



Sandra Jenewein

Dielektrisches Polarisationsrauschen
am Glasübergang
-
Messungen am organischen Glasbildner
Tripropylenglycol

Diplomarbeit

HD-KIP 08-23

Fakultät für Physik und Astronomie
Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg

DIPLOMARBEIT
im Studiengang Physik

vorgelegt von
Sandra Jenewein
aus Heidelberg

2008

Dielektrisches Polarisationsrauschen
am Glasübergang

-

Messungen am organischen Glasbildner
Tripropylenglycol

Die Diplomarbeit wurde ausgeführt von Sandra Jenewein am
Kirchhoff-Institut für Physik
unter der Betreuung von
Herrn Prof. Dr. C. Enss

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das dielektrische Polarisationsrauschen des organischen Glasbildners Tripropylenglycol in der Nähe der Glasübergangstemperatur von etwa 192 K untersucht. Dielektrisches Polarisationsrauschen liefert grundlegende Information über die in der Probe ablaufenden Relaxationsprozesse. Daher wurde die spektrale Leistungsdichte der Spannungs- und der Stromfluktuationen in der Umgebung des Glasübergangs gemessen. Der experimentell zugängliche Temperaturbereich des Kryostaten erstreckt sich von 77 K bis 300 K, die maximalen Kühlraten liegen bei 1 K/min. Ein selbstgebauter Elektrometerverstärker wurde benutzt, um die Spannungsfluktuationen eines Kondensators zu messen, der mit dem Probenmaterial gefüllt war. Die Stromfluktuationen für den Fall des kurzgeschlossenen Kondensators wurden mit einem Strom-Spannungswandler verstärkt. Die gemessenen Spektren für Temperaturen zwischen 190 K und 240 K stehen im Einklang mit dem Fluktuations-Dissipations-Theorem, was nicht nur zeigt, dass in diesem Fall Ergodizität vorausgesetzt werden kann, sondern dass die Methode auch qualitativ sinnvolle Ergebnisse liefert. Ein Vergleich mit Daten aus konventioneller dielektrischer Spektroskopie wird vorgestellt.

Dielectric polarisation noise near the glass transition

In this thesis the dielectric polarisation noise of the organic glass former tri-propylene glycol has been investigated, at temperatures around the glass transition of about 192 K. Dielectric polarisation noise contains fundamental information on relaxation processes in the sample. The voltage and current noise spectral density were measured in the vicinity of the glass transition. The accessible temperature range of the cryostat is 77 K to 300 K, the maximal cooling rate is 1 K/min. A home build electrometer amplifier was used to measure the voltage fluctuations of a capacitor filled with the sample material. In order to measure the current fluctuations of the sample a specially designed current-to-voltage converter was used. The measured spectra at the temperatures between 190 K and 240 K are in agreement with the fluctuation-dissipation theorem, which shows not only that ergodicity holds, but also that this method gives quantitatively reliable results. Comparisons with frequency domain dielectric spectroscopy data are discussed.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Physikalische Grundlagen	3
2.1	Gläser	3
2.1.1	Glasübergangstemperatur	4
2.1.2	Dielektrische Eigenschaften	5
2.2	Rauschen	10
2.2.1	Was ist Rauschen?	10
2.2.2	Formale Behandlung des Rauschens	11
2.2.3	Thermisches Rauschen	12
2.2.4	$1/f$ -Rauschen	16
2.2.5	Rauschen von Operationsverstärkern	16
2.2.6	Dielektrisches Rauschen	18
3	Experimentelle Methoden	25
3.1	Kryostat	25
3.2	Mechanischer Aufbau	27
3.2.1	Der Probenkondensator	27
3.2.2	Halterung für die Elektronik	28
3.2.3	Anordnung auf der Experimentierplattform	29
3.3	Messprinzip	30
3.3.1	Spektrumanalyse	31

3.4	Elektronische Schaltungen	34
3.4.1	Operationsverstärker	35
3.4.2	Der nichtinvertierende Verstärker	39
3.4.3	Der Strom-Spannungswandler	43
4	Experimentelle Ergebnisse	49
4.1	Messung der Spannungsfluktuationen	49
4.1.1	Vergleich mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion	51
4.1.2	Temperaturabhängigkeit der Spannungsfluktuationen	53
4.2	Messung der Stromfluktuationen	55
4.2.1	Vergleich mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion	57
4.2.2	Imaginärteil der dielektrischen Funktion via Fluktuationen	59
4.2.3	Temperaturabhängigkeit der Stromfluktuationen	60
4.3	Leistungsfluktuationen	60
4.4	Experimentelle Schwierigkeiten	61
5	Zusammenfassung und Ausblick	65
	Literaturverzeichnis	67
	Danksagung	69

1. Einleitung

Obwohl Gläser im Leben der Menschheit seit Urzeiten eine wichtige Rolle spielen, sind viele physikalische Fragestellungen bezüglich dieses Festkörpers immer noch ungeklärt. Besonders der Übergang von der Schmelze in den Glaszustand wird als eines der größten ungelösten Probleme der Festkörperphysik betrachtet [1, 2]. Dabei soll für diese Arbeit eine moderne Definition der Gläser als nichtkristalline Festkörper benutzt werden, anstelle der alltäglichen Definition, bei der Gläser als transparente, auf Siliziumoxid basierende Materialien angesehen werden.

In den letzten Jahren wurden sowohl theoretische als auch experimentelle Fortschritte gemacht, die zu einem besseren Verständnis des Glasübergangs beigetragen haben [3, 4, 5, 6]. Dies führte zu einem erneuten Interesse an der Physik der Gläser. Viele dieser Erkenntnisse gewann man durch die Untersuchung des dynamischen Verhaltens von Gläsern mit Methoden der dielektrischen oder der NMR-Spektroskopie. Dabei werden äußere elektrische oder magnetische Felder an die Probe angelegt und ihre Reaktion darauf beobachtet. Auf diese Weise können Aussagen über die ablaufenden dynamische Prozesse des Systems gemacht werden.

Im Rahmen dieser Arbeit soll eine andere Vorgehensweise beschrieben werden, dielektrische Eigenschaften der Probe zu bestimmen, ohne dabei äußere Felder anzulegen. Dies geschieht durch Messung der dielektrischen Polarisationsfluktuationen. Verursacht werden diese durch die thermische Bewegung der Moleküle in der Probe. Das Ziel dieser Arbeit war der Aufbau einer Apparatur zur Messung dieser Fluktuationen, so dass es möglich ist, mit dieser Methode die dielektrische Relaxationsdynamik von organischen Glasbildnern zu untersuchen. Als ein Beispiel wurden Messungen an Tripropylenglycol durchgeführt.

Während der Messungen befindet sich der Glasbildner als Dielektrikum in einem Kondensator, so dass sich Polarisationsfluktuationen der Probe als Spannungsfluktuationen an dessen Platten auswirken. Diese können mithilfe von Operationsverstärkern gemessen werden. Schließt man die Kondensatorplatten kurz, so können zusätzlich die Stromfluktuationen untersucht werden. Mit einem Spektrumanalysator werden die spektralen Leistungsdichten von Strom- und Spannungsfluktuationen aufgezeichnet. Solange sich die Probe im thermischen Gleichgewicht befindet, sind diese mit den Messgrößen der klassischen dielektrischen Spektroskopie verknüpft. Das erlaubt die Messmethode zu überprüfen.

In Kapitel 2 werden Grundlagen zum Thema Gläser und Rauschen erläutert. Dabei werden sowohl der Glasübergang als auch dielektrische Eigenschaften von Glä-

sern beschrieben. Auf der Grundlage des Fluktuations-Dissipations-Theorems wird das thermische Rauschen eines RC -Netzwerks diskutiert.

In Kapitel 3 wird der experimentelle Aufbau beschrieben. Neben dem mechanischen Aufbau des Kryostaten, mit dem Temperaturen zwischen 78 K und 300 K angefahren werden können, wird das Messprinzip und dessen elektronische Realisierung vorgestellt.

In Kapitel 4 werden die Messergebnisse gezeigt und analysiert. Bei der Interpretation hilft ein Vergleich der Spektren mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion. Unter Benutzung des Fluktuations-Dissipations-Theorems werden die gemessenen Spektren mit Vorhersagen dielektrischer Messungen verglichen.

2. Physikalische Grundlagen

2.1 Gläser

Wenn man Festkörper bezüglich ihrer Struktur klassifiziert, so unterscheidet man zwischen geordneten und ungeordneten Festkörpern. Bei idealen Kristallen, sind die Atome auf wohldefinierten Gitterplätzen angeordnet. Auf diese Weise entsteht eine in alle Raumrichtungen periodische Struktur, die sich zum Beispiel mit Beugungs- oder Streuexperimenten untersuchen lässt.

Die wichtigsten Vertreter der amorphen, also der ungeordneten Festkörper, sind die Gläser. Bei dieser Klasse fehlt die periodische Anordnung der Atome. Obgleich die Fernordnung fehlt, können Gläser eine Nahordnung oder sogar eine Ordnung auf einer weiteren Distanz als die erste Koordinationsschale (medium range order) aufweisen [7]. Wenn man nach Erklärungen für dieses Fehlen an struktureller Ordnung sucht, so muss man sich mit dem Prozess des Verglasens, also dem Glasübergang auseinandersetzen.

Anschaulich kann man sich vorstellen, dass man eine Schmelze so schnell abkühlt, dass den Atomen oder Molekülen keine Zeit mehr bleibt, sich auf die energetisch günstigste Weise anzuordnen. Stattdessen frieren die Moleküle an dem Ort aus, an dem sie sich gerade befinden. In diesem Bild, welches den Glasübergang als rein kinetisches Phänomen beschreibt, stellt man Gläser sozusagen als eine unterkühlte Flüssigkeit dar. Dennoch versucht das Glas in ein thermisches Gleichgewicht zu gelangen. Dieser Prozess läuft jedoch so langsam ab, dass es in endlicher Zeit nicht möglich ist, dieses zu erreichen. Man spricht bei diesem Prozess auch von Altern. Entscheidend für die spätere Struktur des Festkörpers ist die Kühlrate, mit der die Schmelze abgekühlt wird. Der Glaszustand ist also abhängig von seiner Vorgeschichte.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der organische Glasbildner Tripropylenglycol ($\text{H}(\text{OC}_3\text{H}_6)_3\text{OH}$) untersucht. Diese Substanz ist flüssig bei Raumtemperatur und hat ihren Glasübergang bei etwa 192 K [8] ($\nu = 1 \text{ mHz}$, zur Definition der Glasübergangstemperatur siehe Abschnitt 2.1.1). Ihre Moleküle besitzen ein permanentes elektrisches Dipolmoment und ihre Molmasse beträgt 188 g/mol. Sie eignet sich gut um Messungen am Glasübergang durchzuführen, da es sich um ein Isomeregemisch handelt. Da Isomere die gleiche Summenformel haben, jedoch unterschiedliche geometrische Gestalt besitzen, zeichnet sich ein Gemisch daraus als guter Glasbildner aus.

2.1.1 Glasübergangstemperatur

In Abbildung 2.1 ist der Verlauf der Viskosität eines Glasbildners in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen. Die Kurve beschreibt das typische Verhalten einer solchen Größe im Bereich des Glasübergangs.

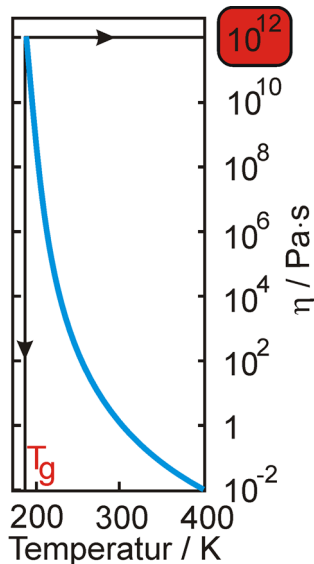


Abb. 2.1: Typisches Verhalten der Viskosität eines Glasbildners (Glyzerin) im Bereich des Glasübergangs [9]. Sie ändert sich innerhalb weniger Kelvin um viele Größenordnungen. Dennoch verhält sie sich stetig. Diese Tatsache macht es nötig, eine Glasübergangstemperatur zu definieren.

Der Verlauf der Kurve ist anschaulich leicht nachvollziehbar. Bei hohen Temperaturen ist der Wert der Viskosität klein, die Substanz ist dünnflüssig. Je mehr man zu tiefen Temperaturen geht, desto zähflüssiger wird die Probe. Die Viskosität ändert sich um viele Größenordnungen, bis die Probe schließlich so zäh geworden ist, dass man sie als einen festen Körper betrachten kann. Anders als bei einem Kristall, bei dem sich die Viskosität am Kristallisationspunkt sprunghaft ändert, liegt hier ein stetiges Verhalten vor. Das macht es notwendig eine Glasübergangstemperatur zu definieren.

Eine Möglichkeit für eine solche Definition besteht über die Viskosität. Man definiert die Glasübergangstemperatur als diejenige, bei der die Viskosität der Probe 10^{12} Pa · s erreicht hat. Im Bereich größerer Viskositäten befindet man sich also in der Glasphase, bei kleineren Viskositäten in der flüssigen Phase.

Dass eine solche Definition nicht ganz und gar willkürlich ist, kann man einsehen, wenn man sich klar macht, dass mit der Viskosität auch Relaxationszeiten verknüpft sind. Die Relaxationszeit ist die Zeitkonstante mit der ein Molekül, welches man aus seiner Ruhelage ausgelenkt hat, wieder seinem Ausgangspunkt entgegenstrebt. In einer zähflüssigen Probe laufen Relaxationsprozesse viel langsamer ab als in einer dünnflüssigen, die entsprechenden Relaxationszeiten sind also länger. Relaxationszeiten können experimentell zum Beispiel mit den Methoden der dielektrischen Spektroskopie bestimmt werden. Alternativ definiert man damit nun die Glasüber-

gangstemperatur als diejenige Temperatur, bei der die dominante Relaxationsfrequenz der Probe $\nu = 1$ mHz beträgt. Dieser Frequenz entsprechen Relaxationszeiten $\tau = 1/(2\pi\nu)$ von circa zweieinhalb Minuten.

2.1.2 Dielektrische Eigenschaften

Durch Relaxationszeiten oder Relaxationsfrequenzen kann man Aussagen über die Dynamik des Glases machen. An dieser Stelle soll nun darauf eingegangen werden, wie diese Größen aus anderen physikalischen Messgrößen hervorgehen, die mit dielektrischen Festkörpern zusammenhängen. Das wichtigste Beispiel hierfür ist sicherlich die Dielektrizitätskonstante ϵ .

Diese ist gegeben durch den Zusammenhang zwischen der dielektrischen Verschiebung \mathbf{D} und dem elektrischen Feld \mathbf{E} .

$$\mathbf{D} = \epsilon\epsilon_0\mathbf{E} \quad (2.1)$$

Dabei ist $\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12}$ As/(Vm) die Dielektrizitätskonstante des Vakuums. Da \mathbf{D} und \mathbf{E} nicht unbedingt in die selbe Richtung zeigen müssen, ist ϵ im allgemeinen ein Tensor. In amorphen Festkörpern sind jedoch keine bevorzugten Raumrichtungen ausgezeichnet, für diesen Fall reduziert sich ϵ auf eine komplexe Zahl.

$$\epsilon(\omega) = \epsilon'(\omega) - i\epsilon''(\omega) \quad (2.2)$$

Der Realteil ϵ' beschreibt die energiespeichernden, der Imaginärteil ϵ'' die dissipativen Prozesse. Dissipative Prozesse führen zu einer Energieaufnahme, wenn das System einer in der Zeit periodischen Störung ausgesetzt wird. Ein Beispiel für ein dissipatives System ist ein ohmscher Widerstand, der bei einer angelegten Wechselspannung elektrische Energie aufnimmt und als Wärme abgibt.

Legt man an den Festkörper ein äußeres elektrisches Feld \mathbf{E} an, so bewirkt dieses eine Polarisation \mathbf{P} des Mediums.

$$\mathbf{P} = (\epsilon - 1)\epsilon_0\mathbf{E} \quad (2.3)$$

Besonders interessant ist der Fall, wenn sich das elektrische Feld \mathbf{E} periodisch mit der Zeit ändert. Betrachten wir nur die dipolare Polarisation. Das angelegte Feld bewirkt eine Ausrichtung der elektrischen Dipole längs der Feldrichtung. Diese äußere Störung bewirkt also, dass die Moleküle aus ihren jeweiligen Ruhelagen ausgelenkt werden. Nimmt die Stärke des äußeren elektrischen Feldes wieder ab, so findet ein Relaxationsprozess statt, bei dem die Moleküle versuchen ihre Ruhelage wieder zu

erreichen. Diesen Sachverhalt macht man sich in der dielektrischen Spektroskopie bei der experimentellen Bestimmung der Relaxationszeiten zu Nutze.

Bereits an dieser Stelle sei angemerkt, dass ein äußeres Feld streng genommen gar nicht nötig ist, um Moleküle aus ihrer Ruhelage auszulenken. So führt bereits die thermische Bewegung dazu, dass die Moleküle ständig Schwingungen um ihre Ruhelage ausführen. Für den Fall von Molekülen mit permanentem elektrischen Dipolmoment führt diese Bewegung selbst zu Polarisationsfluktuationen und damit zu Spannungsfluktuationen an den Enden des Festkörpers. Relaxationsprozesse kann man also auch beobachten, wenn man nur diese thermisch angeregten Fluktuationen misst [10, 11, 12, 13]. Dieser Weg soll im Rahmen dieser Arbeit unter anderem beschrieben werden.

Debye Relaxator

Für eine einfache theoretische Beschreibung von $\epsilon(\omega)$ nach einem Modell von Debye [14] betrachtet man dipolare Moleküle, die nicht miteinander wechselwirken und eine gemeinsame Relaxationszeit τ_D besitzen. Das Anlegen eines elektrischen Feldes führt zu einer Ausrichtung der in der Probe vorhandenen Dipole und bewirkt somit eine makroskopische Polarisation \mathbf{P} . Nun teilt man die Polarisation auf, in einen instantanen Anteil \mathbf{P}_∞ , der durch schnelle Prozesse verursacht wird (ionische und elektronische Polarisation), und einen Relaxationsanteil \mathbf{P}_r der Dipole [15].

$$\mathbf{P}(t) = \mathbf{P}_r(t) + \mathbf{P}_\infty \quad (2.4)$$

Man nimmt an, dass die Rate, mit der die Dipole relaxieren proportional zum Abstand zu ihrer neuen Gleichgewichtslage \mathbf{P}_s ist.

$$\frac{\partial \mathbf{P}_r(t)}{\partial t} = \frac{\mathbf{P}_s - \mathbf{P}(t)}{\tau_D} \quad (2.5)$$

Dabei ist \mathbf{P}_s eine statische Polarisation, die erreicht wird, wenn das elektrische Feld unendlich lange anliegt. Der Polarisationsvorgang ist in Abbildung 2.2 (links) gezeigt.

Man löst Gleichung 2.5 mit einem Exponentialansatz

$$\mathbf{P}(t) = \mathbf{P}_s + (\mathbf{P}_\infty - \mathbf{P}_s) \exp\left(-\frac{t}{\tau_D}\right). \quad (2.6)$$

Eine Laplacetransformation liefert die Formel für den Debye-Relaxator

$$\epsilon(\omega) = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + i\omega\tau_D} \quad (2.7)$$

Dabei ist τ_D die Debye'sche Relaxationszeit, ϵ_∞ und ϵ_s stehen für die Grenzwerte der dielektrischen Funktion bei hohen und bei tiefen Frequenzen. Zerlegt man den Ausdruck in Real- und Imaginärteil, so erhält man für $\epsilon'(\omega)$ und $\epsilon''(\omega)$

$$\epsilon'(\omega) = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + \omega^2 \tau_D^2} \quad (2.8)$$

$$\epsilon''(\omega) = \frac{(\epsilon_s - \epsilon_\infty) \omega \tau_D}{1 + \omega^2 \tau_D^2} \quad (2.9)$$

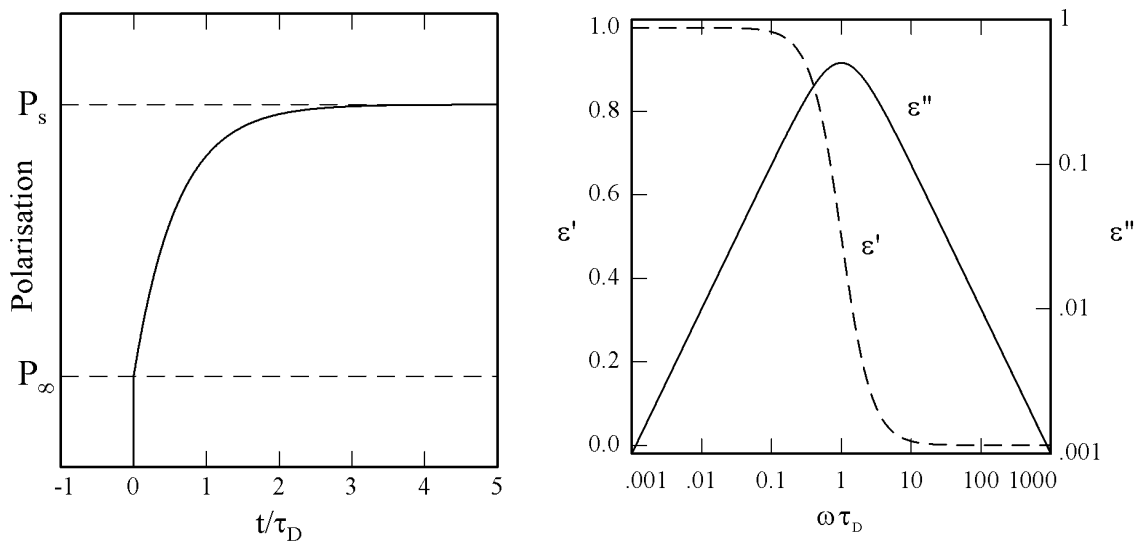


Abb. 2.2: (links): Zeitverlauf der Debye-Polarisation nach dem Anlegen eines elektrischen Feldes zur Zeit $t = 0$. (rechts): Verlauf des Real- und Imaginärteils von $\epsilon(\omega)$ des Debye-Relaxators als Funktion von $\omega \tau_D$ für den Fall $\epsilon_s = 1$ und $\epsilon_\infty = 0$.

In Abbildung 2.2 (rechts) ist der Verlauf des Real- und Imaginärteils gezeigt. Der Realteil ϵ' nimmt stetig mit $\omega \tau_D$ ab, während der Imaginärteil ϵ'' ein Maximum zeigt. Das Maximum liegt bei $\omega \tau = 1$, also wenn die Schwingungsfrequenz vergleichbar mit der Relaxationszeit ist. Auch wenn gemessene Spektren der dielektrischen Funktion in der Realität eine weitaus kompliziertere Form haben, so weist der Imaginärteil ϵ'' doch immer ein ausgeprägtes Maximum auf, so dass man mit dessen Frequenz die Relaxationsfrequenz $f = 1/(2\pi\tau)$ des Systems bestimmen kann.

Temperaturabhängigkeit der Relaxationszeit

Nachdem eine mögliche Form des Verlaufs der dielektrischen Funktion $\epsilon(\omega)$ in Abhängigkeit von der Frequenz vorgestellt wurde, wird im folgenden die Abhängigkeit

der Relaxationsfrequenz von der Temperatur diskutiert [15].

Kühlt man die Flüssigkeit ab, dann wächst die Relaxationszeit τ um viele Größenordnungen. Bei den meisten Glasbildnern kann diese Zunahme mit der empirischen Vogel-Fulcher-Tammann (VFT) Gleichung beschrieben werden.

$$\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{DT_{\text{VF}}}{T - T_{\text{VF}}}\right) \quad (2.10)$$

Die Größen τ_0 , D und die Vogel-Fulcher Temperatur T_{VF} sind Fitparameter. Diese Form des Temperaturverlaufs weicht deutlich von thermisch aktiviertem Verhalten $\propto \exp(\delta E/(k_{\text{B}}T))$ (Arrhenius Gesetz) ab.

Für $T = T_{\text{VF}}$ geht der Ausdruck für τ gegen unendlich. Diese Divergenz wird in den Experimenten jedoch nicht beobachtet. Allerdings ist die Bestimmung der Relaxationszeit problematisch, wenn diese sehr groß wird. Für den Fall, dass die Relaxationszeit größer ist als die Zeitskala des Experiments, weicht das Verhalten der Probe von der VFT-Gleichung ab, das Glas befindet sich nicht mehr im Gleichgewicht [16]. Zusätzlich erweckt die Divergenz der Relaxationszeit $\tau(T)$ bei der Vogel-Fulcher Temperatur T_{VF} den Eindruck, hinter dem Glasübergang könnte sich ein echter thermodynamischer Phasenübergang verbergen, der nur experimentell nicht zugänglich ist.

Messung der Dielektrizitätskonstante

Zur Messung der Dielektrizitätskonstante bildet die Probe das Dielektrikum eines Kondensators. Dabei nutzt man aus, dass sich die Kapazität C eines Kondensators gegenüber der Leerkapazität C_0 um ϵ' vergrößert. Man führt das Problem also auf eine Messung der Kapazität zurück. Dafür gibt es empfindliche Messgeräte, wie zum Beispiel der „Alpha High Resolution Dielectric Analyzer“ von Novocontrol. Diese messen sowohl die Kapazität als auch den dielektrischen Verlust der Probe indem sie elektrische Wechselfelder der Frequenz ω anlegen, eine phasenempfindliche Strom-Spannungsmessung ausführen und auf diese Weise den Wert für die Kapazität $C(\omega)$ und den Widerstand $R(\omega)$ bei dieser Frequenz bestimmen.

Die Bedeutung des Widerstandes R kann man sich leicht klarmachen, wenn man das Ersatzschaltbild aus Abbildung 2.3 betrachtet. In Wirklichkeit hat man einen Kondensator, der mit einem verlustbehafteten Dielektrikum gefüllt ist. Gedanklich trennt man nun diesen Kondensator mit Verlust auf, in einen idealen Kondensator ohne Verlust und einen idealen Widerstand ohne Kapazität. Auf diese Weise erhält man eine einfache RC-Parallelschaltung.

Gemäß diesem Ersatzschaltbild liefert nun das Messgerät die gewünschten Werte

für $R(\omega)$ und $C(\omega)$.

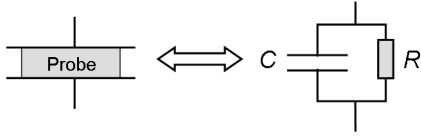


Abb. 2.3: Ersatzschaltbild zur Bestimmung von Widerstand $R(\omega)$ und Kapazität $C(\omega)$ der Probe.

Mit Hilfe der beiden folgenden Formeln kann man die Messgrößen nun in Real- und Imaginärteil der dielektrischen Funktion umrechnen.

$$\epsilon'(\omega) = \frac{C(\omega)}{C_0} \quad (2.11)$$

$$\epsilon''(\omega) = \frac{1}{\omega R(\omega) C_0} \quad (2.12)$$

Dabei ist C_0 die Leerkapazität des verwendeten Kondensators. Der Vollständigkeit halber sei an dieser Stelle noch erwähnt, dass das in Abbildung 2.3 vorgestellte Ersatzschaltbild nicht die einzige Möglichkeit ist, nach der die Messbrücke Werte für R und C liefern kann. Man kann zum Beispiel auch das Bild einer Serienschaltung von R und C verwenden.

Dennoch wird hier die Parallelschaltung aus dem einfachen Grund vorgezogen, weil diese es erlaubt, einen Strom beim Anlegen einer Gleichspannung fließen zu lassen. Dies entspricht der Gleichstromleitfähigkeit jedes realen Kondensators.

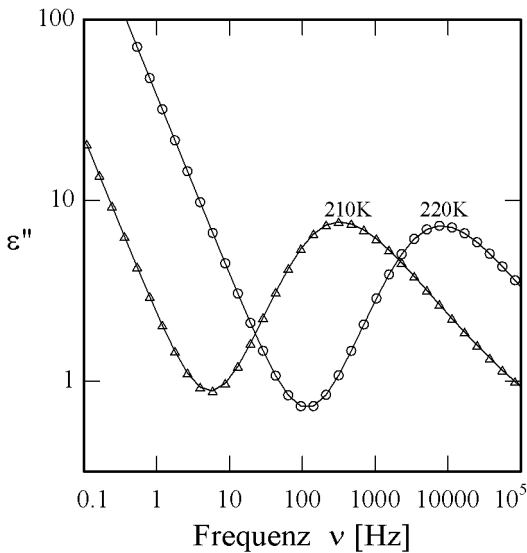


Abb. 2.4: Messergebnis für Tripropylen-glycol ($T_g = 192$ K). Das Schaubild zeigt den Verlauf des Imaginärteils ϵ'' in Abhängigkeit der Frequenz bei zwei verschiedenen Temperaturen. Das Maximum wird α -Peak genannt, der Anstieg bei kleinen Frequenzen ist auf Gleichstromleitfähigkeit zurückzuführen.

In Abbildung 2.4 ist das Ergebnis einer solchen Messung an Tripropylen-glycol zu sehen. Es ist der Imaginärteil ϵ'' als Funktion der Frequenz $f = \omega/(2\pi)$ in einem doppellogarithmischen Diagramm dargestellt. Die dargestellten Temperaturen liegen noch wesentlich oberhalb der Glasübergangstemperatur $T_g = 192$ K. Man erkennt deutlich das Maximum, welches im Rahmen des Debye-Relaxators (Abb. 2.2)

besprochen wurde. In Abweichung zur vereinfachten Debyeschen Darstellung ist das Maximum der gemessenen Kurve aber nicht symmetrisch, sondern es ist zu höheren Frequenzen aufgeweitet. Außerdem steigt ϵ'' zu niedrigen Frequenzen wieder an, was man der ionische Leitfähigkeit der Probe zuschreiben kann. Einige Glasbildner, unter anderem auch Tripropylenglycol, zeigen bei höheren Frequenzen noch ein weiteres Relaxationsmaximum. Dieser sogenannte β -Peak ist allerdings wesentlich breiter und meist weniger stark ausgeprägt als der α -Peak. Er zeigt, dass neben den Primärrelaxationen noch weitere, schnellere Prozesse im Glas ablaufen [7, 3].

Die Frequenz des α -Peaks identifiziert man mit der Relaxationsfrequenz des Systems. Wenn man die beiden Kurven in Abbildung 2.4 miteinander vergleicht, stellt man fest, dass die Relaxationsfrequenz beim Abkühlen von 220 K auf 210 K deutlich kleiner geworden ist. Diesen Schachverhalt kann man sich damit erklären dass die Probe beim Abkühlen zähflüssiger wird, so dass die Relaxationsprozesse langsamer ablaufen.

2.2 Rauschen

2.2.1 Was ist Rauschen?

Wenn ein Wasserfall rauscht, dann prasseln dabei Millionen einzelner Tröpfchen nacheinander in die Tiefe. Die praktisch zufällig auftretenden Schallwellen überlagern sich dann zu dem charakteristischen Geräusch eines Wasserfalls. Das Frequenzspektrum dieses Geräusches erstreckt sich über den gesamten hörbaren Bereich und darüber hinaus. Schaut man sich das Spannungssignal an, das entsteht, wenn man das Rauschen mit einem Mikrophon aufnimmt, so erhält man einen Zeitverlauf, wie etwa in Abbildung 2.5 gegeben. Der Wert der Spannung an einem bestimmten Zeitpunkt lässt sich nicht vorhersagen, es handelt sich also um einen völlig stochastischen Prozess.

Doch nicht nur im Alltag, sondern auch in der Elektronik ist Rauschen nahezu immer vorhanden. Jedes Signal, das gemessen, verstärkt oder übertragen wird, ist mit Rauschen behaftet. Diese Tatsache verhindert, dass man durch immer größere Verstärkungen beliebig kleine Signale erfassen kann.

Die Ursachen für das Rauschen in der Elektronik sind vielfältig. In jedem Widerstand tritt aufgrund der Brownschen Molekularbewegung der Ladungen das so genannte Johnson- oder Nyquistauschen (siehe Abschnitt 2.2.3) auf. Auch hier, auf der Ebene der mikroskopischen Struktur der Festkörper finden stochastische Prozesse statt. Weitere Ursachen sind zum Beispiel die endliche Größe der Elementarladung e , die statistische Schwankungen der Stromstärke verursacht, das sogenannte Schrotrauschen. Dieses tritt nur in stromdurchflossenen Bauteilen auf wenn

die Ladungen Potentialbarrieren überwinden müssen. Es ist unabhängig von der Temperatur und liefert ein frequenzunabhängiges Rauschspektrum. Ebenso gibt es Mechanismen die speziell Rauschen in Halbleitern verursachen, zum Beispiel das Generations-Rekombinations-Rauschen. Eine ausführlichere Einleitung zum Thema Rauschen findet man in [17].

Jeder Elektroniker ist also bemüht das störende Rauschen in elektronischen Schaltungen möglichst gering zu halten um ein gutes Signal-zu-Rauschverhältnis zu erzielen. Dem entgegengesetzt gibt es in der Forschung immer mehr die Tendenz Rauschsignale nicht nur als unliebsame Störung sondern als wichtige Information zu betrachten [18, 11, 12, 13, 10]. Wenn die Ursachen des Rauschens Prozesse sind, die sich im mikroskopischen Bereich der Festkörper abspielen, dann erhalten die gemessenen Rauschspektren auch Hinweise auf die mikroskopische Struktur der Festkörper. Ebenso kann man durch Messung dieser Fluktuationen Informationen über Prozesse erhalten, die sich auf mikroskopischer Ebene abspielen.

2.2.2 Formale Behandlung des Rauschens

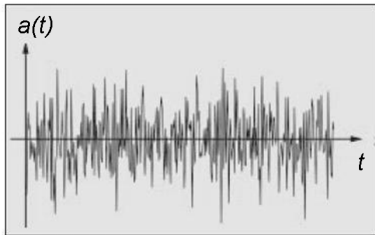


Abb. 2.5: Rauschsignal im Zeitbereich [17].

In Abbildung 2.5 ist der typische Verlauf eines statistischen Signals im Zeitbereich dargestellt. Der Mittelwert $\langle a(t) \rangle$ des Signals ist Null, jedoch ist der quadratische Mittelwert $\langle a(t)^2 \rangle$ des Signals größer gleich null. Dieser ist zwar ein Maß für die Rauschleistung, sagt aber über die spektrale Zusammensetzung der Fluktuationen wenig aus. Allerdings erlaubt die zeitliche Autokorrelationsfunktion die genauere Untersuchung der spektralen Anteile des Fluktuationssignals:

$$k(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{2T} \int_{-T}^T a(t)a(t + \tau)dt \quad (2.13)$$

Nach dem Theorem von Wiener und Khintchine [19] bilden die Autokorrelationsfunktion $k(\tau)$ und die spektrale Leistungsdichte $S_a(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} k(\tau) \exp(-i\omega\tau)d\tau$ ein Paar von Fouriertransformierten. Die spektrale Leistungsdichte $S_a(f)$ beschreibt die Leistung des Rauschvorgangs im Frequenzeinheitsintervall. Das Integral über die

Leistungsdichte über alle Frequenzen entspricht dann der gesamten Leistung $\langle a(t)^2 \rangle$ des Rauschvorgangs.

$$\int_0^{\infty} S_a(f) df = \langle a(t)^2 \rangle \quad (2.14)$$

Da die Gesamtleistung immer endlich sein muss, fällt die spektrale Leistungsdichte ab einer gewissen Grenzfrequenz grundsätzlich stark ab.

Handelt es sich im Fall der schwankenden Größe um eine Spannung, so hat die spektrale Leistungsdichte $S_U(f)$ die Einheit V^2/Hz und bei Stromschwankungen hat die spektrale Leistungsdichte $S_I(f)$ die Einheit A^2/Hz .

2.2.3 Thermisches Rauschen

In einem Leiter bewegen sich die freien Ladungen aufgrund ihrer thermischen Energie [19]. Eine solche Begebenheit ist in Abbildung 2.6 illustriert.

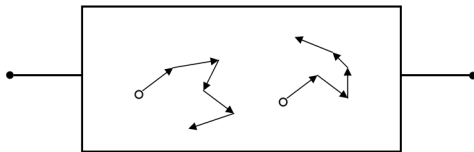


Abb. 2.6: Darstellung der thermischen Bewegung der freien Ladungen in einem Leiter.

Da die Bewegung völlig zufällig ist, kommt es zu Verschiebungen des Ladungsschwerpunktes und damit zu statistisch schwankenden Aufladungen der Leiterenden, es bilden sich Spannungsfluktuationen aus. Messungen des Effektivwertes dieser Spannung sind immer auf ein Frequenzintervall endlicher Breite Δf begrenzt. Befindet sich der Leiter bei der Temperatur T , und kann man ihm den Widerstand R zuordnen, so erhält man bei einer Messung der mittleren quadratischen Spannung im Frequenzintervall Δf den Wert

$$\langle U^2 \rangle = 4k_B TR \Delta f. \quad (2.15)$$

Dabei ist $k_B = 1.38 \cdot 10^{-23} \frac{\text{J}}{\text{K}}$ die Boltzmann-Konstante. Zu diesem Ergebnis kam Johnson [20] im Jahr 1928 Rauschmessungen an Widerständen durchführte. Gleichzeitig veröffentlichte Nyquist [21] die Ergebnisse eines Gedankenexperiments in dem er zu dem selben Ergebnis kam. Deshalb wird diese Form des Rauschens heute Johnson- oder Nyquist-Rauschen genannt.

Schließt man den Leiter kurz, so kann ein Strom abfließen. Für dessen Effektivwert

gilt wegen $I = U/R$ beziehungsweise $\langle I^2 \rangle = \langle U^2 \rangle / R^2$ folglich

$$\langle I^2 \rangle = \frac{4k_B T \Delta f}{R}. \quad (2.16)$$

Beide Gleichungen (2.15 und 2.16) gelten nur im thermischen Gleichgewicht. Das bedeutet insbesondere, dass kein weiterer Strom fließen darf. Die spektralen Leistungsdichten von Spannung und Strom haben demnach die Form

$$S_U(f) = \frac{\langle U^2 \rangle}{\Delta f} = 4k_B T R \quad (2.17)$$

und

$$S_I(f) = \frac{\langle I^2 \rangle}{\Delta f} = \frac{4k_B T}{R}. \quad (2.18)$$

Sie sind unabhängig von der Frequenz f , liefern also konstante Rauschspektren. Diese Form des Spektrums nennt man „weißes Rauschen“. Die Form des Spektrums ist übrigens nicht nur unabhängig von der Frequenz, sondern auch vom Material oder der speziellen Form des Leiters. Weil die gesamte Rauschleitung des Systems endlich sein muss, kann eine solche Beziehung allerdings nur bis zu einer gewissen Grenzfrequenz gültig sein. Eine Grenze ist spätestens dann erreicht, wenn die Energie eines Quants hf vergleichbar mit $k_B T$ wird. Dabei ist h das Plancksche Wirkungsquantum. Im betrachteten Temperaturbereich liegt diese Grenzfrequenz allerdings erst im Terahertzbereich, spielt für niederfrequente Messungen also keine Rolle.

Rauschen passiver Netzwerke

Um das Rauschen eines allgemeinen Netzwerks mit der Impedanz Z zu berechnen, betrachtet man die Parallelschaltung eines Widerstandes R mit einer Impedanz Z (siehe Abbildung 2.7)[19].

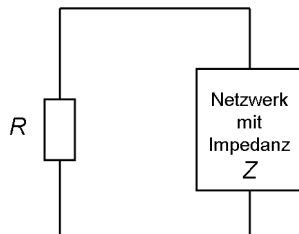


Abb. 2.7: Parallelschaltung eines Widerstandes R mit einem Netzwerk der Impedanz Z .

Der Widerstand R erzeugt die Rauschspannung $\langle U_R^2 \rangle = 4k_B T R \Delta f$. Daraufhin fließt

der Strom $\langle I_R^2 \rangle = \langle U_Z^2 \rangle / |Z|^2$. Damit gibt der Widerstand R die Leistung

$$P_R = \langle I_R^2 \rangle \operatorname{Re}(Z) = \frac{4k_B T R \Delta f}{|Z + R|^2} \operatorname{Re}(Z) \quad (2.19)$$

an die Impedanz Z ab. Die Impedanz erzeugt ihrerseits eine Rauschspannung $\langle U_Z^2 \rangle$ und gibt damit die Leistung

$$P_Z = \frac{\langle U_Z^2 \rangle}{|Z|^2} R \quad (2.20)$$

an den Widerstand R ab. Befinden sich beide Bauteile bei der Temperatur T so muss im thermischen Gleichgewicht die Leistung P_R , die der Widerstand an die Impedanz abgibt gleich der Leistung P_Z sein, die die Impedanz an den Widerstand abgibt. Durch Gleichsetzen erhält man

$$\langle U_Z^2 \rangle = 4k_B T \Delta f \operatorname{Re}(Z). \quad (2.21)$$

Das Ergebnis ähnelt der Rauschspannung eines Widerstandes (Gl. 2.15). In die Rolle von R tritt jetzt der Realteil der Impedanz. Das zeigt auch, dass Blindwiderstände keine Rauschleistung abgeben.

Schließt man jetzt die Impedanz kurz, so fließt der Rauschstrom $\langle I_Z^2 \rangle = \langle U_Z^2 \rangle / |Z|^2 = 4k_B T \Delta f \frac{\operatorname{Re}(Z)}{|Z|^2}$. Mit der Umformung $\frac{\operatorname{Re}(Z)}{|Z|^2} = \operatorname{Re}\left(\frac{Z}{ZZ^*}\right) = \operatorname{Re}\left(\frac{1}{Z}\right)$ erhält man

$$\langle I_Z^2 \rangle = 4k_B T \Delta f \operatorname{Re}(1/Z). \quad (2.22)$$

Für die spektralen Leistungsdichten $S_U = \langle U^2 \rangle / \Delta f$ und $S_I = \langle I^2 \rangle / \Delta f$ erhält man schließlich

$$S_U(f) = 4k_B T \operatorname{Re}[Z(f)] \quad (2.23)$$

und

$$S_I(f) = 4k_B T \operatorname{Re}\left[\frac{1}{Z(f)}\right]. \quad (2.24)$$

Die Ergebnisse sind wieder nur im Falle eines thermischen Gleichgewichts gültig.

Fluktuations-Dissipations-Theorem

Physikalisch basieren die Ergebnisse von Johnson und Nyquist auf dem Fluktuations-Dissipations-Theorem. Es liefert einen Zusammenhang zwischen dissipativen Größen und Fluktuationen. Bemerkenswert dabei ist, dass Fluktuationen im thermischen

Gleichgewicht mit Hilfe von Parametern, die irreversible Prozesse charakterisieren, dargestellt werden.

Neben dem Spannungsrauschen eines Widerstands gibt es noch weitere Beispiele für das Fluktuations-Dissipations-Theorem. So verknüpft es zum Beispiel den Reibungskoeffizient einer viskosen Flüssigkeit mit den Fluktuationen in der Ortsfunktion eines Teilchens, welches sich in der Flüssigkeit befindet. Dieser Zusammenhang ist auch als Einstein-Relation bzw. Brownsche Molekularbewegung bekannt.

Das Theorem wurde zuerst von Callen und Welton [22] formuliert. Dabei wird eine Beziehung zwischen der Impedanz eines allgemeinen, linear dissipativen Systems und den Fluktuationen von geeigneten generalisierten Kräften aufgestellt. Linear dissipativ bedeutet hierbei, dass die vom System aufgenommene Leistung quadratisch von der Größe der periodischen Störung abhängt. Dabei wird die Impedanz $Z(\omega)$ des Systems definiert als

$$V = Z(\omega)\dot{Q}, \quad (2.25)$$

wobei V eine äußere, treibende Kraft und \dot{Q} die Antwortfunktion des Systems beschreibt. Betrachtet man ein System im thermischen Gleichgewicht ohne äußere Kraft, dann verbindet man die spontanen Fluktuationen \dot{Q} des Systems mit einer spontan fluktuierenden Kraft V . Als Endergebnis bekommt man für den Mittelwert dieser Kraft

$$\langle V^2 \rangle = \frac{2}{\pi} \int_0^\infty R(\omega) E(\omega, T) d\omega. \quad (2.26)$$

$R(\omega)$ steht hier für den Realteil der Impedanz $Z(\omega)$ und $E(\omega)$ ist hier formal identisch mit der Energie eines quantenmechanischen harmonischen Oszillators bei der Frequenz ω und der Temperatur T

$$E(\omega, T) = \frac{1}{2}\hbar\omega + \frac{\hbar\omega}{\exp(\hbar\omega/k_B T) - 1}. \quad (2.27)$$

Für hohe Temperaturen, wenn $k_B T \gg \hbar\omega$ ist, kann man $E(\omega)$ mit $k_B T$ gleichsetzen und man erhält die etwas einfachere Form

$$\langle V^2 \rangle \cong \frac{2}{\pi} k_B T \int R(\omega) d\omega, \quad (2.28)$$

die in Gleichung 2.15 übergeht, wenn man mit der Kraft V die Spannung U identifiziert.

2.2.4 1/f-Rauschen

Als 1/f-Rauschen bezeichnet man ein Spektrum, welches proportional zu 1/f ist. Ein solches Spektrum kann von verschiedenen Effekten verursacht werden. Somit ist es nicht möglich eine universelle Ursache des 1/f-Rauschens anzugeben.

Es gibt jedoch einen Zusammenhang zwischen der Dauer eines Elementarvorgangs und der Form des Rauschspektrums. Rauschen wird durch viele Elementarvorgänge verursacht. Liegt deren charakteristische Dauer τ im Bereich der Beobachtungsfrequenz $f = 1/T$, dann hat das zugehörige Spektrum eine $1/f^\alpha$ -Form mit $\alpha \approx 1$ [19]. Außerdem gibt es noch einen Zusammenhang mit der Verteilung der Zeitkonstanten. Wenn alle Elementarprozesse ungefähr die gleiche Zeitkonstante haben, dann ist der Bereich, in dem das Spektrum eine Form $S(f) \propto 1/f$ hat, eher schmal. Er ist umso größer, je breiter die Zeitkonstanten verteilt sind.

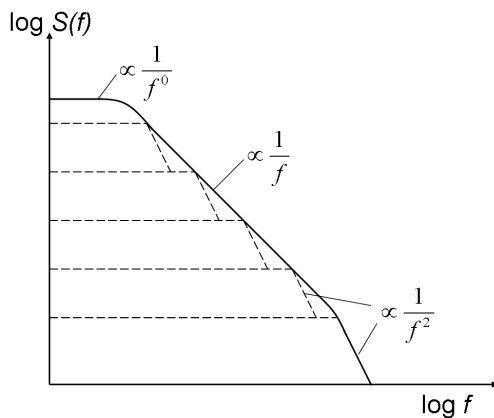


Abb. 2.8: Überlagerung von Rauschspektralen mit unterschiedlichen Eckfrequenzen zu einem 1/f-Rauschen.

In Abbildung 2.8 ist graphisch dargestellt, wie sich Spektren mit unterschiedlichen Zeitkonstanten zu einem 1/f-Rauschen addieren. Dabei könnten die zugrunde liegenden Spektren zum Beispiel durch Generations-Rekombinations-Rauschen verursacht sein. Spektren dieser Art haben immer einen weißen Anteil bis zu einer Eckfrequenz, die von der Relaxationszeit abhängt. Danach gehen sie in ein 1/f²-Rauschen über.

Man findet 1/f-Rauschen in vielen Festkörpern, unter anderem auch in Gläsern [23].

2.2.5 Rauschen von Operationsverstärkern

Wenn man Rauschmessungen an Gläsern mit Operationsverstärkern durchführt, ist zu beachten, dass der Operationsverstärker selbst Rauschbeiträge liefert. Ein Operationsverstärker ist im Inneren aus einer Reihe von Widerständen und Transistoren aufgebaut. Jedes der Bauteile selbst liefert zumindest den Beitrag des thermischen Johnson-Rauschens. Wenn die Bauteile von einem Strom durchflossen werden,

dann gibt es unter Umständen noch zusätzliche Rauscheffekte, wie zum Beispiel das Schrotrauschen. Auf die besonderen Eigenschaften von Operationsverstärkern wird in Abschnitt 3.4 näher eingegangen.

Für die hier beschriebenen Messungen wurde der OPA128 von Burr-Brown verwendet. Es handelt sich dabei um einen hochohmigen, rauscharmen Operationsverstärker mit einer aus J-FETs aufgebauten Eingangsstufe. Feldeffekttransistoren (FETs) sind E-feldgesteuerte Widerstände, bei denen Schwankungen der Dotierungsladung zu einem Generations-Rekombinations-Rauschen führen können, wenn der J-FET von einem Strom durchflossen wird. Bei kleinen Frequenzen kann dieses auch in Form eines $1/f$ -Rauschen auftreten [19]. Desweiteren spielen auch Schrotrauschen des Sperrstroms und thermisches Rauschen von parasitären Widerständen eine Rolle. Trotzdem zählen FETs zu den Verstärkerelementen mit dem geringsten Rauschen. Ein weiterer sehr positiver Effekt ist, dass die Signaleigenschaften bei Kühlung nicht verloren gehen. Auf diese Weise ist es möglich den Verstärker bei etwas tieferen Temperaturen zu betreiben, was den größten Rauschbeitrag, nämlich das thermische Rauschen verkleinert.

Im Datenblatt eines Operationsverstärkers sind alle auftretenden Rauscheffekte in zwei Kenngrößen zusammengefasst, dem Eingangs-Spannungsrauschen U_r und dem Eingangs-Stromrauschen I_r [24]. Diese beiden Werte fassen rechnerisch alle Rauschquellen in dem Operationsverstärker zusammen. Es ist üblich, dass man sich dabei auf den Eingang bezieht, d.h. das äquivalente Eingangsrauschen angibt. Dabei tut man so, als würde das gesamte Verstärkerrauschen von einer Rauschquelle erzeugt, die sich am Eingang des Verstärkers befindet. Der nachgeschaltete Verstärker wird dann als rauschfrei betrachtet. In Abbildung 2.9 ist dieser Sachverhalt illustriert.

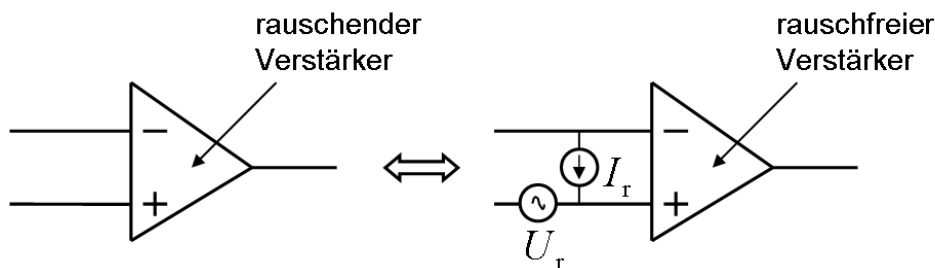


Abb. 2.9: Darstellung des äquivalenten Eingangsrauschens eines Operationsverstärkers [25]. Dabei rechnet man das gesamte Rauschen des Verstärkers auf den Eingang um. Das heißt, man betrachtet den Verstärker als rauschfrei und das Rauschen wird von einer Rauschquelle, die sich am Eingang befindet, erzeugt.

Wenn der Operationsverstärker an den Eingängen mit Widerständen R beschaltet ist, dann fließt der Rauschstrom I_r über diese hinweg zu Masse und erzeugt an ihnen weitere Spannungen RI_r , die ihrerseits zum Rauschen beitragen. Zusätzlich erzeugen

diese Widerstände auch noch thermisches Johnson-Rauschen. Die Angaben U_r und I_r beziehen sich immer auf den unbeschalteten Operationsverstärker, so dass für jede Beschaltung zusätzlich die Rauscheigenschaften der äußeren Bauteile berücksichtigt werden müssen.

Da die Rauschgrößen abhängig von der Bandbreite sind, gibt man in den Datenblättern zweckmäßigerweise die Rauschspannungs- oder Stromdichten bei bestimmten Frequenzen (zum Beispiel 1 kHz) an.

Die resultierenden Rauschspektren haben einen $1/f$ -Anteil bei kleinen Frequenzen, und einen weißen Anteil bei den hohen Frequenzen. Als Beispiel ist in Abbildung 2.10 des Eingangsspannungsrauschen des OPA128 zu sehen. Die Eckfrequenz liegt bei circa 600 Hz. Das Niveau des weißen Anteils liegt bei $15 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$. In diesem Bereich wird dann später auch die Auflösungsgrenze bei der Messung der Spannungsfuktuationen liegen.

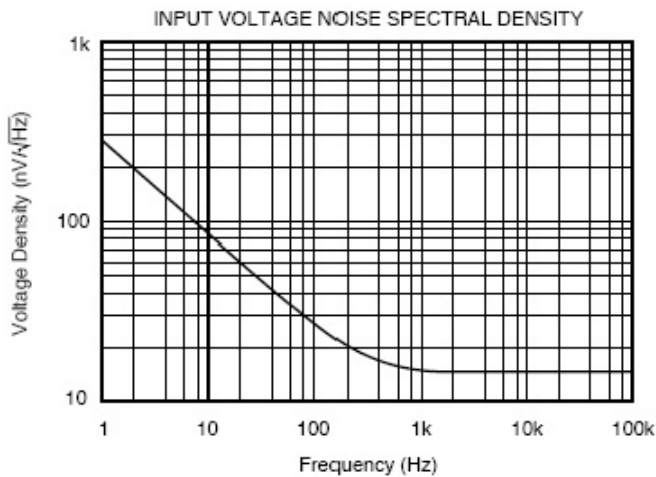


Abb. 2.10: Eingangsspannungsrauschen aus dem Datenblatt des OPA128 [26].

2.2.6 Dielektrisches Rauschen

Das im Rahmen dieser Diplomarbeit gemessene dielektrische Rauschen entspricht dem thermischen Johnson-Rauschen der Glasprobe. Die Probe befindet sich dabei als Dielektrikum in einem Kondensator, wie bei der klassischen dielektrischen Spektroskopie. Dabei verursacht die thermische Bewegung der Dipole Polarisationsfluktuationen, die sich als Spannungsfuktuationen an den Kondensatorplatten auswirken (siehe Abbildung 2.11 (links)). In Kapitel 3 wird ein Spannungsmessgerät vorgestellt, mit dem es möglich ist, diese Fluktuationen zu messen.

Schließt man den Messkondensator über ein Strommessgerät kurz, so erzeugen die Spannungsfuktuationen Stromfluktuationen, wie in Abbildung 2.11 (rechts) illustriert. Dabei ist zu beachten, dass ein Strommessgerät idealerweise einen Innenwi-

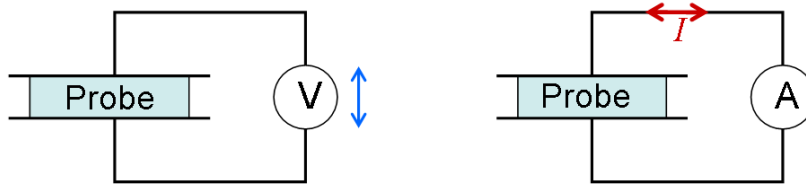


Abb. 2.11: Prinzip zur Messung der Spannungsfluktuationen (**links**) und der Stromfluktuationen (**rechts**). Es werden keine äußeren Felder angelegt.

derstand nahe bei Null hat, so dass tatsächlich ein geschlossener Stromkreis entsteht. Im Gegensatz dazu hat das ideale Spannungsmessgerät einen unendlich hohen Innenwiderstand.

Um nun die Leistungsdichten der Fluktuationen eines solchen Aufbaus zu berechnen, nutzt man die im Abschnitt 2.2.3 vorgestellte Nyquistformel (2.23 und 2.24) $S_U(\omega) = 4k_B T \operatorname{Re}[Z(\omega)]$ und $S_I(\omega) = 4k_B T \operatorname{Re}[1/Z(\omega)]$. Dabei ist $Z(\omega)$ die Impedanz der Probe. Um diese zu berechnen bedient man sich wieder dem in Abbildung 2.3 vorgestellten Ersatzschaltbild. Dabei zerlegt man den Kondensator, der mit der Probe gefüllt ist und damit also verlustbehaftet ist, gedanklich in einen idealen Kondensator ohne Verlust und in einen idealen Widerstand ohne Kapazität. Auf diese Weise erhält man eine einfache RC -Parallelschaltung mit bekannter Impedanz $Z(\omega) = (1/X_R + 1/X_C)^{-1}$.

$$Z(\omega) = \frac{1}{\frac{1}{R(\omega)} + i\omega C(\omega)} \quad (2.29)$$

Nun ist der Realteil der Impedanz $\operatorname{Re}[Z(\omega)] = R(\omega)/(1 + \omega^2 R^2(\omega)C^2(\omega))$ und der Realteil der Admittanz $\operatorname{Re}[1/Z(\omega)] = 1/R(\omega)$. Damit erhält man Formeln zur Berechnung der spektralen Leistungsdichte der Spannungsfluktuationen

$$S_U(\omega) = 4k_B T \frac{R(\omega)}{1 + \omega^2 R^2(\omega)C^2(\omega)} \quad (2.30)$$

und der Stromfluktuationen

$$S_I(\omega) = 4k_B T \frac{1}{R(\omega)}. \quad (2.31)$$

Mit diesen beiden Gleichungen ist es also möglich die Fluktuationen der Glasprobe zu berechnen, wenn der Verlauf von $R(\omega)$ und $C(\omega)$ bekannt ist. Zur Überprüfung der Methode können zudem Informationen über den Verlauf von $R(\omega)$ und $C(\omega)$ aus der dielektrischen Spektroskopie herangezogen werden. Der umgekehrte Weg ist auch möglich: Gleichungen 2.30 und 2.31 stellen ein Gleichungssystem mit zwei

Unbekannten dar. Wenn man den Verlauf der spektralen Leistungsdichten $S_U(\omega)$ und $S_I(\omega)$ gemessen hat, kann man damit wieder auf $R(\omega)$ und $C(\omega)$ sowie auf $\epsilon'(\omega)$ und $\epsilon''(\omega)$ zurückschließen. In diesem Zusammenhang sei noch einmal darauf hingewiesen, dass sowohl die Spannungsfluktuationen als auch die Stromfluktuationen auf der selben Ursache beruhen, nämlich den dielektrischen Polarisationsfluktuationen.

Dabei ist aber unbedingt zu beachten, dass die beiden Gleichungen nur gültig sind, solange sich die Probe im thermischen Gleichgewicht befindet. Für Temperaturen oberhalb der Glasübergangstemperatur T_g ist diese Tatsache sicher erfüllt, doch es ist bekannt, dass sich Gläser unterhalb von der Glasübergangstemperatur T_g nicht mehr im Gleichgewicht befinden [16]. Man erwartet daher, dass das Fluktuations-Dissipations-Theorem für diesen Fall verletzt ist [13, 27, 10, 28].

Fluktuationen von RC -Parallelschaltungen

Um sich ein Bild von dem Verlauf der spektralen Leistungsdichte der Spannungs- und der Stromfluktuationen zu machen, untersuchen wir den Fall für frequenzunabhängige Größen R und C . Dieser Sachverhalt liegt vor, wenn man eine reale Parallelschaltung eines ohmschen Widerstandes R mit einem Kondensator C betrachtet (siehe Abbildung 2.12). Dann gilt analog zu Gleichung 2.30 und 2.31 $S_U(\omega) = 4k_B T R / (1 + \omega^2 R^2 C^2)$ und $S_I = 4k_B T / R$. Um die Sache etwas zu vereinfachen, wur-

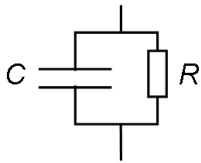


Abb. 2.12: Reale Parallelschaltung eines Widerstandes R mit einem Kondensator C .

den hierbei die realen Bauteile etwas idealisiert. In Wirklichkeit müsste man noch die Frequenzabhängigkeit der Größen R und C , sowie die Parasitärkapazität des Widerstandes und einen eventuellen Verlust des Kondensators berücksichtigen. All diese Effekte sind aber klein und können guten Gewissens vernachlässigt werden.

Beispielhaft wird ein Kondensator der Kapazität 220 pF parallel zu verschiedenen Widerständen im Bereich zwischen 1 k Ω und 10 M Ω gewählt. In Abbildung 2.13 ist der Verlauf der spektralen Leistungsdichte als Funktion der Frequenz $f = \omega / (2\pi)$ aufgetragen. Bei den Spannungsfluktuationen (links) erkennt man ein Plateau bei kleinen Frequenzen und einen anschließenden Abfall $\propto 1/f^2$. Im Plateaubereich ist die Rauschleistungsdichte proportional zum Widerstand R . Bei höheren Frequenzen dominiert das Tiefpassverhalten der RC -Kombination. Die Abschneidefrequenz verschiebt sich gemäß $f_a = 1 / (2\pi RC)$ mit wachsendem Widerstand zu kleineren Frequenzen.

Die spektrale Leistungsdichte der Stromfluktuationen im Bild 2.13 (rechts) hat

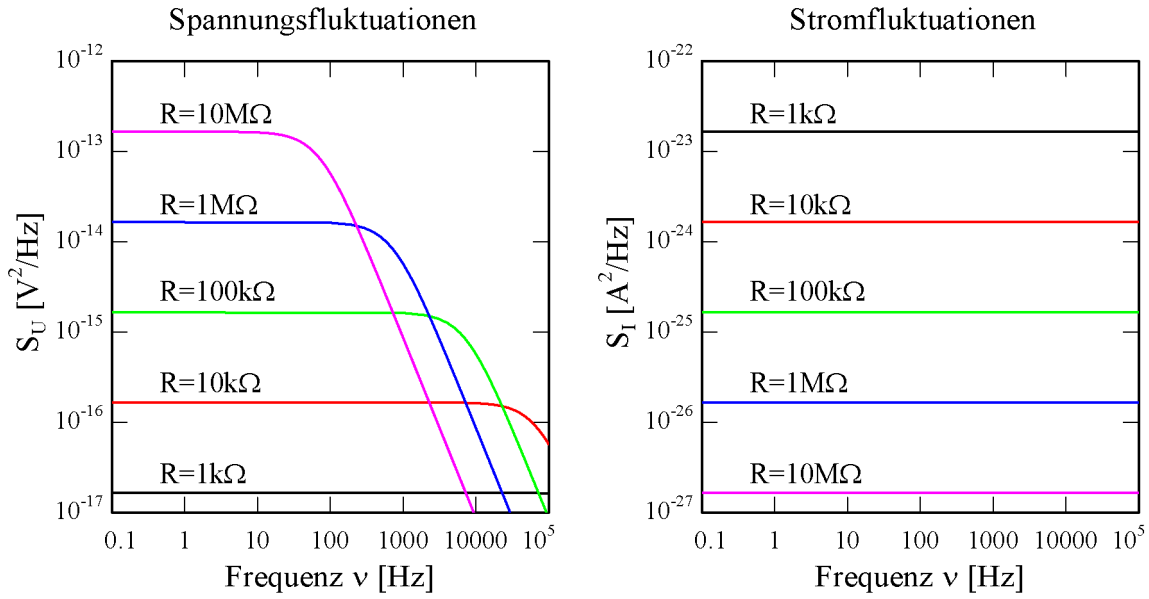


Abb. 2.13: Spektrale Leistungsdichte der Spannungsfuktuationen (links) und der Stromfuktuationen (rechts) einer RC -Parallelschaltung als Funktion der Frequenz bei Raumtemperatur (300 K). Der Kondensator hat die Kapazität $C = 220$ pF, der Widerstand wird variiert.

dagegen eine etwas andere Form. Nach $S_I = 4k_B T/R$ ist sie sowohl unabhängig von der Frequenz als auch von der Kapazität, das Spektrum ist konstant. Hier verhält sich die Rauschleistung antiproportional zum Wert des Widerstandes, das heißt sie wird kleiner mit steigendem R . Dieser Zusammenhang ist wenig verwunderlich, da in einem Stromkreis ein großer Widerstand natürlich den Strom verringert.

Da die Gesamtleistung endlich sein muss kann der hier gezeigte Verlauf der Spektren nicht für alle Frequenzen gültig sein. Ab einer bestimmten Grenzfrequenz müssen auch hier die Spektren genügend stark abfallen.

Rauschen des Debye Relaxators

Nachdem der Verlauf der spektralen Rauschleistungsdichten für den Fall, dass R und C frequenzunabhängig sind, nun betrachtet wurde, geht man jetzt einen Schritt weiter und untersucht die Rauschspektren für frequenzabhängige $R(\omega)$ und $C(\omega)$ für den Fall des Debye Relaxators. In diesem Modell ist der Verlauf des Real- und Imaginärteils der dielektrischen Funktion gegeben durch die Gleichungen $\epsilon'(\omega) = \epsilon_\infty + (\epsilon_s - \epsilon_\infty)/(1 + \omega^2\tau_D^2)$ (2.8) und $\epsilon''(\omega) = (\epsilon_s - \epsilon_\infty)\omega\tau_D/(1 + \omega^2\tau_D^2)$ (2.9). Die spektralen Rauschleistungsdichten (Gleichungen 2.30 und 2.31) drückt man dazu mithilfe von $C(\omega) = \epsilon'(\omega)C_0$ und $R(\omega) = 1/(\omega C_0\epsilon''(\omega))$ (entsprechen den Gleichungen

2.12 und 2.11) am besten gleich in Abhängigkeit von $\epsilon'(\omega)$ und $\epsilon''(\omega)$ aus.

$$S_U(\omega) = 4k_B T \frac{\epsilon''(\omega)}{\omega C_0 (\epsilon'(\omega)^2 + \epsilon''(\omega)^2)} \quad (2.32)$$

$$S_I(\omega) = 4k_B T \omega C_0 \epsilon''(\omega) \quad (2.33)$$

Dabei ist C_0 wieder die Leerkapazität des zur Messung verwendeten Kondensators.

In Abbildung 2.14 ist das Ergebnis für den Fall $\epsilon_\infty = 2.5$, $\epsilon_s = 18.5$, $C_0 = 20$ pF und $\tau_D = 1.16$ ms dargestellt. Die Werte sind so gewählt, dass sie den Bedingungen des durchgeführten Experiments möglichst gut entsprechen, $C_0 = 20$ pF entspricht der Leerkapazität des Messkondensators und $\tau_D = 1.16$ ms ist die Relaxationszeit von Tripropylenglycol bei 210 K. Trotz der Auftragung gegen $\omega\tau_D$ ist es notwendig, τ_D einen Wert zuzuweisen, da die Größe einmal noch für sich alleine im Endergebnis stehenbleibt. Die Spannungsfuktuationen S_U sind auf der linken Achse aufgetragen,

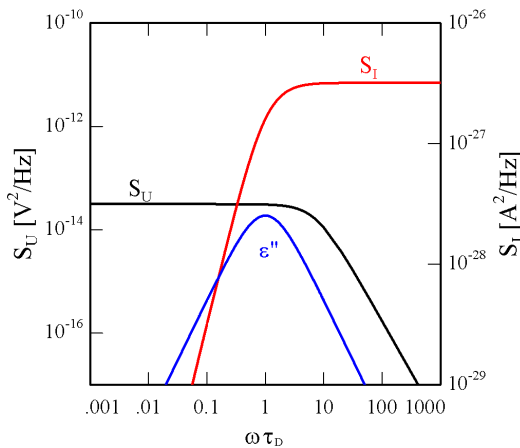


Abb. 2.14: Spektrale Rauschleistungsdichten des Debye Relaxators. Auf der linken Achse sind die Spannungsfuktuationen S_U , auf der rechten Achse sind die Stromfuktuationen S_I aufgetragen. Zum Vergleich ist zusätzlich der Imaginärteil der dielektrischen Funktion $\epsilon''(\omega)$ gezeigt, allerdings ohne Skala. Die Auftragung erfolgt jedoch dekadentreu mit der rechten Achse.

die Stromfuktuationen S_I auf der rechten. Der Imaginärteil $\epsilon''(\omega)$ ist ohne Achse dargestellt, allerdings entspricht eine Dekade der rechten Achse auch einer Dekade in der Auftragung von $\epsilon''(\omega)$.

Für kleine Frequenzen weist die spektrale Leistungsdichte der Spannungsfuktuationen S_U zunächst einen konstanten Verlauf auf. Ungefähr im Bereich $\omega\tau_D = 1$, also im Bereich der Relaxationsfrequenz knickt das Spektrum ab und fällt anschließend proportional zu $1/f^2$.

Die spektrale Leistungsdichte der Stromfuktuationen S_I hingegen wächst bei kleinen Frequenzen proportional zu f^2 an und geht anschließend in Sättigung. Wieder erfolgt das Abknicken im Bereich $\omega\tau_D = 1$.

Was passiert, wenn man nun das einfache Modell des Debye-Relaxators erweitert, um es etwas mehr an den gemessenen Verlauf des Imaginärteils $\epsilon''(\omega)$, wie in

Abbildung 2.4 gezeigt, anzupassen? Um dem Anstieg von $\epsilon''(\omega)$ durch die ionische Leitfähigkeit gerecht zu werden, addiert man zum Imaginärteil nach Debye (Gleichung 2.9) $0.1/(\omega\tau_D)$ dazu und berücksichtigt so die Gleichstromleitfähigkeit.

$$\epsilon''(\omega\tau_D) = \epsilon''_{\text{Debye}}(\omega\tau_D) + \frac{0.1}{\omega\tau_D} \quad (2.34)$$

Das Resultat ist in Abbildung 2.15 (links) zu sehen. Die Änderung der Rauschspek-

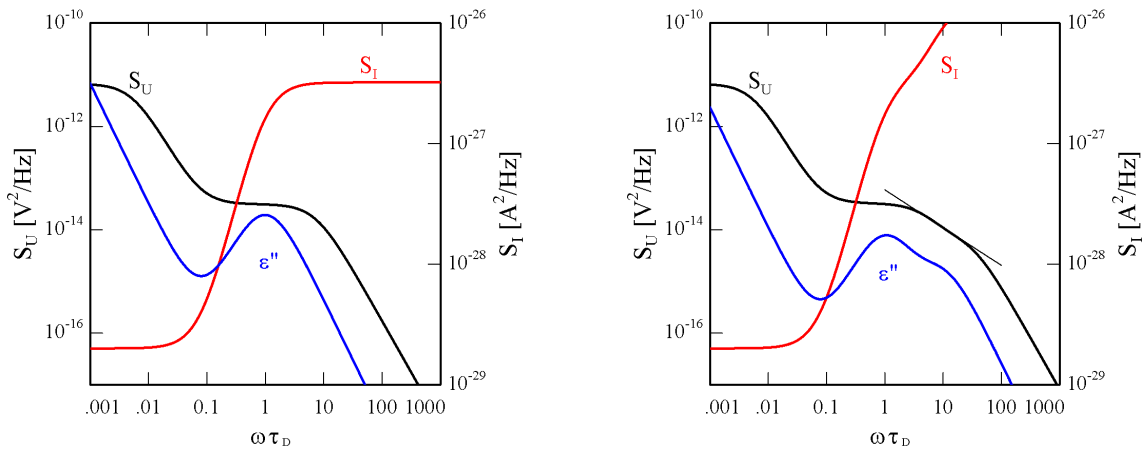


Abb. 2.15: (**Links**): Verlauf von ϵ'' , bei dem ein Debye Relaxator zugrunde gelegt wurde und die Ionenleitfähigkeit phänomenologisch berücksichtigt wurde. (**Rechts**): Hier wird zusätzlich die asymmetrische Form des α -Peaks durch Addition eines weiteren Relaxationsprozesses berücksichtigt.

tren fällt deutlich aus. Das Spektrum der Spannungsfuktuationen S_U beginnt bei kleinen Frequenzen wieder mit einem konstanten Anteil, der jedoch rasch mit $1/f^2$ abfällt. Ungefähr im Bereich des Minimums von $\epsilon''(\omega)$ verläuft S_U jedoch wieder in einem gewissen Bereich konstant. Dieses Plateau ist bereits aus Abbildung 2.14 bekannt, von nun an verläuft das Spektrum wie im Fall des unkorrigierten Debye Relaxators.

Das Spektrum der Stromfluktuationen S_I erfährt eine ähnliche Anpassung an die neue Situation. Es beginnt bei kleinen Frequenzen ebenso konstant und fügt sich ungefähr im Bereich des Minimums von $\epsilon''(\omega)$ an den f^2 -Anstieg des „alten“ Spektrums an.

Um jetzt zusätzlich noch die Form des α -Peaks asymmetrisch zu machen, ist eine weitere Korrektur bei höheren Frequenzen nötig. In diesem Fall wurde zu $\epsilon''(\omega)$ ein weiterer Peak addiert, der jedoch im Diagramm weiter rechts und außerdem nach unten verschoben liegt. Als Resultat weist der Verlauf von $\epsilon''(\omega)$ einen kleinen Buckel rechts neben dem α -Peaks auf.

Daraufhin gibt es in der rechten Seite des Diagrammes Änderungen in den Rauschspektren. Die spektrale Leistungsdichte der Spannungsfuktuationen S_U fällt im Bereich rechts neben $\omega\tau_D = 1$ weniger steil ab. Die Steigung in diesem Teil des Spektrums, der zum besseren Verständnis mit einer eingezeichneten Gerade kenntlich gemacht wurde, hat in diesem Fall den Wert -0.7 . Dieser Wert kommt einem $1/f$ -Rauschen schon sehr nahe. Man kann an dieser Situation sehen, dass sich an dieser Stelle jeder Zusatzbeitrag in $\epsilon''(\omega)$ in einer Verringerung der Steigung des Spannungsrauschens auswirkt.

Die spektrale Leistungsdichte der Stromfuktuationen S_I reagiert auf die letzte Korrektur mit einem weiteren Anstieg im hinteren Teil ihres Spektrums, der vorher konstant war. Der Strom reagiert also gerade in umgekehrter Weise auf einen Zusatzbeitrag in $\epsilon''(\omega)$ an dieser Stelle, er vergrößert seine Steigung.

Die durchgeführten Überlegungen geben einen Eindruck davon, was in der eigentlichen Messung erwartet wird. Sowohl die Größenordnung als auch die ungefähre Form der Spektren sollte in der Messung wieder erkennbar sein. Des weiteren wird deutlich, wie sich die Form des Imaginärteils $\epsilon''(\omega)$ in den Rauschspektren niederschlägt.

3. Experimentelle Methoden

3.1 Kryostat

Die Glasübergangstemperatur von Tripropylenglycol liegt bei 192 K. Um Messungen in diesem Temperaturbereich durchführen zu können, wurde für dieses Experiment ein kleiner Kryostat angefertigt. In Abbildung 3.1 ist eine schematische Skizze davon zu sehen.

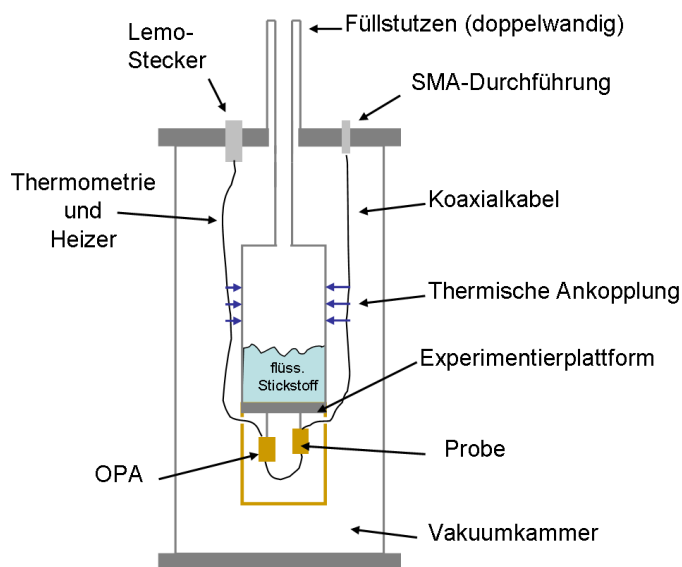


Abb. 3.1: Schematische Skizze des verwendeten Kryostaten. Zum Kühlen wird flüssiger Stickstoff verwendet (77.35 K). Das Kühlmittel befindet sich in einem Tank und kühlt dadurch die Experimentierplattform.

Äußerlich besteht der Kryostat aus einer zylinderförmigen Vakuummutter der Länge 50 cm und einem Durchmesser von 15 cm aus dem Material Edelstahl. Kernstück des Kryostaten ist der Stickstofftank, ebenfalls aus Edelstahl, der über einen am Deckel angebrachten Stutzen befüllt wird und 1.5 l fasst. Sobald sich das Kühlmittel im Tank befindet, wird die Experimentierplattform auf 77 K abgekühlt. Diese Temperatur wird dann solange beibehalten bis das Kühlmittel verdampft ist. Alle Teile des Experiments sind an der Experimentierplattform verschraubt. Um Probe und Verstärker auf eine bestimmte Temperatur zu regeln, befinden sich Thermometer und Heizwiderstände direkt am mechanischen Aufbau des Experiments. Die dafür benötigten Drähte verlaufen über eine Folie mit Leiterbahnen aus Messing, die seitlich an den Stickstofftank geklebt ist. Dadurch sind die Drähte thermisch an den Tank angekoppelt.

Die Zuleitungen für die Heizwiderstände sind Kupferlackdrähte mit 0.1 mm Durchmesser, so dass es möglich ist, Heizströme bis etwa zu 300 mA zu nutzen. Alle übrigen

Zuleitungen sind Konstantandrähte mit einem Widerstand von 60Ω pro Meter, ebenfalls mit 0.1 mm Durchmesser. Durch ihre schlechte Wärmeleitung erlauben sie große Temperaturdifferenzen zwischen ihrem Anfang und ihrem Ende, liefern also eine genügend große thermische Entkopplung zum Beispiel zwischen dem Experiment und dem Tank. Die Durchführung der Drähte durch den Deckel der Vakuumkammer erfolgt über eine 24-polige Steckerbuchse der Firma LEMO. Auf der circa 10 cm langen Strecke zwischen der Vakuumdurchführung, die sich bei Raumtemperatur befindet, und dem Stickstofftank herrscht eine Temperaturdifferenz von etwa 200 K . Der weitere Weg der Drähte führt über ein abgeschirmtes 24-adriges Kabel in eine Filterbox. Der Tiefpassfilter (siehe Abbildung 3.2) soll verhindern, dass Störsignale, die außen in die Kabel einkoppeln, an das Experiment gelangen.

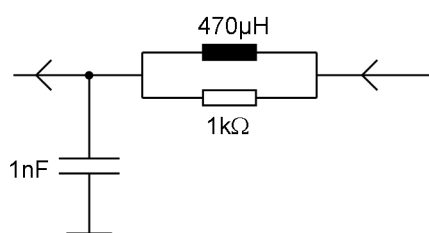


Abb. 3.2: Darstellung der Schaltung des Tiefpassfilter. Er soll vermeiden, dass Störsignale, die in die Thermometrikabel einkoppeln, zum Experiment gelangen.

Für die Messung der Fluktuationen, sowie der Dielektrizitätskonstanten der Probe gibt es zwei 60 cm lange Koaxialkabel von Typ SS der Firma LakeShore. Zur thermischen Ankopplung werden diese S-förmig am Stickstofftank angeklebt. Sowohl der Innenleiter als auch der Außenleiter bestehen aus Edelstahl, die Isolierung aus Teflon. Der Innenleiter hat einen Durchmesser von 0.2 mm , das gesamte Kabel ist nur 1 mm dick. Die Kabel werden über SMA-Durchführungen nach außen geführt.

Die Experimentierplattform besitzt einen Durchmesser von 10.8 cm . Sowohl die Probe, als auch der Verstärker befinden sich dort in direkter Nachbarschaft. Das ist nötig, um kurze Kabelwege zwischen Probe und Verstärker zu garantieren. Um die gesamte Messapparatur mechanisch zu schützen, sowie elektrisch und thermisch abzuschirmen, wird ein Topf aus Messing um den Aufbau herum an der Experimentierplattform befestigt. Unterstützt wird dieser von einem Ring und einem Deckel aus Aluminium.

Durch Abpumpen der Vakuumkammer auf einen Druck von einigen 10^{-4} mbar verhindert man unerwünschten Wärmetransport über die Luft. Um Wärmeeinträge durch Wärmestrahlung zu verkleinern wird der Stickstofftank, sowie der Topf mit mehreren Lagen Rettungsfolie (mit Aluminium besputterte Mylarfolie) umwickelt. Die silberne Spiegelfläche zeigt dabei nach außen, also zur warmen Seite hin.

Da von außen eingekoppelte Vibrationen die Messung empfindlich stören können, steht der Kryostat auf einem Holzbrett mit vier schwingungsdämpfenden Füßen. Somit ist zumindest eine gewisse mechanische Entkopplung gegeben.

3.2 Mechanischer Aufbau

3.2.1 Der Probenkondensator

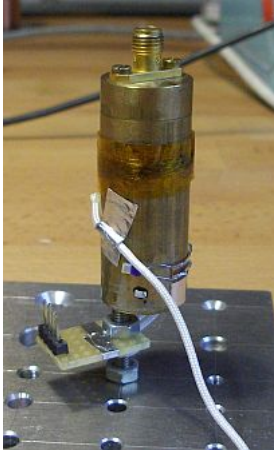


Abb. 3.3: Fotografie des Probenkondensators. Zu sehen ist das Gehäuse des Zylinderkondensators mit seinen Anschlüssen.

Der Kondensator, in dem sich die Probe befindet, hat eine zylindrische Form und besteht vollständig aus Messing. Die Leerkapazität beträgt etwa 20 pF. Die Außen-
elektrode ist mit seinem zylindrischen Gehäuse elektrisch verbunden, liegt also auf Massepotential. Als Stecker für die koaxiale Zuleitung dient eine SMA-Buchse (siehe Abbildung 3.3) an deren Innenleiter die Innenelektrode des Kondensators angeschlossen ist.

Der Kondensator ist mit der Experimentierplattform über eine 25 mm lange Gewindestange der Dicke M4 aus Edelstahl mechanisch verbunden. Man wählt dieses schlecht wärmeleitende Material um die thermische Ankopplung an die kalte Experimentierplattform nicht zu groß zu machen. Auf diese Weise benötigt man nur moderate Heizleistungen um die Probe bei höheren Temperaturen zu stabilisieren. Die typischen Kühlraten liegen je nach Temperatur bei 1 bis 2 K/min.

Zum Heizen ist ein Konstantendraht mit einem Widerstand 130Ω um das Gehäuse des Kondensators gewickelt, dabei wird der Draht vor dem Wickeln zuerst in eine Schlaufe gelegt und leicht verdrillt, auf diese Weise fließt der Strom gegenläufig durch den Heizdraht und unerwünschte Magnetfelder heben sich in erster Ordnung auf.

Die Messung der Temperatur erfolgt mit dem temperaturabhängigen Platinwiderstand Pt-100. Seine Änderung des Widerstandes mit der Temperatur ist genormt nach DIN IEC 751 und erlaubt Temperaturmessungen im Bereich von 10 K bis 1000 K, bei 200 K ist seine Eichung absolut auf 0.3 K genau. Bei 0°C besitzt er den Widerstand 100Ω , dieser Tatsache verdankt er seinen Namen. Die Bestimmung des Widerstands erfolgt über eine Vierdrahtmessung, um zu verhindern, dass der Widerstand der Zuleitungen mitgemessen wird. Dabei fließt über das eine Leiterpaar

ein Strom I und mit dem anderen Leiterpaar wird die Spannung U gemessen, die über dem Widerstand abfällt. Geregelt wird die Temperatur mit dem „Temperatur Controller Model 331“ der Firma LakeShore. Dieser kennt schon vorab die Eichkurve des Pt-100 Widerstandsthermometers und besitzt einen internen PID-Regler.

Die Befüllung des Kondensators mit Tripropylenglycol erfolgt in einem Exsikkator. Da die Flüssigkeit bei Raumtemperatur schon eine relativ hohe Zähigkeit besitzt, erwärmt man den Kondensator zunächst mit einem Heißluftfön auf ca. $70\text{ }^{\circ}\text{C}$. Somit verringert sich deren Viskosität und die Probe kann besser zwischen die Kondensatorplatten fließen. Um Lufteinschlüsse zu vermeiden, pumpt man den Exsikkator anschließend ab. Danach flutet man den Exsikkator mit trockenem Stickstoffgas um das Eindringen von Feuchtigkeit in die Probe beim Öffnen des Exsikkators zu verhindern. Vor der Montage im Kryostat wird das Gehäuse des Kondensators mithilfe einer Indiumdichtung vakuumdicht verschlossen.

3.2.2 Halterung für die Elektronik

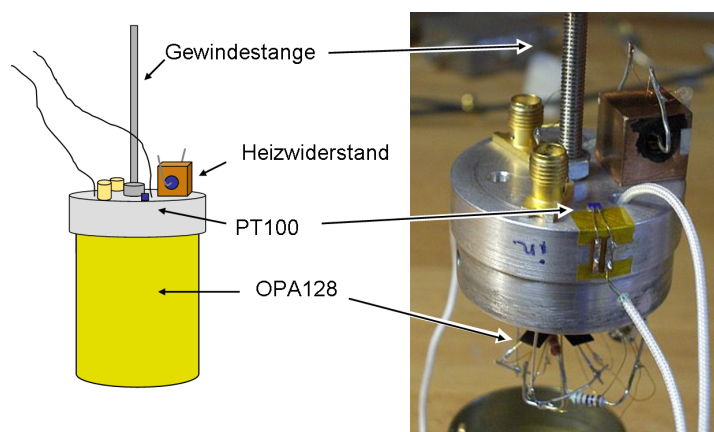


Abb. 3.4: Plattform für die Elektronik. (**Links**) befindet sich eine schematische Skizze, (**rechts**) ein Foto des Aufbaus.

Um den Operationsverstärker innerhalb des Kryostaten zu betreiben, ist eine Halterung nötig, die ihn elektrisch abschirmt und zusätzlich den nötigen mechanischen Schutz gewährt. Für die beiden elektronischen Schaltungen zur Messung der Spannungsfuktuationen und der Stromfuktuationen wurden zwei weitgehend identische Plattformen aufgebaut. Diese bestehen jeweils aus einem zylindrischen Sockel mit Durchmesser 40 mm und einer Dicke von 20 mm aus Kupfer beziehungsweise Aluminium. Daran wird dann der Operationsverstärker befestigt. Dazu wird dieser auf einen angeklebten Kühlkörper gesteckt. Das erlaubt im Falle eines Defekts ein leichteres Auswechseln des Operationsverstärkers. Der Verstärker selbst liegt auf dem

Rücken und die Bauteile der Beschaltung werden frei mit seinen Beinchen verdrahtet. Die Verwendung einer „gedruckten“ Schaltung ist nicht möglich, weil der Leitwert der Platine im Vergleich zu der extrem hochohmigen Probe zu groß ist. Das würde möglicherweise unerwünschte „Kurzschlüsse“ erzeugen. Um den Aufbau zu verschließen wird ein 4 cm langes Messingrohr mit Deckel daraufgesetzt. In Abbildung 3.4 (links) ist diese Abdeckung zu sehen.

Die Stromversorgung des Operationsverstärkers erfolgt symmetrisch über zwei 9 V-Batterien, die sich außerhalb des Kryostaten in einer abgeschirmten Box befinden. Die dafür benötigten Zuleitungen nehmen, zusammen mit den Kabeln für die Thermometrie, denselben Weg durch die Filterbox und werden durch Bohrungen in der Plattform zum Operationsverstärker hingeführt. Dasselbe geschieht mit den drei Drähten für den Offset-Abgleich des Operationsverstärkers. Dazu befindet sich in einer weiteren Box ein 100 k Ω -Potentiometer außerhalb des Kryostaten. Ein- und Ausgang des Operationsverstärkers sind durch versilberte Kupferdrähte mit den beiden SMA-Buchsen verbunden, die man in Abbildung 3.4 rechts auf dem Foto erkennen kann.

Die Befestigung an der Experimentierplattform erfolgt durch eine 50 mm lange Gewindestange der Dicke M4 aus Edelstahl. Bei der Messung der Spannungsfluktuationen wird der Verstärker konstant auf 200 K gehalten. Für diesen Fall ist die durch die Gewindestange gegebene thermische Ankopplung stark genug zum Kühlen und schwach genug um dagegenzuheizen. Man erreicht Kühlraten von 0.9 K/min. Die Schaltung zur Messung der Stromfluktuationen wird dagegen auf Raumtemperatur gehalten. Das ist nötig, weil einer der Widerstände aus der Beschaltung den mechanischen Belastungen der Abkühlung nicht stand hält. Dafür wird die Gewindestange zur Verringerung der Wärmeleitung tailliert.

Die Temperaturmessung erfolgt, wie bei der Probe, mit einem Pt-100. Die Auslesung erfolgt über den zweiten Kanal des LakeShore-Temperaturreglers. Als Heizer wird ein Kupferwürfel der Kantenlänge 12 mm an die Plattform geschraubt, in den ein Heizwiderstand (3.3 k Ω) in eine Bohrung eingeklebt ist. Die Stromversorgung erfolgt über ein Labornetzgerät HP 6106A von Hewlett-Packard, geregelt wird manuell. Aufgrund des relativ großen Heizwiderstandes sind hierzu vergleichsweise hohe Spannungen von bis zu 70 V nötig.

3.2.3 Anordnung auf der Experimentierplattform

An Abbildung 3.5 ist die Anordnung der Probe und des Verstärkers auf der Experimentierplattform schematisch dargestellt. Die Temperatur der beiden Elemente soll separat einstellbar sein. Dafür sind beide jeweils mit Temperaturfühlern und Heizwiderständen ausgestattet, wie im vorangegangenen Kapitel bereits erläutert.

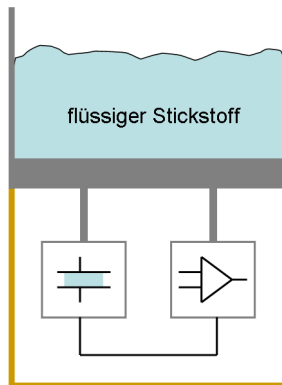


Abb. 3.5: Blick auf die Experimentierplattform. Um kurze Kabelwege zu ermöglichen, befinden sich Probe und Vorverstärker in direkter Nachbarschaft.

Die Verbindung der Innenelektrode des Probenkondensators mit dem Eingang des Operationsverstärkers erfolgt über ein 14 cm langes Koaxialkabel. Leider hat sich die Verwendung von Teflon isolierten Kabeln als ungünstig erwiesen weil mögliche Polarisationsladungen die Spannungsmessung stören. PE-isolierte Kabel stellen eine bessere Alternative dar, allerdings bestehen die meisten PE-isolierten Koaxialkabel aus Kupfer. In diesem Fall entsteht aber durch die hohe Wärmeleitung dieses Materials ein thermischer Kurzschluss zwischen den beiden Elementen des Aufbaus. Um Probleme dieser Art zu vermeiden, wurde in der Elektronikwerkstatt ein, auf dieses Experiment optimiertes, Semi-Rigid-Koaxialkabel hergestellt. Als Außenerleiter dient dabei eine CuNi-Kapillare mit 2.5 mm Außendurchmesser, der Innenleiter besteht aus 0.5 mm Widerstandsdraht (5Ω pro Meter). Zur Isolierung wird Schrumpfschlauch verwendet. Alle diese Materialien sind schlechte Wärmeleiter.

3.3 Messprinzip

Das Prinzip der Fluktuationmessungen wurde bereits durch die Abbildung 2.11 in Abschnitt 2.1.2 erläutert. Die Probe befindet sich dabei als Dielektrikum in einem Kondensator und die, durch die thermische Bewegung der Moleküle, entstehenden Fluktuationen werden mit einem Spannungs- und einem Strommessgerät aufgenommen. Dafür kommen spezielle Operationsverstärker zum Einsatz. Anschließend wird die spektrale Leistungsdichte mit einem Spektrumanalysator (Modell SR770 von Stanford Research Systems) bestimmt.

Zur Messung der Spannungsfuktuationen ist der Operationsverstärker als Elektrometerverstärker beschaltet, zur Messung der Stromfluktuationen als Strom-Spannungs-Wandler (Abbildung 3.6). Der Operationsverstärker dient dabei in erster Linie als Impedanzwandler, das heißt die Verstärkung als solche ist nicht wesentlich. Da die Probe ein elektrischer Isolator ist, besitzt sie einen sehr großen Widerstand (im $G\Omega$ -Bereich). Um die Spannung einer hochohmigen Quelle messen zu können benötigt man ein Messgerät, dessen Eingangswiderstand um Größenordnungen höher ist

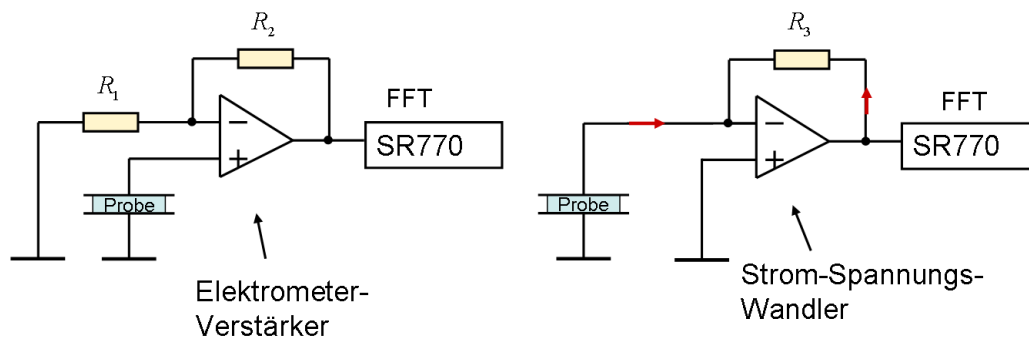


Abb. 3.6: Messung der dielektrischen Polarisationsfluktuationen mit Hilfe von Operationsverstärkern und einem Spektrumanalysator. **(Links):** Die Spannungsfuktuationen werden mit einem Elektrometerverstärker gemessen. **(Rechts):** Zur Messung der Stromfluktuationen wird ein Strom-Spannungswandler benutzt.

als der Widerstand der Probe. Der Spektrumanalysator besitzt einen Eingangswiderstand von nur $1\text{ M}\Omega$, eignet sich hierfür also im konkreten Fall nicht. Nun nutzt man aus, dass nichtinvertierende Operationsverstärker im Idealfall einen unendlich hohen Eingangswiderstand und einen beliebig kleinen Ausgangswiderstand besitzen, damit also im Prinzip perfekte Impedanzwandler sind. Da reale Operationsverstärker vom Idealfall beliebig stark abweichen können, werden bei der Auswahl eines geeigneten Modells für die hier durchgeführten Experimente hohe Anforderungen gestellt. Bei dem, für die Messung benutzten OPA128 liegt der Eingangswiderstand bei $10^{15}\ \Omega$ und der Ausgangswiderstand im $\text{k}\Omega$ -Bereich, das heißt er erfüllt die Anforderungen auch in der Realität.

Der Spektrumanalysator führt die Fouriertransformation eines Spannungssignals durch, zur Messung der Stromfluktuationen beschaltet man den Verstärker deshalb als Strom-Spannungswandler.

3.3.1 Spektrumanalyse

Die Fouriertransformation des gemessenen Spannungssignals geschieht mit Hilfe des Spektrumanalysators SR770 von Stanford Research Systems. Dieser nimmt ein zeitabhängiges Eingangssignal auf und berechnet dessen Frequenzspektrum [29]. Dabei wird das Eingangssignal mit einer hohen Abtastrate digitalisiert. Solange die Abtastrate mindestens doppelt so groß ist wie die größte Frequenzkomponente des Signals, repräsentieren die aufgenommenen Daten das Eingangssignal auf „korrekte“ Weise. Um diese Bedingung, zum Beispiel für eine Abtastrate von 256 kHz zu erfüllen, schneidet ein Tiefpassfilter die Frequenzen oberhalb von 128 kHz ab. Danach werden die Daten mit dem FFT-Algorithmus (Fast Fourier Transform) in ein Frequenzspek-

trum umgewandelt. Dabei multipliziert man die Zeitfunktion mit einer Fensterfunktion, so dass die Zeitfunktion genügend schnell gegen Null geht. Das Ergebnis wird dann fouriertransformiert. Das so entstehende Spektrum zeigt die Frequenzkomponenten des Eingangssignals. Dabei ist zu beachten, dass die Aufnahme des Eingangssignals aus diskreten Datenpunkten besteht, aufgenommen mit der entsprechenden Abtastrate. Die zugehörige FFT ergibt ebenfalls ein Spektrum mit diskreten Datenpunkten. Dieses Spektrum enthält genau halbsoviele Frequenz-Datenpunkte wie das ursprüngliche Signal Zeit-Datenpunkte enthielt.

Ist der SR770 beispielsweise auf den größten Frequenzbereich (Span) eingestellt, dann nimmt er 1024 Datenpunkte im Zeitbereich mit einer Abtastrate von 256 kHz auf. Um diese Datenpunkte aufzunehmen benötigt man $1024/(256 \text{ kHz}) = 4 \text{ ms}$ Zeit. Das FFT dieser Aufnahme besteht also aus $1024/2 = 512$ Datenpunkten. Die größte Frequenz entspricht der halben Abtastrate $256 \text{ kHz}/2 = 128 \text{ kHz}$ und die kleinste Frequenz entspricht der gesamten Messdauer der Zeitfunktion $1/(4 \text{ ms}) = 250 \text{ Hz}$. Alles unterhalb von 250 Hz betrachtet man in diesem Fall als Gleichstrom. Das Spektrum enthält also Datenpunkte von Gleichstrom bis 128 kHz im Abstand von jeweils 250 Hz. Weil der eingangs erwähnte Tiefpassfilter das Spektrum aber nicht schnell genug abschneidet, nutzt man in diesem Fall nur die Datenpunkte bis 100 kHz. Es verbleiben also 400 Punkte im Abstand von 250 Hz.

In einem Datenpunkt werden kontinuierliche Informationen des Spektrums zusammengefasst. So enthält zum Beispiel der erste Punkt die Informationen über das Spektrum im Bereich von 0 bis 250 Hz, der zweite von 250 bis 500 Hz und der 400ste von 99.75 bis 100 kHz.

Der Vorteil dieser Einstellung ist die Geschwindigkeit, die Aufnahme des Spektrums dauert nur 4 ms. Der große Nachteil ist die geringe Auflösung von nur 250 Hz. Abhilfe schafft die Einstellung eines kleineren Frequenzbereichs. Durch die höhere Abtastrate wird die Auflösung entsprechend erhöht. Die Anzahl der Datenpunkte wird dabei beibehalten, so dass sich lediglich die Zeitspanne zur Aufnahme des Spektrums vergrößert, nicht aber die Datenmenge. Jedes Spektrum, gleich welcher Einstellung, enthält also immer 400 Datenpunkte.

Das im Display des SR770 angezeigte Spektrum entspricht der Wurzel des Betragsquadrates der FFT, die Einheit dafür ist 1 V. Wählt man die Einstellung PSD, dann wird die Größe des Spektrums auf 1 Hz Bandbreite normiert. Damit wird das Spektrum unabhängig von der Größe des Span. Messungen, die mit unterschiedlichen Spans aufgenommen wurden, können direkt miteinander verglichen werden. Diese Einstellung wird für die Messung verwendet. PSD steht dabei für power spectral density. Die zugehörige Größe hat aber die Einheit $\text{V}/\sqrt{\text{Hz}}$ und entspricht damit der Wurzel der spektralen Leistungsdichte des Signals.

Für die Messung der Spannungsfuktuationen muss nach der Aufnahme der Messdaten das Rauschspektrum noch durch den Verstärkungsfaktor V der Schaltung geteilt werden um auf das ursprüngliche Signal der Probe zurückzurechnen. Für die Messung der Spannungsfuktuationen muss mit Hilfe der Transimpedanz des Strom-Spannungswandlers auf die ursprüngliche Stromstärke zurückgeschlossen werden. Anschließend wird das Spektrum quadriert, um die spektrale Leistungsdichte zu erhalten.

Durchführung der Messung

Die Messung eines Spektrums mit dem SR770 ergibt 400 Datenpunkte, die linear verteilt sind. Möchte man das Spektrum von 0 bis 100 kHz logarithmisch darstellen, ist das ungünstig. Man behilft sich damit, dass man den Frequenzbereich in fünf Dekaden aufteilt und diese einzeln vermisst. Zuerst misst man dabei den Frequenzbereich von 0 bis 12.2 Hz aus, danach das Intervall von 0 bis 97.5 Hz, von dem man zur Auswertung aber nur die Punkte ab der letzten Intervallgrenze, also 12.2 Hz betrachtet. Hier liegen die Punkte in der logarithmischen Darstellung bereits dicht genug. Man führt diesen Prozess fort, bis man bei 100 kHz angelangt ist. Für die graphische Darstellung des Spektrums setzt man die so entstandenen fünf Frequenzbereiche wieder zusammen

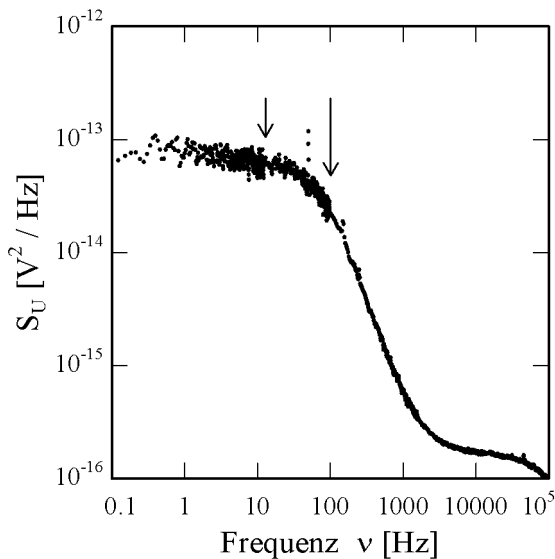


Abb. 3.7: Beispiel für ein aufgenommenes Spektrum mit dem Spektrumanalysator, das aus fünf Einzelmessungen zusammengesetzt ist. Bei den ersten drei Frequenzbereichen sind die Übergänge durch Pfeile gekennzeichnet.

Ein Beispiel für ein auf diese Weise aufgenommenes Spektrum ist in Abbildung 3.7 zu sehen. Die Übergänge zwischen den einzelnen Frequenzbereichen sind in den Plots tatsächlich sichtbar, was aber an der variierenden Anzahl der Mittelungen liegt. Um statistische Schwankungen in den Rauschspektren zu minimieren, führt das Gerät mehrere Messungen hintereinander aus und mittelt das Ergebnis. Da das Messen

eines Spektrums mit engem Frequenzbereich sehr viel länger dauert, mittelt man dort nicht so häufig wie bei Messungen mit großen Spans. Damit verkürzt man die Messzeit auf ein vernünftiges Maß. Der Nachteil ist, dass sich beim Übergang von einer Dekade zu nächsten die Streuung der Datenpunkte sprunghaft ändert.

Für die beiden kleinen Frequenzbereiche stellt man 10 000 Mittelungen ein, für die anderen drei 4 000 Mittelungen. So viele Mittelungen werden aber nicht wirklich durchgeführt. Der Spektrumanalysator führt seine Messungen überlappend aus, weshalb die Messungen nicht unabhängig voneinander sind. Bei dem kleinsten hier eingestellten Span (12.2 Hz) beträgt der Überlapp zum Beispiel 99.8 %, damit enthält eine Messung nur 0.2 % neue Information. Die eingestellten 10 000 Mittelungen entsprechen also effektiv nur 20 unabhängigen Messungen. Die Messung für eine Mittelung dauert $(12.2 \text{ Hz}/400)^{-1} = 33 \text{ s}$, also mittelt man für diesen Frequenzbereich ungefähr 11 Minuten lang. Bei dem größten hier eingestellten Span (100 kHz) beträgt der Überlapp 0 %, man führt also tatsächlich 4 000 unabhängige Messungen durch. Das ist der Grund, warum die Datenpunkte bei größeren Frequenzen kaum streuen.

In Tabelle 3.1 sind die Eigenschaften der verwendeten Spans aufgelistet. Demnach dauert die Aufnahme des gesamten Spektrums, wie man es in Abbildung 3.7 sieht, 16 Minuten.

	Span	Anzahl der Mittelungen	Überlapp	unabhängige Messungen	Mittelungszeit
1	12.2 Hz	10 000	99.8 %	20	11 min
2	97.5 Hz	10 000	99.6 %	40	2.7 min
3	1.56 kHz	4 000	93.8 %	248	1 min
4	12.5 kHz	4 000	50 %	2 000	1 min
5	100 kHz	4 000	0 %	4 000	16 s

Tab. 3.1: Zusammenfassung der Parameter für die Messung der verschiedenen Frequenzbereiche. Dargestellt sind der eingestellte Span, die eingestellte Anzahl der Mittelungen, der Überlapp, mit dem die Messungen durchgeführt werden, die daraus resultierende Zahl der entsprechenden unabhängigen Messungen und die gesamte Mittelungszeit. Diese berechnet sich nach $(\text{Span}/400)^{-1} \times \text{Anzahl der unabhängigen Messungen}$.

3.4 Elektronische Schaltungen

In diesem Abschnitt soll erläutert werden, wie die Beschaltungen des Operationsverstärkers funktionieren. In Abbildung 3.6 wurde bereits eine vereinfachte Darstellung der verwendeten Schaltungen gezeigt.

Zur Messung der Spannungsfluktuationen ist der Operationsverstärker als Elektrome-

ter-Verstärker beschaltet, die Probe ist mit dem nicht-invertierenden Eingang verbunden.

Die Stromfluktuationen werden mit einem Strom-Spannungswandler gemessen, in diesem Fall ist die Probe am invertierenden Eingang des Operationsverstärkers angebracht.

3.4.1 Operationsverstärker

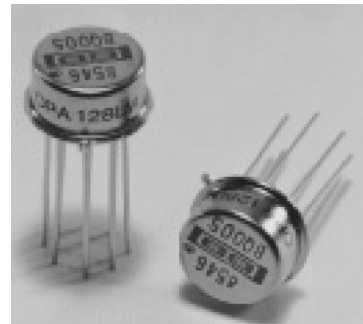
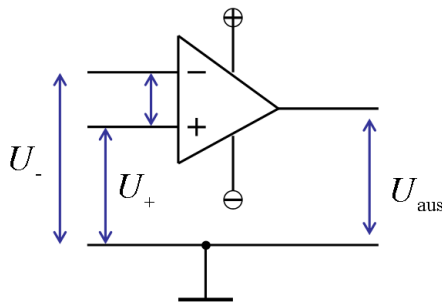


Abb. 3.8: (Links): Schaltsymbol eines Operationsverstärkers, (rechts): Fotografie des OPA128 [26]. Man sieht das runde Metallgehäuse und die 8 Pins.

Ein Operationsverstärker ist ein integrierter Schaltkreis. Er ist im Inneren aus Widerständen und Transistoren sowie weiteren Bauelementen aufgebaut. Der genaue Aufbau ist dem Anwender in den meisten Fällen sogar unbekannt. Er hat jedoch die Möglichkeit, die Eigenschaften des Verstärkers durch eine äußere Beschaltung nach seinen eigenen Wünschen zu steuern. Ein Beispiel für eine solche Beschaltung ist die Gegenkopplung, bei der der Ausgang über ein Bauteil mit dem Eingang verbunden wird. Auf diese Weise wird ein Teil des Ausgangssignals zurück auf den Eingang gekoppelt. Durch die Wahl des Bauteils kann zum Beispiel bestimmt werden, mit welchem Verstärkungsfaktor V die Schaltung arbeitet. Das Verhalten des Operationsverstärkers kann durch seine äußere Beschaltung sehr flexibel angepasst werden.

Das dreieckförmige Schaltsymbol des Operationsverstärkers ist in Abbildung 3.8 (links) zu sehen. Er besitzt einen Ausgang und zwei Eingänge, die mit den Zeichen $+$ und $-$ gekennzeichnet sind. Der Minus-Eingang wird als invertierender Eingang bezeichnet, der Plus-Eingang als nichtinvertierender Eingang. Die meisten Operationsverstärker arbeiten als Differenzverstärker, d.h. sie verstärken die Spannungsdifferenz, die zwischen den beiden Eingängen anliegt. In der Praxis verbindet man aber meistens einen der beiden Eingänge mit der Masse und plazierte die Spannungsquelle dann an den jeweils anderen Eingang. Befindet sich die Spannungsquelle am Minus-Eingang, so nennt man die Schaltung invertierender Verstärker, ist sie mit dem Plus-Eingang verbunden, so bezeichnet man die Schaltung als nichtinvertieren-

den Verstärker.

Die Stromversorgung des Operationsverstärkers erfolgt symmetrisch und ist durch die kleinen Kreise mit Plus- oder Minus-Zeichen ober- und unterhalb des dreieckigen Schaltsymbols kenntlich gemacht. Der OPA128 wird in unserem Fall symmetrisch aus zwei 9 V-Batterien versorgt. Es ist besonders wichtig, dass die Spannungsquellen nicht mit einem Netz-Brummen von 50 Hz oder anderen Frequenzen belastet sind, die die Messung der Fluktuationen empfindlich stören könnten.

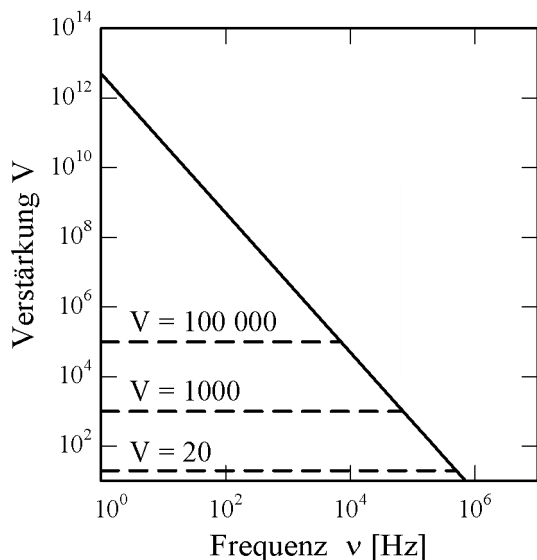


Abb. 3.9: Idealisiertes Bode-Diagramm eines Operationsverstärkers. Gezeigt ist eine doppellogarithmische Darstellung der Verstärkung in Abhängigkeit von der Frequenz. Die durchgezogene Linie entspricht der Leerlaufverstärkung, d.h. der Verstärkung, wenn keine Gegenkopplung vorhanden ist.

Die Verstärkung des Operationsverstärkers ist im allgemeinen frequenzabhängig. Im unbeschalteten Zustand fällt die Verstärkung mit der Frequenz ab. Die Einzeichnung dieser Kurve in ein doppellogarithmisches Diagramm nennt man Bode-Plot. In Abbildung 3.9 entspricht dies der durchgezogenen Linie. Eine so ausgeprägte Frequenzabhängigkeit der Verstärkung ist für praktische Anwendungen meistens ungeeignet. Die Einstellung einer endlichen Spannungsverstärkung durch eine Gegenkopplung linearisiert den Frequenzgang, wie man an den gestrichelten Geraden in Abbildung 3.9 sieht. Wählt man zum Beispiel $V = 1000$, so erhält man eine konstante Verstärkung bis 70 kHz. Diesen Bereich nennt man die Bandbreite des Verstärkers.

Um die Verstärkung von Operationsverstärkerschaltungen berechnen zu können, benutzt man eine Reihe von Idealisierungen. Eine davon ist zum Beispiel der unendlich hohe Eingangswiderstand. Mit Eingangswiderstand meint man hier den Widerstand R_d aus Abbildung 3.10 zwischen dem Plus- und dem Minus-Eingang. In folge dessen kann kein Strom zwischen diesen beiden Punkten fließen. Der Ausgangswiderstand R_a des idealen Operationsverstärkers ist beliebig klein und damit arbeitet er als Impedanzwandler. Wegen dieser Eigenschaft wird er für die Messung der Fluktuationen benötigt. Die Glasprobe stellt eine extrem hochohmige Spannungsquelle dar. Man braucht demnach ein Spannungsmessgerät mit einem noch größeren In-

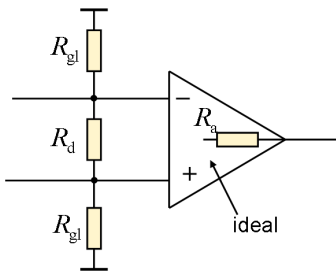


Abb. 3.10: Veranschaulichung des Ein- und Ausgangswiderstandes eines Operationsverstärkers. Man unterscheidet zwischen dem Differenz-Eingangswiderstand R_d und dem Gleichtakt-Eingangswiderstand R_{gl} .

nenwiderstand. Der Spektrumanalysator hat einen Eingangswiderstand von $1\text{ M}\Omega$ und würde ohne vorgeschalteten Impedanzwandler das Spannungssignal nicht messen können.

Im Experiment wird der OPA128LM von Burr Brown verwendet. Laut dem Datenblatt des Herstellers [26] beträgt sein Eingangswiderstand $10^{15}\ \Omega$ und sein Ausgangswiderstand $100\ \Omega$. Damit ist er hochohmig genug, um die Messung durchzuführen. Das Bode-Diagramm laut Hersteller entspricht dem Frequenzgang, der in Abbildung 3.9 gezeigt wurde. Im realen Experiment wurden aber eher etwas kleinere Bandbreiten beobachtet.

Der angegebene Temperaturbereich, in dem der Verstärker arbeitet erstreckt sich von 218 K bis 400 K . Im realen Experiment hat sich jedoch gezeigt, dass der Verstärker auch bei 100 K noch funktioniert. Das ist auch wenig verwunderlich, da der OPA128 im Inneren aus Feldeffekt-Transistoren aufgebaut ist. Diese haben in diesem Temperaturbereich noch dieselben Signaleigenschaften wie bei Raumtemperatur. Trotzdem kann es sein, dass einige Eigenschaften bei Kühlung leiden. Ein Beispiel dafür ist die interne Offset-Korrektur. Für diese Messung stellt ein kleiner dc-Offset aber kein Problem dar.

Zusätzlich muss der Verstärker auch noch rauscharm sein, um sich für diese Messung zu qualifizieren. Dazu macht der Hersteller die Angaben $92\text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ für das Eingangsspannungsrauschen bei 10 Hz und $15\text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$ bei 10 kHz . Das gesamte Rauschspektrum des OPA128 wurde bereits in Abbildung 2.10 gezeigt. Für das Eingangsstromrauschen wird die Angabe $0.12\text{ fA}/\sqrt{\text{Hz}}$ gemacht, und zwar für den Frequenzbereich von 0.1 Hz bis 20 kHz . Im Bereich dieser Werte wird sich die Auflösungsgrenze für die spätere Messung der Fluktuationen der Glasprobe befinden. Wie noch gezeigt wird, beeinträchtigt das Spannungsrauschen des Operationsverstärkers sowohl die Messung der Spannungsfluktuationen als auch die Messung der Stromfluktuationen, wohingegen das Stromrauschen des Operationsverstärkers so gering ist, dass es bei dem momentanen Stand des Experiments noch nicht einmal die Messung der Stromfluktuationen beeinflusst.

Die Angaben des Herstellers aus dem Datenblatt beziehen sich immer auf den unbeschalteten Verstärker, so dass die tatsächlichen Größen für die verwendete Schal-

tung leicht abweichen können.

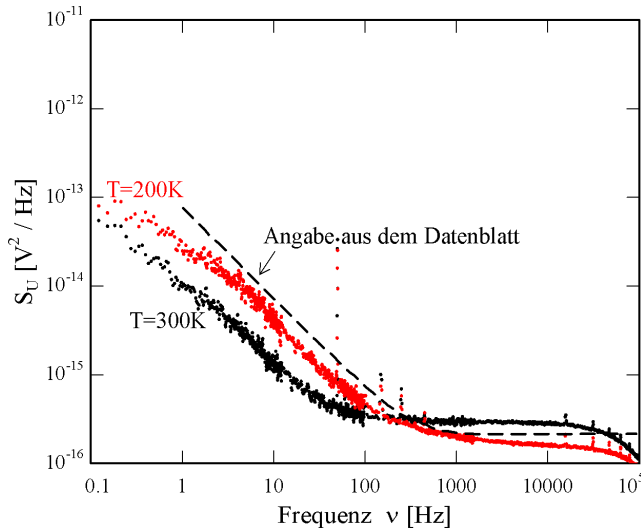


Abb. 3.11: Doppellogarithmische Darstellung des Spannungsrauschens des OPA128 in Abhängigkeit von der Frequenz. Verglichen werden Messungen bei 300 K (Raumtemperatur) und 200 K mit der Angabe aus dem Datenblatt (gestrichelte Kurve), ebenfalls Raumtemperatur.

Eine Messung des tatsächlichen Spannungsrauschens der Schaltung zur Messung der Spannungsfluktuationen bei zwei verschiedenen Temperaturen kann man in Abbildung 3.11 sehen. Dazu baut man den Operationsverstärker mit kurzgeschlossenem Eingang in den Kryostaten ein und bestimmt die spektrale Leistungsdichte des Ausgangssignals mit dem Spektrumanalysator. Zum Vergleich ist zusätzlich die Kurve aus dem Datenblatt [26] als gestrichelte Linie eingezeichnet. Dabei ist zu beachten, dass in diesem Diagramm die spektrale Rauschleistungsdichte zu sehen ist, die Werte sind also gegenüber denen aus Abbildung 2.10 quadriert.

Die Angabe aus dem Datenblatt bezieht sich auch auf 300 K, also Raumtemperatur, und stimmt grob mit der entsprechenden gemessenen Kurve überein. Der Grund, warum die gemessenen Spektren ungefähr ab der Frequenz 20 kHz gegenüber der gestrichelten Kurve abfallen, liegt an der Bandbreite der Schaltung. Der Spektrumanalysator bearbeitet ein Signal, das bereits mit der Verstärkung V verstärkt wurde. Also wird das Spektrum anschließend wieder durch die Verstärkung V geteilt, um die Rauschspannung am Eingang zu berechnen. Bei der Frequenz 20 kHz ist der Verstärker in diesem Fall aber bereits an dem Punkt angelangt, wo er die volle Verstärkung nicht mehr liefern kann (siehe Abbildung 3.9). Man hat also effektiv durch eine zu große Zahl geteilt. Das erklärt den Abfall der gemessenen Rauschspektren bei hohen Frequenzen.

Vergleicht man die Messung bei Raumtemperatur (300 K) mit der bei 200 K, so fallen zwei verschiedene Temperatureffekte ins Auge. Zum einen sinkt das Niveau des weißen Anteils, wenn man den Verstärker kühlt, zum anderen verschiebt sich aber auch die Eckfrequenz zu größeren Frequenzen. Infolgedessen liegt der $1/f$ -Anteil bei tiefen Temperaturen über dem bei Raumtemperatur. Die beiden Teile des Rauschspektrums müssen also verschiedene Ursachen haben.

Betrachtet man den weißen Anteil als thermisches Johnson-Rauschen, dann ist die Temperaturabhängigkeit bekannt, $S_U(T) = 4k_BTR$. Man erwartet also für das Verhältnis der beiden Rauschniveaus

$$\frac{S_U(300\text{ K})}{S_U(200\text{ K})} = \frac{300}{200} = 1.5. \quad (3.1)$$

Bei den gemessenen Kurven liegt das Niveau bei Raumtemperatur bei $S_U(300\text{ K}) = 2.9 \cdot 10^{-16} \text{ V}^2/\text{Hz}$ und das von 200 K bei $S_U(200\text{ K}) = 1.7 \cdot 10^{-16} \text{ V}^2/\text{Hz}$. Das entspricht einem Verhältnis von 1.7. Der weiße Anteil des Spektrum könnte also tatsächlich von thermischem Rauschen dominiert sein, wobei sicherlich noch weitere Effekte dazu beitragen, siehe Abschnitt 2.2.5. Würde man der Verstärkerschaltung aufgrund ihres Rauschniveaus einen ohmschen Widerstand zuordnen, so läge dieser zwischen 10 und 20 k Ω .

Zur Messung der Spannungsfluktuationen der Glasprobe wird der Verstärker bei der Temperatur 200 K betrieben. Diese Temperatur stellt eine Art Kompromiss zwischen den beiden verschiedenen Temperatureffekten des Verstärkerrauschen dar. Zum einen profitiert man davon, dass das Niveau des weißen Rauschens bei Kühlung deutlich absinkt, zum anderen will man verhindern, dass der $1/f$ -Anteil des Verstärkerrauschens bei kleinen Frequenzen noch größer wird. In Abschnitt 2.1.2 wurde in Abbildung 2.15 bereits eine Vorstellung von dem Verlauf des zu messenden Signals gegeben. Dabei wird deutlich, dass man bei kleinen Frequenzen gerne ein größeres Verstärkerrauschen in Kauf nehmen kann, wenn selbiges dafür bei hohen Frequenzen einen kleineren Wert annimmt, da das zu messende Signal selbst einen ähnlichen Verlauf aufweist. Ein weiterer Grund für diese Wahl ist die Tatsache, dass es nur vorteilhaft sein kann, wenn man sich eine Temperatur aussucht, die noch in der Nähe des vom Hersteller spezifizierten Bereiches liegt. Bei solch einem komplexen Bauteil ist es nämlich nicht immer ohne weiteres möglich abzuschätzen, welche möglichen Nachteile eine Kühlung mit sich ziehen kann. Schließlich hat die Wahl eines mittleren Temperaturbereiches auch noch praktische Gründe. Auf diese Weise muss man beim Abkühlen des Experiments nicht so lange warten, bis der Verstärker seine Betriebstemperatur erreicht hat, und andererseits benötigt man keine allzu großen Heizleistungen um den Verstärker auf Betriebstemperatur zu halten.

3.4.2 Der nichtinvertierende Verstärker

Der wichtigste Grund für die Benutzung des nichtinvertierenden Spannungsverstärkers zur Messung der Spannungsfluktuationen ist die Tatsache, dass man einen Impedanzwandler benötigt. Auf hohe Verstärkungen des Signals kann man also verzichten. Dafür ist es umso wichtiger, dass man eine Schaltung benutzt, die den vollen Eingangswiderstand des Operationsverstärkers besitzt.

Bevor jedoch die Dimensionierung der Schaltung beschrieben wird, soll an dieser Stelle zuerst auf die Funktionsweise des nichtinvertierenden Verstärkers eingegangen werden.

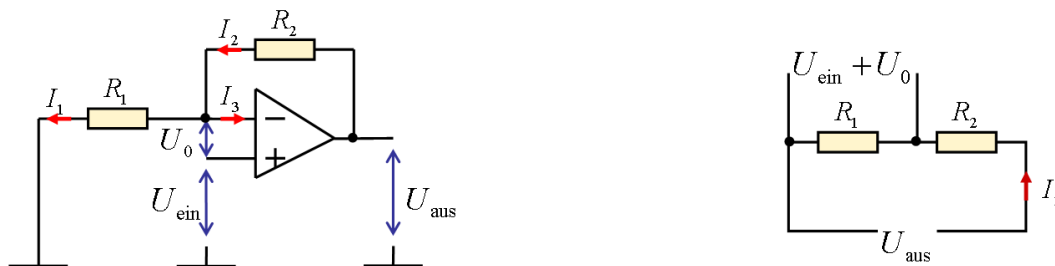


Abb. 3.12: (Links): Der nichtinvertierende Verstärker. Die Signalquelle befindet sich am Plus-Eingang. **(Rechts):** Ersatzschaltbild zur Berechnung der Verstärkung.

Beim nichtinvertierenden Verstärker befindet sich die Spannungsquelle am Plus-Eingang, wie in Abbildung 3.12 (links) gezeigt. Wegen dem hohen Eingangswiderstand kann kein Strom in den Operationsverstärker fließen, man setzt $I_3 = 0$. Nach der Knotenregel gilt damit $I_1 = I_2 \equiv I$, die beiden Widerstände stellen also einen Spannungsteiler dar, dessen Ersatzschaltbild in Abbildung 3.12 (rechts) zu sehen ist. Es gilt $U_{\text{aus}} = (R_1 + R_2)I$ und $U_0 + U_{\text{ein}} = R_1I$. Die Gegenkopplung regelt nun aber die Ausgangsspannung so ein, dass die Differenzspannung U_0 an den beiden Eingängen immer Null ist, man setzt also $U_0 = 0$. Damit folgt für die Verstärkung $V = U_{\text{aus}}/U_{\text{ein}}$ des nichtinvertierenden Spannungsverstärkers

$$V = 1 + \frac{R_2}{R_1}. \quad (3.2)$$

Die verwendete Schaltung

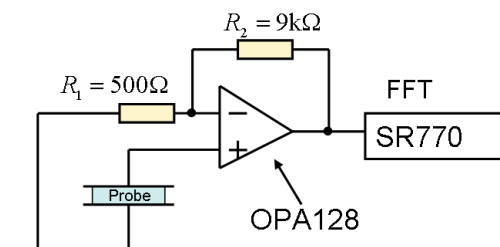


Abb. 3.13: Schaltung zur Messung der Spannungsfluktuationen aus dem Datenblatt. Die Verstärkung beträgt $V = 19$.

Bei der Dimensionierung der Widerstände R_1 und R_2 (siehe Abbildung 3.13) orientiert man sich an einer der vorgeschlagenen Schaltungen aus dem Datenblatt [26]. Den verwendeten Widerständen werden die Größen $R_1 = 500 \Omega$ und $R_2 = 9 \text{ k}\Omega$

zugeordnet. Damit erhält man die Verstärkung

$$V = 1 + \frac{R_2}{R_1} = 19. \quad (3.3)$$

Zusätzlich verbindet man Pin 8 über den Widerstand R_1 mit der Masse. Dieser Pin ist mit dem Metallgehäuse des Operationsverstärkers verbunden. Für gewöhnlich erdet man das Gehäuse, um es als zusätzliche Abschirmung zu verwenden. In diesem Fall wird aber vorgeschlagen, den Operationsverstärker weich zu erden, vermutlich um ihn von möglichen Erdströmen abzukoppeln. Um dies umzusetzen isoliert man den Kühlkörper, auf den der Verstärker gesteckt ist, durch ein Stück aufgeklebte Polyesterfolie von der Elektronik-Plattform.

Der Hersteller empfiehlt außerdem für diese Schaltung die Implementierung einer äußeren Offset-Korrektur. Dafür sind die Pins 1 und 5 vorgesehen. Das benötigte 100 k Ω -Potentiometer befindet sich dazu außerhalb des Kryostaten in einer abgeschirmten Box. Ebenfalls außerhalb des Kryostaten befinden sich die zwei 9 V-Batterien für die Stromversorgung des Operationsverstärkers.

Da die Schaltung bei 200 K betrieben werden soll, ist es zweckmäßig für alle Widerstände der Beschaltung Metallfilmwiderstände zu wählen. Diese ändern ihren Widerstand bei Kühlung nur geringfügig, so dass sie auch bei 200 K ihren Nennwert noch besitzen.

Alle Bauteile der Schaltung sind frei miteinander verdrahtet. Die Verwendung einer Platine wird vermieden, um zu verhindern, dass Kriechströme darüber abfließen können. Diese Gefahr ist tatsächlich relevant, da das Trägermaterial einer Platine im Vergleich zu der hochohmigen Probe einen zu großen Leitwert besitzt.

Test der Schaltung

Um zu überprüfen, ob und in welchen Grenzen man mit der ausgesuchten Schaltung Spannungsfluktuationen messen kann, ersetzt man die Probe in Abbildung 3.13 durch eine Parallelschaltung von einem Widerstand R und einem Kondensator C . Diese Schaltung weist ähnliche Eigenschaften auf wie der mit der Probe gefüllte Kondensator, wenn man an das in Abschnitt 2.1.2 mit der Abbildung 2.3 erläuterte Ersatzschaltbild denkt.

Man wählt einen Kondensator der Kapazität 220 pF und testet die Schaltung mit verschiedenen Widerständen im Bereich von 10 k Ω bis 10 M Ω bei Raumtemperatur. Theoretisch wurde dieser Fall schon in Abschnitt 2.2.6 behandelt. Die spektrale Leistungsdichte der Spannungsfluktuationen berechnet sich nach Gleichung 2.30 $S_U(\omega) = 4k_B TR / (1 + \omega^2 R^2 C^2)$. Der Verlauf dieser Kurven wurde für die entsprechenden Widerstände bereits in Abbildung 2.13 (links) gezeigt und diskutiert. Die

Messung wurde nicht im Kryostaten, sondern auf dem Labortisch durchgeführt und nicht jeder Draht war abgeschirmt. Das erklärt einige der auftretenden diskreten Frequenzen, wie zum Beispiel die Netzfrequenz 50 Hz.

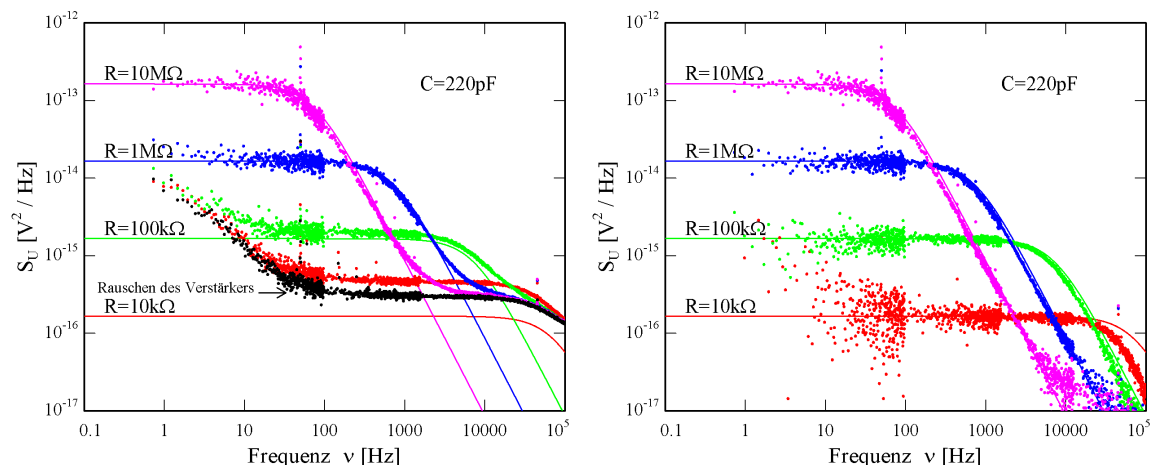


Abb. 3.14: (Links): Spektrale Leistungsdichte der Spannungsfluktuationen von RC -Parallelschaltungen bei Raumtemperatur. Der Kondensator besitzt die Kapazität 220 pF, der Widerstand wird variiert. Die durchgezogenen Linien entsprechen der theoretischen Erwartung. Bei der schwarzen Messkurve wurde der Verstärker kurzgeschlossen, sie entspricht also dem Rauschen des Verstärkers. **(Rechts):** Von den Messkurven wird das Verstärkerrauschen abgezogen. Die Messungen können nun dem berechneten Verlauf über weite Bereiche folgen.

In Abbildung 3.14 (links) vergleicht man nun die auf diese Weise gemessenen Spektren mit den theoretisch berechneten. Die schwarze Kurve erhält man mit kurzgeschlossenem Verstärker. Damit stellt diese Kurve das Eigenrauschen des Verstärkers dar. Dieses wurde bereits in Abschnitt 3.4.1 diskutiert und stimmt mit der Kurve bei 300 K aus Abbildung 3.11 überein. Man sieht deutlich wie das Verstärkerrauschen die Messungen beeinflusst. Bei kleinen Frequenzen lässt das $1/f$ -Rauschen des Verstärkers die gemessenen Kurven ansteigen und bei hohen Frequenzen können die gemessenen Kurven dem theoretischen Verlauf nur bis zu einem gewissen Punkt folgen, bevor sie abknicken und sich dem Rauschen des Verstärkers annähern.

Man beachte auch die verschiedenen Steigungen der gemessenen Kurven. Der Abfall bei kleinen Frequenzen hat die Steigung -1 und entspricht dem $1/f$ -Rauschen des Verstärkers. Der Abfall bei großen Frequenzen hat die Steigung -2 entsteht durch das Tiefpassverhalten der RC -Kombination.

Um das Ergebnis zu verbessern, nutzt man aus, dass das Rauschen der Schaltung und das des Verstärkers statistisch unabhängig voneinander sind. Damit addieren sich deren Rauschbeiträge quadratisch. In Abbildung 3.14 (rechts) ist deshalb das Rauschen des Verstärkers von den anderen Kurven abgezogen. Nun können die Mess-

kurven den berechneten Kurven fast über den gesamten Frequenzbereich folgen. Erst ab circa $10^{-16} \text{V}^2/\text{Hz}$ beginnen die Datenpunkte stark zu streuen und man erreicht die Auflösungsgrenze des Experiments. Diese Messung zeigt, dass die verwendete Schaltung sinnvolle Daten liefert und damit in der Lage ist, die Spannungsfuktuationen der Probe zu messen.

Bei genauerem Hinschauen stellt man fest, dass die gemessenen Kurven im Bereich des $1/f^2$ -Abfalls leicht gegenüber den berechneten Kurven verschoben sind. Die Kapazität des Kondensators scheint größer zu sein als 220 pF. Die Abweichung in diesem Fall entspricht einer Parasitärkapazität von 30 pF. Das 15 cm lange Koaxialkabel, das die Probe mit dem Verstärker verbindet, hat bereits eine Kapazität von 20 pF. Dieser Wert ist aber nicht unbedingt auf die richtige Messung übertragbar, da im Kryostaten andere Kabel benutzt wurden.

3.4.3 Der Strom-Spannungswandler

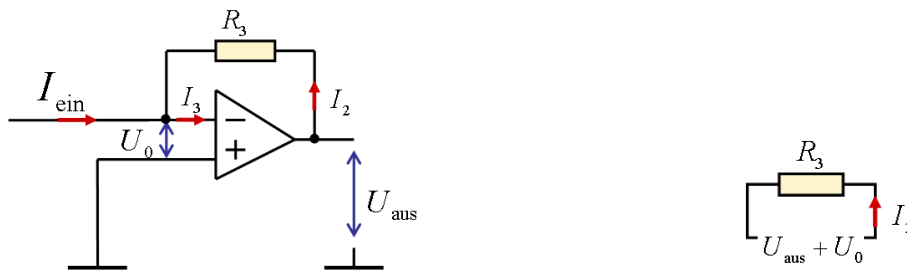


Abb. 3.15: (Links): Der Strom-Spannungswandler. Die Signalquelle befindet sich am Minus-Eingang. (rechts): Ersatzschaltbild zur Berechnung der Ausgangsspannung U_{aus} in Abhängigkeit des Eingangsstromes I_{ein} .

Da der Spektrumanalysator ein Spannungsmessgerät ist, benutzt man zur Messung der Stromfluktuationen einen Strom-Spannungswandler. Auf diese Weise kann die Fouriertransformation an einem Spannungssignal durchgeführt werden.

Der Strom-Spannungswandler besitzt nur einen einzigen Widerstand R_3 , siehe Abbildung 3.15 (links) und die Signalquelle befindet sich am Minus-Eingang. Wegen dem hohen Eingangswiderstand setzt man, wie beim nichtinvertierenden Verstärker, $I_3 = 0$. Damit gilt nach der Knotenregel $I_{\text{ein}} + I_2 = 0$. In diesem Fall fehlt der Spannungsteiler und das Ersatzschaltbild in Abbildung 3.15 (rechts) nimmt eine einfache Form an. Es gilt $U_{\text{aus}} + U_0 = I_2 R_3$. Die Gegenkopplung regelt die Ausgangsspannung U_{aus} wieder so ein, dass die Differenzspannung verschwindet, also $U_0 = 0$. Damit liegt der Punkt vor dem invertierenden Eingang praktisch auf Massepotential, obwohl dieser nicht durch ein Kabel mit der Masse verbunden ist. Man nennt diesen

Punkt deshalb auch virtuelle Masse. Es folgt

$$I_{\text{ein}} = -\frac{1}{R_3} U_{\text{aus}} \quad (3.4)$$

Der Gegenkopplungswiderstand R_3 bestimmt also den Zusammenhang zwischen der Ausgangsspannung U_{aus} und dem ursprünglich geflossenen Strom.

Die verwendete Schaltung

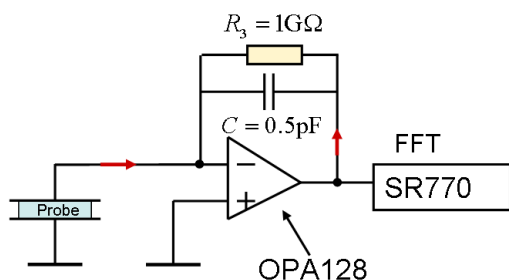


Abb. 3.16: Schaltung zur Messung der Stromfluktuationen. Der Gegenkopplungswiderstand hat den Wert $R_3 = 1 \text{ G}\Omega$, ein Strom von 1 nA verursacht damit einen Ausschlag von 1 V .

Man wählt für den Wert des Gegenkopplungswiderstandes $R_3 = 1 \text{ G}\Omega = 1 \frac{\text{V}}{\text{nA}}$. Damit erhält man für das Verhältnis zwischen der Ausgangsspannung U_{aus} und dem ursprünglich geflossenen Strom I_{ein}

$$I_{\text{ein}} = -\frac{1}{R_3} U_{\text{aus}} = -10^{-9} \frac{\text{A}}{\text{V}} U_{\text{aus}} \quad (3.5)$$

Mit diesem Faktor rechnet man dann das Spannungsspektrum in ein Stromspektrum zurück. Da der OPA128 bei dieser Beschaltung zu Gain-Peaking und sogar zu Oszillation neigt, sobald die Probe einen bestimmten Widerstand überschritten hat, fügt man einen Kondensator der Kapazität 0.5 pF parallel zu R_3 in den Gegenkopplungsweig ein. Dadurch werden hohe Frequenzen stärker gegengekoppelt und dadurch weniger verstärkt. Das verkleinert die Bandbreite der Schaltung künstlich, der Bereich des Peaks wird sozusagen abgeschnitten.

Der Grund für die Wahl dieses großen Gegenkopplungswiderstands liegt in der Tatsache, dass in der Schaltung außer der Probe und dem Operationsverstärker noch weitere Rauschquellen verborgen sind. In diesem Fall ist das thermische Johnson-Rauschen des Gegenkopplungswiderstandes R_3 das Problem. Da der Punkt vor dem invertierenden Eingang eine virtuelle Masse ist und der Ausgangswiderstand der Schaltung auch nahe bei Null liegt, befindet sich der Gegenkopplungswiderstand in erster Näherung parallel zur Probe. Da in einer Parallelschaltung nach $R_{\text{gesamt}} = (1/R_{\text{Probe}} + 1/R_3)^{-1}$ immer der kleinere Widerstand dominiert, würde man nur das Stromrauschen des Gegenkopplungswiderstandes R_3 messen, wenn dieser kleiner als der Widerstand der Probe ist.

Beliebig groß kann man den Widerstand aber auch nicht wählen, dafür gibt es 3 Gründe. Zum einen wirkt sich der Gegenkopplungswiderstand auf den Innenwiderstand des Strommessgeräts aus. Nach $R_i(f) = R_3/V_o(f)$, wobei $V_o(f)$ die Leerlaufverstärkung kennzeichnet, wächst der Innenwiderstand mit größer werdendem Gegenkopplungswiderstand an. Wählt man diesen unnötig groß, beeinflusst das Strommessgerät damit selbst den fließenden Strom. Zusätzlich verringert ein großer Gegenkopplungswiderstand die Bandbreite bei gleichzeitiger Vergrößerung des Rauschens des Verstärkers. Um das zu verstehen muss man sich klar machen, dass ein Spannungswandler gleichzeitig immer auch ein invertierender Spannungsverstärker ist. Dessen Eingangswiderstand entspricht in diesem Fall der Probe, damit beträgt die Spannungsverstärkung $V = R_3/R_{\text{Probe}}$. Hätte die Probe also zum Beispiel den Widerstand $100 \text{ k}\Omega$, dann beträgt die Spannungsverstärkung $10\,000$. Ein Vergleich mit Abbildung 3.9 zeigt, dass die Bandbreite für so hohe Verstärkungen deutlich abnimmt. Zusätzlich wird auch das Eingangsspannungsrauschen des Verstärkers mit dem Faktor $10\,000$ verstärkt. Damit wird klar, dass ein Gegenkopplungswiderstand von $R_3 = 1 \text{ G}\Omega$ für diesen Impedanzbereich der Probe völlig ungeeignet ist.

Man muss also den Gegenkopplungswiderstand an die Größe des Widerstands der Probe anpassen. Die Wahl von $R_3 = 1 \text{ G}\Omega$ wurde im Experiment an den Widerstand der Probe im Temperaturbereich zwischen 240 K und 210 K angepasst. Unterhalb von 210 K ist der Widerstand der Probe bereits so groß, dass der Gegenkopplungswiderstand R_3 dominiert. Für die Messung der Stromfluktuationen stellt dieser also die Auflösungsgrenze dar.

Damit die Gegenkopplung mit einem derart hohen Widerstand überhaupt möglich ist muss der Verstärker selbst hochohmig sein, das heißt der Widerstand im inneren zwischen dem Ausgang und dem Minus-Eingang muss groß genug sein, um zu garantieren, dass der Strom durch den Gegenkopplungsweig fließt und nicht durch den Verstärker selbst.

Da sich gezeigt hat, dass der $1 \text{ G}\Omega$ -Widerstand den mechanischen Spannungen beim Abkühlen nicht standhält, betreibt man den Strom-Spannungswandler bei Raumtemperatur. Das hat den zusätzlichen Vorteil, dass der Halbleiterwiderstand seinen Nennwert beibehält. Um kurze Kabelwege zur Probe zu garantieren, befindet sich der Verstärker aber trotzdem im Kryostat.

Test der Schaltung

Um herauszufinden, ob man mit der gewählten Schaltung Stromfluktuationen messen kann, geht man genauso wie bei dem Test des Spannungsverstärkers vor. Man ersetzt die Probe durch eine RC -Parallelschaltung. Die spektrale Leistungsdichte der Stromfluktuationen ist dabei durch Gleichung (2.31) $S_I = 4k_B T/R$ gegeben. Da sie

unabhängig von der Kapazität C ist, erspart man sich den Kondensator und beschränkt sich auf die Messung der Stromfluktuationen von Widerständen im Bereich von $10\text{ k}\Omega$ bis $10\text{ M}\Omega$.

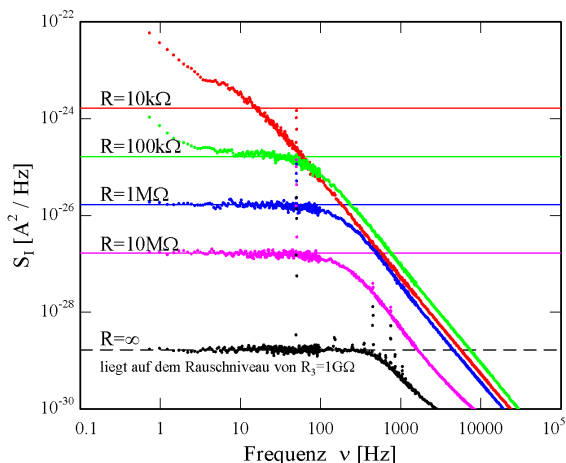


Abb. 3.17: Messung der Stromfluktuationen von verschiedenen Widerständen im Bereich von $10\text{ k}\Omega$ bis $10\text{ M}\Omega$ bei Raumtemperatur. Die unterste Kurve wurde mit offenem Eingang des Verstärkers gemessen, entspricht also einem unendlich hohen Widerstand. Dennoch liegt das Rauschniveau bei einem Widerstand von $1\text{ G}\Omega$. Bei großen Widerständen sieht man nur noch das Stromrauschen des Gegenkopplungswiderstandes.

In Abbildung 3.17 ist der Vergleich der Messung mit den theoretischen Vorhersagen zu sehen. Obwohl die Berechnung ein frequenzunabhängiges Spektrum ergibt, weisen die Messungen bei hohen Frequenzen einen deutlichen Abfall mit der Frequenz auf. Durch die hohe Verstärkung R_3/R ist die Bandbreite der Schaltung stark begrenzt und der Kondensator im Gegenkopplungszweig verringert sie noch zusätzlich.

Bei den Testwiderständen $R = 1\text{ M}\Omega$ und $R = 10\text{ M}\Omega$ wird das Spektrum bis zu einer Frequenz von 400 Hz , die durch die endliche Bandbreite der Schaltung gegeben ist, korrekt wiedergegeben. Für kleinere Testwiderstände ist die Wahl des Gegenkopplungswiderstandes ungünstig. Zum einen ist die Bandbreite noch ein Stück kleiner, und zum anderen sieht man das $1/f$ -Rauschen des Verstärkers, besonders bei kleinen Frequenzen. Der Grund dafür wurde bei der Vorstellung der Schaltung bereits diskutiert und ist in der hohen Spannungsverstärkung R_3/R begründet. Wenn die Testwiderstände größer als der Gegenkopplungswiderstand sind, beginnt dieser das Rauschen zu dominieren, und die Schaltung wird erneut ungünstig. Um diesen Fall zu demonstrieren wurde das Rauschen mit offenem Verstärkereingang gemessen. Dem entspricht ein unendlich großer Widerstand. Die zugehörige Kurve ist die unterste in Abbildung 3.17 und liegt trotzdem exakt auf dem Rauschniveau des Gegenkopplungswiderstandes. Das heißt, man sieht nur noch das Stromrauschen des Gegenkopplungswiderstandes und nichts anderes.

Für die Messung der Spannungsfluktuationen der Probe bedeutet dies, dass es möglich ist diese zu messen und dass man aber sowohl im Frequenzbereich, also auch im Impedanzbereich der Probe eingeschränkt ist. Allerdings ist es auch hier möglich, das Rauschniveau des Gegenkopplungswiderstandes von den gemessenen Spektren zu

subtrahieren, da die beiden Rauschbeiträge statistisch unabhängig voneinander sind. Auf diese Weise kann man die Auflösung der Messung noch um ungefähr eine halbe Größenordnung verbessern.

4. Experimentelle Ergebnisse

Im Folgenden werden einige der experimentellen Ergebnisse gezeigt und diskutiert, die mit dem im vorangegangenen Kapitel vorgestellten Aufbau erzielt wurden. Zunächst wird dabei auf die Messung der Spannungsfuktuationen eingegangen, die an der Probe Tripropylenglycol durchgeführt wurden. Anschließend werden entsprechende Daten der Stromfluktuationen vorgestellt und mit Messungen der dielektrischen Spektroskopie verglichen. Am Ende dieses Kapitels wird auf bestehende experimentelle Grenzen eingegangen und eventuelle Weiterentwicklungen des Aufbaus diskutiert.

4.1 Messung der Spannungsfuktuationen

Die Messungen der Spannungsfuktuationen von Tripropylenglycol erstrecken sich von 240 K bis zu Temperaturen knapp unterhalb des Glasübergangs bei $T_g = 192$ K und überstreichen dabei eine Bandbreite von 20 kHz. In den Abbildung 4.1 und 4.2 ist das Ergebnis der Messungen zu sehen. Aufgetragen ist die spektrale Leistungsdichte der Spannungsfuktuationen in Abhängigkeit von der Frequenz. Der Verstärker hat bei den Messungen eine Temperatur von 200 K. Sein Rauschen bei dieser Temperatur wurde zuvor separat gemessen und von den Spektren abgezogen wie in Abschnitt

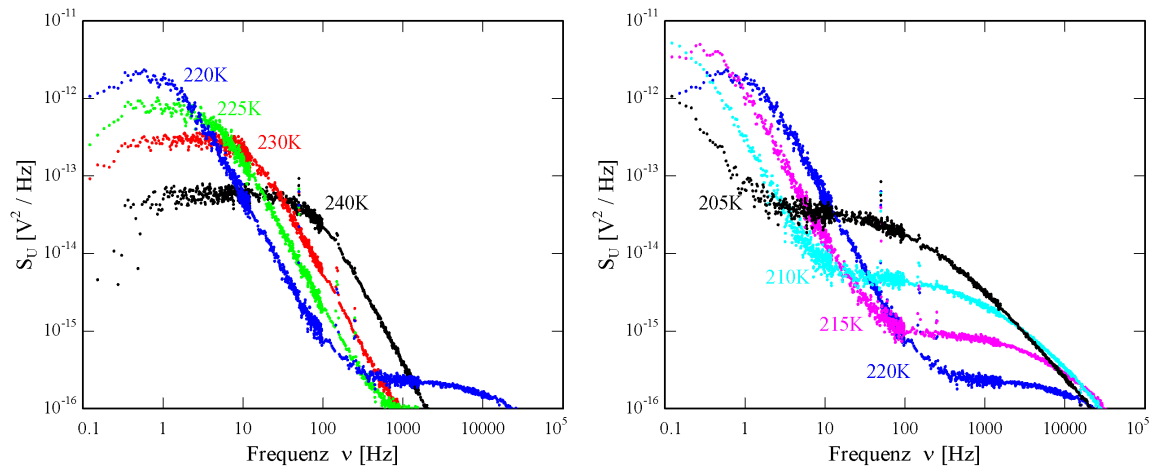


Abb. 4.1: Spektrale Leistungsdichte der Spannungsfuktuationen von Tripropylenglycol bei verschiedenen Temperaturen ($T_g = 193$ K). (**Links**) sind die Spektren zu den Temperaturen von 240 K bis 220 K gezeigt. (**Rechts**) sind die Spektren bei den Temperaturen von 220 K bis 205 K zu sehen. Der Verstärker befindet sich bei der Temperatur 200 K.

3.4.2 erläutert. Die zugehörige Messkurve des Verstärkerrauschens ist in Abbildung 3.11 zu sehen.

An dieser Stelle soll nun der Verlauf der Spektren und dessen Änderung mit der Temperatur diskutiert werden. Dabei wird bei Temperaturen deutlich oberhalb des Glasübergangs begonnen und die Änderungen des Spektrums beschrieben, die auftreten, wenn die Probe abgekühlt wird.

In Abbildung 4.1 (links) sind die Spektren bei den Temperaturen von 240 K bis 220 K abgebildet. Die Kurven bei den Temperaturen 240 K bis 225 K erinnern stark an das Tiefpassverhalten von RC -Parallelschaltungen, wie es bei dem Test des Aufbaus in Abbildung 3.14 gezeigt wurde. Man erkennt ein Plateau bei kleinen Frequenzen, das bei einer bestimmten Abschneidefrequenz proportional zu $1/f^2$ abfällt. Vergleicht man die drei angesprochenen Kurven miteinander, so stellt man fest, dass das Plateau beim Abkühlen der Probe zu höheren Werten wandert, während sich gleichzeitig die Abschneidekante zu kleineren Frequenzen verschiebt. Nach Gleichung 2.30 ($S_U(\omega) = 4k_B TR / (1 + \omega^2 R^2 C^2)$) bedeutet dies, dass der Widerstand der Probe beim Abkühlen größer wird. Betrachtet man nur diesen Teil des Spektrums, so könnte man ihn mit einer RC -Parallelschaltung erklären, bei der der Widerstand von 4 M Ω auf 63 M Ω anwächst und die Kapazität des Kondensators etwa 500 pF beträgt.

Die Kurve bei 220 K führt bei kleinen Frequenzen das soeben erläuterte Verhalten fort, das Plateau befindet sich bei einem noch höheren Wert und die Abschneidekante liegt bei einer noch kleineren Frequenz. Nach Gleichung 2.30 beträgt der Widerstand der Probe bei kleinen Frequenzen nun schon 200 M Ω . Bei hohen Frequenzen ist jedoch ein weiteres Plateau sichtbar. Das bedeutet, dass es in der Probe Prozesse geben muss, die zusätzliche Beiträge zum Rauschen liefern. In der Beschreibung der Rauschquelle als RC -Parallelschaltung heißt das, dass sowohl R als auch C stark frequenzabhängig sein müssen, was aus der dielektrischen Spektroskopie [3] bekannt ist. Ein Vergleich folgt im nächsten Abschnitt.

In Abbildung 4.1 (rechts) sind die Spektren bei den Temperaturen von 220 K bis 205 K zu sehen. Das Plateau bei kleinen Frequenzen ist bei diesen Temperaturen schon aus dem experimentell zugänglichen Frequenzbereich herausgewandert. Deutlich erkennt man, dass sich der zusätzliche Rauschbeitrag mit kälter werdender Probe immer mehr zu kleineren Frequenzen verschiebt. Das bedeutet, dass die Dynamik des zugrunde liegenden Prozesses beim Abkühlen langsamer wird. Nach Durchlaufen des Zusatzbeitrages fällt das Spektrum bei hohen Frequenzen wieder ab, diesmal mit der Steigung -1 , was bedeutet, dass es sich hierbei um ein $1/f$ -Rauschen handelt.

In Abbildung 4.2 sind schließlich die Temperaturen von 205 K bis 190 K gezeigt. Bei 200 K ist der $1/f^2$ -Abfall, der dem Tiefpassverhalten der RC -Kombination zuzuschreiben ist, bereits vollständig aus dem zugänglichen Frequenzbereich verschwun-

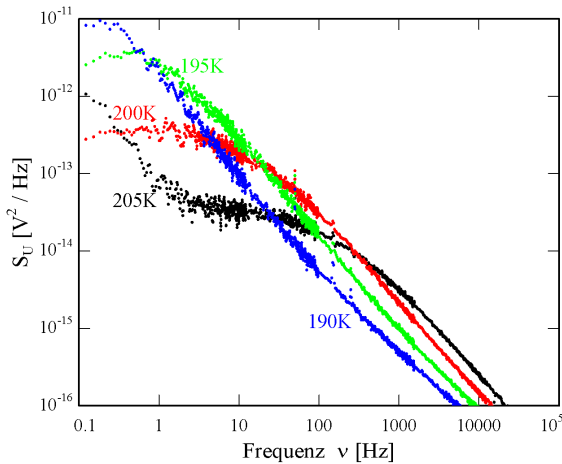


Abb. 4.2: Spektrale Leistungsdichte der Spannungsfuktuationen von Tripropylen-glycol ($T_g = 193$ K) bei Temperaturen von 205 K bis 190 K. Der Verstärker befindet sich bei der Temperatur 200 K.

den. Man sieht nur noch das zusätzliche Plateau und dessen $1/f$ -Flanke. Bei 190 K ist nur noch der $1/f$ -Anteil zu sehen. Dieser verschiebt sich beim Abkühlen der Probe ebenfalls im Spektrum nach links.

4.1.1 Vergleich mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion

Um die gemessenen Rauschspektren besser interpretieren zu können, vergleicht man deren Verlauf mit dem des Imaginärteils $\epsilon''(\omega)$ der dielektrischen Funktion. Für diesen Zweck wurden dielektrische Messungen an der verwendeten Probe durchgeführt. Als Messgerät wurde der „Alpha High Resolution Dielectric Analyzer“ der Firma Novocontrol verwendet. Um eine erdfreie Messung durchführen zu können, wurde der Messkondensator für diesen Zweck durch einen Kunststoff-Block, in den ein Gewinde geschnitten wurde, elektrisch vom Rest des Kryostaten isoliert. Ein Adapterstück verbindet Innen- und Außenelektrode des Kondensators jeweils mit den Innenleitern der Koaxialkabel des Kryostaten.

Zusätzlich kann man mit der Nyquistformel, die durch diese Messung gewonnenen Daten in Rauschspektren umrechnen. Dazu benutzt man Gleichung 2.30 und berücksichtigt zusätzlich die Kapazität des Kabels ($C_k = 20$ pF), das bei der Rauschmessung den Probenkondensator mit dem Operationsverstärker verbindet. Diese Kapazität liegt parallel zu der der Probe und fließt in die Rauschmessung mit ein. Gleichung 2.30 erhält folglich die Form

$$S_U(\omega) = 4k_B T \frac{R(\omega)}{1 + (\omega R(\omega)(C(\omega) + C_K))^2}. \quad (4.1)$$

Der Zusammenhang zwischen $R(\omega)$, $C(\omega)$, $\epsilon'(\omega)$ und $\epsilon''(\omega)$ ist durch die Gleichungen 2.11 und 2.12 gegeben. Das ermöglicht einen direkten Vergleich zwischen den gemessenen Rauschspektren und einer Berechnung über das Fluktuations-Dissipations-

Theorem auf der Grundlage von dielektrischen Messungen an derselben Probe.

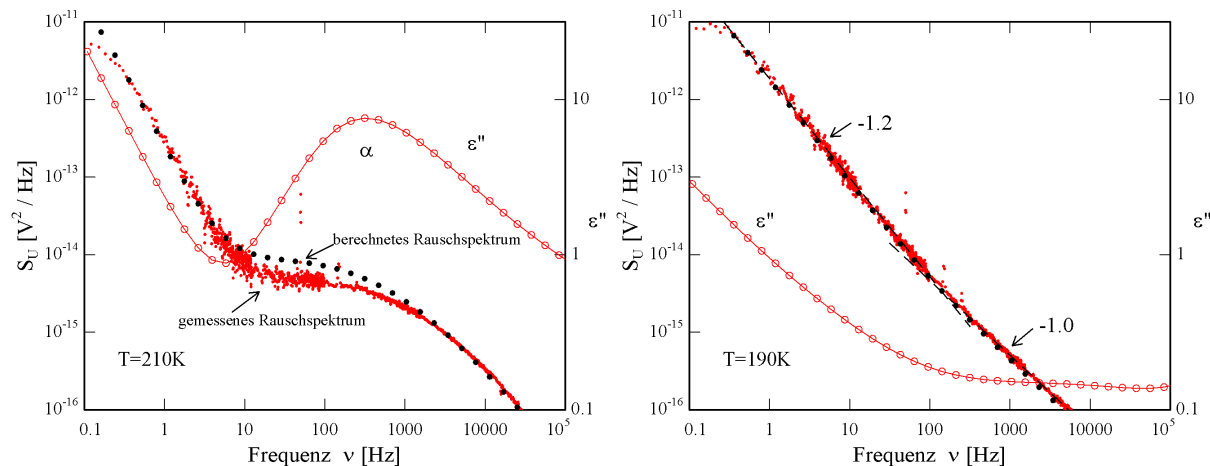


Abb. 4.3: Vergleich der Rauschspektren mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion. Auf der linken Achse ist die spektrale Leistungsdichte der Spannungsfuktuationen aufgetragen, auf der rechten Achse der Imaginärteil ϵ'' der dielektrischen Funktion (offene Kreise). Die schwarzen gefüllten Kreise entsprechen der Berechnung des Rauschspektrums mit Hilfe des Fluktuations-Dissipations-Theorems. **(Links)** findet der Vergleich bei der Temperatur 210 K statt, **(rechts)** bei der Temperatur 190 K.

In Abbildung 4.3 kann man diesen Vergleich sehen. Auf der linken Achse ist die spektrale Leistungsdichte der Spannungsfuktuationen aufgetragen, die rechte Achse zeigt den Imaginärteil ϵ'' der dielektrischen Funktion. In Abbildung 4.3 (links) ist die Messung bei der Temperatur 210 K gezeigt. Die schwarzen Punkte entsprechen dem berechneten Verlauf des Rauschspektrums. Dieser stimmt im größten Teil des Frequenzbereiches mit dem gemessenen Rauschspektrum überein. Etwas anderes wird auch nicht erwartet, da man sich noch deutlich oberhalb der Glasübergangstemperatur $T_g = 192\text{ K}$ befindet. Damit befindet sich die Probe im thermischen Gleichgewicht und das Fluktuations-Dissipations-Theorem ist für diesen Fall gültig. Damit zeigt dieser Vergleich auch, dass die Rauschmessung mit der entsprechenden Verstärkerschaltung sinnvolle Daten liefert.

Dennoch beobachtet man im Bereich des α -Peaks, beziehungsweise im Bereich zu tieferen Frequenzen davon, eine kleine Abweichung zwischen der gemessenen und der berechneten Kurve. Diese Abweichung scheint systematisch zu sein, das heißt sie tritt an vergleichbarer Stelle bei jeder Temperatur auf. Um einen definitiven Grund für dieses Verhalten angeben zu können, müssten weitere Untersuchungen angestellt werden. Eine zusätzliche Abweichung vom berechneten Spektrum ist im Bereich von 0.1 Hz bis circa 0.3 Hz sichtbar. Diese Abweichung ist ebenfalls in jedem Spektrum sichtbar, allerdings immer im selben Frequenzbereich. Das spricht eher dafür, ein Messproblem des Spektrumanalysators zu sein.

Nachdem der Vergleich zwischen dem gemessenen und dem berechneten Rauschen diskutiert wurde, soll nun der Vergleich mit dem Verlauf des Imaginärteils $\epsilon''(\omega)$ der dielektrischen Funktion behandelt werden. Auf der niederfrequenten Seite des α -Peaks tritt im Rauschspektrum der Zusatzbeitrag auf. Dies lässt vermuten, dass es sich um einen Relaxationsbeitrag handelt. Mit diesem Hintergrund kann man nun die Spektren in Abbildung 4.1 (rechts) so interpretieren, dass die Dynamik des Relaxationsprozesses beim Abkühlen der Probe langsamer wird, die Relaxationsfrequenzen werden also kleiner.

Schaut man sich den linken Teil des Spektrums an, so sieht man den $1/f^2$ -Abfall bei kleinen Frequenzen, der vom Tiefpassverhalten der RC -Kombination herrührt. Bestimmt man die Steigung dieses Teiles des Spektrums allerdings genauer, so stellt man fest, dass sie nicht exakt -2 ist, sondern etwas flacher, in etwa -1.9 , ist. Das bedeutet, dass es schon in diesem Frequenzbereich Prozesse gibt, die das Tiefpassverhalten des Kondensators überlagern.

Der Abfall im rechten Teil des Spektrums, bei hohen Frequenzen, hat die Steigung -1.1 . Die Ursache für dieses $1/f$ -Rauschens könnten thermisch aktivierte Prozesse im Glas sein. Weil der betrachtete Frequenzbereich erst bei circa 10 kHz beginnt, während die strukturellen Relaxationsprozesse bei dieser Temperatur mit einer viel langsameren Frequenz im Bereich von einem paar hundert Hz ablaufen, kann man sagen, dass man sich schon im Glasbereich befindet, wenn man nur diese hohen Frequenzen beobachtet. Haben die Prozesse unterschiedliche Zeitkonstanten, so können sie sich zu einem $1/f$ -Rauschen überlagern, wie im Zusammenhang mit Abbildung 2.8 erläutert.

Um einen genaueren Blick auf diesen Teil des Spektrums zu werfen, betrachtet man Abbildung 4.3 (rechts). Dort ist der Vergleich für die Temperatur 190 K gezeigt, also unwesentlich unterhalb der Glasübergangstemperatur $T_g = 192$ K. Sichtbar ist nur noch die Hochfrequenzflanke des α -Peaks. Das Spektrum hat in der doppelloarithmischen Auftragung die Form einer Geraden. Dennoch knickt die Gerade bei circa 100 Hz ab und verläuft etwas flacher. Ein Grund dafür könnten die in diesem Frequenzbereich stattfindenden Sekundärprozesse sein.

4.1.2 Temperaturabhängigkeit der Spannungsfuktuationen

Um die Temperaturabhängigkeit der Spannungsfuktuationen zu untersuchen, greift man eine bestimmte Frequenz heraus und trägt das Rauschsignal in Abhängigkeit von der Temperatur bei der jeweils gewählten Frequenz auf. In Abbildung 4.4 (links) ist diese Abhängigkeit zu sehen. Der Verlauf der so entstandenen Kurven weist jeweils ein klares Minimum und ein Maximum auf. Man sieht, dass diese sich zu kleineren Temperaturen verlagern, wenn man zu kleineren Frequenzen geht. Genau

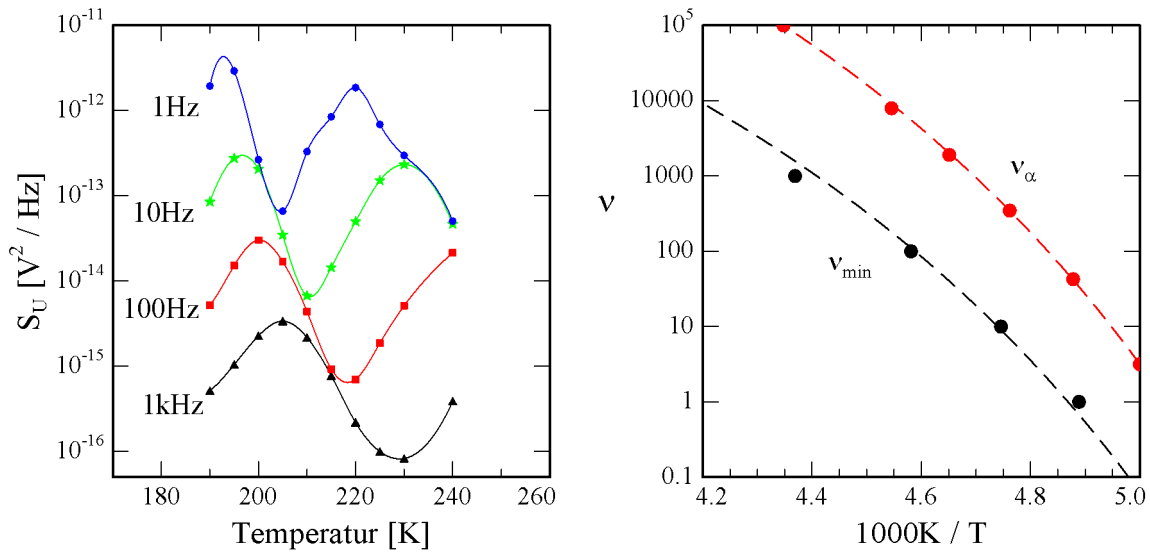


Abb. 4.4: (Links): Temperaturabhängigkeit der Spannungsfluktuationen. Man greift eine bestimmte Frequenz heraus und betrachtet die Temperaturabhängigkeit des Rauschens bei dieser Frequenz. Der Verlauf der Kurven weist jeweils ein klares Minimum und ein Maximum auf. Die durchgezogene Linie soll dem Betrachter helfen, dem Verlauf der Kurven zu folgen. (Rechts): Untersuchung des Vogel-Fulcher Verhaltens der Minima. Dazu wird deren Frequenz in Abhängigkeit von der inversen Temperatur aufgetragen (schwarze Punkte). Zum Vergleich sind zusätzlich die Punkte des α -Peaks eingetragen (rote Punkte). Beide Kurven können durch den selben Fit beschrieben werden, nur mit jeweils einem anderen Vorfaktor.

dieses Verhalten erwartet man auch im Bereich des Glasübergangs und liefert die Idee, das Vogel-Fulcher-Verhalten des charakteristischen Minimums der Kurven zu untersuchen. Dazu nimmt man die Frequenz der jeweiligen Kurven und trägt diese gegen die Temperatur auf, bei der das Minimum auftritt. In Abbildung 4.4 (rechts) ist dieses Diagramm zu sehen. Die vier Minima entsprechen nun den vier schwarzen Punkten, die mit ν_{\min} gekennzeichnet sind. Die Frequenz wird logarithmisch aufgetragen und die Temperatur linear, aber dafür invers. Man wählt diese besondere Form der Auftragung, um der Form der Vogel-Fulcher-Tamman Gleichung (2.10) gerecht zu werden. Da in diesem Diagramm jedoch keine Relaxationszeiten, sondern Frequenzen aufgetragen werden, ist es zweckmäßig, Gleichung 2.10 etwas umzustellen. Mit dem Zusammenhang $\nu = 1/(2\pi\tau)$ ergibt sich:

$$\nu = \nu_0 \exp\left(-\frac{A}{T - T_{VF}}\right) \quad (4.2)$$

Mit dieser Formel lässt sich der Verlauf der Punkte anfitten. Hierbei soll nochmal angemerkt werden, dass es sich bei den Frequenzen ν_{\min} um die Minima in Abbildung 4.4 (links) und nicht um Relaxationsfrequenzen des α -Peaks handelt. Die aus

der dielektrischen Messung an der Probe hervorgegangenen Relaxationsfrequenzen sind allerdings ebenfalls in das Diagramm in Abbildung 4.4 (rechts) eingetragen und mit ν_α gekennzeichnet. Gleichung 4.2 lässt sich an diese Punkte anfitzen wenn man $A = 544 \text{ K} \pm 56 \text{ K}$, $T_{\text{VF}} = 153 \text{ K} \pm 3 \text{ K}$ und $\log \nu_{0,\alpha} = 12.02 \pm 0.5$ wählt. Die resultierende Funktion ist als rote gestrichelte Linie eingezeichnet. Man sieht, dass dieselbe Fitfunktion auch den Verlauf der charakteristischen Minima ν_{min} beschreibt, lediglich mit einer anderen Versuchsfrequenz $\log \nu_{0,\text{min}} = 10.33 \pm 0.08$ (schwarze gestrichelte Linie). Daran kann man sehen, dass die Minima derselben Frequenz-Temperaturabhängigkeit gehorchen wie der α -Peak. Dieselbe Prozedur kann man selbstverständlich auch für die charakteristischen Maxima der Kurven durchführen. Diese gehorchen ebenfalls der selben Temperaturabhängigkeit, wobei hier die Versuchsfrequenz zu $\log \nu_{0,\text{max}} = 13.45 \pm 0.02$ bestimmt wurde. Literaturwerte für die Relaxationsfrequenzen von Tripropylenglycol sind in [8] veröffentlicht und betragen $A = 1201 \text{ K}$, $T_{\text{VF}} = 157 \text{ K}$ sowie $\log \nu_{0,\alpha} = 11.97$.

4.2 Messung der Stromfluktuationen

Das Ergebnis für die Messung der Stromfluktuationen ist in den Abbildungen 4.5 und 4.6 zu sehen. Aufgetragen ist die spektrale Leistungsdichte in Abhängigkeit von der Frequenz. Der betrachtete Temperaturbereich erstreckt sich, genau wie bei der Spannungsmessung, von 240 K bis 190 K. Der Verstärker befindet sich während den Messungen bei Raumtemperatur (290 K). Damit liegt das Rauschniveau des Verstärkers nach $S_I = 4k_{\text{B}}T/R$ (entspricht Gleichung 2.31) und $R = 1 \text{ G}\Omega$ bei $S_I = 1.6 \cdot 10^{-29} \text{ A}^2/\text{Hz}$. Dieser Wert wurde von den Spektren subtrahiert. Da die Bandbreite des Verstärkers nur 300 Hz beträgt, werden die Kurven nur bis zu dieser Frequenz gezeigt.

In Abbildung 4.5 (links) sieht man die Spektren bei den Temperaturen von 240 K bis 220 K. Die gemessenen Spektren liegen deutlich oberhalb des Rauschniveaus des Gegenkopplungswiderstandes. Vergleicht man die Form der Spektren mit denen in Abbildung 3.17 bei dem Test der Schaltung, so stellt man fest, dass hier kein Anzeichen des $1/f$ -Rauschen des Verstärkers sichtbar ist. Die beiden obersten Kurven im Schaubild, die zu den Temperaturen 240 K und 230 K gehören sind frequenzunabhängig, verhalten sich also genauso wie die Widerstände, deren Stromfluktuationen zum Test der Schaltung gemessen wurden. Nach Gleichung 2.31 ($S_I(\omega) = 4k_{\text{B}}T/R(\omega)$) kann man den Rauschniveaus die Widerstände $3.5 \text{ M}\Omega$ und $20 \text{ M}\Omega$ zuordnen. Man kann also sagen, die Probe rauscht im Frequenzbereich von 0.1 Hz bis 300 Hz wie ein ohmscher Widerstand dieser Größe. Die beiden Werte sind konsistent mit denen, die man bei der Messung der Spannungsfluktuationen aus dem Plateau bei kleinen Frequenzen ermittelt hat.

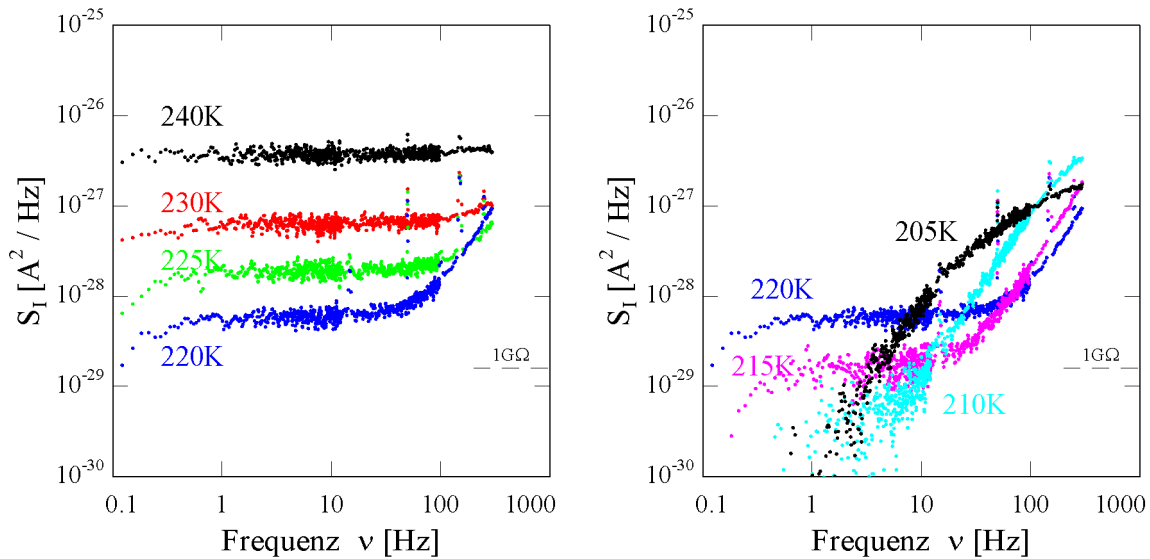


Abb. 4.5: Spektrale Leistungsdichte der Stromfluktuationen von Tripropylenglycol bei verschiedenen Temperaturen ($T_g = 193$ K). (**Links**) sind die Spektren zu den Temperaturen von 240 K bis 220 K gezeigt. (**Rechts**) sind die Spektren bei den Temperaturen von 220 K bis 205 K zu sehen. Das erwartete Stromrauschen des Gegenkopplungswiderstandes ist am rechten Bildrand markiert. Der Verstärker befindet sich bei Raumtemperatur.

Bei den nächst tieferen Temperaturen 225 K und 220 K entspricht das Rauschniveau den Widerständen 63 M Ω und 200 M Ω . Hieran kann man erkennen, dass die Probe beim Abkühlen hochohmiger wird. Zusätzlich weisen die beiden Kurven bei einer bestimmten Frequenz einen Knick auf und steigen danach mit wachsender Frequenz an. Dieses Verhalten haben die Widerstände bei den Tests der Schaltung nicht gezeigt. Das bedeutet, dass dieses Verhalten von Prozessen in der Probe erzeugt werden muss. Der Abknickpunkt verschiebt sich beim Abkühlen zu kleineren Frequenzen, die Dynamik dieser Prozesse verlangsamt sich also bei kälter werdender Probe.

In Abbildung 4.5 (rechts) sind die Temperaturen von 220 K bis 205 K zu sehen. Zusätzlich ist rechts im Diagramm das Rauschniveau des Gegenkopplungswiderstandes eingetragen. Ab einer Temperatur von 215 K entspricht die Impedanz der Probe ungefähr diesem Widerstand. Wird die Probe noch hochohmiger, misst man im Wesentlichen nur noch das Stromrauschen des Gegenkopplungswiderstandes. Da das Rauschniveau des Gegenkopplungswiderstandes vorab subtrahiert wurde, verlaufen die Spektren auch unterhalb dieses Niveaus in sinnvollen Kurven. Trotzdem ist es nicht zu übersehen, dass die Datenpunkte unterhalb der Markierung stark zu streuen beginnen. Auch wenn das konstante Rauschniveau bei kleinen Frequenzen aus diesem Grund nicht mehr immer sichtbar ist, so erkennt man doch, dass sich der Abknickpunkt der Spektren zu kleineren Frequenzen verschiebt, wenn man zu tieferen

Temperaturen geht. Die Dynamik des zugrundeliegenden Prozesses verlangsamt sich also weiterhin sichtbar. Die Kurve bei der Temperatur 205 K hat bei höheren Frequenzen außerdem noch einen weiteren Abknickpunkt, bei dem ihre Steigung flacher wird.

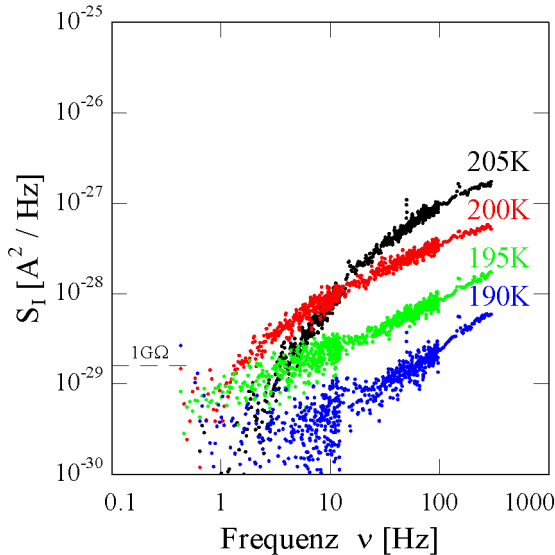


Abb. 4.6: Spektrale Leistungsdichte der Stromfluktuationen von Tripropylenglycol ($T_g = 193$ K) bei Temperaturen von 205 K bis 190 K. Der Verstärker befindet sich bei Raumtemperatur (290 K).

In Abbildung 4.6 ist der Verlauf der Spektren bei den Temperaturen von 205 K bis 190 K zu sehen. Wieder weisen die Messpunkte unterhalb der Markierung aufgrund der Differenzbildung eine starke Streuung auf. Im wesentlichen verschiebt sich das Spektrum beim Abkühlen nur noch nach unten. Bei der Kurve für 200 K ist der zweite Abknickpunkt auch erkennbar, er hat sich gegenüber der Kurve bei 205 K zu einer kleineren Frequenz verschoben.

4.2.1 Vergleich mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion

Wie bei der Spannungsmessung vergleicht man nun die gemessenen Rauschspektren mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion der Probe, wie sie mit den Methoden der klassischen dielektrischen Spektroskopie gemessen wurde. Zusätzlich kann man mit Hilfe des Fluktuations-Dissipations-Theorems den Verlauf der Rauschspektren aus der gemessenen Dielektrizitätskonstanten berechnen. Dazu benutzt man Formel 2.31 ($S_I(\omega) = 4k_B T/R(\omega)$). Da die spektrale Leistungsdichte der Stromfluktuationen unabhängig von der Kapazität ist, fließen Parasitärkapazitäten nicht in die Rechnung mit ein. Da $R(\omega)$ über Gleichung 2.12 mit dem Imaginärteil $\epsilon''(\omega)$ der dielektrischen Funktion zusammenhängt, kann man die Formel auch auf die folgende Weise umschreiben: $S_I(\omega) = 4k_B T \omega C_0 \epsilon''(\omega)$. Dieser Zusammenhang wurde bereits als Gleichung 2.33 eingeführt. Die Form der Rauschspektren hängt also nur vom Verlauf des Imaginärteils $\epsilon''(\omega)$ ab, der Realteil hat keinen Einfluss auf die Stromfluktuationen.

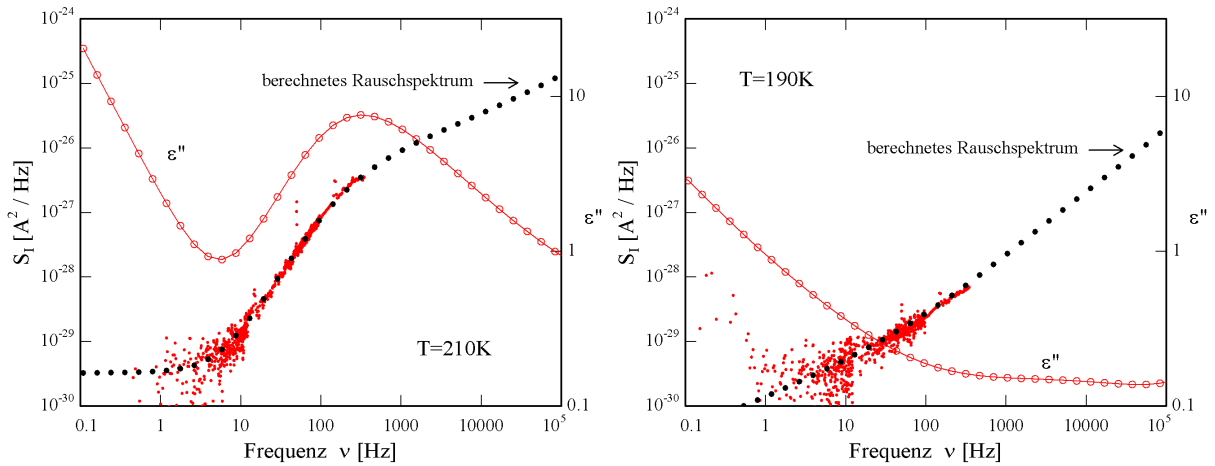


Abb. 4.7: Vergleich der Rauschspektren mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion. Auf der linken Achse ist die spektrale Leistungsdichte der Stromfluktuationen aufgetragen, auf der rechten Achse ist der Imaginärteil ϵ'' der dielektrischen Funktion aufgetragen (offene Kreise). Die schwarzen gefüllten Kreise entsprechen der Berechnung des Rauschspektrums mit Hilfe des Fluktuations-Dissipations-Theorems. (**Links**) findet der Vergleich bei der Temperatur 210 K statt, (**rechts**) bei der Temperatur 190 K.

In Abbildung 4.7 ist der Vergleich mit dem Verlauf der dielektrischen Funktion zu sehen. Auf der linken Achse ist die spektrale Leistungsdichte der Stromfluktuationen S_I aufgetragen, auf der rechten Achse der Imaginärteil ϵ'' . In Abbildung 4.7 (links) ist der Vergleich bei 210 K zu sehen. Der Verlauf des gemessenen Rauschspektrums stimmt mit dem berechneten im Bereich von 1 Hz bis 300 Hz überein. Auch die Schaltung des Strom-Spannungswandlers liefert also sinnvolle Daten.

Wenn man den Verlauf des Rauschspektrums mit dem Verlauf des Imaginärteils vergleichen will, ist es in diesem Fall leichter, sich auf das berechnete Spektrum zu beziehen, da die gemessene Kurve nur einen vergleichsweise kleinen Frequenzbereich abdeckt. Bei der Frequenz des α -Peaks weist das Rauschspektrum wieder einen Knick auf, und zwar ist das der zweite Knick, bei dem die Steigung der Kurve flacher wird. Bei der gemessenen Kurve fällt dieser Knick nicht in den zugänglichen Frequenzbereich.

In Abbildung 4.7 (rechts) findet der Vergleich bei 190 K statt, also knapp unterhalb der Glasübergangstemperatur von Tripropylenglycol. Man sieht nur noch die Hochfrequenzflanke des α -Peaks. Obwohl die Datenpunkte stark streuen, stimmt die gemessene Kurve mit der berechneten überein. Auch in diesem Teil des Rauschspektrums ist die Steigung nicht konstant, sondern wird ab einer Frequenz von ungefähr 300 Hz steiler. In diesem Bereich spielen Sekundärprozesse eine Rolle.

4.2.2 Imaginärteil der dielektrischen Funktion via Fluktuationen

Wenn man ausnutzt, dass Gleichung 2.33 einen Zusammenhang zwischen der spektralen Leistungsdichte der Stromfluktuationen S_I und dem Imaginärteil ϵ'' der dielektrischen Funktion darstellt, kann man die gemessenen Rauschspektren nach ϵ'' umrechnen. Die benutzte Formel hat dann die Form

$$\epsilon''(\omega) = \frac{S_I(\omega)}{4k_B T \omega C_0} \quad (4.3)$$

und für die Leerkapazität setzt man $C_0 = 20$ pF.

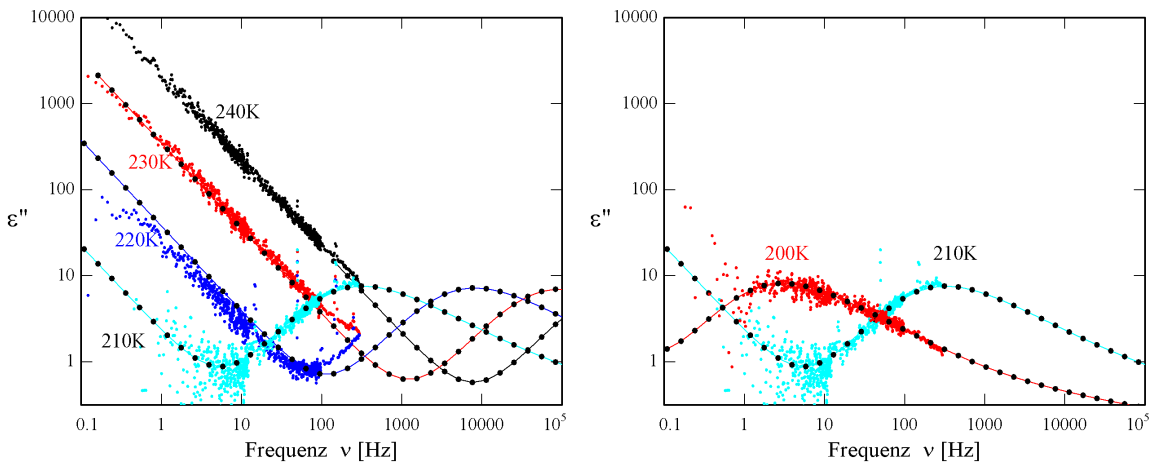


Abb. 4.8: Verlauf des Imaginäreils der dielektrischen Funktion. Die Kurven, die die schwarzen Punkte verbinden wurden mit den Methoden der klassischen dielektrischen Spektroskopie gemessen, die fein gepunkteten Kurven wurden aus Messungen der Stromfluktuationen gewonnen.

In Abbildung 4.8 ist dieser Zusammenhang für einige ausgewählte Temperaturen zu sehen. Da Messungen der Stromfluktuationen nur bis zu der Frequenz 300 Hz vorliegen, ist in dem Diagramm zum besseren Verständnis zusätzlich auch noch der direkt gemessene Verlauf des Imaginärteils eingetragen (schwarze Punkte). Dieser Vergleich macht deutlich, dass man dieselben Informationen, die man mit den Methoden der klassischen dielektrischen Spektroskopie gewinnt, auch durch Rauschmessungen erhalten kann. Auf der anderen Seite wird dadurch aber auch klar, dass man die Auflösung der dielektrischen Spektroskopie bei den Rauschmessungen noch nicht erreicht hat.

Die Tatsache, dass die Rauschmessungen und die dielektrische Spektroskopie identische Resultate liefern zeigt, dass der Aufbau prinzipiell funktioniert. Man kann also in zukünftigen Messungen auch die Korrelation von Rauschspektren untersuchen um

damit neue Informationen über die zugrunde liegenden Relaxationsprozesse zu gewinnen.

4.2.3 Temperaturabhängigkeit der Stromfluktuationen

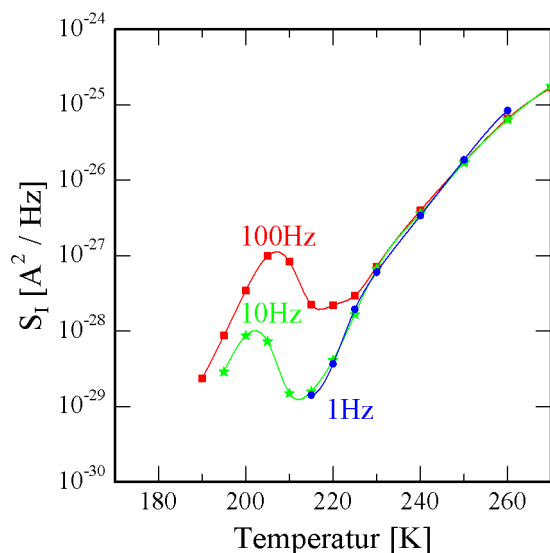


Abb. 4.9: Temperaturabhängigkeit der Stromfluktuationen. Man greift eine bestimmte Frequenz heraus und betrachtet die Temperaturabhängigkeit des Rauschens bei dieser Frequenz. Bei hohen Temperaturen zeigen die Frequenzen 100 Hz, 10 Hz und 1 Hz dieselbe Temperaturabhängigkeit, geht man zu kleineren Temperaturen, so weichen die Kurven vom gemeinsamen Verlauf ab und durchlaufen ein Minimum und ein Maximum.

Um die Temperaturabhängigkeit der Stromfluktuationen zu untersuchen, betrachtet man eine bestimmte Frequenz und trägt die Temperaturabhängigkeit des Signals auf. In Abbildung 4.9 ist der Temperaturverlauf für die Frequenzen 100 Hz, 10 Hz und 1 Hz zu sehen. Die Punkte im Bereich von 250 K bis 270 K sind mit einer Transimpedanz von 10^8 V/A, die übrigen mit einer Transimpedanz von 10^9 V/A gemessen.

Bei hohen Temperaturen weisen die Kurven einen zueinander identischen Temperaturverlauf auf. Bewegt man sich zu kleineren Temperaturen, so verlassen die Kurven nacheinander den gemeinsamen Verlauf und zeigen ein Minimum und ein Maximum. Wieder verschieben sich Minima und Maxima zu kleineren Temperaturen, wenn man zu kleineren Frequenzen geht. Für Glyzerin beobachtet man qualitativ denselben Verlauf [12].

4.3 Leistungsfluktuationen

Strom- und Spannungsfluktuationen beruhen auf der selben physikalischen Ursache, nämlich den dielektrischen Polarisationsfluktuationen. Durch die Messung beider Signale erhält man trotzdem zwei komplementäre Informationen über den Ablauf der mikroskopischen Prozesse in der Probe. Wenn man ausnutzt, dass die elektrische Leistung das Produkt aus Strom und Spannung ist, kann man die dielektrischen

Leistungsfuktuationen der Probe bestimmen.

$$S_P(\omega) = \sqrt{S_U(\omega)S_I(\omega)} \quad (4.4)$$

Dabei werden die gemessenen Kurven wieder auf die Art und Weise korrigiert, wie es in den vorangegangenen Abschnitten besprochen wurde. Von der Kurve der Spannungsfuktuationen wurde das Verstärkerrauschen subtrahiert und von der Kurve der Stromfuktuationen das Rauschen des Gegenkopplungswiderstandes.

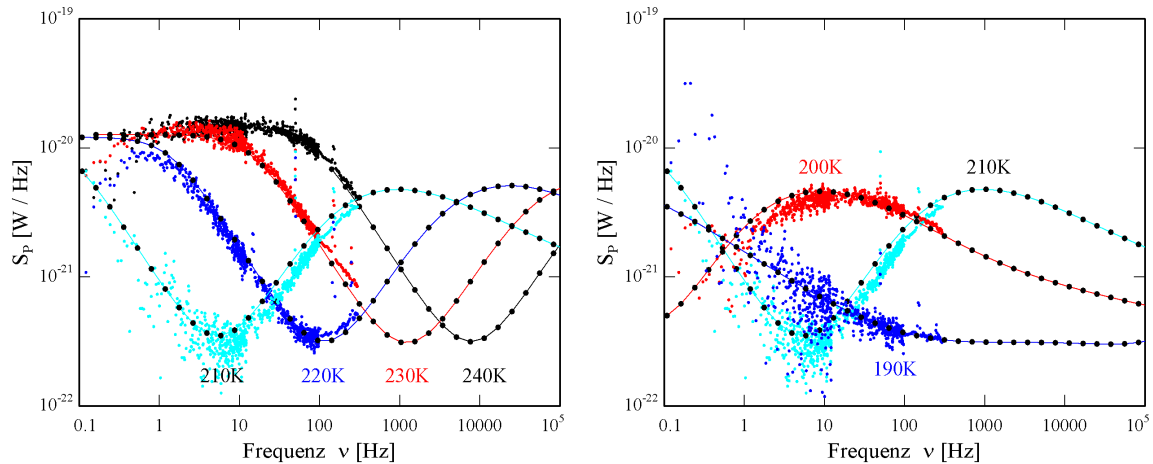


Abb. 4.10: Leistungsfuktuationen als Ergebnis einer Multiplikation der Spannungs- und der Stromfuktuationen. Gezeigt sind die Ergebnisse für die Fälle gemessener und berechneter Strom- und Spannungsfuktuationen bei ausgewählten Temperaturen.

In Abbildung 4.10 ist das Ergebnis dieser Rechnung zu sehen. Zusätzlich ist wieder das Ergebnis der Berechnung auf der Grundlage des Fluktuations-Dissipations-Theorems zu sehen (schwarze Punkte). Dabei wurde S_U durch Gleichung 4.1 berechnet und dabei wieder die Kapazität des Kabels $C_K = 20$ pF berücksichtigt. Zur Berechnung von S_I wurde Gleichung 2.33 benutzt. Die Werte von $R(\omega)$ und $C(\omega)$ gehen aus den dielektrischen Messungen an der Probe hervor.

Die Kurven verlaufen ähnlich wie der Imaginärteil der dielektrischen Funktion. Sie weisen ein Maximum auf, das in der Nähe der Relaxationsfrequenz des Systems liegt. In diesem Frequenzbereich kann das System also besonders viel Leistung aufnehmen oder abgeben.

4.4 Experimentelle Schwierigkeiten

Am Ende dieses Kapitels soll noch darauf eingegangen werden, worin die Schwierigkeiten und Probleme der Rauschmessungen bestehen und was die Messungen letztlich limitiert.

Das zu messende Signal ist sehr klein. Bei solchen empfindlichen Messungen können Effekte entscheidend sein, die anderen Fällen vielleicht keine große Rolle spielen. Ein Beispiel dafür sind Kriechströme, die an unvermuteten Stellen der Schaltung abfließen und damit die Strommessung beeinflussen können.

Eng mit diesen Problemen verbunden ist die Tatsache, dass die Signalquelle, also die Probe, extrem hochohmig ist. Dadurch werden fast alle auftretenden Probleme noch verstärkt. Wenn der Widerstand der Probe zum Beispiel $1\text{ G}\Omega$ beträgt, dann stellt im Vergleich dazu selbst ein Widerstand von einigen hundert $\text{M}\Omega$ ein Kurzschluss dar. Parallel zur Probe würde er als kleinerer Widerstand die Messung dominieren.

Als weitere Folge des hohen Widerstands wird die Messung sehr anfällig für mechanische Vibrationen. Ein möglicher Angriffspunkt für Phänomene dieser Art ist das Kabel, das den Probenkondensator mit dem Eingang des Operationsverstärkers verbindet. Mechanischer Druck verursacht dabei Kapazitätsänderungen, wenn sich der Abstand zwischen Innen- und Außenleiter verändert. In Folge dessen ändert sich die Spannung, und damit das Ausgangssignal. Dieser Zusammenhang wird als Mikrophonie bezeichnet. Je länger das Kabel ist, desto größer wird das Problem, weil mehr Ladung beteiligt ist. Aus diesem Grund ist es besonders wichtig, den Kabelweg kurz zu halten. Das hat den zusätzlichen Vorteil, dass die Parasitärkapazität des Kabels klein gehalten wird. Den Verstärker außerhalb des Kryostaten zu betreiben ist deshalb nicht möglich. Bei hochohmigen Signalquellen ist dieses Phänomen besonders ausgeprägt.

Als Resultat sieht man in den Spektren einige Peaks, die sich noch verstärken, wenn man mit mehr oder weniger viel Kraft an den Aufbau stößt. Eine mechanische Eigenfrequenz des Aufbaus liegt bei etwa 148 Hz. Die Benutzung eines schwingungsarmen Kryostaten, bei dem Messungen sogar möglich sind, wenn die Experimentierplattform noch kalt ist und das Kühlmittel schon verdampft ist, minimiert den störenden Einfluss mechanischer Schwingungen weitgehend. Die meisten Messungen wurden aber dennoch mit Stickstoff im Tank durchgeführt und die Peaks, die dadurch entstanden sind wurden geduldet. Die Messung wird durch leichte Schwingungen zwar gestört, aber nicht unmöglich gemacht. Ein ernsteres Problem stellen Schwingungen dar, die verursacht werden, wenn während der Messungen Pumpen laufen. Die dadurch entstehenden Vibrationen sind meist so stark, dass eine sinnvolle Messung nicht möglich ist. Eine bessere mechanische Entkopplung zwischen Experiment und Umgebung kann hier noch Verbesserung bringen.

Ein weiteres Problem sind elektrische Störsignale, die in die Messung einkoppeln, wie zum Beispiel die Netzfrequenz 50 Hz. Elektrisch kann man den Aufbau und die Kabel zwar abschirmen, aber magnetisch koppeln die Felder dennoch ein. Als Resultat sieht man in den gemessenen Spektren einzelne diskrete Frequenzen, wie zum

Beispiel 50 Hz und ungeradzahlige Vielfache davon.

Problematisch ist es auch, wenn Messgeräte selbst elektrische Störsignale einkoppeln. Bei den verwendeten Geräten ist das jedoch nicht der Fall. Dass das aber auch anders sein kann hat ein einfacher Temperaturregler (Haake Thermosistor), welcher die Temperatur des Verstärkers regeln sollte, gezeigt. Eine Messung mit eingeschaltetem Gerät war aber nicht möglich, weil das Gerät Frequenzen im Bereich von einigen kHz einkoppelt.

Spezielle Probleme hat die Spannungsmessung, sobald der Widerstand der Probe einen bestimmten Wert überschritten hat. Dann sind Ladungen, die irgendwo zwischen Probe und Verstärker sitzen, dort gefangen und können nicht abfließen, weil sowohl Probe als auch Verstärker dafür zu hochohmig sind. Diese Ladungen erzeugen eine Gleichspannung am Eingang des Verstärkers. Diese wird dann ebenso verstärkt, was solange kein Problem ist, bis die Spannung am Ausgang dem Vollausschlag entspricht. Dann kann der Verstärker die Fluktuationen nicht mehr verstärken. Dieses Problem verschlimmert sich, wenn das Kabel mit polaren Dielektrika, wie zum Beispiel Teflon, isoliert ist. Für das Experiment hatte dies die Konsequenz, dass eine Messung bei Temperaturen tiefer als 180 K nicht möglich war. Eine Abhilfe für dieses Problem zu finden, ohne dabei die Hochohmigkeit des Aufbaus zu verlieren oder Zusatzrauschen einzukoppeln, erscheint nicht einfach. In einem möglicher Ansatz könnte man versuchen auf den Kabelweg ganz zu verzichten und die Probe direkt am Eingang des Verstärkers zu platzieren. Das hätte allerdings den Nachteil, dass die Möglichkeit der getrennten Temperatursteuerung damit verloren geht.

Ein weiteres Problem der Spannungsmessung ist der Einfluss des Verstärkerrauschens, der eine Messung von Fluktuationen, deren spektrale Leistungsdichte kleiner als $10^{-16} \text{ V}^2/\text{Hz}$ ist, verhindert.

Bei der Messung der Stromfluktuationen stellen Gleichströme ein ähnliches Problem wie die Ladungen bei der Spannungsmessung dar. Sobald Thermoelemente oder galvanische Elemente einen Strom im Eingangskreis des Operationsverstärkers verursachen, wird dieser ebenso in ein Spannungssignal am Ausgang umgewandelt. Aufgrund des hohen Gegenkopplungswiderstandes ($1 \text{ G}\Omega = 1 \text{ V/nA}$) erzeugt bereits ein Strom der Größe 1 nA einen Ausschlag von einem Volt. Spätestens bei Stromstärken von 9 nA würde der Verstärker wieder in Sättigung gehen. Bei den durchgeführten Messungen trat dieses Problem noch nicht auf, es ist aber zu erwarten, dass es eine Rolle spielt, wenn man größere Gegenkopplungswiderstände verwendet. Als Konsequenz sollte man versuchen, die Entstehung von Thermoelementen durch eine entsprechende Materialwahl möglichst zu verhindern.

Das Stromeingangsrauschen des OPA128 beträgt nur $0.12 \text{ fA}/\sqrt{\text{Hz}}$ und limitiert bei dem momentanen Stand des Experiments die Messung noch nicht. Satt dessen

sorgt der Gegenkopplungswiderstand mit seinem Rauschniveau $S_I = 1.6 \cdot 10^{-29} \text{ A}^2/\text{Hz}$ für die Auflösungsgrenze der Messung. Um die Größe des Gegenkopplungswiderstandes besser an die Impedanz der Probe anzupassen, bietet es sich an, einen einstellbaren Widerstand einzubauen. Technisch realisiert werden könnte dieses $G\Omega$ -Potentiometer durch einen Halbleiter, dessen Widerstandswert über seine Temperatur eingestellt werden kann. Es muss allerdings darauf geachtet werden, dass die Frequenzabhängigkeit des Widerstandes nicht zu stark ausgeprägt ist.

Trotz der ausgeführten experimentellen Probleme, haben die vorliegenden Experimente gezeigt, dass die dielektrische Spektroskopie auch mit Hilfe von Rauschmessungen durchgeführt werden kann, wobei zusätzliche Informationen mittels Korrelationen gewonnen werden können.

5. Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurden Messungen der dielektrischen Polarisationsfluktuationen des organischen Glasbildners Tripropylenglycol vorgestellt. Das Ziel dabei war die Untersuchung der Relaxationsdynamik in der Nähe des Glasübergangs mit einer Methode, bei der die Probe nicht durch äußere Felder getrieben wird.

Zentraler Bestandteil der Arbeit war der Aufbau und die Charakterisierung einer Apparatur zur Messung dieser Fluktuationen. Dazu wurde ein Kryostat gebaut, der Messungen im Bereich von 77 K bis Raumtemperatur ermöglicht. Zusätzlich wurden Schaltungen mit Operationsverstärkern entwickelt, um die Fluktuationen in Strom und Spannung messen zu können. Dazu wurde der Verstärker als Strom-Spannungswandler beziehungsweise als Elektrometer beschaltet.

Um die Schaltungen zu testen, wurden Strom- und Spannungsfluktuationen von *RC*-Parallelschaltungen gemessen. Die spektralen Leistungsdichten dieser Schaltungen können mit der Nyquistformel, die auf dem Fluktuations-Dissipations-Theorem beruht, berechnet werden. Vergleiche mit den gemessenen Spektren lieferten Informationen über Funktionsweise und Limitierungen der Schaltung.

Die spektralen Leistungsdichten von Strom- und Spannungsfluktuationen von Tripropylenglycol wurden bei verschiedenen Temperaturen gemessen. Ein Vergleich mit dem Frequenzverlauf des Imaginärteils der dielektrischen Funktion ermöglicht dabei eine Interpretation der Spektren. Auf diese Weise können charakteristische Bereiche der Spektren in Zusammenhang mit den bekannten Phänomenen der klassischen dielektrischen Spektroskopie gebracht werden. Zusätzlich wurden die Rauschspektren mit Vorhersagen der üblichen dielektrischen Spektroskopie verglichen. Dadurch werden nicht nur Hinweise auf die Stimmigkeit der Messungen gegeben sondern auch darüber, ob die Voraussetzungen für das Fluktuations-Dissipations-Theorem erfüllt sind.

Weiterhin wurde die Temperaturabhängigkeit der Fluktuationen betrachtet, sowie das sogenannte Vogel-Fulcher-Verhalten einiger charakteristischer Punkte dieser Kurven untersucht. Diese zeigen dieselbe Frequenz- und Temperaturabhängigkeit wie der bekannte α -Peak.

Durch Multiplikation der Rauschspektren von Strom und Spannung können Leistungsfuktuationen berechnet werden. Diese Spektren zeigen einen ähnlichen Verlauf wie der Imaginärteil der dielektrischen Funktion.

Um jedoch die Messung auf Temperaturen im Bereich direkt unterhalb des Glasübergangs auszudehnen, muss die Messapparatur und die Elektronik weiterentwickelt werden. Bei der Spannungsmessung muss dazu das Ladungsproblem (s. Abschnitt 4.4) gelöst werden. In einem ersten Ansatz dieses Problem zu beheben, könnte man auf den Kabelweg zwischen Probe und Verstärker verzichten und die Probe direkt am Eingang des Verstärkers platzieren. Beim Stromrauschen könnte die Auflösung verbessert werden, wenn man eine Schaltung mit größerem Gegenkopplungswiderstand verwendet. Beliebig groß darf dieser jedoch nicht gewählt werden, da sonst Probleme wie ein zu großer Innenwiderstand, Instabilität und verringerte Bandbreite der Schaltung auftreten. Zur Optimierung sollte der Gegenkopplungswiderstand besser an die Impedanz der Probe angepasst werden. Ein Halbleiter, dessen Widerstand über die Temperatur geregelt werden kann, könnte dabei als einstellbarer Gegenkopplungswiderstand verwendet werden. Als weitere Verbesserung wäre eine Vergrößerung der Bandbreite anzustreben.

Detaillierte Vergleiche mit den Vorhersagen aus klassischen dielektrischen Messungen könnten eventuell dabei helfen, die beobachteten kleinen Abweichungen der Spannungsmessung von der Theorie zu erklären. Darüberhinaus kann der Vergleich mit den Daten der konventionellen dielektrischen Spektroskopie oder die NMR-Spektroskopie die Natur des $1/f$ -Anteils im Spektrum bei Temperaturen in der Nähe des Glasübergangs näher beleuchten. Zusätzlich sollte man versuchen, die Rauschspektren unabhängig von der dielektrischen Spektroskopie zu interpretieren. Ein wichtiger Punkt dafür wäre die Berechnung der zeitlichen m -Punkt-Autokorrelationsfunktion. In diesem Fall würde man das Rauschsignal nicht spektral analysieren, sondern das Signal in der Zeitdomäne aufnehmen und anschließend die Autokorrelationsfunktion bestimmen. Damit lassen sich interessante Schlussfolgerungen bezüglich des Relaxationsverhaltens der Probe ziehen.

Ein weiter wichtiger Punkt ist die Untersuchung von Nichtgleichgewichtsprozessen, die auftreten, wenn die Flüssigkeit sehr schnell auf Temperaturen knapp unterhalb ihres Glasübergangs abgekühlt wird. Danach verändern sich die mechanischen, dynamischen und thermodynamischen Eigenschaften der Probe in Abhängigkeit von der Zeit. Die Untersuchung dieser Alterungsprozesse durch Messung der dielektrischen Polarisationsfluktuationen liefert neue Einsichten in die molekulare Dynamik des Glasbildners.

Abschließend lässt sich sagen, dass mit der entwickelten Methode zur Untersuchung des dielektrischen Verhaltens von Gläsern ein vielfältiges neues Instrument zur Verfügung steht.

Literaturverzeichnis

- [1] P. W. Anderson. Through the glass lightly. *Science*, 267:1615–1616, 1995.
- [2] E. Donth. *The Glass Transition*. Springer Verlag, 2001.
- [3] F. Kremer and A. Schönhal. *Broadband Dielectric Spectroscopy*. Springer Verlag, 2003.
- [4] E. Rössler, V. N. Novikov, and A. P. Sokolov. Toward a general description of the dynamics of glass formers. *Phase Trans.*, 63:201–233, 1997.
- [5] M. Vogel and E. Rössler. Slow β process in simple organic glass formers studied by one and two-dimensional ^2H nuclear magnetic resonance. II. discussion of motional models. *J. Chem. Phys.*, 115:10883–10891, 2001.
- [6] R. Böhmer, G. Diezemann, G. Hinze, and E. Rössler. Dynamics of supercooled liquids and glassy solids. *Prog. NMR Spectrosc.*, 39:191–267, 2001.
- [7] S. R. Elliott. *Physics of Amorphous Materials*. Longman, 1990.
- [8] K. Grzybowska, A. Grzybowski, S. Pawlus, S. Hensel-Bielowka, and M. Paluch. Dielectric relaxation processes in water mixtures of tripropylene glycol. *J. Chem. Phys.*, 123:204506, 2005.
- [9] A. Reiser. *Glasübergang niedermolekularer organischer Flüssigkeiten unter Druck - dielektrische und dilatometrische Studien*. PhD thesis, Universität Heidelberg, 2005.
- [10] M. Lucchesi, A. Dominjon, S. Capaccioli, D. Prevosto, and P. A. Rolla. Polarization fluctuations near the glass transition. *J. of Non-cryst. Sol.*, 352:4920–4927, 2006.
- [11] N. E. Israeloff and X. Wang. High-sensitivity dielectric noise measurements. *Rev. Sci. Instrum.*, 68:1543–1546, 1997.
- [12] N. E. Israeloff. Dielectric polarization noise through the glass transition. *Phys. Rev. B*, 53:913–916, 1996.
- [13] N. E. Israeloff and T. S. Grigera. Low-frequency dielectric fluctuations near the glass transition. *Europhys. Lett.*, 43:308–313, 1998.

- [14] P. Debye. *Phys. Z.*, 3:97–100, 1912.
- [15] P. Lunkenheimer, U. Schneider, R. Brand, and A. Loidl. Glassy dynamics. *Contemp. Phys.*, 41:15–36, 2000.
- [16] P. Lunkenheimer, R. Wehn, U. Schneider, and A. Loidl. Glassy aging dynamics. *Phys. Rev. Lett.*, 95:055702, 2005.
- [17] Hameg Instruments. Was ist Rauschen? www.hameg.com/downloads/fachartikel/HAMEG_Rauschen.pdf. Fachartikel.
- [18] C. C. Yu. Why study noise due to two level systems: A suggestion for experimentalists. *J. Low Temp. Phys.*, 137:251–265, 2004.
- [19] R. Müller. *Rauschen*. Springer Verlag, 1990.
- [20] J. B. Johnson. Thermal agitation of electricity in conductors. *Phys. Rev.*, 32:97–109, 1928.
- [21] H. Nyquist. Thermal agitation of electric charge in conductors. *Phys. Rev.*, 32:110–113, 1928.
- [22] H. B. Callen and T. A. Welton. Irreversibility and generalized noise. *Phys. Rev.*, 83:34–40, 1951.
- [23] P. Dutta and P. M. Horn. Low-frequency fluctuations in solids: 1/f noise. *Rev. Mod. Phys.*, 53:497–516, 1981.
- [24] Rauschverhalten von OpAmps. www.elektronikinfo.de/strom/op_rauschen.htm.
- [25] H. Hinsch. *Elektronik*. Springer Verlag, 1996.
- [26] Burr-Brown, www.datasheetcatalog.com. *Datenblatt OPA128*.
- [27] T. S. Grigera and N. E. Israeloff. Observation of fluctuation-dissipation-theorem violations in a structural glass. *Phys. Rev. Lett.*, 83:5038–5041, 1999.
- [28] L. F. Cugliandolo, J. Kurchan, and L. Peliti. Energy flow, partial equilibration, and effective temperatures in systems with slow dynamics. *Phys. Rev. E*, 55:3898–3914, 1997.
- [29] Stanford Research Systems. *User's Manual - Model SR770 - FFT Network Analyzer*.

Danksagung

Zum Schluss dieser Arbeit möchte ich mich bei all denen bedanken, ohne deren Hilfe meine Diplomarbeit niemals zustande gekommen wäre. Mein besonderer Dank gilt

PROF. CHRISTIAN ENSS für die freundliche Aufnahme in seine Arbeitsgruppe, die damit meine Diplomarbeit erst möglich gemacht hat. Er hatte für all meine Probleme stets ein offenes Ohr und hat mir, besonders in der Anfangsphase, beim Aufbau meines Experiments mit Rat und Tat zu Seite gestanden und mich wirklich zum Experimentieren ermutigt.

Meinem Betreuer ANDREAS REISER danke ich für das anscheinend niemals enden wollende Interesse an meinem Projekt und die Unterstützung, die ich von ihm bei der Umsetzung des Aufbaus bekommen habe, sowie das gemeinsame Nehmen aller weiteren Hürden, wie zum Beispiel die Vorträge und das Schreiben dieser Arbeit.

Dem Leiter meiner Arbeitsgruppe ANDREAS FLEISCHMANN danke ich für seine Begeisterung für das Rauschen, dafür, dass er stets die Schönheit in meinen Messungen erkannt hat und mich immer dazu ermutigt hat weiterzumachen.

LOREDANA FLEISCHMANN, der Leiterin der „Konkurrenz“, danke ich für ihren unglaublichen Optimismus, ihre Freude an der Arbeit und das Mitfiebern bei meinen ersten Messungen.

Weiter möchte ich mich bei allen Diplomanden und Doktoranden bedanken, mit denen ich ein Jahr lang zusammenarbeiten durfte und die die Zeit, die ich in dieser Arbeitsgruppe verbringen durfte, zu etwas Besonderem gemacht haben.

Zu Beginn meiner Diplomarbeit habe ich das Labor mit ANGELA HALFAR und DANIEL ROTHFUSS geteilt.

ANGELA lehrte mir nicht nur die drei wichtigsten Überlebensstrategien: Löten, Kleben und Drähte drillen, sondern hat mich auch in die Geheimnisse des KIP und dieser Arbeitsgruppe eingeweiht.

Alles Weitere, was ich gelernt habe, habe ich DANIEL zu verdanken, der mich mit seinem großen technischen und mechanischen Verständnis in allen Dingen unterstützt hat. Kein Semi-rigid Kabel war zu starr, um es nicht doch noch zu biegen, kein Ring oder Rohr war zu fest, um es nicht doch zu sägen und es gibt kein Teil meines Aufbaus, auf dem Daniel nicht seine Fingerabdrücke hinterlassen hat.

Meinen Büromitbewohnern in der zweiten Hälfte des Jahres DANIEL ROTHFUSS, MARIUS HEMPEL und MICHEL KINZER, die mein Leben in der Arbeitsgruppe ziemlich aufgemischt haben, danke ich für die ausgelassene Stimmung im Büro.

MARIUS danke ich für seine Tätigkeit als Englisch-Coach bei meinem DPG-Vortrag, das Gesellschaft leisten im Labor und die Planung meiner beruflichen Zukunft.

MICHEL ist das Labview Programm für den Spektumanalysator zu verdanken. Außerdem hat er bei der kritischen Durchsicht dieser Arbeit keine Mühen und Diskussionen gescheut und weiß jetzt bestimmt mehr über das Rauschen als ich.

Dem Rest des F3-Teams aus dem Echo-Labor: CELINE RÜDIGER, mit der ich in Berlin, zusammen mit MASOOMEH BAZRAFSHAN, ein Zimmer teilen durfte, danke ich besonders für die tolle Zeit, die wir zusammen dort verbracht haben.

GUDRUN FICKENSCHER, die als Bademeister im Sommer für Abkühlung unserer Füße sorgte und den lustigen Text für die nachgestellte Hochzeit beigesteuert hat, FLORIAN KLOTZ für die schöne Zeit, die wir im 2. Labor beim Abkühlen des Oxford-Kryostaten verbracht haben, sowie ANGELA HALFAR und MIHAI PETROVICI.

Meinen Lieblingsneffen CHRISTIAN HÖHN (fürs Tee trinken), CHRISTIAN PIES (für die Mitbenutzung seines Chemieraumschlüssels) und RICHARD WELDLE (für die tägliche Portion Ärgern), die kurze Zeit vor mir mit ihrer Diplomarbeit angefangen haben und meine Vorwände, sie zu besuchen, immer und ohne weiteren Kommentar akzeptiert haben. Und nicht zuletzt ohne deren Tacker ich jetzt wahrscheinlich überall nur lose Blätter rumliegen hätte. CLAUDIA TAUBENHEIM danke ich für die Leigabe ihres Laptops in Berlin.

Während der Durchführung meines Experiments hatte ich das Glück, ein stark belebtes Nachbarlabor zu haben, namentlich ANDREAS BURCK, SEBASTIAN KEMPF, STEFAN LAUSBERG und CHRISTIAN DOMESLE. Auf diese Weise war immer jemand in der Nähe, wenn Probleme auftauchten und dieses Labor stelle meine erste Anlaufstelle für experimentelle Notlagen (wie zum Beispiel Kryo zu machen) dar.

Besonders danken möchte ich SEBASTIAN für das Interesse an meinem Projekt, die Hilfe und Unterstützung in allen Lebenslagen und die vielen Besuche in meinem Labor. Außerdem danke ich ihm dafür, dass er mir seinen Computer für den Seminarvortrag und die Probevorträge geliehen hat (selbst den ganz neuen!).

Dem Rest der Bolos aus dem „Drucker-Büro“, LENA MAERTEN (meiner „großen Rausch-Schwester“ bei den Gläsern, die im Herzen aber immer ein Bolo sein wird), SÖNKE SCHÄFER, JP PORST (für die fachkräftige psychologische Betreuung am Morgen meines DPG-Vortrags) und ANDREAS PABINGER, danke ich besonders für die täglich erheiternden Gespräche beim Abholen der gedruckten Blätter.

Den „Gruppen-Opas“ MANFRED VON SCHICKFUS, durch den wir immer eine lustige Zeit hatten und GERNOT KASPER, von dessen Erfahrung ich profitieren durfte.

Den Ehemaligen MARKUS LINCK und ASTRID NETSCH, die in vielen Gesprächen ihre Erfahrung und Weisheiten mit mir geteilt hat.

Da mein Projekt sehr viel Elektronik beinhaltet hatte, möchte ich mich ganz besonders bei allen Mitarbeitern der Elektronik-Werkstatt für ihre freundliche Hilfe bei großen und bei kleinen Problemen bedanken.

ALEXANDER LEONHARDT, an dessen Tür ich anfangs beinahe täglich geklopft habe, um den Schlüssel für das Bauteile Lager zu holen, danke ich besonders für die schnelle Herstellung der Filterbox, obwohl dabei zahlreiche Hindernisse, wie z.B. ein zu dickes Kabel überwunden werden mussten.

ROLF WEIDNER danke ich für die Herstellung von mindestens 10 Koaxialkabeln der verschiedensten Art, besonders für das „Spezial Kabel“. (Der Nobelpreis ist Ihnen sicher, wir sehen uns dann in Stockholm!)

Den Mitarbeitern der Feinmechanik Werkstatt danke ich für die zuverlässige Unterstützung bei zahlreichen „Last-minute-Kleinaufträgen“ und beim Schneiden der hundertsten Gewindestange. Besonders danken möchte ich CHRISTIAN HERDT für die Fertigung meines Kryostaten und SIEGFRIED SPIEGEL, in dessen Diplomandenwerkstatt ein Großteil meines Aufbaus entstanden ist.

Allen anderen Studenten, die ich während meines Physik-Studiums kennen und schätzen lernen durfe, danke ich für die schöne Zeit, die wir zusammen hatten.

MANUELA RENTROP und OLIVER HERRWERTH (stellvertretend für alle anderen) danke ich für das Rechnen von gefühlten eintausend Übungszetteln.

KATHARINA MÜLLER für das gemeinsame Durchstehen der Diplomprüfungen, sowie für die Mittagessen (für die ich Fremd-Essen gegangen bin).

CORINNA SCHMITT (meinem Orakel) und BIANCA LINKE mit denen ich viel Zeit nach „Feierabend“ verbringen durfte und die immer ein offenes Ohr für die Probleme während meines gesamten Physikstudiums hatten.

Schließlich möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mir dieses Studium ermöglicht haben und mich finanziell und auch in jeder anderen Hinsicht unterstützt und begleitet haben, sowie meinen Großeltern für das Mitfiebern bei jeder einzelnen Klausur.

Danke!

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

Heidelberg, den 02.05.2008

.....

(Sandra Jenewein)