

Thermometrie bei tiefen Temperaturen

Physikalisches Praktikum für Fortgeschrittene - Versuch 5.4, Abteilung B
Institut für Festkörperphysik



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

Zusammenfassung

Ziel des Versuchs ist es, eine paramagnetische Substanz als sekundäres Thermometer entsprechend der ITS-90 im Bereich von 1,5 K bis 4,2 K zu kalibrieren. Dieses wird anschließend genutzt, um das Verhalten der Wärmekapazität von ^4He im Bereich des λ -Übergangs zu ermitteln.

1 Zur Vorbereitung

- Kühlverfahren zum Erreichen tiefer Temperaturen
- Möglichkeiten der Thermometrie bei tiefen Temperaturen
- Paramagnetismus, Curie-/Curie-Weiss-Gesetz
- Eigenschaften von ^3He und ^4He

Aufgaben zur Vorbereitung

1. Leiten Sie Gleichung (2) auf Seite 4 und das Curie-Gesetz für einen idealen Paramagneten her.
2. Bereiten Sie eine Tabelle von Richtwerten für p (Dampfdruck des Heliums) für Ihre Messreihe im Temperaturbereich von 1,5 K bis 4,2 K vor. Verteilen Sie dazu etwa 20 Messpunkte gleichmäßig auf einer inversen Temperaturskala. Das im Versuch zur Verfügung stehende Manometer zeigt den Druck in Torr an.
3. Überlegen Sie sich das Vorgehen und insbesondere die Stellung der Ventile 1 bis 8 in Abbildung 2 - am besten in tabellarischer Form - für folgende Arbeitsschritte:
 - Helium wird über die Muffenverbindung in den Probenraum übergehoben.
 - Zur weiteren Kühlung wird Helium aus dem Probenraum abgepumpt.
 - Zur Erwärmung des Probenraums wird die Pumpe abgestellt.Beachten Sie hierbei, dass möglichst keine Luft in die Heliumrückleitung gelangt, dass möglichst wenig Helium in die Luft entweicht, dass die Pumpe nicht gegen zu hohen Druck arbeiten muss und dass das Dewargefäß nicht durch Überdruck belastet wird.
4. Überlegen Sie sich vor Versuchsdurchführung, zu welchem Zeitpunkt Sie den Heliumstand im Kryostat unbeding ablesen müssen, um die beschriebenen Aufgaben bearbeiten zu können.

2 Einführung

Tieftemperaturphysik, wie sie heute verstanden wird, begann Mitte des 19. Jahrhunderts mit der Verflüssigung von Gasen wie O_2 und N_2 und deren Einsatz als Kühlmittel. 1908 gelang es Heike Kamerlingh Onnes zum ersten Mal Helium zu verflüssigen. Mit der Entwicklung verschiedener Kühlmethoden und der Existenz dieser Flüssigkeiten als Kühlmittel war es damit möglich, physikalische Experimente bei Temperaturen von wenigen Kelvin durchzuführen. Keesom beschrieb 1932 den λ -Übergang, Kapitza entdeckte 1937 dann die Suprafluidität von Helium. Neben den makroskopischen Quanteneffekten, die bei Temperaturen von wenigen Kelvin auftreten, sind Helium und andere Kryoflüssigkeiten aber auch in technischen Anwendungen von großer Bedeutung.

Die Erreichbarkeit tiefer Temperaturen ist ein Resultat physikalischer und technischer Methoden, mit denen es mittlerweile möglich ist, bis in den Mikrokkelvin-Bereich vorzudringen. Neben der Erzeugung dieser Temperaturen werden zu einer zuverlässigen Charakterisierung auch Thermometer benötigt, die genaue und reproduzierbare Werte liefern.

3 Helium

Abbildung 1 zeigt das p - T -Phasendiagramm von ^4He . Man erkennt, dass eine feste Phase erst bei einem Druck $p > 25$ bar auftritt. Damit einhergehend existiert für ^4He (wie auch für ^3He) kein Tripelpunkt. Zusätzlich ist ein kontinuierlicher Phasenübergang entlang der λ -Linie in der flüssigen Phase vorhanden. Diese Linie trennt den Bereich des superfluiden He-II von dem des normalen He-I. Bei Normaldruck ist der λ -Punkt von ^4He bei 2,1768 K, dessen Name von der charakteristischen Form der spezifischen Wärme abgeleitet ist (vgl. Abbildung 4). Superfluides Helium zeichnet sich neben der hier untersuchten Wärmekapazität unter anderem durch eine fast vollständige Reibungsfreiheit und das Auftreten des sog. Zweiten Schalls aus.

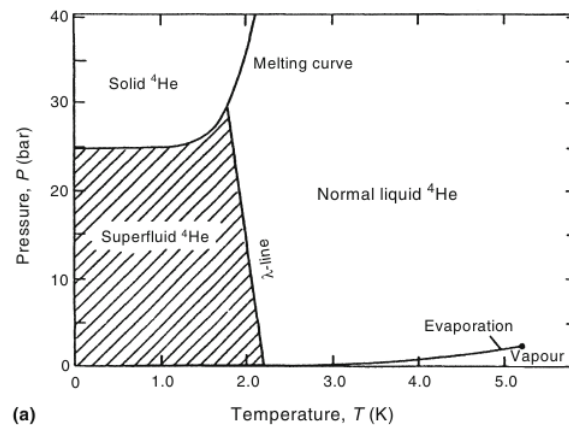


Abbildung 1: Phasendiagramm von ^4He (entnommen aus [pobell2007]).

Eine modellhafte Erklärung des Übergangs zwischen normalem He-I und suprafluidem He-II ist das Zwei-Flüssigkeiten-Modell. Dabei wird angenommen, dass He-II aus einer normalfluiden Flüssigkeit mit Dichte ρ_n und einer suprafluiden Flüssigkeit mit Dichte ρ_s besteht. Die Gesamtdichte ρ von He-II ist die Summe der beiden Dichten, wobei die Anteile der beiden Komponenten temperaturabhängig ist: Bei $T = 0\text{ K}$ ist $\rho = \rho_s$, am λ -Punkt gilt $\rho = \rho_n$. Diese einfache Modellannahme erlaubt die Beschreibung u.a. des zweiten Schalls und der fehlenden Viskosität unterhalb des λ -Punktes [lane1962].

4 Kühlverfahren

Zum Erreichen tiefer Temperaturen müssen meist mehrere Techniken hintereinander benutzt werden. Ausgangspunkt ist meist die Kühlung mit verflüssigten Gasen wie Luft, H_2 und ^4He . Tieferen Temperaturen unterhalb flüssigen ^4He werden durch komplexe, technische aufwändige Methoden wie die adiabatische Entmagnetisierung des Elektronenspins und des Kernspins erzeugt.

Verflüssigung von Gasen Die als Kryoflüssigkeiten benutzten Gase wie N_2 und He kühlen bei Druckminderung aufgrund des Joule-Thomson-Effekts ab, sofern dies unterhalb der jeweiligen Inversionstemperatur geschieht. Für ^4He ist $T_{\text{inv}} \approx 43\text{ K}$, so dass eine Vorkühlung nötig ist.

Verdampfungskühlung Diese Kühlmethode ist die in diesem Versuch verwendete, weshalb sie an dieser Stelle erwähnt werden soll. Pumpt man aus einem Heliumbad den vorhandenen He-Dampf ab und erniedrigt den Druck, so verringert sich nach der Clausius-Clapeyron-Gleichung die Temperatur des Bads. ^4He -Verdampfungskryostate erreichen Temperaturen von etwa 1 K [enss2000].

Adiabatische Entmagnetisierung Hierbei wird die Entropie eines ungeordneten Spinsystems durch Anlegen eines äußeren Magnetfeldes erniedrigt, und es gibt Wärme an ein äußeres Wärmebad ab. Durch langsames Herunterfahren des Spinsystems bleibt dessen Ordnung und die Entropie erhalten.

und die Temperatur des Systems nimmt ab. Durch Entmagnetisierung von Elektronen lassen sich Temperaturen im Millikelvin-Bereich, mit Kernentmagnetisierung sogar im Mikrokkelvin-Bereich erreichen [pobell2007]. Allerdings kann die erreichte Temperatur nicht dauerhaft aufrecht erhalten werden, da bspw. durch Wärmelecks die Entropie und die Temperatur ändert.

³He-⁴He-Entmischungskühlung Diese Methode beruht darauf, dass unterhalb von 0,86 K eine Entmischung der ³He- und ⁴He-Isotope stattfindet. Dabei entsteht eine leichtere, ³He-reiche Phase und eine schwerere Phase hauptsächlich aus ⁴He. Pumpt man aus der schwereren Phase ³He ab, wandern zur Erhaltung des Konzentrationsgleichgewichts ³He-Isotope aus der leichteren in die schwerere Phase. Dieser Übergang führt analog zum Übergang aus der flüssigen in die gasförmige Phase bei der Verdampfungskühlung zur Abkühlung des Systems. Die Entmischungskühlung wird anstelle der elektronischen Entmagnetisierung als Kühlmethode angewendet, da diese Methode eine dauerhafte Kühlung ist.

5 Thermometrie

Die Grundlage der Thermometrie ist ein geeichtes Messinstrument, das die thermodynamische Temperatur T einer mit ihm im Gleichgewicht befindlichen Probe anzeigt. Die Thermodynamik definiert T durch den Nullten Hauptsatz und liefert mit dem Carnot-Prozess eine theoretische Messvorschrift für die Temperatur. Führt man als Fixpunkt den Tripelpunkt T_{tr} von Wasser ein, so erhält man die *Internationale Kelvin-thermodynamische Temperaturskala* (ITKS) mit der Einheit 1 K (Kelvin).

Diese theoretische Temperaturskala wird durch eine für den praktischen Gebrauch geschaffene *Internationale Temperaturskala* (ITS) so gut wie möglich angenähert. Je nach Entwicklungsstand von Technik und Forschung wurde diese Skala im Laufe der Zeit verbessert und erweitert. Die derzeit verbindliche ITS-90 [its] besteht aus 17 gut reproduzierbaren Fixpunkten (thermodynamische Gleichgewichtszustände) sowie vier Messvorschriften zur Interpolation zwischen diesen Punkten mit genauer Beschreibung der Eichung und der Interpolationsverfahren.

Im Bereich von 0,65 K bis 5,0 K ist die Temperatur über den Dampfdruck von ³He bzw. ⁴He gegeben. Für ⁴He wird er genähert durch

$$\frac{T}{\text{K}} = A_0 + \sum_{i=1}^8 A_i \left[\frac{\ln\left(\frac{p}{\text{Pa}}\right) - B}{C} \right]^i \quad (1)$$

mit den Koeffizienten in Tabelle 1. Da die ITS-90 unterhalb von 0,65 K keine Temperaturabhängigkeit besitzt, wird im Bereich von 0,9 mK bis 1 K die *Provisional Low Temperature Scale* PLTS-2000 benutzt, die über den Schmelzdruck von ³He eine Temperatur angibt [pobell2007].

Tabelle 1: Koeffizienten der Dampfdruckkurve von ^4He (Gleichung (1)) nach der ITS-90. Die Gültigkeitsbereiche werden durch den λ -Punkt voneinander abgegrenzt.

	1,25 K – 2,1768 K	2,1768 K – 5,0 K
A_0	1,392 408	3,146 631
A_1	0,527 153	1,357 655
A_2	0,166 756	0,413 823
A_3	0,050 988	0,091 159
A_4	0,026 514	0,016 349
A_5	0,001 975	0,001 826
A_6	–0,017 976	–0,004 325
A_7	0,005 409	–0,004 973
A_8	0,013 259	0
B	5,6	10,3
C	2,9	1,9

6 Sekundäre Thermometer

In der Thermometrie unterscheidet man zwischen primären und sekundären Thermometern. Bei primären Thermometern ist die Temperaturabhängigkeit so gut bekannt, dass sie ohne Kalibrierung verwendet werden können. Der Dampfdruck des ^4He und die ITS-90-Fixpunkte sind hierfür Beispiele. Sie haben aber den Nachteil umständlicher Handhabung oder kleiner Temperaturbereiche. Sekundäre Thermometer zeigen zwar eine signifikante und reproduzierbare Temperaturabhängigkeit einer Messgröße, müssen aber an primären geeicht werden. Dafür haben sie den Vorteil großer Temperaturbereiche und einfache Handhabung. Zudem sind sie meist kleiner und billiger. Die wichtigsten sekundären Thermometer sind:

Thermoelemente Hier wird die Spannung, resultierend aus der thermo-elektromotorischen Kraft an der Kontaktstelle zweier Metalle gemessen [fastowski1970].

Elektrische Widerstände Bei Metallen (z.B. Platin), sinkt der Widerstand mit fallender Temperatur, bei Halbleitern (z.B. Germanium, Kohle) steigt er. Die Zusammenhänge zwischen Widerstand und Temperatur können u.a. in [kittel1970] nachgelesen werden.

Dioden Genutzt wird die Temperaturabhängigkeit der Strom-Spannungs-Kennlinie. Dieses Prinzip ist weniger anfällig für ungenaue Stromquellen als Widerstandsmessungen [richardson1988].

Kapazitäten Glaskeramik-Vielschichtkapazitäten zeigen eine signifikante, wenn auch nicht uneindeutig Temperaturabhängigkeit [richardson1988].

Paramagneten Die Magnetisierung und damit die magnetische Suszeptibilität einer Substanz ist i.A. eine Funktion des Magnetfeldes und der Temperatur. Im folgenden Abschnitt wird näher darauf eingegangen, da es das im Versuch verwendete Prinzip ist.

7 Paramagnetismus

Für die Magnetisierung des idealen Paramagneten, der aus N wechselwirkungsfreien magnetischen Momenten der Größe $J g_J \mu_B$ (mit der Gesamtdrehimpuls-Quantenzahl J , dem Landéschen g -Faktor g_J , und dem Bohrschen Magneton μ_B) besteht, gilt

$$M = N \cdot J g_J \mu_B \cdot B_J \left(\frac{J g_J \mu_B \cdot H}{k_B T} \right). \quad (2)$$

Dabei bezeichnet $B_J(x)$ die sog. Brillouin-Funktion

$$B_J(x) = \frac{2J+1}{2J} \coth \left[\frac{(2J+1)x}{2J} \right] - \frac{1}{2J} \coth \left[\frac{x}{2J} \right]. \quad (3)$$

Für hohe Temperaturen lässt sie sich in eine Laurentreihe entwickeln, die nach den ersten beiden Gliedern abgebrochen werden kann. So erhält man das Curie-Gesetz

$$\chi_T = N \frac{(g_J \mu_B)^2 J(J+1)}{\mu_0 k_B T} \frac{1}{3} \equiv \frac{C}{T}. \quad (4)$$

Die bisher vernachlässigten Wechselwirkungen zwischen den magnetischen Momenten lassen sich durch einen sog. Mean-field-Ansatz berücksichtigen. Dieser liefert das Curie-Weiss-Gesetz

$$\chi_T = \frac{C}{T - \theta} \quad \text{mit} \quad \theta = \alpha \cdot C. \quad (5)$$

Dieser einfache Zusammenhang zwischen Temperatur und Suszeptibilität lässt sich gut zur Temperaturbestimmung nutzen - nicht zuletzt deswegen, weil bei anderen Temperaturen gemessene Werte gut zur Bestimmung von C und θ genutzt werden können.

8 Versuchsaufbau

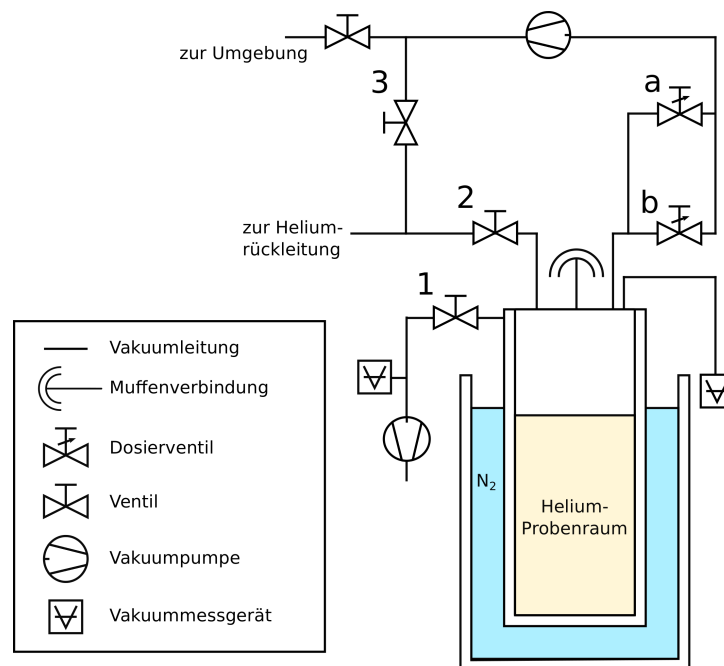


Abbildung 2: Versuchsaufbau - Vakuumsystem

Der Versuchsaufbau besteht aus einem ^4He -Badkryostaten mit zugehörigem Vakuumsystem (siehe Abbildung 2). Es handelt sich dabei um eine Standardapparatur zum Erreichen von Temperaturen von bis ca. 1,5 K. Im inneren Dewar-Gefäß befindet sich flüssiges ^4He , im äußeren flüssiger Stickstoff. Das Vakuumsystem dient dazu, durch Abpumpen von ^4He -Dampf eine weitere Kühlung zu erreichen.

Im Kryostaten befindet sich eine paramagnetische Probe in einem Spulensystem (Abbildung 3). In der Primärspule wird ein magnetisches Wechselfeld erzeugt, wodurch in der Sekundärspule eine Spannung induziert wird. Die Sekundärspule besteht aus zwei astatisch gewickelten Hälften, so dass sich die in

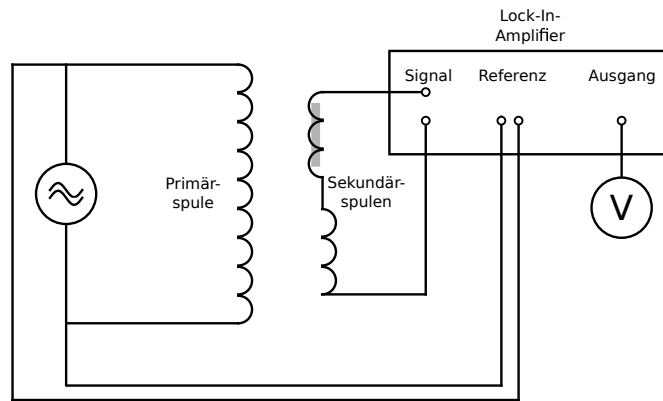


Abbildung 3: Versuchsaufbau - Suszeptibilitätsmessung

beiden Hälften induzierten Spannungen idealerweise gerade aufheben sollten. In Wirklichkeit erhält man aber immer ein resultierendes Leersignal. Berücksichtigt man zudem noch, dass sich in der einen Spulenhälfte die Probe befindet, so erhält man als Gesamtspannung

$$U_{\text{total}}(T) = U_{\text{leer}} + U_{\text{Probe}}(T). \quad (6)$$

Die Probenspannung $U_{\text{Probe}}(T)$ ist proportional zur Amplitude des magnetischen Wechselfeldes und der magnetischen Suszeptibilität der Probe. Voraussetzung dafür ist allerdings eine hinreichend kleine Anregungsamplitude und eine nicht zu große Frequenz. Die Gesamtspannung U_{total} wird in einem Lock-In-Verstärker mit dem Referenzsignal, das auch die Primärspule speist, moduliert. Die resultierende Gleichspannung wird mit Hilfe eines Multimeters abgelesen.

9 Versuchsdurchführung

Achten Sie darauf, dass der Druck im Kryostaten nicht über 780 Torr ansteigt! Spätestens bei diesem Druck müssen Sie das Ventil zur Heliumrückleitung öffnen.

1. Überprüfen Sie das Manometer bei mindestens zwei wohldefinierten Drücken.
2. Messen Sie die induzierte Spannung der Probe als Funktion der Temperatur mit Hilfe der von Ihnen vorbereiteten Tabelle. In der Auswertung (siehe Kapitel 10) werden Sie die Spannung der Probe als Thermometer kalibrieren.
3. Untersuchen Sie den λ -Übergang des Heliums, indem Sie den Druckanstieg im Kryostaten als Funktion der Temperatur aufnehmen. Dabei notieren Sie zusätzlich die Zeit, um Aufgabe 4 der Auswertung bearbeiten zu können.

10 Auswertung

1. Die Heliumsäule über der Probe verursacht eine Druckdifferenz zwischen Probenort und der Oberfläche des Heliums, wo Sie den Druck messen. Wie groß ist die Temperaturdifferenz zwischen beiden Stellen bei knapp 4,2 K, knapp oberhalb und knapp unterhalb des λ -Punktes sowie bei der tiefsten von Ihnen erreichten Temperatur höchstens? Bei welchen Temperaturen ist diese Differenz zu berücksichtigen?
2. Überprüfen Sie durch geeignete grafische Auftragung, ob die Suszeptibilität der Probe einem Curie- oder Curie-Weiss-Gesetz folgt und bestimmen sie ggf. θ . Geben Sie eine Kalibrierfunktion für Ihr Thermometer an.

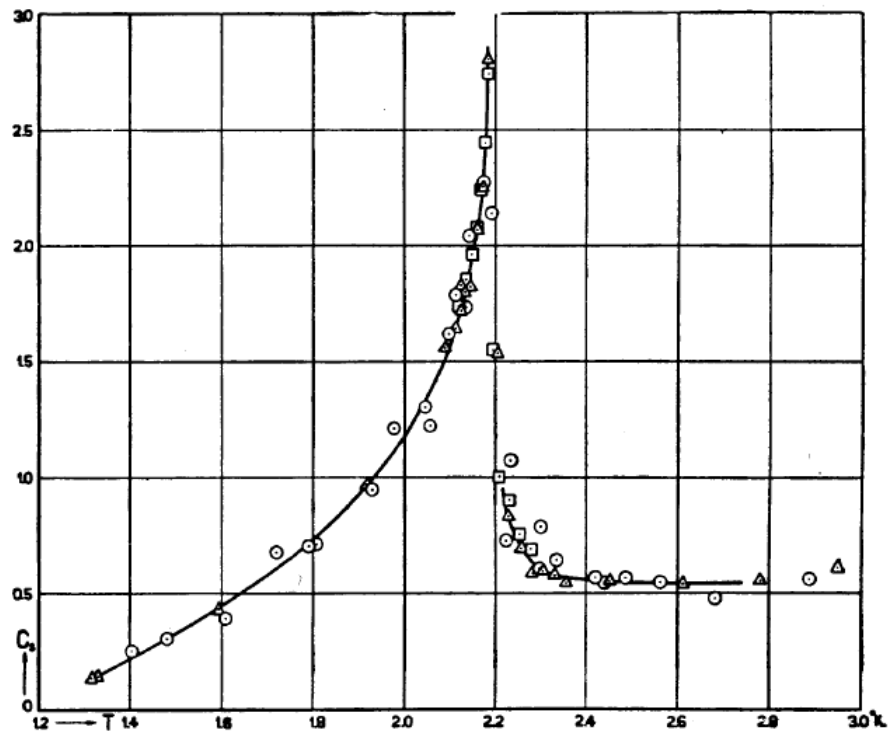


Abbildung 4: Die spezifische Wärme (in cal g^{-1}) von flüssigem ^4He in Abhängigkeit von der Temperatur (in K) (entnommen aus [keesom1942]).

3. Skizzieren Sie im p - T -Phasendiagramm den Verlauf der Aufwärmung. Wie macht sich der λ -Übergang bemerkbar? Vergleichen Sie die erhaltene Temperatur für den Übergang mit dem Literaturwert. Beurteilen Sie anhand dieses Vergleichs die Qualität Ihrer Temperaturkalibrierung.
4. Bestimmen Sie die im Helium während der Aufwärmphase deponierte Wärme aus der gemessenen Temperaturerhöhung und der bekannten Wärmekapazität (Abbildung 4). Bestimmen Sie zusätzlich die Wärme, die in der Aufwärmphase in der Verdampfung des Heliums umgesetzt wurde (Verdampfungswärme He: 93 J mol^{-1} , mittlere Dichte He: $0,145 \text{ g cm}^{-3}$ für T zwischen 1,2 K bis 2,5 K, Durchmesser des Dewargefäßes: 8 cm). Addition der beiden Beiträge liefert Ihnen eine Abschätzung für den Wärmefluss in das Helium in der Zeit der Aufwärmung. Vergleichen Sie diesen Wert mit der Leistung, die Sie allein aufgrund der Wärmestrahlung erwarten würden. Diskutieren Sie die erhaltenen Werte und kommentieren Sie die Fehlerquellen Ihrer Abschätzung.

Tabelle 2: Dampfdruck von ^4He in kPa nach ITS-90 (Umkehrung von Gleichung (1))

T / K	zweite Nachkommastelle / K									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,2	0,082	0,087	0,093	0,100	0,107	0,115	0,123	0,131	0,139	0,148
1,3	0,158	0,168	0,178	0,189	0,201	0,213	0,226	0,239	0,252	0,267
1,4	0,282	0,298	0,314	0,331	0,348	0,367	0,387	0,407	0,428	0,449
1,5	0,472	0,495	0,519	0,544	0,570	0,597	0,625	0,654	0,684	0,715
1,6	0,747	0,780	0,813	0,849	0,885	0,922	0,961	1,001	1,042	1,084
1,7	1,128	1,173	1,219	1,266	1,315	1,365	1,417	1,470	1,525	1,581
1,8	1,638	1,697	1,758	1,820	1,883	1,948	2,015	2,084	2,154	2,226
1,9	2,299	2,374	2,451	2,530	2,610	2,692	2,776	2,862	2,949	3,039
2,0	3,130	3,223	3,317	3,414	3,512	3,613	3,715	3,818	3,925	4,032
2,1	4,141	4,253	4,366	4,481	4,597	4,716	4,836	4,958	5,082	5,207
2,2	5,335	5,465	5,597	5,731	5,867	6,005	6,146	6,288	6,433	6,580
2,3	6,730	6,882	7,036	7,192	7,351	7,512	7,675	7,841	8,009	8,180
2,4	8,354	8,529	8,708	8,889	9,072	9,258	9,447	9,638	9,832	10,03
2,5	10,23	10,43	10,64	10,83	11,05	11,27	11,48	11,70	11,92	12,15
2,6	12,37	12,60	12,84	13,07	13,31	13,55	13,80	14,05	14,30	14,55
2,7	14,81	15,07	15,33	15,60	15,87	16,14	16,42	16,70	16,98	17,26
2,8	17,55	17,84	18,14	18,44	18,74	19,05	19,36	19,67	19,98	20,30
2,9	20,63	20,95	21,28	21,61	21,95	22,29	22,64	22,98	23,33	23,69
3,0	24,05	24,41	24,77	25,14	25,52	25,89	26,27	26,66	27,05	27,44
3,1	27,84	28,24	28,64	29,05	29,46	29,87	30,29	30,72	31,14	31,58
3,2	32,01	32,45	32,89	33,34	33,79	34,25	34,71	35,17	35,64	36,11
3,3	36,59	37,07	37,56	38,05	38,54	39,04	39,54	40,05	40,56	41,08
3,4	41,60	42,12	42,65	43,18	43,72	44,26	44,81	45,36	45,92	46,48
3,5	47,05	47,62	48,19	48,77	49,35	49,94	50,54	51,13	51,74	52,35
3,6	52,96	53,57	54,20	54,82	55,46	56,09	56,73	57,38	58,03	58,69
3,7	59,35	60,02	60,69	61,37	62,05	62,73	63,43	64,12	64,83	65,53
3,8	66,25	66,96	67,69	68,41	69,15	69,89	70,63	71,38	72,14	72,90
3,9	73,66	74,43	75,21	75,99	76,78	77,57	78,37	79,17	79,98	80,80
4,0	81,62	82,44	83,27	84,11	84,95	85,80	86,66	87,52	88,38	89,26
4,1	90,13	91,02	91,91	92,80	93,70	94,61	95,52	96,44	97,37	98,30
4,2	99,23	100,18	101,13	102,08	103,04	104,01	104,98	105,96	106,95	107,94
4,3	108,94	109,94	110,95	111,97	113,00	114,03	115,06	116,11	117,15	118,21
4,4	119,27	120,34	121,42	122,50	123,51	124,68	125,79	126,89	128,01	129,13
4,5	130,26	131,30	132,54	133,69	134,84	136,01	137,18	138,36	139,54	140,73
4,6	141,93	143,13	144,35	145,57	146,79	148,03	149,27	150,52	151,77	153,04
4,7	154,31	155,58	156,87	158,16	159,46	160,77	162,09	163,41	164,74	166,08
4,8	167,42	168,78	170,14	171,51	172,89	174,27	175,66	177,07	178,37	179,89
4,9	181,32	182,75	184,19	185,64	187,10	188,56	190,04	191,52	193,01	194,51
5,0	196,08	197,53	199,06	200,59	202,13	203,68	205,24	206,81	208,39	209,97