

Physik III - Anfängerpraktikum- Versuch 606

Sebastian Rollke (103095) und Daniel Brenner (105292)

21. September 2005

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Zielsetzung	2
2	Theorie	2
2.1	Magnetismus in Materie	2
2.2	Berechnung der Suszeptibilität Seltener-Erd-Verbindungen	2
2.3	Die Brückenschaltung	3
2.4	Der Lock-in-Verstärker	4
3	Versuchsdurchführung	5
3.1	Untersuchung der Eigenschaften des Lock-in-Verstärkers	5
3.2	Messung der Suszeptibilität	5
4	Auswertung	6
4.1	Durchlasskurve des Lock-In Verstärkers	6
4.2	Oberwellentransparenz des Lock-In Verstärkers	8
4.3	Die magnetische Suszeptibilität seltener Erden	11
4.3.1	Theoretische Berechnung	11
4.3.2	Experimentelle Bestimmung	12
4.3.3	Vergleich Theorie und Experiment / Fehleranalyse	13

1 Einleitung und Zielsetzung

Ziel des Versuches ist die magnetischen Eigenschaften stark paramagnetischer Substanzen zu untersuchen. Dies wird durch Messung der sogenannten Suszeptibilität χ beschrieben, welche allerdings kaum größere elektrische Signale verursacht als die Störspannungen an empfindlichen elektrischen Messinstrumenten. Zu diesem Zweck wird mit dem Lock-in-Verstärker ein extrem frequenzselektives Messinstrument genutzt. Schlussendlich sollen die gemessenen Werte mit der Theorie verglichen werden.

2 Theorie

2.1 Magnetismus in Materie

Im Vakuum hängt die magnetische Flussdichte \vec{B} auf einfache Weise von der magnetischen Feldstärke \vec{H} und der Induktionskonstante μ_0 ab:

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

In Materie allerdings addiert sich zusätzlich noch die sogenannte Magnetisierung \vec{M}

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

welche gegeben ist durch das äußere magnetische Feld, der Induktionskonstante und dem Faktor χ welcher die sogenannte Suszeptibilität darstellt:

$$\vec{M} = \mu_0 \chi \vec{H} \quad (1)$$

Betrachtet man nun die Suszeptibilität, so muss man zwei Fälle unterscheiden. χ ist dabei bei sogenannten diamagnetischen Molekülen negativ. Diese Eigenschaft beruht auf der Induktion magnetischer Momente durch ein äußeres Feld. Da sich diese induzierten Momente entgegen dem äußeren Feld ausrichten kommt es zu der negativen Suszeptibilität.

Atome, Ionen und Moleküle bei denen die Summe der Drehimpulse hingegen verschwindet sind paramagnetisch. Hierbei nimmt χ einen positiven Wert an und die mit dem Drehimpuls gekoppelten magnetischen Momente richten sich nach einem äußeren Feld aus. Eine solche Orientierung wird allerdings durch die thermische Bewegung der Teilchen permanent gestört, wodurch die Suszeptibilität temperaturabhängig wird.

2.2 Berechnung der Suszeptibilität Seltener-Erd-Verbindungen

Zunächst betrachtet man den Gesamtdrehimpuls \vec{J} der sich aus den einzelnen Vektorsummen der Drehimpulse der Hüllenelektronen sowie dem Kerndrehimpuls aufaddiert. Der Einfluss des Kerndrehimpuls auf den Paramagnetismus lässt sich aber vernachlässigen, wodurch gilt:

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S} \quad (2)$$

mit der Summe $\vec{L} = \sum \vec{l}_i$ der Bahndrehimpulse und der Summe $\vec{S} = \sum \vec{s}_i$ der Spins. Aus der Quantenmechanik folgt schließlich die Brillouin-Funktion, mit welcher im Prinzip die Suszeptibilität berechnet werden könnte, doch folgt daraus eine transzendente Gleichung. Als eine

Näherung lässt sie sich bei Zimmertemperatur und äußeren Magnetfeldern bis zu einem Tesla χ ausdrücken als

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

mit dem Bohrschen Magneton

$$\mu_B = \frac{1}{2} \frac{e_0}{m_0} \hbar,$$

der Anzahl der Momente pro Volumeneinheit N , der Boltzmann-Konstante k , der Temperatur T (in Kelvin) und dem Landé-Faktor

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

an Gleichung (3) erkennt man, daß sich die Suszeptibilität antiproportional zur Temperatur verhält.

Die angenommene Näherung trifft dabei auch auf dieses Experiment zu.

Berechnet man nun den theoretischen Wert, so muss noch der Gesamtdrehimpuls bestimmt werden. Hierzu dienen die Hund'schen-Regeln, die die Anordnung der Elektronen in der unbesetzten 4f-Schale beschreiben:

1. Die Spins \vec{S}_i kombinieren zum maximalen Gesamtspin $\vec{S} = \sum \vec{s}_i$ der nach dem Pauli-Prinzip möglich ist.
2. Die Bahndrehimpulse \vec{l}_i setzen sich so zusammen, dass der maximale Drehimpuls $\vec{L} = \sum \vec{l}_i$, der mit dem Pauli-Prinzip und der Regel 1 verträglich ist, entsteht.
3. Der Gesamtdrehimpuls ist $\vec{J} = \vec{L} - \vec{S}$, wenn die Schale weniger als halb und $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$, wenn die Schale mehr als halb gefüllt ist.

Das erwähnte Pauli-Prinzip beschreibt, dass jedes Elektron sich in mindestens einer seiner Quantenzahlen von den weiteren Elektronen auf der gleichen Schale unterscheiden muss. Hierdurch können nur endlich viele Elektronen auf einer Schale sein.

2.3 Die Brückenschaltung

Um die Suszeptibilität ausreichend genau zu messen, benötigt man eine Methode die eine hohe Auflösung gewährleistet. Hierbei macht man sich nun zu nutze, dass die Suszeptibilität dort zu messen ist, wo Magnetfelder in Materie wirken. So ändert sich etwa die Induktivität einer Spule der Länge l und der Windungszahl n um den Wert

$$\Delta L = \mu_0 \chi Q \frac{n^2}{l}, \quad (4)$$

wenn man in diese eine Probe mit dem Querschnitt Q einbringt. Mit Hilfe einer Brückenschaltung (vgl. Abb. 1) lassen sich sehr genau die durch die Induktivität bedingten Wechselspannungswiderstände messen. Zum einen lässt sich die Brückenspannung messen, die entsteht wenn die zuvor abgegliche Brücke sich in ihrer Induktivität ändert, aus welcher direkt χ folgt:

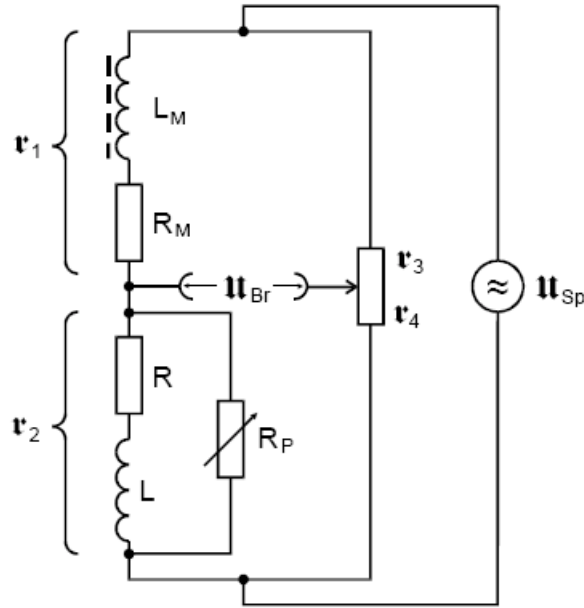


Abbildung 1: Brückenschaltung für eine Suszeptibilitätsmessung

$$\chi = 4 \frac{F U_{Br}}{Q U_{Sp}} \quad (5)$$

mit dem Querschnitt der Spule F und der Speisespannung U_{Sp} .

Zum anderen lässt sich mit Hilfe des Regelwiderstandes r_3 die Brücke wieder abgleichen und aus der Änderung des Widerstandes folgt dann:

$$\chi = 2 \frac{\Delta R F}{r_3 Q} \quad (6)$$

2.4 Der Lock-in-Verstärker

Die Messung der Brückenspannung erzielt zwar sehr genaue Ergebnisse, doch befindet sich diese relativ kleine Spannung im Bereich der immer vorhandenen Störspannungen. Zu diesem Zweck nutzt man den Lock-in-Verstärker (vgl. Abb. 2) als extrem frequenzselektives Messgerät.

Hierbei wird das Eingangssignal verstärkt in einen Mischer gegeben, welcher eine Ausgangsspannung produziert, die ein Produkt dieser Eingangsspannung und einer frequenzgleichen rechteckigen Referenzspannung ist. Dieses Ausgangssignal besteht nun aus einer Wechselspannung mit doppelter Frequenz der Referenzspannung und einer Gleichspannung die proportional zur Signalspannung ist. Durch den Phasenverschieber lässt sich die Gleichspannung auf ein Maximum regeln, da diese abhängig vom Cosinus der Phase ist. Ein Tiefpass filtert anschließend die Wechselspannung heraus.

Die Breite $\nu_{1/2}$ der Durchlasskurve des Lock-in-Verstärkers wird definiert als

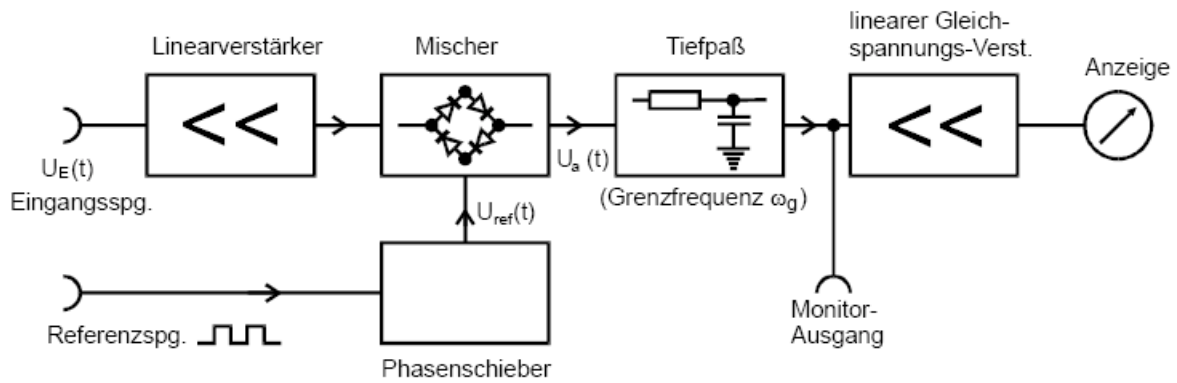


Abbildung 2: Blockschaltbild eines Lock-in-Verstärkers

$$\Delta\nu_{1/2} = \frac{1}{\pi RC} \quad (7)$$

Weiterhin ist die Güte definiert durch die Referenzfrequenz ν_{ref} und die Breite der Durchlasskurve

$$Q := \frac{\nu_{ref}}{\nu_{1/2}} \quad (8)$$

3 Versuchsdurchführung

3.1 Untersuchung der Eigenschaften des Lock-in-Verstärkers

Zur Messung der Breite der Durchlasskurve des Lock-in-Verstärkers, wird ein Wechselspannungsgenerator mit dem Signaleingang des Lock-in-Verstärkers verbunden und eine interne Referenzspannung genutzt. Der Ausgang des Verstärkers ist mit einem Speicher-Oszillographen verbunden. Mit fester Zeitkonstante wird nun die Frequenz variiert und die Ausgangsspannung am Oszillographen abgelesen.

Anschließend wird zur Untersuchung der Oberwelldurchlässigkeit das Eingangssignal auf ganzzahlige Vielfache der Referenzfrequenz eingestellt und wiederum die Ausgangsspannung abgelesen.

3.2 Messung der Suszeptibilität

Zur Messung der Suszeptibilität wird ein Speisespannungsgenerator mit der Brückenschaltung verbunden, welche wiederum direkt mit dem Eingangssignal des Lock-in-Verstärkers verbunden ist. Um zu gewährleisten das Referenz- und Eingangsspannung frequenzgleich sind, verwendet man den entsprechenden Ausgang des Speisespannungsgenerators als externe Referenz. Zunächst muss die Brücke ohne Probe nach Betrag und Phase abgeglichen werden. Anschließend wird eine Probe in die Messspule eingeführt und die Brückenspannung abgelesen. Durch einen wiederholten Abgleich der Brücke wird dann die Differenz des Regelwiderstandes gemessen.

4 Auswertung

4.1 Durchlasskurve des Lock-In Verstärkers

Man nimmt wie oben beschrieben die folgenden Messwerte bei einer Zeitkonstante von $RC = 100\text{ms}$ auf. Die Durchlassfrequenz des Lock-In Verstärkers bestimmt man durch die Messung zu $\nu_{ref} = 5\text{kHz}$.

Die erhaltenen Messwerte sind in Tabelle 1 zu finden, zudem sind sie in Abbildung 3 veranschaulicht (hier ist zusätzlich die Theoriekurve eingezeichnet).

Die Theoriekurve ergibt sich durch die Dämpfungseigenschaften des Tiefpasses durch

$$U = \frac{U_{max}}{\sqrt{1 + ((\nu_{ref} - \nu)^2 \cdot 4\pi^2(RC)^2)}}$$

Wobei RC die Zeitkonstante darstellt. Diese Funktion wurde auf die Messwerte mit der Methode der kleinsten Abstandsquadrate angepasst.

In der folgenden Tabelle steht die Bezeichnung "div" für Skalenteile des Oszilloskops, diese Zahl multipliziert mit dem Meßbereich ergibt dann die Amplitude.

Die Spannung für die Durchlassfrequenz ließ sich nicht bestimmen, da sie außerhalb der Skala des Oszilloskops lag. Durch das fitten der oben angegebenen Funktionen erhält man jedoch einen Wert von $U_{max} = 0,74 \pm 0,005\text{V}$.

Frequenz [Hz]	U [div]	Meßbereich [V/div]	Amplitude [V]
4990	2,4	0,05	0,12
4991	2,6	0,05	0,13
4992	2,8	0,05	0,14
4993	3,2	0,05	0,16
4994	3,8	0,05	0,19
4995	2,2	0,1	0,22
4996	2,8	0,1	0,28
4997	3,4	0,1	0,34
4998	2,4	0,2	0,48
4999	3,1	0,2	0,62
5000	-	-	-
5001	3,2	0,2	0,64
5002	2,2	0,2	0,44
5003	3,4	0,1	0,34
5004	2,6	0,1	0,26
5005	2,2	0,1	0,22
5006	3,6	0,05	0,18
5007	3,1	0,05	0,16
5008	2,8	0,05	0,14
5009	2,6	0,05	0,13
5010	2,2	0,05	0,11

Tabelle 1: Amplitude in Abhängigkeit der Frequenz

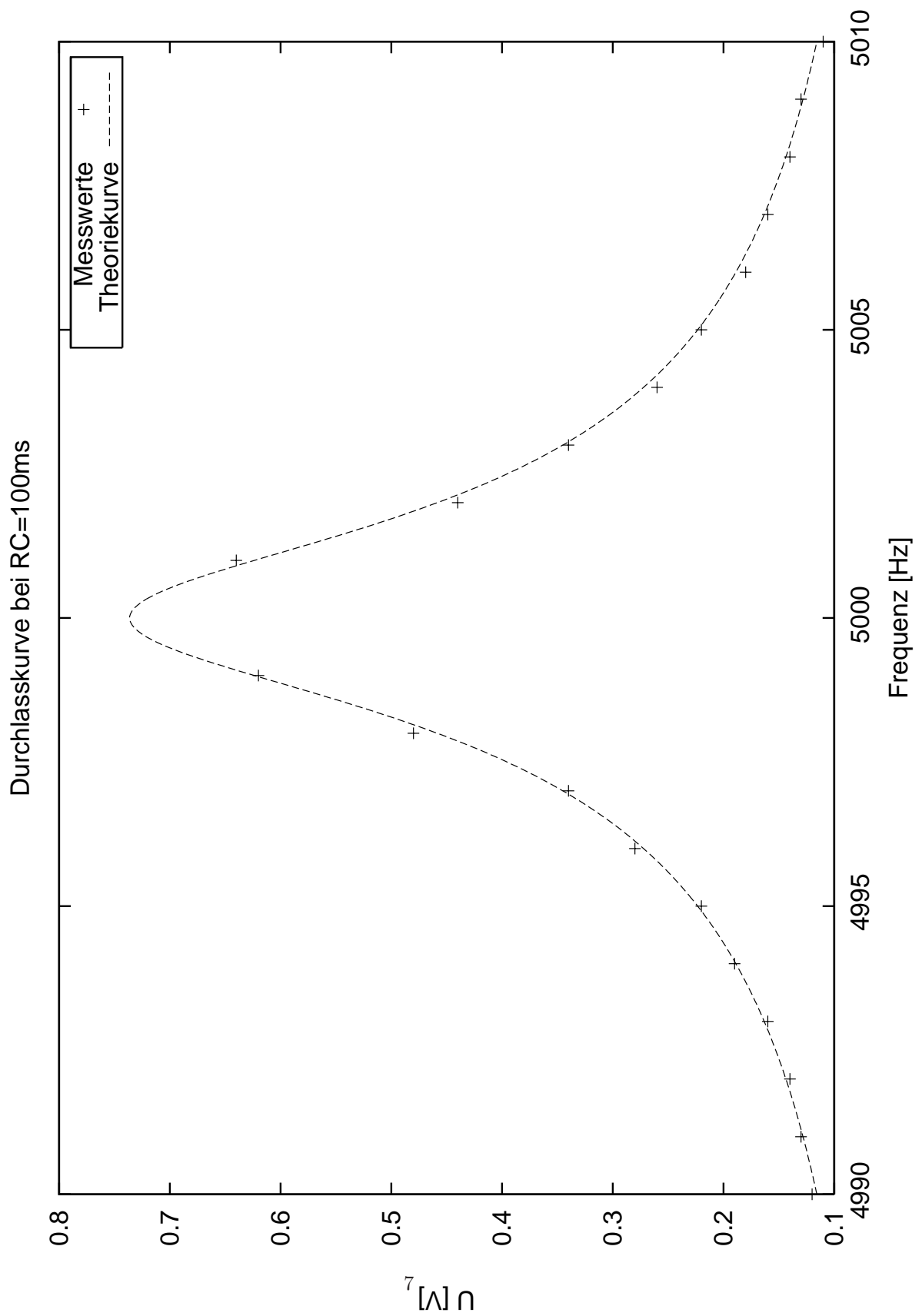


Abbildung 3: Durchlasskurve des Lock-in-Verstärkers

4.2 Oberwellentransparenz des Lock-In Verstärkers

Bei der Beobachtung der verschiedenen Oberwellen auf dem Oszilloskop beobachtet man, daß die Oberwellen mit geradem n keine feste Amplitude und Phase besitzen sondern sich stetig verändern. Man beobachtet Schwebungen auf dem Oszilloskop, die das Messergebnis offensichtlich verfälschen.

Betrachtet man hingegen nur die Oberwellen mit nicht-geradzahligen n (bei denen auch die Selektionseinbrüche des Lock-In Verstärkers zu erwarten sind), so fällt auf daß ihre Amplitude in etwa mit $1/n$ abfällt. Die gemessenen Amplituden der Oberwellen sind in Tabelle 4 (geordnet nach geraden bzw. ungeraden Oberwellen) dargestellt. Die erste Oberwelle ($n=1$) ist nicht aufgeführt, da eine Messung nicht möglich war, da sie ausserhalb der Skala des Oszilloskops lag.

Bei den geradzahligen n , sind die Spannungen in etwa der höchste Ausschlag der Kurve. Jedoch ließ dieser sich nur sehr ungenau bestimmen. Eine aussagekräftige Fehlerangabe bzw. Abschätzung kann aufgrund der starken Schwankungen auch nicht gemacht werden.

Abbildung 4 stellt die Amplitude in Abhängigkeit der Ordnung der Oberwelle dar. Abbildung 5 beschränkt sich dabei auf die ungeraden Oberwellen und enthält zusätzlich eine an die Oberwellen angepasste Funktion der Form $f(n) = \frac{a}{n} + c$ um den erwarteten Verlauf der Oberwellen darzustellen.

Man erkennt daß diese recht genau auf der Hyperbel liegen (Fehler von $\approx 8,6\%$ bei der Ausgleichsrechnung). Den einzigen Ausreißer stellt die 5-te Oberwelle dar.

Oberwelle (n)	ν [kHz]	U_{max} [div]	Meßbereich [V/div]	U_{max} [V]
2	10	3,2	0,10	0,32
4	20	2,4	0,05	0,12
6	30	2,6	0,05	0,13
8	40	2,6	0,05	0,13
10	50	2,0	0,02	0,04
3	15	3,2	0,10	0,32
5	25	2,8	0,05	0,14
7	35	2,1	0,05	0,11
9	45	4,0	0,02	0,08
15	75	2,0	0,02	0,04

Tabelle 2: Oberwellentransparenz des Lock-In verstärkers

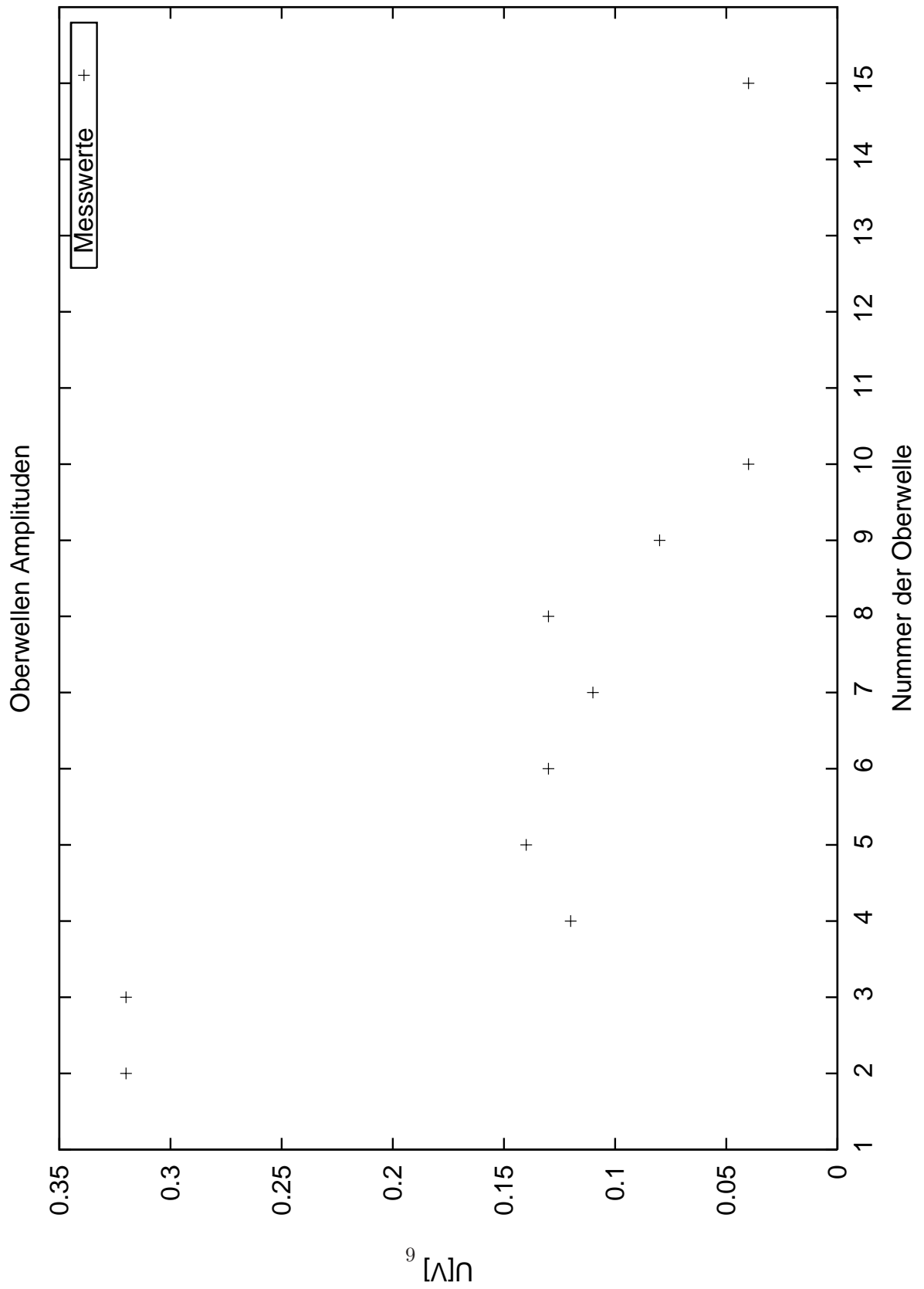


Abbildung 4: Oberwellentransparenz des Lock-in-Verstärkers

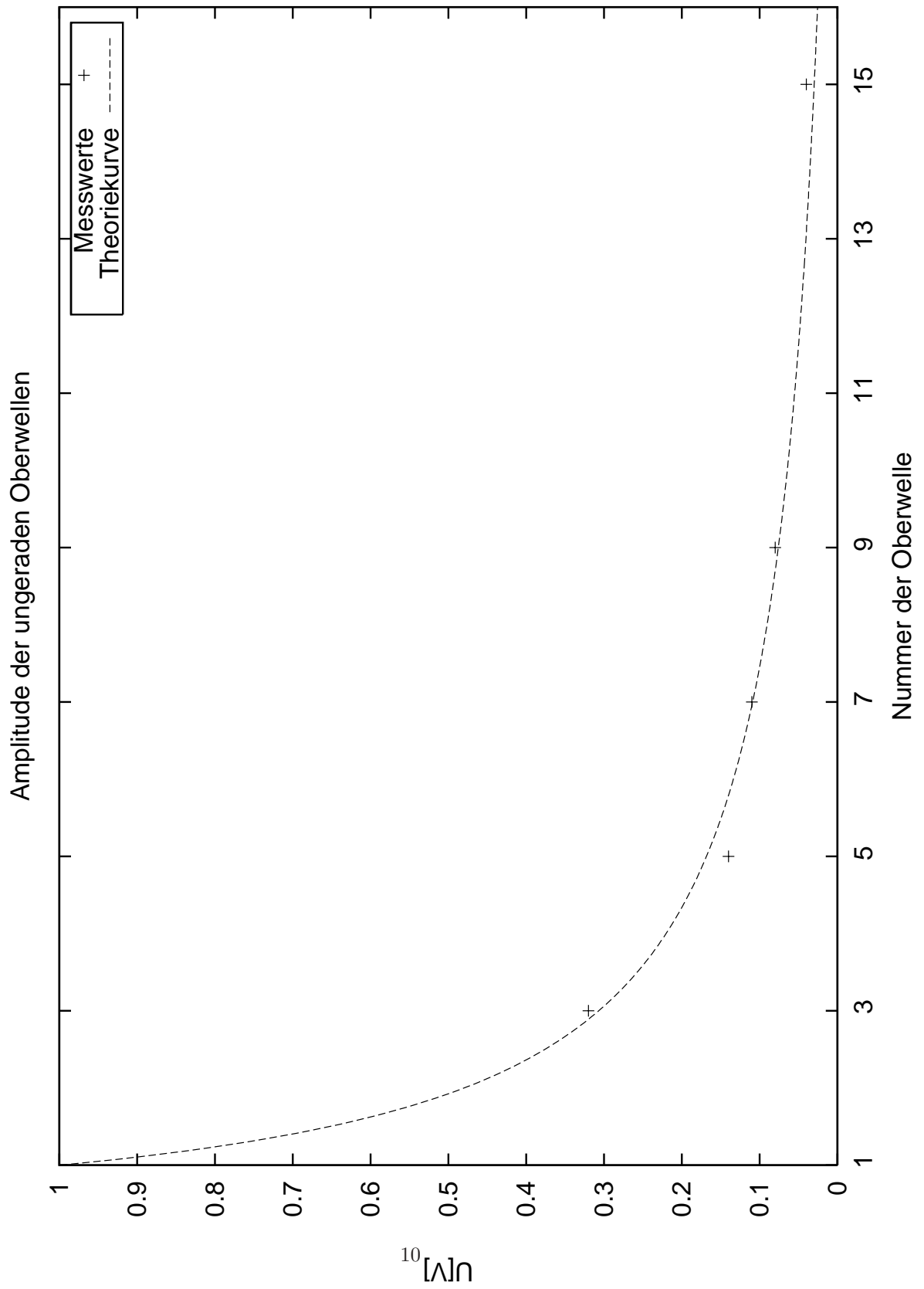


Abbildung 5: Ungerade Oberwellen

4.3 Die magnetische Suszeptibilität seltener Erden

4.3.1 Theoretische Berechnung

Die magnetische Suszeptibilität berechnen wir theoretisch wie in Abschnitt 2.2 angegeben. Als Proben verwenden wir die Elemente Dy_2O_3 , Gd_2O_3 und Nd_2O_3 . Entsprechend berechnen wir für diese Elemente auch die theoretische Suszeptibilität.

Aus den Hund'schen Regeln ergeben sich dann die in Tabelle 3 angegebenen Werte für Spin, Drehimpuls und daraus resultierend der Landé-Faktor.

Die dort angegebenen Daten erhält man dabei wie folgt:

Da die Nebenquantenzahl l für f-Elektronen 3 beträgt ergeben sich für die möglichen Orientierungsquantenzahlen ($m = 2l+1$) sieben Möglichkeiten $(-3;-2;-1;0;1;2;3)$.

Die drei Nd_2O_3-4f -Elektronen nehmen nach der ersten Hund'schen Regel gleichen Spin an ($3 \frac{1}{2}$). Sie können dann nicht mehr in ihren Orientierungsquantenzahlen übereinstimmen und ordnen sich gemäß der zweiten Regel zu maximalem Drehimpuls an ($3+2+1$). Die sieben Gd_2O_3-4f -Elektronen belegen wiederum den gleichen Spin ($7 \frac{1}{2}$). Die Drehimpulse heben sich hier gerade auf $(-3-2-1+0+3+2+1)$.

Für die neun Dy_2O_3-4f -Elektronen ist kein gleicher Spin mehr möglich, da nur sieben Mögliche Orientierungsquantenzahlen bereit stehen. Daher nehmen zwei Elektronen negativen Spin an ($7 \frac{1}{2} - 2 \frac{1}{2}$).

Zum Drehimpuls des Gd_2O_3 kommen hier noch zwei Elektronen hinzu die wiederum maximalen Spin annehmen ($3+2$).

	Dy_2O_3	Gd_2O_3	Nd_2O_3
4f-Elektronen	9	7	3
Spin S	2,5	5	3,5
Drehimpuls L	5	0	6
Gesamtdrehimpuls J	7,5	3,5	4,5
Landé-Faktor g_j	1,33	2	0,73

Tabelle 3: Quanteneigenschaften der verwendeten Proben

Nach (3) erhalten wir dann die folgenden Werte für die Suszeptibilität der verschiedenen Substanzen. Als Temperatur verwenden wir einen Wert von $T=293$ K. Die Anzahl der Momente pro Volumeneinheit berechnet sich dabei nach

$$N = 2N_A \frac{\rho}{M_{Mol}}$$

Wir erhalten somit

$$\begin{aligned} \chi_{Dy_2O_3} &= 0,0254 \\ \chi_{Gd_2O_3} &= 0,0138 \\ \chi_{Nd_2O_3} &= 0,00302 \end{aligned}$$

4.3.2 Experimentelle Bestimmung

Wir führten die oben beschriebenen Messungen an den 4 Proben durch. Die erhaltenen Messergebnisse und Eigenschaften der Proben sind in Tabelle 4 dargestellt. Die Suszeptibilität berechnet sich dabei nach (5) bzw. (6).

Die Speisespannung hatte eine Amplitude von 0,96 V. Die Spule hatte einen Querschnitt von $F = 86,6 \text{ mm}^2$ und der Widerstand r_3 den Wert $r_3 = 998 \Omega$. Wichtig für die Berechnung ist der reale Querschnitt der Probe (man nimmt hierbei den Querschnitt an, den die Probe haben müßte, wenn sie ein Einkristall wäre). Dieser berechnet sich nach

$$Q = \frac{M}{\rho L}$$

mit der Länge der Probe L, ihrer Dichte ρ und ihrer Masse M.

Probe	Dy_2O_3	Dy_2O_3	Gd_2O_3	Nd_2O_3
Gewicht [g]	20,1	15,1	15,0	9,2
Dichte [g/cm^3]	7,8	7,8	7,40	7,24
Länge [mm]	154	158	150	153
+/- [mm]	1	2	1	1
4f- Elektronen	9	9	7	3
U_{Br} [μV]	90	60	45	10
$R_{vorh.}$ [Skalenteile]	480,5	372,0	371,0	372,0
$R_{nachh.}$ [Skalenteile]	41,5	70,5	181,5	347
ΔR [Ω]	2,2	1,51	0,95	0,13
Q_{real} [mm^2]	16,73	12,25	13,51	8,31
$\chi_{exp.}$ mit U_{Br}	0,019	0,018	0,012	0,004
$\chi_{exp.}$ mit ΔR	0,023	0,021	0,012	0,003
Fehler	0,65%	1,27%	0,67%	0,65%
$\chi_{theor.}$	0,025	0,025	0,014	0,003

Tabelle 4: Suszeptibilität einiger seltener Erden

Die Suszeptibilität ist fehlerbehaftet. Der relative Fehler entspricht dabei dem relativen Fehler der Länge (welcher somit auch der relative Fehler von Q ist).

Sicherlich treten weitere Fehler auf, die jedoch nicht quantitativ bekannt sind. Als Beispiele seien hier unbekannt Abweichungen des vom angegebenen Widerstand r_3 oder z.B. Messfehler bei der Spannungsmessung.

In Tabelle 7 sind zusätzlich Literaturwerte aus "Landold, Börnstein" angegeben. Diese waren aus den in diesem Buch abgebildeten Graphen abzulesen (s.Anhang) und waren als $1/\chi \frac{mol}{cm^3}$ angegeben. Durch bilden des Kehrwerts, Multiplikation mit dem Volumen und Division durch die Molzahl der Probe erhält man somit den gesuchten Wert für die Suszeptibilität. Das Volumen erhielt man durch $Volumen = Masse/Dichte$.

Es fallen jedoch sehr große Abweichungen zwischen den theoretisch/experimentell bestimmten Werten und den Literaturwerten um bis zu zwei Zehnerpotenzen auf. Zwar gibt es durchaus einige Fehlerquellen bei diesem Versuch, jedoch sollten diese eigentlich keine Störungen in diesen Größenordnungen hervorrufen.

	Dy_2O_3	Dy_2O_3	Gd_2O_3	Nd_2O_3
Dichte [g/cm^3]	7,8	7,8	7,4	7,24
Gewicht [g]	20,1	15,1	15	9,2
Volumen [cm^3]	2,58	1,94	2,03	1,27
Molekulargewicht	373	373	362,5	336,48
Anzahl Teilchen [mol]	0,05	0,04	0,04	0,03
Literaturwert ($1/\chi^{-1}[mol/cm^3]$)	40	40	22	115
1/Literaturwert ($\chi[cm^3/mol]$)	0,03	0,03	0,05	0,01
Suszeptibilität (χ)	$5,23 \cdot 10^{-4}$	$5,23 \cdot 10^{-4}$	$9,28 \cdot 10^{-4}$	$1,87 \cdot 10^{-4}$
$\chi_{exp.}$	$2,54 \cdot 10^{-2}$	$2,54 \cdot 10^{-2}$	$1,38 \cdot 10^{-2}$	$3,02 \cdot 10^{-3}$
$\chi_{exp.}$ mit U_{Br}	$1,94 \cdot 10^{-2}$	$1,77 \cdot 10^{-2}$	$1,20 \cdot 10^{-2}$	$4,34 \cdot 10^{-3}$
$\chi_{exp.}$ mit ΔR	$2,28 \cdot 10^{-2}$	$2,14 \cdot 10^{-2}$	$1,22 \cdot 10^{-2}$	$2,61 \cdot 10^{-3}$

Tabelle 5: Literaturwerte

4.3.3 Vergleich Theorie und Experiment / Fehleranalyse

Die beiden Experimente und die Theorie stimmen Größenordnungsmäßig überein, jedoch stellt man teilweise doch sehr erhebliche Abweichungen fest. Die genauen Unterschiede zwischen den verschiedenen Verfahren sind in den folgenden Tabellen aufgelistet.

Ursachen für die Fehler könnten Temperaturunterschiede der Proben sowie evtl. Störeinflüsse auf die Messapparatur sein. Solche Einflüsse könnten zum Beispiel äußere elektromagnetische Felder sein, die Auswirkungen auf das empfindliche Messverfahren haben.

	$Dy_2O_3(20,1g)$	$Dy_2O_3(15,1g)$	Gd_2O_3	Nd_2O_3
$\chi_{exp.}$ mit U_{Br}	0,019	0,018	0,012	0,004
$\chi_{exp.}$ mit ΔR	0,023	0,021	0,012	0,003
Differenz	17,30%	20,84%	1,27%	39,88%
	$Dy_2O_3(20,1g)$	$Dy_2O_3(15,1g)$	Gd_2O_3	Nd_2O_3
$\chi_{exp.}$ mit U_{Br}	0,019	0,018	0,012	0,004
$\chi_{theor.}$	0,025	0,025	0,014	0,003
Differenz	30,88%	43,75%	14,85%	30,49%
	$Dy_2O_3(20,1g)$	$Dy_2O_3(15,1g)$	Gd_2O_3	Nd_2O_3
$\chi_{exp.}$ mit ΔR	0,023	0,021	0,012	0,003
$\chi_{theor.}$	0,025	0,025	0,014	0,003
Differenz	11,57%	18,96%	13,41%	15,62%

Tabelle 6: Vergleich Theorie und Experiment