

Durchführung: 16.05.2017
Abgabe: 23.05.2017

PRAKTIKUMSPROTOKOLL V606

MESSUNG DER SUSZEPTIBILITÄT PARAMAGNETISCHER SUBSTANZEN

Anneke Reinold¹,
Vanessa Sulaiman²

¹anneke.reinold@tu-dortmund.de

²vanessa.sulaiman@tu-dortmund.de

1 Einleitung

In diesem Versuch sollen die Suszeptibilitäten von Ionen Seltener Erden mithilfe einer Induktivitätsmessung mit einer Brückenschaltung bestimmt werden. Die experimentell bestimmten Werte sollen dann mit aus dem Bahndrehimpuls der Elektronenhülle und dem Spin berechneten Werten verglichen werden.

2 Theorie

Die magnetische Flussdichte in Materie hängt mit der magnetischen Feldstärke \vec{H} und mit der Magnetisierung \vec{M} folgendermaßen zusammen:

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \vec{M}. \quad (1)$$

Dabei ist die Magnetisierung durch

$$\vec{M} = \mu_0 \chi \vec{H} \quad (2)$$

mit der Suszeptibilität χ gegeben. Die Suszeptibilität ist also ein Maß für die Magnetisierung und ist auf komplizierte Weise abhängig von der Temperatur abhängig. Sie wird bei Atomen, Ionen oder Molekülen gemessen, deren Gesamtdrehimpuls nicht Null ist. Dieser setzt sich zusammen aus dem Bahndrehimpuls \vec{L} der Elektronenhülle, dem Kerndrehimpuls und dem Spin \vec{S} der Elektronen, wobei der Kerndrehimpuls vernachlässigbar ist, sodass sich für den Gesamtdrehimpuls

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S} \quad (3)$$

ergibt. Aus dem Gesamtdrehimpuls und geometrischen Betrachtungen der zu den Drehimpulsen gehörenden magnetischen Momente ergibt sich eine transzendente Gleichung zur Berechnung der Suszeptibilität. Für Zimmertemperatur und kleine Magnetfelder ergibt sich daraus die Näherung

$$\chi = \frac{\mu_0 \mu_B^2 g_J^2 N J(J+1)}{3kT}, \quad (4)$$

also ein antiproportionaler Zusammenhang zwischen der Suszeptibilität und der Temperatur.

Eine besonders starke Suszeptibilität besitzen Ionen Seltener Erden, da die Elektronen ihrer 4f-Schale einen hohen Drehimpuls besitzen. Wie diese angeordnet sind und welche Drehimpulse sie besitzen, lässt sich anhand der Hundschen Regeln bestimmen, welche sich aus der elektrostatischen Abstoßung der Hüllenelektronen ergeben:

1. Die Spins \vec{s}_i ergeben den unter Beachtung des Pauli-Prinzips höchstmöglichen Gesamtspin $\vec{S} = \sum \vec{s}_i$.
2. Die Bahndrehimpulse $\vec{\ell}_i$ ergeben den unter Beachtung des Pauli-Prinzips und Regel 1 höchstmöglichen Drehimpuls $\vec{L} = \sum \vec{\ell}_i$.

3. Bei weniger als halb gefüllter Schale ist der Gesamtdrehimpuls $\vec{J} = \vec{L} - \vec{S}$, sonst ist er $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$.

Mithilfe dieser Regeln lässt sich der Landé-Faktor

$$g_J = \frac{3J(J+1) + (S(S+1) - L(L+1))}{2J(J+1)} \quad (5)$$

berechnen und daraus dann die Suszeptibilität nach Formel (4).

3 Aufbau und Durchführung

Die Suszeptibilität kann durch Messung der Induktivität einer Spule, deren Inneres mit dem zu untersuchenden Stoff gefüllt ist, ermittelt werden. Da die Induktivitätsdifferenz zwischen gefüllter und ungefüllter Spule sehr gering ist, wird zur Messung eine Brückenschaltung verwendet. Wie in Abbildung 1 dargestellt, wird eine Spule ohne und eine mit Probe verwendet. Dabei sollten die beiden Spulen möglichst baugleich sein.

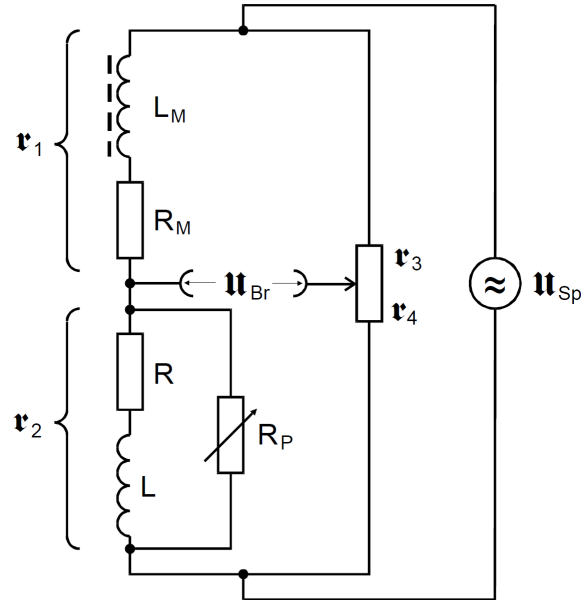


Abbildung 1: Brückenschaltung zur Suszeptibilitätsmessung [1].

Es gibt zwei Möglichkeiten, mithilfe einer solchen Brückenschaltung die Suszeptibilität zu messen. Bei beiden wird zunächst die Brücke ohne die Probe abgeglichen. Bei der ersten Variante wird nach Einführen der Probe die neue Brückenspannung gemessen und aus der Differenz der Brückenspannungen die Suszeptibilität berechnet. Bei großen Messfrequenzen gilt dafür die Näherung

$$\chi = \frac{4FU_{Br}}{QU_{Sp}} \quad (6)$$

mit dem Querschnitt F der Spule und dem Querschnitt Q der Probe. Bei der zweiten Variante wird die Brücke nach Einführen der Probe erneut abgeglichen und die Induktivitätsänderung aus der Änderung der regelbaren Widerstände berechnet. Für die Suszeptibilität ergibt sich daraus

$$\chi = \frac{2\Delta R}{R_3} \frac{F}{Q}. \quad (7)$$

Da bei Brückenschaltungen eine große Störspannung entsteht, welche deutlich größer als die Brückenspannung ist, muss zwischen der Brückenschaltung und dem Voltmeter die Störspannung herausgefiltert werden. Da die Signalspannung monofrequent ist, lässt sie sich mithilfe eines Bandpasses herausfiltern. Dessen Filterkurve ist in Abbildung 2 dargestellt. Die Wirksamkeit wird durch die Güte Q angegeben, welche sich nach

$$Q = \frac{\nu_0}{\nu_+ - \nu_-} \quad (8)$$

berechnet.

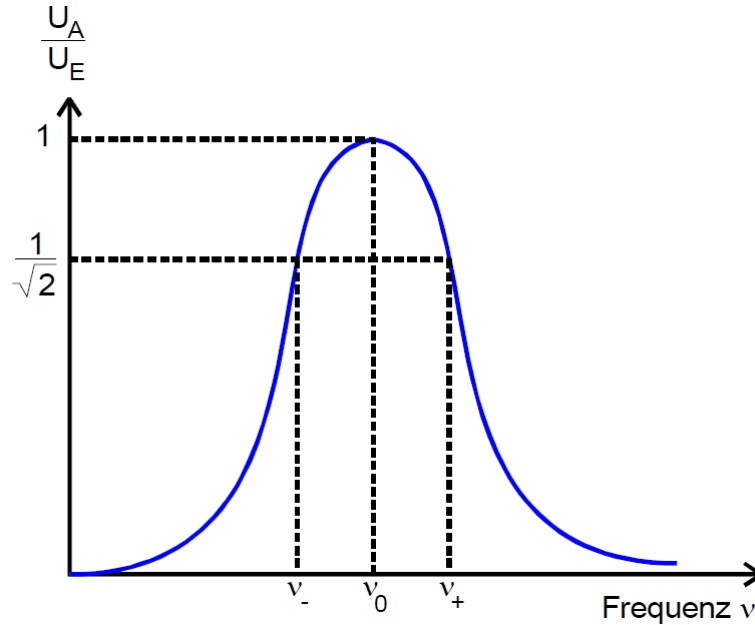


Abbildung 2: Filterkurve des Selektivverstärkers [1].

Der gesamte Aufbau ist in Abbildung 3 dargestellt, wobei der zusätzliche Verstärker zwischen der Brückenschaltung und dem Bandpass nicht verwendet wurde. Zu Beginn der Messung wird die Filterkurve des verwendeten Bandpassfilters aufgenommen, welcher auf die Güte $Q = 100$ eingestellt wird. Daraufhin wird die Signalfrequenz genau auf das Maximum der Filterkurve eingestellt und die Brücke abgeglichen. Dann werden 3 Proben untersucht, indem nach dem Einführen zunächst die Brückenschaltung gemessen wird, danach die Brücke erneut abgeglichen wird und die Widerstandsänderung notiert wird. So

werden zugleich die beiden möglichen Varianten der Suszeptibilitätsmessung verwendet. Zwischen den einzelnen Messungen wird die Brücke immer wieder neu abgeglichen.

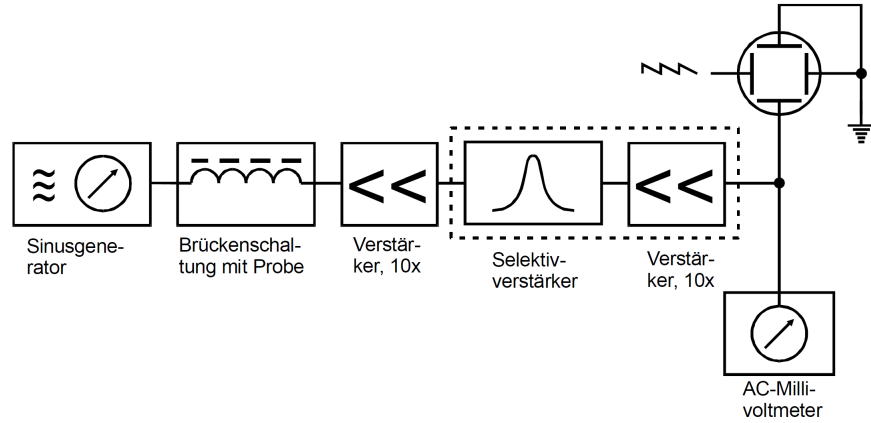


Abbildung 3: Schaltbild der Messapparatur [1].

Bei der Berechnung der Suszeptibilität zu beachten ist, dass die Proben aus staubförmigem Material bestehen, sodass ihre Dichte geringer ist und die Querschnittsfläche Q_{real} berechnet werden muss, welche die Probe hätte, wenn sie aus einem Einkristall bestehen würde. Sie berechnet sich nach

$$Q_{\text{real}} = \frac{M_p}{L\rho_w} \quad (9)$$

mit der Masse M_p und der Länge L der Probe, sowie der Dichte ρ_w eines Einkristalles des selben Materials.

4 Auswertung

In dieser Versuchsdurchführung werden drei Proben untersucht. Nachfolgend wird Neodymoxid als Nd, Dysprosiumoxid als Dy und Gadoliniumoxid als Gd abgekürzt.

4.1 Untersuchung der Filterkurve des Selektivverstärkers

Die Ergebnisse der Messung der Filterkurve des Selektivverstärkers sind in 1 zu sehen und der Graph folgt sodann in Abbildung 4.

Tabelle 1: Messdaten zur Untersuchung des Selektivverstärkers.

f / kHz	U / mV	f / kHz	U / mV
30,00	33,0	34,90	560,0
30,50	37,5	34,95	640,0
31,00	41,0	35,00	740,0
31,50	47,5	35,05	850,0
32,00	55,5	35,10	985,0
32,25	61,0	35,15	1050,0
32,50	67,0	35,20	1100,0
32,75	74,0	35,25	1050,0
33,00	83,5	35,30	950,0
33,20	92,0	35,40	710,0
33,40	100,0	35,50	530,0
33,60	112,5	35,60	420,0
33,80	130,0	35,70	345,0
34,00	152,5	35,80	290,0
34,10	165,0	35,90	260,0
34,20	182,5	36,00	225,0
34,30	205,0	36,50	140,0
34,40	230,0	37,00	102,5
34,50	265,5	37,50	82,0
34,60	300,0	38,00	67,5
34,70	360,0	38,50	57,0
34,75	390,0	39,00	50,0
34,80	435,0	40,00	40,00
34,85	490,0		

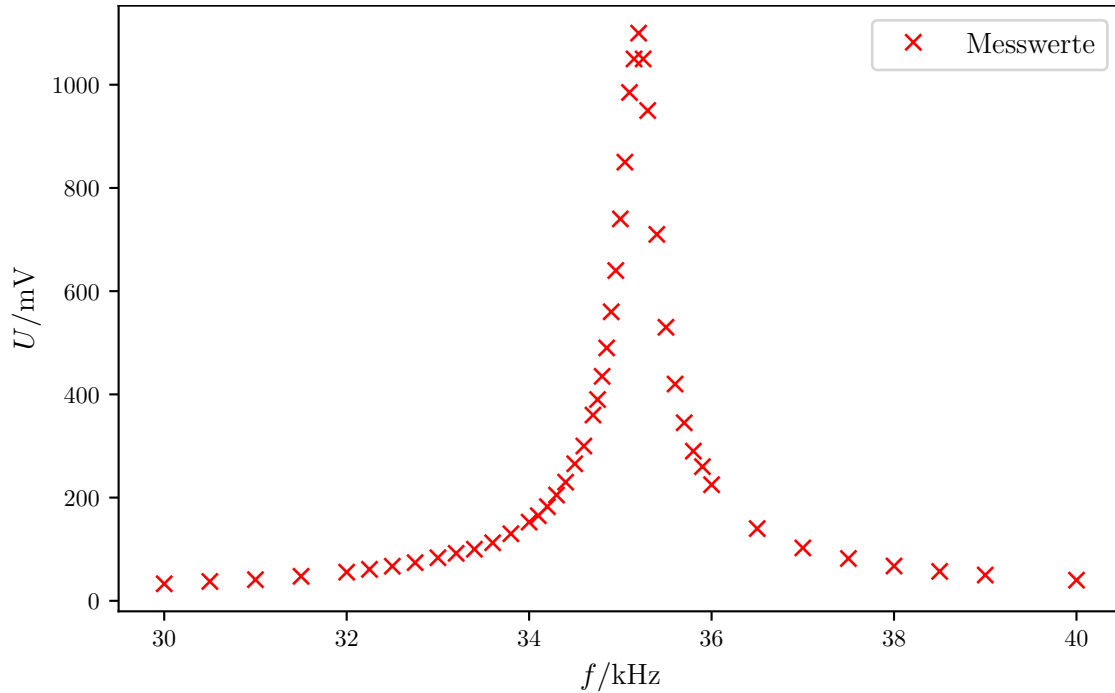


Abbildung 4: Ausmessen der Filterkurve des Selektivverstärkers.

4.2 Experimentelle Bestimmung der Suszeptibilität

Zu Beginn muss der reale Querschnitt Q_{real} der Proben berechnet werden. Es folgen aus (9) die Werte der Proben für den realen Querschnitt. Tabelle 2 gibt eine Auflistung der Abmessungen der Proben an.

Tabelle 2: Geometrische Abmessungen der Proben.

Probe	m / g	l / cm	d / mm	$\rho / \frac{kg}{m^3}$	$Q_{\text{real}} / 10^{-6} m^2$
Nd	14,08	17,7	6,04	7240	10,99
Dy	18,60	18,0	6,00	7400	13,96
Gd	9,00	18,0	6,00	7890	6,34

Zur experimentellen Bestimmung wurden Messwerte aufgenommen, die in Abbildung 3 zu sehen sind und für die folgenden Berechnungen verwendet werden.

Tabelle 3: Messdaten zur Bestimmung der Suszeptibilität.

Probe	U_{vor} / mV	U_{nach} / mV	$\Delta U / mV$	$R_{\text{vor}} / m\Omega$	$R_{\text{nach}} / m\Omega$	$\Delta R / m\Omega$
Nd 1	0,09	0,28	0,19	3,150	3,125	-0,025
Nd 2	0,09	0,30	0,21	2,455	2,540	0,085
Nd 3	0,09	0,25	0,16	3,020	3,120	0,100
Dy 1	0,09	0,55	0,46	2,650	2,995	0,345
Dy 2	0,09	0,54	0,45	2,615	2,655	0,040
Dy 3	0,09	0,67	0,58	2,885	3,150	0,265
Gd 1	0,09	0,36	0,27	2,900	2,775	-0,125
Gd 2	0,09	0,32	0,23	2,890	3,305	0,415
Gd 3	0,09	0,30	0,21	2,790	2,900	0,110

Für die Berechnung des ersten Verfahrens wird Formel (6) und für das zweite Formel (7) verwendet. Der Widerstand R_3 hat den Wert 998. Das Ergebnis ist als Mittelwert der drei Messungen im Folgenden zu finden.

Tabelle 4: Experimentelle Werte der Suszeptibilität.

Probe	χ_1	χ_2
Nd	$(5,88 \pm 0,18) \cdot 10^{-4}$	$(1,46 \pm 0,05) \cdot 10^{-3}$
Dy	$(8,06 \pm 0,28) \cdot 10^{-4}$	$(2,69 \pm 0,46) \cdot 10^{-4}$
Gd	$(8,43 \pm 0,26) \cdot 10^{-4}$	$(0,14 \pm 0,04) \cdot 10^{-1}$

4.3 Theoretische Bestimmung der Suszeptibilität

Als Vergleich wird die Suszeptibilität auch theoretisch bestimmt. Dafür werden die Landé-Faktoren nach Formel (5) berechnet und sodann für die weitere Berechnung mit Formel (4) genutzt. Für die Temperatur T wurden 293 K angenommen. Ausserdem wird die Anzahl an Momenten pro Volumeneinheit N benötigt. Dieses ergibt sich durch

$$N = \frac{\rho}{M}. \quad (10)$$

Hierbei ist M die molare Masse des Stoffs. Für die Landé-Faktoren ergeben sich folgende Werte.

Tabelle 5: Landé-Faktoren.

Probe	L	S	J	g_j
Nd	5	2,5	7,5	1,33
Dy	6	1,5	4,5	0,73
Gd	0	3,5	3,5	2,00

Das Ergebnis der Berechnung für den Theoriewert ist in Abbildung 6 dargestellt.

Tabelle 6: Theoretischen Werte der Suszeptibilität.

Probe	N / kg	χ_{theo}
Nd	$5,59 \cdot 10^{-25}$	0,003
Dy	$6,19 \cdot 10^{-25}$	0,024
Gd	$6,02 \cdot 10^{-25}$	0,014

5 Diskussion

Zu Beginn sei gesagt, dass schon beim Durchführen des Versuchs deutliche Fehler aufgefallen sind. Zum einen ist festgestellt worden, dass durch Wackelkontakte im Koaxialkabel starker Einfluss auf das Ablesen des Werte genommen wurde und zum anderen musste die Messung mehrfach wiederholt werden, da beim Einführen der Proben zeitweise kein Effekt aufgetreten ist. Auch beim Abgleichen wurde ein so geringer Wert erreicht, der so nicht möglich gewesen wäre, sodass sich der Verdacht erhärtet, dass temporär kein Strom geflossen ist oder gemessen werden konnte. Das dauernde Ausschlagen des Zeigers des Messgerätes ist auf Induktionseffekte zurückzuführen. Um überhaupt eine Auswertung durchführen zu können, wurde die Messung solange wiederholt, bis ein erwarteter Spannungsunterschied festgestellt werden konnte. Im Generellen ist somit keine wirkliche Einordnung über die gemessenen Werte der Suszeptibilität möglich. Speziell im Vergleich der beiden experimentell bestimmten Werte für das Neodymoxid fällt die Diskrepanz von 40 % auf. Auch die Abweichung von den Theoriewerten ist sehr groß.

Literatur

- [1] TU Dortmund. *Versuchsanleitung zu Versuch 606*. URL: <http://129.217.224.2/HOMEPAGE/PHYSIKER/BACHELOR/AP/SKRIPT/V606.pdf> (besucht am 04.04.2017).