## VERSUCH 606

# Messung der Suzeptibilität paramgnetischer Substanzen

Tabea Hacheney tabea.hacheney@tu-dortmund.de

Bastian Schuchardt bastian.schuchardt@tu-dortmund.de

Durchführung: 14.06.2022 Abgabe: 21.06.2022

TU Dortmund – Fakultät Physik

# Inhaltsverzeichnis

1	Ziels	setzung	3			
2	The 2.1 2.2 2.3					
3	<b>Dur</b> (3.1	chführung Messung der Suszeptibilität	<b>7</b> 7			
4	<b>Aus</b> v 4.1 4.2	wertung Filterkurve des Selektiv-Verstärkers	<b>8</b> 8 9			
5	<b>Disk</b> 5.1 5.2	Filterkurve des Selektiv-Verstärkers	11 11 11			
Lit	eratı	ır	12			
Ar	Anhang 12					

## 1 Zielsetzung

Es soll die Suszeptibilität paramgnetischer Stoffe bestimmt werden. Dies wird durch eine Brückenschaltung für drei verschiedene seltene Erden realisiert.

#### 2 Theorie

Die magnetische Flussdichte  $\vec{B}$  und die magnetische Feldstärke  $\vec{H}$  hängen in Materie durch die Beziehung

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \vec{M} \tag{1}$$

ab. Dabei ist  $\vec{M}$  die Magnetisierung und  $\mu_0$  die magnetische Feldkonstante.  $\vec{M}$  hängt von  $\vec{H}$  durch die Suszeptibilität  $\chi$  durch

$$\vec{M} = \mu_0 \left( \chi + 1 \right) \vec{H} \tag{2}$$

ab.  $\chi$  ist dabei keineswegs eine Konstante, sondern hängt in komplizierter Weise von  $\vec{H}$  und der Temperatur T ab. Allgemein tritt für alle Atome der Diamagnetismus auf, da er durch ein von außen angelegtes Magnetfeld magnetische Momente im Atom induziert, so dass ein dem äußeren entgegengestztes Magnetfeld induziert wird. In diesem Fall ist  $\chi < 0$ . Im Gegensatz dazu tritt der Paramagnetismus nur bei Atomen, Molekülen oder Ionen auf, die keinen verschwindenden Gesamtdrehimpuls  $\vec{J}$  haben. Er entsteht dadurch, dass sich die mit dem Drehimpuls gekoppelten magnetischen Momente relativ zum äußeren Magnetfeld ausrichten. Da die magnetischen Momente durchgängig durch die thermische Bewegung gestört werden, ist der Paramagnetismus temperaturabhängig. Für den Diamagnetismus trifft dies nicht zu. Der Gesamtdrehimpuls setzt sich aus dem Bahndrehimpuls  $\vec{L}$  und dem Spin  $\vec{S}$  durch

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$$

zusammen. Die magnetischen Momente zum Drehimpuls und Spin ergeben sich zu

$$\vec{\mu}_{\mathrm{L}} = -\frac{\mu_{\mathrm{B}}}{\hbar} \vec{L}$$

und

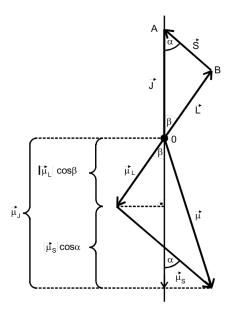
$$\vec{\mu_{\mathrm{S}}} = -g_{\mathrm{S}} \frac{\mu_{\mathrm{B}}}{\hbar} \vec{S} \,.$$

 $\hbar$  ist dabei das reduzierte Plancksche Wirkungsquantum,  $\mu_{\rm B}=\frac{e_0\hbar}{2m_0}$  das Bohrsche Magneton und  $g_{\rm S}$  das gyromagnetische Verhältnis des freien Elektrons. Aus den geometrischen Zusammenhänge aus Abbildung 1 ergibt sich

$$|\vec{\mu_{\rm J}}| = |\vec{\mu_{\rm S}}|\cos\alpha| + |\vec{\mu_{\rm L}}|\cos\beta$$

Weiterhin gelten für  $|\vec{\mu_L}|$  und  $|\vec{\mu_S}|$ 

$$\begin{split} |\vec{\mu_{\rm L}}| &= \mu_{\rm B} \sqrt{L \left(L+1\right)} \\ |\vec{\mu_{\rm S}}| &= g_{\rm S} \mu_{\rm B} \sqrt{S \left(S+1\right)} \,. \end{split}$$



**Abbildung 1:** Vektordiagramm der Drehimpulsvektoren und den magnetischen Momenten [2].

Mit Hilfe des durch

$$g_{\mathrm{J}} = \frac{3J(J+1) + S\left(S+1\right) - L\left(L+1\right)}{2J(J+1)}$$

definierten Lande-Faktors ergibt sich dann

$$|\vec{\mu}_{\mathrm{J}}| pprox \mu_{\mathrm{B}} g_{\mathrm{J}} \sqrt{J(J+1)}$$
 .

Daraus ergibt sich dann die potentielle Energie der Ausrichtung mit der Ausrichtungsquantenzahl m zu

$$E_{\rm m} = \mu_{\rm B} g_{\rm J} m \,. \tag{3}$$

Anschließend spalten sich die Energieniveaus durch den Zeeman-Effekt auf. Um nun die Magnetisierung zu bestimmen wird ein mittleres magnetisches Moment bestimmt, dass sich mit Hilfe der Brillouin-Funktion bestimmen lässt. Die magnetischen Momente sind nach der Boltzmann-Verteilung verteilt. Da sich im Allgemeinen eine tranzendente Gleichung ergibt, wird eine Näherung für hohe Temperaturen bzw. Raumtemperatur und schwache Felder benutzt, so dass sich die Magnetisierung zu

$$M=\frac{1}{3}\mu_0Ng_{\mathrm{J}}^2\mu_{\mathrm{B}}^2\frac{J(J+1)\,B}{kT}$$

und daraus die Suszeptibilität zu

$$\chi = \frac{1}{3}\mu_0 N g_{\rm J}^2 \mu_{\rm B}^2 \frac{J(J+1)}{kT} \,. \tag{4}$$

Es ergibt sich die aus dem Curieschen Gesetz bekannte  $\frac{1}{T}$ -Abhängigkeit des Paramagnetismus

#### 2.1 Suszeptibilität seltener Erden

Da seltene Erden einen starken Paramagnetismus aufweisen, müssen die Elektronenhüllen große Drehimpulse aufweisen. Dies lässt sich durch die 4f-Elektronen erklären, die in der 6s-Schale liegen und erst ab Ordnungszahlen größer gleich 58 auftreten. Der Gesamtdrehimpuls der 6s-Schale lässt sich mit Hilfe der Hundschen Regeln bestimmen. Wenn die Schale weniger als die Hälfte gefüllt ist, bestimmt sich der Gesamtdrehimpuls zu  $\vec{J} = \vec{L} - \vec{S}$  und wenn die Schale mehr als die Hälfte gefüllt ist, bestimmt sich der Gesamtdrehimpuls zu  $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$ . Dabei gilt für  $\vec{L}$  und  $\vec{S}$ 

$$ec{L} = \sum_{\mathrm{i}} ec{l}_{\mathrm{i}} \ ec{S} = \sum_{\mathrm{i}} ec{s}_{\mathrm{i}} \, .$$

### 2.2 Messapparatur zur Bestimmung der Suszeptibilität

Um ein Magnetfeld zu erzeugen wird eine lange Spule verwendet, da in ihrem Inneren das Magnetfeld annähernd homogen ist. Für das Induktivität L einer langen Spule gilt

$$L = \mu_0 \frac{n^2}{l} F.$$

Dabei sind n die Anzahl der Windungen l die Länge der Spule und F der Querschnitt der Spule. Um den Umstand mit ein zu beziehen, dass die Probe die Spule nicht ganz ausfüllt, kann die Formel zu

$$L_{\rm M} = \mu_0 \frac{n^2 F}{I} + \chi \mu_0 \frac{n^2 Q}{I} \tag{5}$$

bestimmt werden, wobei Q der Querschnitt der Spule ist. Da die Induktivitäten der gefüllten Spule und der im Vakuum nur sehr gering ist, wird eine hohe Messauflösung benötigt. Zur Messung werden deshalb zwei möglichst identische Spulen verwendet. In die eine Spule wird die Messprobe eingeführt und die andere wird leer gelassen. Mit Hilfe einer Brückenschaltung lässt sich nun die Suszeptibilität über zwei Methoden bestimmen. Der Schaltplan der verwendeten Brückenschaltung ist in Abbildung 2 angegeben. Bei der ersten Methode wird nach Abgleichen der Brücke die Spannung  $U_{\rm Br}$  gemessen, wenn die Probe eingeführt wird. Bei der zweiten Methode wird die Brücke wieder zuerst abgeglichen und nach Einführen der Probe erneut abgeglichen. Aus der Änderung der Abgleichelemente kann dann die Suszeptibilität bestimmt werden. Für die erste Methode bestimmt sich  $\chi$  unter Verwendung der Knoten- und Maschenregel, dem Umstand, dass  $\Delta L << L$  gilt und der Annahme, dass hinreichen hohe Messfrequenzen verwendet werden, zu

$$\chi = 4 \frac{F}{Q} \frac{U_{\rm Br}}{U_{\rm Sp}} \,. \tag{6}$$

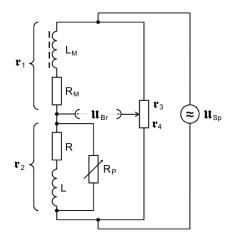


Abbildung 2: Brückenschaltung zweier Spulen zur Bestimmung der Suszeptibilität [2].

Für die zweite Methode wird  $\chi$  unter Verwendung der Abgleichbedingung  $r_1R_4=r_2R_3$  für eine kleine Abweichung  $\Delta R$  und der Annäherung  $\Delta L << L$  zu

$$\chi = 2\frac{\Delta R}{R_3} \frac{F}{Q} \tag{7}$$

bestimmt.

## 2.3 Verfahren zur Unterdrückung der Störspannung

Die Messung der Brückenspannung stellt sich als schwierig dar, da Störspannungen an den Ausgangsklemmen die Brückenspannung überdecken können. Da es sich um monofrequente Signalspannungen handelt, lässt sich dieses Problem mit Hilfe eines Selektivverstärkers eleiminieren. Dabei ist die Filterkurve eines Selektivverstärkers eine Glockenkurve, wie in Abbildung 3 abgebildet. Die Filterkurve beschreibt die Abhängigkeit des Quotienten

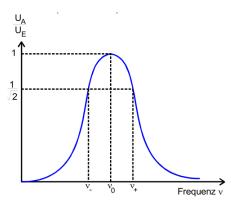


Abbildung 3: Fiterkurve eines Selektrivverstärkers [2].

aus Ausgangs- und Eingangsspannung  $\frac{U_{\rm A}}{U_{\rm B}}$  zur Frequenz  $\nu$ . Dabei gilt die Breite der

Filterkurve ist proportional zur Spannungsunterdrückung. Dieser Zusammenhang lässt sich durch die Güte Q eines Selektivverstärkers durch

$$Q = \frac{\nu_0}{\nu_+ - \nu_-} \tag{8}$$

ausdrücken. Hier sind  $\nu_{\pm}$  die Frequenzen bei denen die Filterkurve den Werte  $\frac{1}{\sqrt{2}}$  erreicht haben.

## 3 Durchführung

Die verwendet Messapparatur ist in Abbildung 4 dargestellt. Um Störspannungen zu vermeiden, wird ein Selektivverstärker verwendet. Weiterhin werden zur Signalverstärkung 10xSignalverstärker verwendet. Mit Hilfe eines Sinusgenerators können Frequenzen von

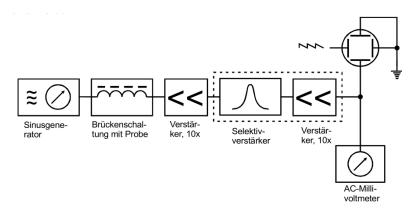


Abbildung 4: Blockschaltbild der Messapparatur

15 kHz bis 40 kHz erzeugt werden. Um die Filterkurve zu bestimmen, wird an einem Voltmeter Messwerte im einstelligen Volt Bereich abgelesen und die Frequenz in einem Bereich um das Spannungsmaximum eingestellt. Zur Bestimmung des Spannungsmaximus kann aufgrund der einfacheren Ablesbarkeit ein Oszilloskop verwendet werden. Außerdem werden um das Spannungsmaximum mehr Messwerte aufgenommen, da dort eine stärkere Steigung zu erwarten ist, die sich nur mit ausreichend Messwerten gut darstellen lässt.

#### 3.1 Messung der Suszeptibilität

Die Messwerte der zwei beschriebenen Verfahren zur Bestimmung der Suszeptibilität können der gleichen Messreihe entnommen werden. Da die Proben im staubförmigen Material vorliegen, ist die Dichte der Proben geringer als der eines Einkristalles. Die reale Querschnitt  $Q_{\rm Real}$  bestimmt sich zu

$$Q_{\text{Real}} = Q \frac{M_{\text{p}}}{l\rho_{\text{w}}}.$$
 (9)

Dabei ist  $M_{\rm p}$  die Masse, l die Länge der Probe und  $\rho_w$  die Dichte des Einkristalls. Die Länge der Probe wird mit einer Schieblehre bestimmt. Weiterhin sollte die Probe nicht zu lange in der Hand gehalten werden, da die Probe sich erwärmt und die Suszeptibilität temperaturabhägnig ist. Als erstes wird die durch den variabel einstellbaren Widerstand  $R_{\rm P}$  die Spannung auf ein Minimum geregelt und sowohl die gemessene Spannung als auch der Widerstand werden aufgeschrieben. Danach wird die Probe eingeführt und die gemessene Spannung notiert, um Messwerte für die erste Methode zu erhalten. Weiterhin wird die Spannung erneut über den regelbaren Widerstand minimiert und aufgeschrieben, so dass sich auch Messwerte für die zweite Methode zu Bestimmung der Suszeptibilität ergeben. Dieses Verfahren wird für drei unterschiedliche Proben seltener Erden je dreimal wiederholt.

## 4 Auswertung

Im Folgenden wird die Fehlerfortpflanzung und Standardabweichung mittels der Python Bibliothek uncertainties [1] berechnet.

#### 4.1 Filterkurve des Selektiv-Verstärkers

In diesem Versuchsteil soll die Filterkurve des verwendeten Selektiv-Verstärkers bei einer Güte von Q=20 untersucht werden.

Es werden bei immer höheren Frequenzen des Sinusgenerators eingestellt und die resultierenden Spannungen im Wechselstrom-Milli-Voltmeters abgelesen. Die aufgenommenen Werte sind in Tabelle 1 zu sehen. Es wurde eine Verstärkung von x10 verwendet. Die eigentlich resultierenden Spannung sind also nur 0,1x so groß wie die in der Tabelle angegebenen.

**Tabelle 1:** Gemessene Ausgangsspannungen in Abhängigkeit der Frequenz des Sinusgenerators.

Frequenz $f$ / kHz	Ausgangsspannung $U_{\rm A}$ / V	Frequenz $f$ / kHz	$oxed{ \mbox{Ausgangsspannung $U_{ m A}$ / V} }$
10,17	0,16	22,10	8,50
13,81	0,36	22,40	7,00
18,23	0,90	23,10	2,90
19,40	1,50	24,40	1,00
20,10	2,40	26,10	0,50
21,00	5,20	30,80	0,30
21,50	8,30		

Die aufgenommenen Messwertpaare werden nun in einem Diagramm gegeneinander geplotted. Die enstehende Graphik zeigt wie zu erwarten eine Glockenkurve nach der Gleichung

 $U(f) = e^{-a(f - \nu_0)^2}.$ 

Die Graphik mitsamt der mit Python gefiteten Glockenkurve ist in Abbildung 5 zu sehen. Damit die Graphik besser zu lesen ist, werden die Messwerte der Spannung relativ zur maximal gemessenen Spannung  $U_{\rm max}=8,5{\rm V}$  geplotted. Der in der Formel der Glockenkurve verwendeten Parameter  $\nu_0$  gibt die Verschiebung der Glockenkurve an. Mittels der Python library scipy wurde ein Wert von  $\nu_0=(21,79\pm0,07)\,{\rm kHz}$  berechnet. Für den Parameter a gibt Python den Wert  $a=(0,52\pm0,07)\,1/{\rm kHz}^2$ .

Die Frequenzen  $\nu_{-}$  und  $\nu_{+}$  sind die Schnittpunkte des Fits mit der Geraden  $f(x) = \frac{1}{\sqrt{2}}$ .

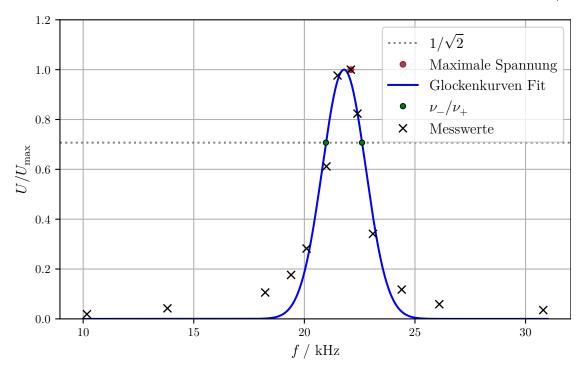


Abbildung 5: Filterkurve des Selektiv-Verstärkers.

Die Schnittstellen wurden mittels eines Grafischen Taschenrechners ermittelt und ergaben die Werte  $\nu_-=20,97\,\mathrm{kHz}$  und  $\nu_+=22,60\,\mathrm{kHz}$ .

Mit Gleichung 8 lässt sich nun die Güte bestimmen. Mit Gaußscher Fehlerfortpflanzung ergibt sich für die zu untersuchende Filterkurve  $Q = (13, 37 \pm 0, 04)$ .

Die relative Abweichung zu unserem Theoriewert  $Q^* = 20$  lässt sich mit der Gleichung

$$\varDelta_{\mathrm{rel}}(Q) = \frac{|Q^* - Q|}{Q^*}$$

berechnen. Einsetzen ergibt den Wert  $\Delta Q = 33,15\%$ .

#### 4.2 Bestimmung der Suszeptibilitäten drei seltener Erden

Zur experimentellen Bestimmung der Suszeptibilitäten von Neodym(III)oxid, Gadolinium(III)oxid und Dysprosium(III)oxid werden zwei Methoden verwendet. Bei einer

Methode macht man sich die gemessenen Spannungen vor und nach dem Abgleichen zur Gute, hier wird Gleichung 6 verwendet. Die zweite Methode bedient sich dem Unterschied der Widerstände. Hier wird Gleichung 7 genutzt.

Für beide Gleichungen wird die Querschnittsfläche der Proben benötigt. Hierzu werden die Proben vermessen und die Querschnittsfläche gemäß

$$Q = \frac{m}{l \cdot \rho}$$

ausgerechnet. m ist die Masse der Probe,  $\rho$  die Dichte und l die Länge. Die originalen Messdaten lassen sich dem Anhang entnehmen. Die Querschnittsflächen sind in Tabelle 2 zu finden.

Tabelle 2: Ausgerechneten Querschnittsflächen der Proben.

$Q_{ m Nd} \ / \ { m mm}^2$	$Q_{\mathrm{Gd}} / \mathrm{mm}^2$	$Q_{\mathrm{Dy}} \ / \ \mathrm{mm}^2$
6,83	9,12	12,13

Der Spulenquerschnitt ist gegeben durch  $F=86,6\,\mathrm{mm}^2$ , der feste Widerstand der Schaltung mit  $R_3=998\,\Omega$  und  $U_\mathrm{Sp}=8,5\,\mathrm{V}$ . Die nun zur Berechnung fehlenden Größen  $U_\mathrm{Br}$  und  $\Delta R$  sind bei jeder Messung unterschiedlich und lassen sich ebenfalls dem Anhang entnehmen. Da pro Probe jeweils drei Messungen durchgeführt werden, wird im Anschluss der Mittelwert der Ergebnisse bestimmt. Die Ergebnisse lassen sich der Tabelle 3 und Tabelle 4 entnehmen.

Tabelle 3: Experimentell berechnete Suszeptibilitäten aus den Widerständen.

Probenname	$\chi_1$	$\chi_2$	$\chi_3$	$\overline{\chi}_{ m exp}$
$\mathrm{Nd_2O_3}$	0,0042	0,0031	0,0028	$0.0033 \pm 0.0006$
$\mathrm{Gd_2O_3}$	0,0131	0,0131	0,0131	$0.0131 \pm 0$
$\mathrm{Dy_2O_3}$	0,0236	0,0223	0,0239	$0.0233 \pm 0.0007$

Tabelle 4: Experimentell berechnete Suszeptibilitäten aus den Spannungen.

Probenname	$\chi_1$	$\chi_2$	$\chi_3$	$\overline{\chi}_{\mathrm{exp}}$
$\mathrm{Nd_2O_3}$	0,0179	0,0209	0,0194	$0.0194 \pm 0.0012$
$\mathrm{Gd_2O_3}$	0,0067	0,0067	0,0068	$0,0067 \pm 0$
$\mathrm{Dy_2O_3}$	0,0369	0,0419	0,0504	$0.0430 \pm 0.006$

Die Theoriewerte der Suszeptibilitäten der Proben werden durch Gleichung 4 berechnet. Dafür sind die Quantenzahl J, L und S, die Konstanten  $\mu_0$ ,  $\mu_{\rm B}$  und  $k_{\rm B}$ , der Landé-Faktor  $g_{\rm J}$ , die Anzahl der Momente pro Volumeneinheit N und die Temperatur T nötig.

Die Quantenzahlen J, L und S werden im Internet nachgeguckt und sind für Neodym(III)oxid J=4.5, L=6 und S=1.5 [Nd], für Gadolinium(III)oxid J=3.5, L=0 und S=3.5 und für das Dysprosium(III)oxid J=7.5, L=5 und S=2.5 [DyGd].

Die Anzahl der Momente der Volumene<br/>inheit berechnet sich zu  $N=\frac{2N_{\rm A}\rho}{M}$ , wobei  $N_{\rm A}$  die Avogadro-Konstante und M die molare Masse des Moleküls ist.

für die Temperatur wird die Zimmertemperatur mit  $T=293,15\,\mathrm{K}$  angenommen.

Die Werte werden ausgerechnet und in Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 5: Theoretisch berechnete Suszeptibilitäten.

Probenname	$\chi_{ m theo}$
$\mathrm{Nd_2O_3}$	0,0030
$\mathrm{Gd_2O_3}$	$0,0030 \\ 0,0138$
$\mathrm{Dy_2O_3}$	0,0254

#### 5 Diskussion

#### 5.1 Filterkurve des Selektiv-Verstärkers

Bei der experimentellen Messung der Güte des Filters ergab sich ein Wert von  $Q=(13,37\pm0,04)$ . Dieser weicht von dem Theoriewert Q=20 um 33,15% ab. Der Fit aus der sich die berechnete Güte ergibt, schmiegt sich sehr gut an die Messwerte im Bereich um das Maximum herum an. Die Glockenkurve sinkt allerdings schneller als die Messwerte, was die Ungenauigkeit des Ergebnis erklären könnte. Eine weitere Fehlerquelle ist das Ablesen der Messwerte. Das Voltmeter zeigt während des Versuchs stark schwankende Werte bei gleichbleibender Frequenz an.

#### 5.2 Bestimmung der Suszeptibilitäten drei seltener Erden

Die Abweichungen der experimentellen Ergebnisse zu den Theoretischen Werten werden jeweils mit beiden Methoden separat berechnet und lassen sich in Tabelle 6 und Tabelle 7 finden.

**Tabelle 6:** Abweichungen der Theoriewerte der Suszeptibilitäten von den experimentellen Ergebnissen aus den Widerständen.

Probenname	$\chi_{ m theo}$	$\overline{\chi}_{ m exp}$	Abweichung
$Nd_2O_3$	0,0030	$0,0033 \pm 0,0006$	10,84 %
$\mathrm{Gd_2O_3}$	0,0138	$0,0131 \pm 0$	4,86 %
$\mathrm{Dy}_2\mathrm{O}_3$	0,0254	$0.0233 \pm 0.0007$	8,30 %

Durch die sehr hohen Abweichungen der Bestimmung der Suszeptibilität durch die Spannungen kann man diese Messreihe nicht als vertrauenswürdig ansehen. Hier muss

**Tabelle 7:** Abweichungen der Theoriewerte der Suszeptibilitäten von den experimentellen Ergebnissen aus den Spannungen.

Probenname	$\chi_{ m theo}$	$\overline{\chi}_{\mathrm{exp}}$	Abweichung
$\mathrm{Nd_2O_3}$	0,0030	$0.0194 \pm 0.0012$	542,54 %
$\mathrm{Gd_2O_3}$	0,0138	$0,0067 \pm 0$	51,43 %
$\mathrm{Dy_2O_3}$	0,0254	$0.0430 \pm 0.006$	69,71~%

ein Fehler beim Messen aufgetreten sein. Da hier die Spannung am stark schwankenden Voltmeter abgelesen wurde, kann dies erneut als Fehlerquelle betrachtet werden. Die Messreihe mit den Widerständen hat nur geringe Abweichungen mit den Theoriewerten. Durch diese Messungen kann die Theorie bestätigt werden und das Messverfahren mit den Widerständen als bevorzugte Methode identifiziert werden.

#### Literatur

- [1] Eric O. Lebigot. *Uncertainties: a Python package for calculations with uncertainties.* Version 2.4.6.1. URL: http://pythonhosted.org/uncertainties/.
- [2] Versuchanleitung zu Messung der Suszeptibilität paramgnetischer Substanzen. TU Dortmund, Fakultät Physik. 2014.

## **Anhang**