Praktikumsprotokoll

Versuch Nr. 606
Messung der Suszeptibilität paramagnetischer Substanzen mit dem Lock-in-Verstärker

Frank Hommes
und
Kilian Klug

Durchgeführt am:
18 Februar 2004

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung **3**

2 Theoretische Hintergründe **3**

3 Durchführung und Auswertung **4**
3.1 Methoden 5
3.2 Eigenschaften des Lock-in-Verstärkers 6
3.2.1 Durchlasskurve 7
3.2.2 Oberwellentransparenz 7
3.3 Bestimmung der Suszeptibilität 7

4 Anhang **12**

1 Einleitung

Dieser Versuch trägt den Titel ”Messung der Suszeptibilität paramagnetischer Substanzen mit dem Lock-in-Verstärker”. Es werden sowohl einige Stoffe (Ionen Seltener Erden) untersucht als auch einige Eigenschaften der verwendeten Geräte.

2 Theoretische Hintergründe

Bei der Betrachtung von Magnetfeldern unterscheidet man zwischen der magnetischen Flussdichte $\vec{B}$ und der magnetischen Feldstärke $\vec{H}$. Beide hängen über die Induktionskonstante μ_0 wie folgt zusammen:

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

$\vec{M}$ wird hierbei als Magnetisierung bezeichnet und tritt nur auf, wenn sich Materie im Magnetfeld befindet. Nach

$$\vec{M} = \mu_0 \chi \vec{H}$$

hängt die Magnetisierung mit $\vec{H}$ zusammen. Das in dieser Gleichung auftauchende χ ist die gesuchte Suszeptibilität. Wichtig ist hierbei, dass diese kein konstanter Faktor ist, sonder auf komplizierte Weise von H und T abhängt.

Abhängig vom Wert von χ können verschiedene Phänomene beobachtet werden, die auftreten, wenn Materie in ein äußeres Magnetfeld gebracht wird. Diese sind

1. Diamagnetismus bei $\chi < 0$
   Diamagnetismus ist eine Eigenschaft, die alle Stoffe aufweisen. Das äußere Magnetfeld induziert magnetische Momente, wodurch ein entgegengesetzt gerichtetes Feld hervorgerufen und so das Feld insgesamt abgeschwächt wird.

2. Paramagnetismus bei $\chi > 0$
   Paramagnetismus ist nicht bei allen Stoffen zu finden. Er wird durch die Orientierung der mit dem Drehimpuls gekoppelten magnetischen Momente relativ zu einem äußeren Feld hervorgerufen, d.h. er tritt nur dann auf, wenn der Drehimpuls (hier der Ionen) von null verschieden ist. Hier wird das Magnetfeld leicht verstärkt.

3. Ferromagnetismus bei $\chi \gg 0$
   Der Ferromagnetismus tritt nur bei drei Elementen (Eisen, Nickel, Cobalt)

sowie einigen Legierungen auf. Hier wird das Magnetfeld in großem Maße verstärkt und auch nach Abschalten des äußeren Feldes bleibt ein vom Material hervorgerufenes Feld bestehen.

Der Gesamtdrehimpuls J eines Atoms setzt sich aus dem Bahndrehimpuls der Elektronenhülle (L), dem Eigendrehimpuls (Spin, S) und dem Kerndrehimpuls zusammen.

Bei (gerechtfertigter) Vernachlässigung des Letzteren kann man aus den beiden anderen Teilimpulsen den sogenannten Landé-Faktor

$$g_J = \frac{3J(J+1) + (S(S+1) - L(L+1))}{2J(J+1)} \tag{1}$$

definieren. Mit diesem findet man nach längerer Rechnung das Curiesche Gesetz des Paramagnetismus

$$\chi = \frac{\mu_0 \mu_B^2 g_J^2 N J(J+1)}{3kT} \tag{2}$$

mit $\mu_B := \frac{1}{2}\frac{e_0}{m_0}\hbar$ = Bohrsches Magneton, $N = 2\frac{N_L \rho_w}{M_{mol}}$ = Anzahl der Momente pro Volumen. Dieses Gesetz stellt eine Näherung dar und ist nur für hinreichend große Temperaturen T gültig.

Da die vorliegenden Ionen Seltener Erden einen starken Paramagnetismus aufweisen, kann man schließen, dass ihre Elektronenhüllen einen großen Drehimpuls aufweisen. Alle Elektronen bis zur 5p-Schale und auch die beiden 6s-Elektronen spielen keine Rolle, so dass für den Paramagnetismus nur die 4f-Elektronen (bzw. deren Drehimpulse / Spins) verantwortlich sind. Eine Aussage über die Anordnung der Elektronen auf der 4f-Schale, sowie den resultierenden Gesamtdrehimpuls machen die Hundschen Regeln:

1. Die Einzelspins addieren sich zum maximalen, nach dem Pauli-Prinzip erlaubten Gesamtspin.

2. Die Bahndrehimpulse addieren sich zum maximalen, nach dem Pauli-Prinzip erlaubten Drehimpuls unter Beachtung von Regel 1.

3. Der Gesamtdrehimpuls ist J=L-S, wenn die Schale weniger als halbvoll ist und J=L+S wenn sie mehr als halbvoll ist.

3 Durchführung und Auswertung

Der Versuch wurde an der rechten Apparatur durchgeführt.

Die zu untersuchenden Proben liegen in Pulverform vor und befinden sich ein dünnen Glasröhrchen. Damit gelingt es nicht das Innere der Spulen, in die die

Proben eingebracht werden müssen vollständig zu füllen. Aus diesem Grund ist zu beachten, dass sich der Spulenquerschnitt F vom Probenquerschnitt Q unterscheidet. Zudem unterscheidet sich die Dichte pulverförmiger Proben von solchen, die als Einkristall vorliegen, so dass hier der zu verwendende Probenquerschnitt sich nach

$$Q_{real} = \frac{M_p}{L\rho_w} \tag{3}$$

errechnet (M_p=Masse der Probe, L=Länge des Röhrchens, ρ_w =Dichte eines Einkristalls).

Material	S	L	J	$Q_{real}[mm^2]$
Dy_2O_3 (1)	2,5	5	7,5	14,13
Dy_2O_3 (2)	2,5	5	7,5	12,74
Nd_2O_3	1,5	6	4,5	7,56
Gd_2O_3	3,5	0	3,5	13,42

Tabelle 1: Eigenschaften der Proben

3.1 Methoden

Zur Bestimmung der Suszeptibilität kann die Änderung der Induktivität einer Spule benutzt werden, in die das entsprechende Material eingebracht wird. Der Unterschied der Induktivität mit und ohne Materie ist

$$\Delta L = \mu_0 \chi Q \frac{n^2}{l} \tag{4}$$

mit Q=Probenquerschnitt, n=Windungszahl, l=Spulenlänge.

Für die konkrete Messung wird eine Brückenschaltung wie in Abb. 1 verwendet.

Bei der Verwendung einer solchen Schaltung gibt es zwei Möglichkeiten zur Bestimmung der Suszeptibilität. In beiden Fällen wird die Brücke zunächst ohne Probe nach Betrag und Phase auf null abgeglichen.

Bei der ersten Methode wird dann die durch Einführen der Probe entstehende Brückenspannung U_{Br} gemessen. Man findet dann für die Suszeptibilität

$$\chi = 4\frac{F}{Q}\frac{U_{Br}}{U_{Sp}} \tag{5}$$

wenn F der Spulenquerschnitt und U_{Sp} die Speisespannung ist.

Für die zweite Methode werden die Werte des Abgleichwiderstandes benötigt. Mit der Differenz ΔR der Werte vor und nach Einführung der Probe ergibt sich für die Suszeptibilität

$$\chi = 2\frac{F}{Q}\frac{\Delta R}{R_3}. \tag{6}$$

Da die bei der Messung auftretende Brückenspannung sehr klein ist, sind Störspannungen ein nicht vernachlässigbares Problem, da diese durchaus von der gleichen Größenordnung sein können.

Mit dem Lock-in-Verstärker macht man sich die Tatsache zu Nutze, dass die Störspannungen über ein breites Frequenzspektrum verteilt sind, während die zu messende Spannung monofrequent ist. Diese eine Frequenz wird verstärkt, während der größte Teil der störenden Frequenzen herausgefiltert wird.

Entscheidend ist hierbei die Filtercharakteristik des Tiefpasses, nach der die Störspannung mit der Frequenz ω_{Ra} um den Faktor

$$\frac{1}{\sqrt{1+(\omega_{ref}-\omega Ra)^2R^2C^2}} \tag{7}$$

gegenüber der Signalspannung (bzw. deren Gleichspannungsanteil) abgeschwächt wird.

Die durch diesen Ausdruck gegebene Kurve nennt man Durchlasskurve. Ihre Halbwertsbreite wird als

$$\Delta f_{\frac{1}{2}} = 2\frac{\omega_g}{2\pi} = \frac{1}{\pi RC} \tag{8}$$

definiert.

Störspannungen, die in der Nähe der Grenzfrequenz $\omega_g = \frac{1}{RC}$ liegen werden also fast unabgeschwächt durchgelassen. Dies gilt bei der Referenzspannung aufgrund der Rechteckform auch für deren Oberwellen (mit ungeradzahligem n). Die Amplituden fallen hier jedoch $\propto \frac{1}{n}$ ab.

Den Quotienten aus der Referenzfrequenz f_{ref} und der Durchlassbreite nennt man Güte Q:

$$Q := \frac{f_{ref}}{\Delta f_{\frac{1}{2}}} \tag{9}$$

3.2 Eigenschaften des Lock-in-Verstärkers

Zunächst sollten einige Eigenschaften des verwendeten Lock-in-Verstärkers gemessen werden. Dazu wurde ein Aufbau verwendet, wie er schematisch in Abb. 3 dargestellt ist.

3.2.1 Durchlasskurve

Für die Aufnahme einer Durchlasskurve wurde die Ausgangsamplitude des Lock-In-Verstärkers in Abhängigkeit von der Eingangsfrequenz gemessen.

Die interne Referenzfrrequenz lag bei 5 kHz, als Zeitkonstanten wurden 0,3 Sekunden und 3 Sekunden gewählt.

Zeitkonstante [s]	abgelesene Breite der Kurve [mm]	$\Delta f_{\frac{1}{2}abgelesen}[Hz]$	$\Delta f_{\frac{1}{2}gerechnet}[Hz]$	Q
0,3	4	1,91	1,061	4712,39
3	4	1,91	0,106	47123,89

Die Messwerte sowie die daraus erstellten Durchlasskurven sind im Anhang zu finden.

3.2.2 Oberwellentransparenz

Die Oberwellentransparenz wurde untersucht, indem nacheinander Vielfache der Referenzfrequenz von 5 kHz als Eingangsfrequenz eingestellt und die zugehörigen Amplituden am Oszilloskop abgelesen wurden. die versuchsweise eingestellte zweite Oberwelle brachte kein ablesbares Ergebnis, weshalb dann nur noch diejenigen Oberwellen mit ungeradzahligem n eingestellt wurden. In der graphischen Darstellung in Abb. 7 sieht man deutlich die starke Abnahme der Amplitude bei größerem n, wenngleich nicht exakt der erwartete $\frac{1}{n}$-Zusammenhang zu sehen ist.

3.3 Bestimmung der Suszeptibilität

Für die Bestimmung der Suszeptibilität wurde ein ähnlicher Aufbau wie in Abb. refaufbau2 verwendet.

Hier müssen aufgrund der Temperaturabhängigkeit von χ Messspule und Probe möglichst die gleiche Temperatur haben, was eine möglich Fehlerquelle darstellt.

Die verwendete Speisespannung betrug 0,8 V. Bei den Widerstandsmessungen gilt 1 skt = 5 mΩ. R_3 betrug ca. 998 Ω.

Die Suszeptibilität der Dy_2O_3-Probe mit der Masse 20,1g konnte mit der verwendeten Apparatur nur über die Brückenspannung bestimmt werden, da sich der notwendige Widerstand für die Abgleichung nicht einstellen ließ.

Die Ergebnisse sind in Tab. 2 aufgeführt.

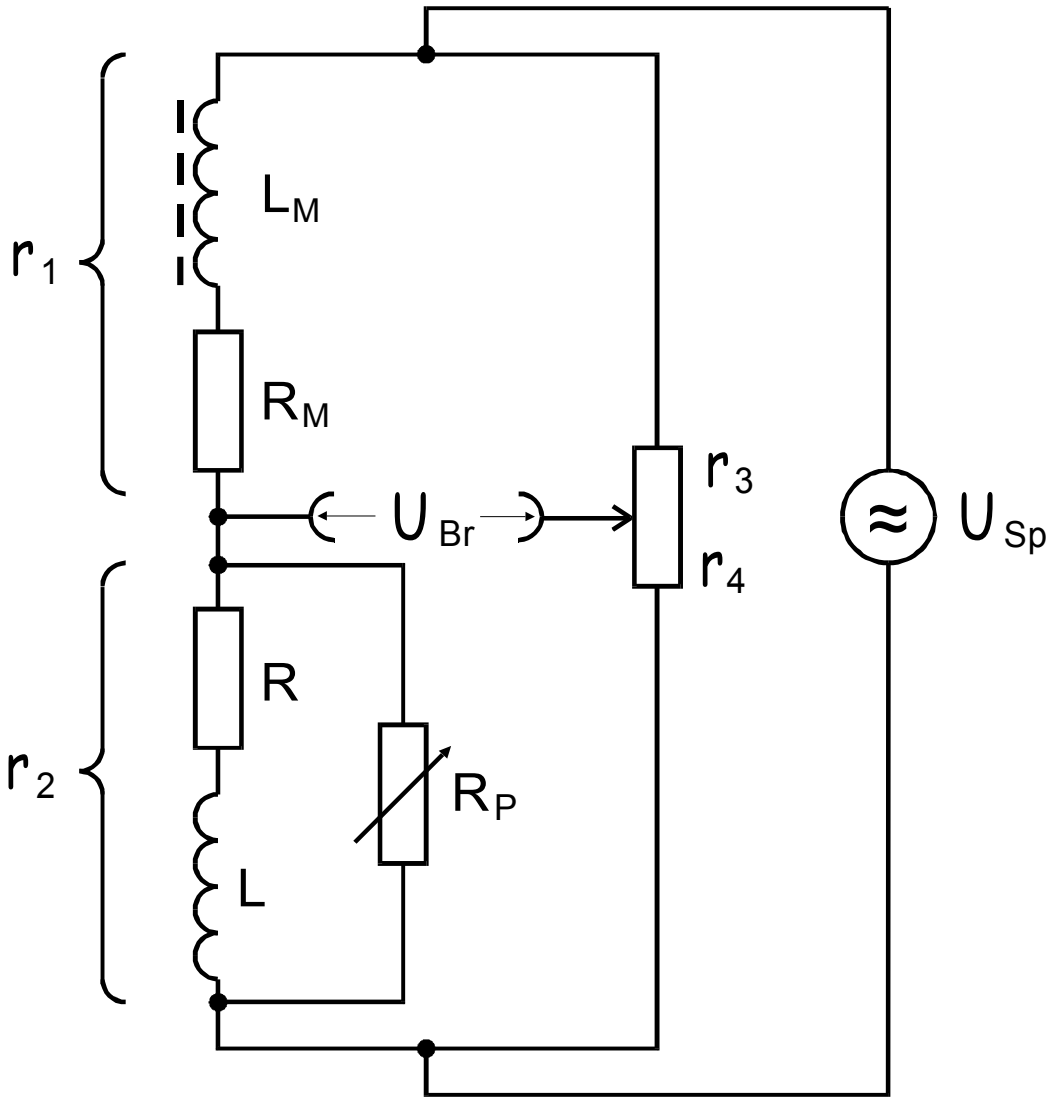


Abbildung 1: Versuchsaufbau zur Untersuchung der Eigenschaften des Lock-in-Verstärkers

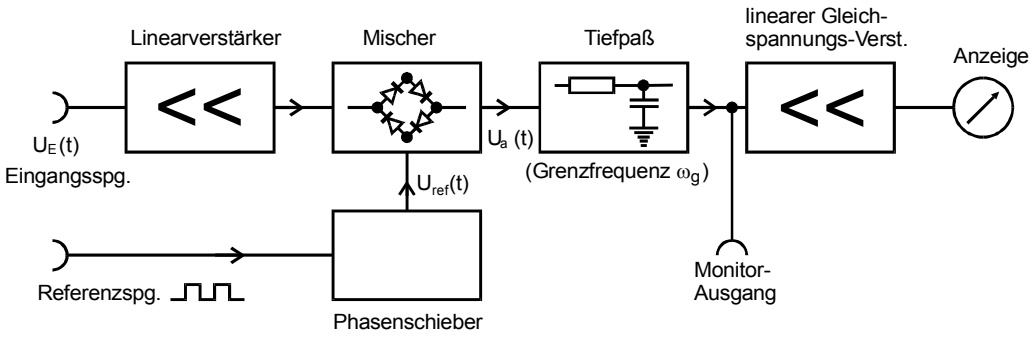


Abbildung 2: Aufbau eines Lock-in-Verstärkers

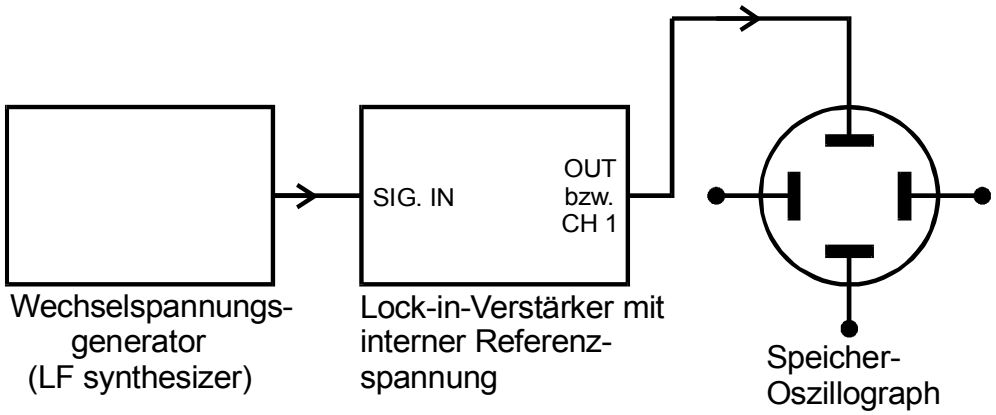


Abbildung 3: Versuchsaufbau zur Untersuchung der Eigenschaften des Lock-in-Verstärkers

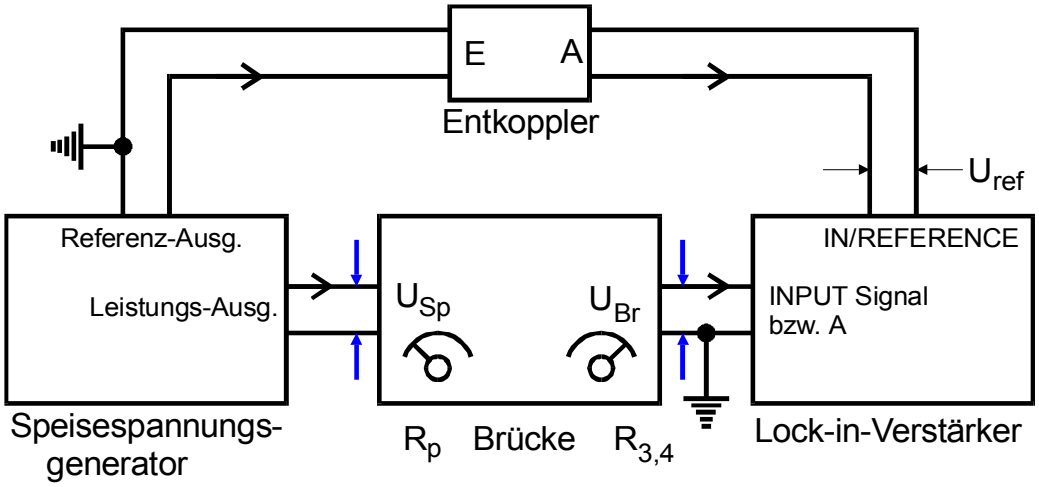


Abbildung 4: Versuchsaufbau zu Bestimmung der Suszeptibilität

Material	U_{Br} in [mV]	R_{anfang} in [skt]	R_{anfang} in [Ω]	R_{end} in [skt]	ΔR in [Ω]	$\chi\,(U_{Br})$	$\chi\,(\Delta R)$
Dy_2O_3 (20,1g)	0,95	310,4	1,552	-	-	0,029	-
Dy_2O_3 (15,1g)	0,65	308,5	1,5425	12,9	1,478	0,022	0,020
Nd_2O_3	0,047	310,2	1,551	289,5	0,1035	0,0027	0,0024
Gd_2O_3	0,41	311,8	1,559	121,1	0,9535	0,013	0,019

Tabelle 2: Ergebnisse zu Berechnung der Suszeptibilität

4 Anhang

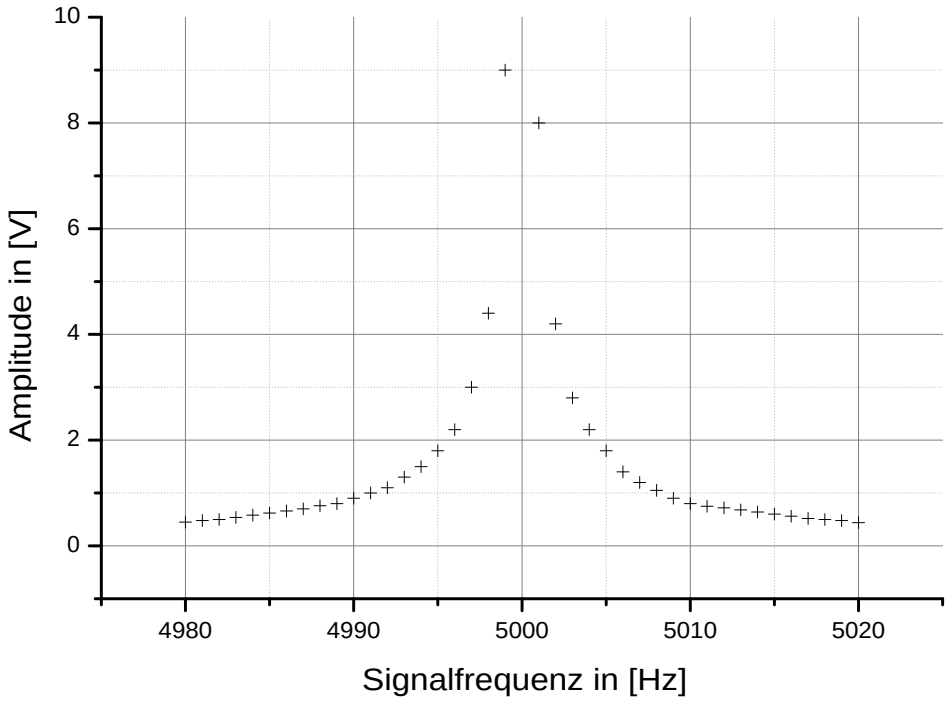


Abbildung 5: Durchlasskurve für 0,3s Zeitkonstante

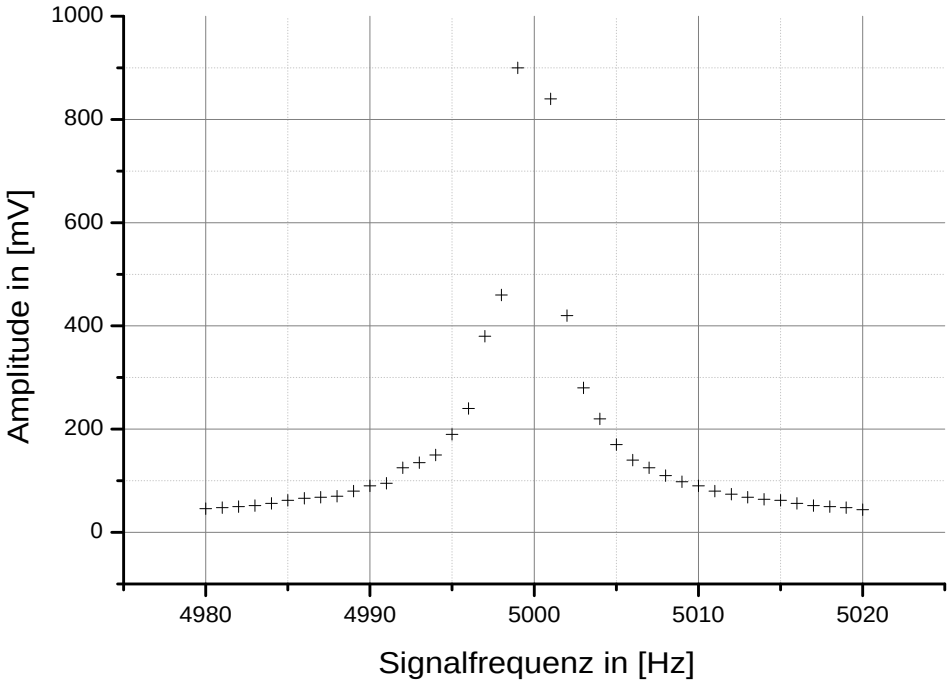


Abbildung 6: Durchlasskurve für 3s Zeitkonstante

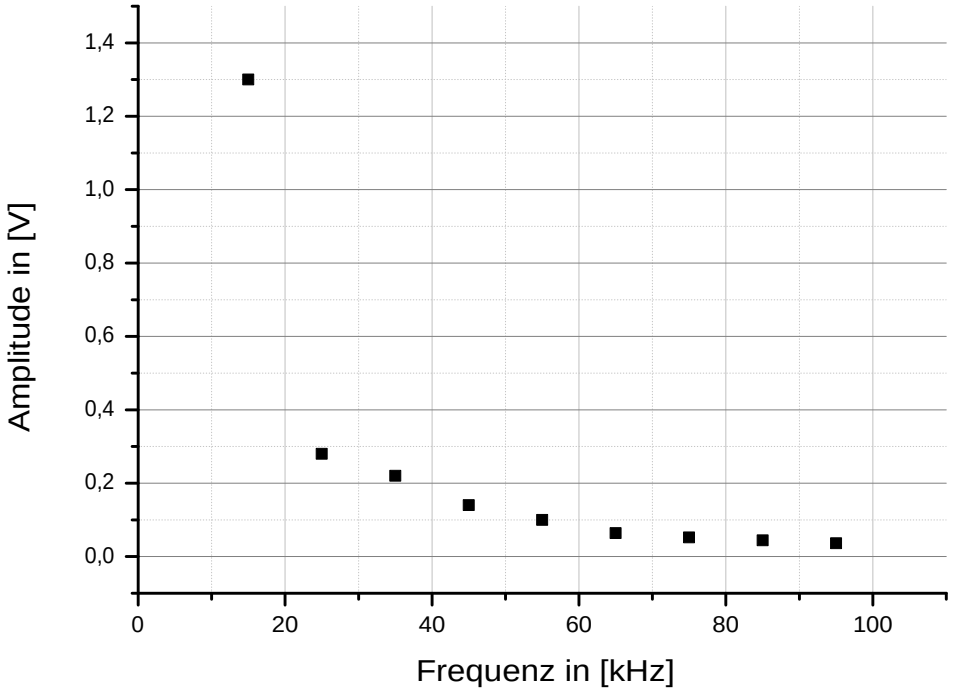


Abbildung 7: Amplituden bei verschiedenen Oberwellen