjustment screw, 2: stamp, 3: cell frame, 4: sample (here CuBe-piece), 5: CuBe flat springs, 6: moveable part, 7: upper capacitor plate, 8: lower capacitor plate, 9: washer (sapphire), 10: isolation (vespel).

Capacitive Dilatometer for Measurements of the Magnetostriction

Philipp Gegenwart, Frank Kromer, Robert Küchler and Franziska Weickert

The magnetostriction $\Delta l(B)$, i.e. the length change of a sample forced by an applied magnetic field is a thermodynamic property that provides important information on ground state properties and is ideally suited to investigate horizontal lines in B - T phase diagrams. Our goal was to design a device for the use at lowest temperatures (10 mK) and in magnetic fields as high as 20 T. The required resolution of $\Delta l = 10^{-1}$ Å for samples with a length $l \leq 5$ mm can only be achieved with the aid of a capacitive method. In the following we first discuss the special requirements for the material of the dilatometer. We then provide details on the design and demonstrate the performance of the new cell.

Eddy currents in the cell material are induced by the variation of the magnetic field ($dB/dt \neq 0$) and give rise to a magnetic moment. The induced moments interact with the applied field and produce a torque on the movable part of the cell resulting in a displacement of the capacitor plates. This

so-called “dynamical cell effect” depends on the rate dB/dt and is a parasitic signal that disturbs the measurement. One main requirement on the cell material was to minimize this effect. Furthermore, in order to avoid mechanical stress during cooling, the cell material needs to be homogeneous. Moreover, thermal equilibrium in the cell material has to be reached fast upon cooling to lowest temperatures and the material should not show any field-induced phase transitions. After all, the material should be easy to machine and its magnetostrictive coefficient should be small. In order to choose the best cell material, several tests have been made on different plastics, ceramics and metals using our thermal expansion dilatometer made from silver that can be operated in magnetic fields up to 8 T. It turned out that the alloy Copper Beryllium with a Beryllium concentration of 1.84% meets all these requirements best. Due to the low Be concentration, its thermal expansion coeffi-

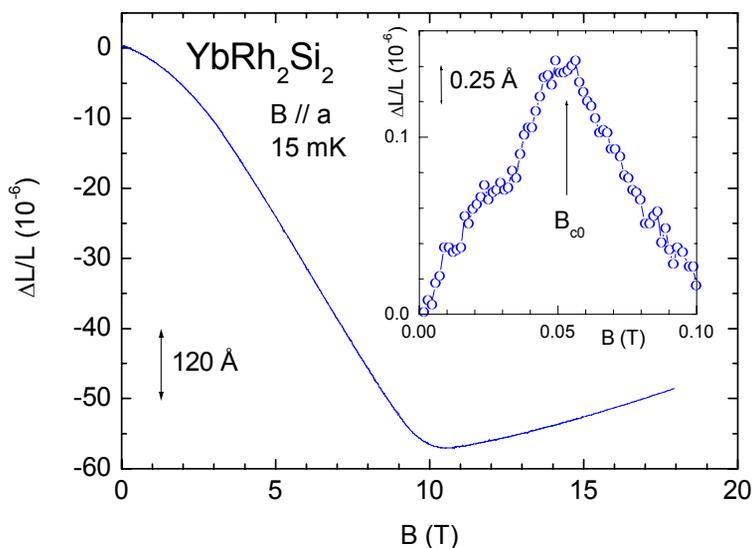


Fig. 2: Magnetostriction of YbRh_2Si_2 at 15 mK. The inset magnifies data at very small magnetic fields. The sharp maximum indicates the suppression of the antiferromagnetic order ($T_N = 70$ mK) at the critical magnetic field B_{c0} . The negative coefficient dL/dB of the magnetostriction is caused by the polarization of the Yb-moments with increasing B . They are completely polarized for $B \geq 10.5$ T.

Abb. 2: Magnetostruktionsmessung an YbRh_2Si_2 bei 15 mK. Bei sehr kleinen Magnetfeldern, im Inset vergrößert dargestellt, tritt eine scharfe Spitze bei Durchlaufen des für die antiferromagnetische Ordnung ($T_N = 70$ mK) kritischen Magnetfelds B_{c0} auf. Die zunehmende Polarisierung der Yb-Momente im Magnetfeld führt zu einem negativen Magnetostruktionskoeffizienten dL/dB . Für $B \geq 10.5$ T ist der Kondo-Effekt vollständig unterdrückt und es liegt ein System von ausgerichteten Yb^{3+} Momenten vor.

5,4 pF. Nach Probeneinbau wird der Plattenabstand über die Einstellschraube so verringert, dass sich eine Arbeitskapazität von etwa 20 pF ergibt, entsprechend eines Plattenabstands von etwa 0,067 mm. Eine Präzisionsmessbrücke der Firma Andeen Hagerling ermöglicht die Bestimmung der Kapazität mit einer absoluten Auflösung von 10^{-6} pF.

Die ursprüngliche Idee war, das Dilatometer direkt in der flüssigen $^3\text{He}/^4\text{He}$ Mischung, d.h. innerhalb die Epoxid-Mischungskammer eines speziellen Mischungskryostaten zu platzieren, um eine möglichst gute Temperaturstabilität während der Magnetostruktionsmessungen zu ermöglichen. Allerdings zeigte sich, dass bereits kleinste Temperaturschwankungen zu einer deutlichen Änderung der Kapazität führten. Dieser Effekt wird sowohl durch die Temperaturabhängigkeiten der Dielektrizitätskonstanten $\varepsilon(T)$ von ^3He und ^4He , als auch durch die Temperaturabhängigkeit des Mischungsverhältnisses der beiden Isotope mit unterschiedlichem ε verursacht. Daher wurde das Konzept

geändert und eine Zellaufhängung konstruiert, die es erlaubt, die Zelle an das untere Ende der Mischungskammer eines anderen Mischungskryostaten (im Vakuum) anzuschrauben. Um eine optimale thermische Ankopplung der Probe an das Kältebad zu garantieren, wird diese direkt auf einem Sockel aus Cu(Be) angebracht, der über ein Bündel von Silber-Drähten in optimalem Wärmekontakt zur Mischungskammer steht.

Testmessungen mit einer Probe aus CuBe ergaben, dass der "dynamische Zelleffekt" unmessbar klein ist. Die neue Messzelle ist seit Juni 2002 einsatzbereit und wurde bereits erfolgreich für Messungen an den Schwere-Fermionen Systemen YbRh_2Si_2 , YbFe_2Ge_2 , $\text{PrOs}_4\text{Sb}_{12}$, CeCoIn_5 und CeCu_2Si_2 eingesetzt. Abb. 2 zeigt Magnetostruktionsdaten, die an einem nur 1 mm langen Einkristall von YbRh_2Si_2 (siehe "*Quantum Criticality in YbRh_2Si_2* ") bei 15 mK aufgenommen wurden. Die Auflösungsgrenze beträgt $0,1 \text{ \AA}$ entsprechend einem relativen Rauschen von 10^{-8} .

cient is nearly similar to that of pure Cu whereas its electrical conductivity is reduced by a factor of 30. Therefore, the aforementioned dynamical cell effect is much smaller than in cells made from pure copper or silver. Fig. 1 shows the cross-sectional view and photography on the cell. Between the two CuBe springs both the frame and the movable part provide a wide gap of 30° . This allows easy access of the sample space and guarantees a good mechanical stability of the cell. The two capacitor plates are electrically insulated from their frames. The dilatometer can be opened by screws at the level of the lower capacitor plate in order to perform the fine polishing of the plates within their frames. The uniform surface area of plates within their frames is necessary to achieve the best parallel orientation of the capacitor. In its rest position the capacity of the dilatometer amounts to 5.4 pF corresponding to a distance between the capacitor plates of 0.25 mm. After mounting the sample the adjustment screw is used to reduce this distance to 0.067 mm which corresponds to a capacity of about 20 pF. Utilizing an ultrahigh-resolution Andeen Hagerling Co. capacitance bridge the absolute value of the capacitance is measured within a resolution of 10^{-6} pF.

Our original idea to guarantee constancy of the sample temperature during the magnetic field sweep was to place the whole dilatometer inside the

liquid $^3\text{He}/^4\text{He}$ mixture, i.e. inside the epoxy mixing chamber of a dilution refrigerator. However, it turned out that already smallest instabilities of the temperature regulation led to visible changes in the capacity. This effect is caused by the different temperature dependencies of the dielectric constants $\varepsilon(T)$ of ^3He and ^4He as well as by the temperature dependence of the ratio between both He isotopes. Therefore, we changed our concept and constructed an adapter to mount the cell inside the inner vacuum chamber of another dilution refrigerator. In order to provide the best thermal coupling of the sample to the mixing chamber, we use a thermal anchor made from thin silver wires which ends at a CuBe cylinder that is placed directly in the sample space.

By measuring a piece of Cu(Be) we carefully checked the new device for background signals and could prove that the dynamical cell effect is negligible. Since June 2002 the new magnetostriction cell is in use for measurements on Heavy Fermion systems such as YbRh_2Si_2 , YbFe_2Ge_2 , $\text{PrOs}_4\text{Sb}_{12}$, CeCoIn_5 , and CeCu_2Si_2 . Figure 2 shows our results obtained on a rod of an of YbRh_2Si_2 single crystal as short as 1 mm at 15 mK (see “*Quantum Criticality in YbRh₂Si₂*”). The sensitivity of 0.1 Å corresponds to a relative noise level of 10^{-8} .