V606

Messung der Suszeptibilität paramagnetischer Substanzen

Patrick Schmidt patrick7.schmidt@tu-dortmund.de Michael Windau michael.windau@tu-dortmund.de

Durchführung: 30.05.2017 Abgabe: 13.06.2017

1 Theorie

Ziel dieses Versuches ist die Bestimmung der Suszeptibilität χ von verschiedenen Ionen Seltener-Erd-Verbindungen, wobei zwei mögliche Verfahren verwendet werden.

Die in einem Material anwesende magnetische Flussdichte \vec{B} , hängt eng mit der dort anwesenden Feldstärke \vec{H} zusammen:

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

Dabei steht μ_0 für die Induktionskonstante und \vec{M} für die Magnetisierung des Materials:

$$\vec{M} = \mu_0 \chi \vec{H},\tag{2}$$

Sie hängt von der Suszeptibilität ab, welche wiederum Abhängig von der Temperatur T und der Feldstärke H ist.

Besitzen die Atome eines Materials ein nicht verschwindendes Drehmoment, besitzt dieses die Eigenschaft des Paramagnetismus. Dieser ist temperaturabhängig, und ensteht durch Ausrichtung der magnetischen Momente zu einem äußeren Feld. Der Gesamtdrehimpuls \vec{J} der Atome im paramagnetischem Material lässt sich dabei als die Summe zwischen Gesamtbahndrehimpuls \vec{L} und dem Gesamtspin \vec{S} darstellen. Mit $g_S \approx 2$ für das gyromagnetische Verhältnis des freien Elektrons und μ_B für das sogenannte Bohrsche Magneton

$$\mu_B := \frac{\mathbf{e}_0}{2 \, \mathbf{m}_0} \hbar, \tag{3}$$

 $(\hbar = \text{Planksches Wirkungsquantum})$ ergibt sich der Landé-Faktor

$$g_J := \frac{3J(J+1) + (S(S+1) - L(L+1))}{2J(J+1)} \tag{4}$$

(L = Bahndrehimpulsquantenzahl des Atoms, S = Spintquantenzahl des Atoms, J = Gesamtdrehimpulsquantenzahl).

Daraus lässt sich ein Ausdruck für die Suszeptibilität finden:

$$\chi = \frac{\mu_0 \mu_B^2 g_J^2 N J (J+1)}{3kT} \tag{5}$$

(N = Anzahl der Momente pro Volumeneinheit, k = Boltzmannkonstante)

Wie zu sehen ist die Suszeptibilität von 1/T abhängig, dies ist für hohe Temperaturen als das Curiesche Gesetz des Paramagnetismus bekannt.

Bei Seltener-Erd-Verbindungen ist meistens ein Paramagnetismus zu erkennen. Dabei spielen die Anordnungen der Elektronen in ihren Atomhüllen eine entscheidende Rolle. Die daraus resultierenden Eigenschaften werden durch die Hundschen Postulate postuliert. Diese besagen, dass der Gesamtspin \vec{S} und der Drehimpuls \vec{L} die jeweils größt möglichen Summen sind, die die Summanden $\vec{s_i}$ bzw. $\vec{l_i}$ erreichen können. Weiter gilt für den

Gesamtdrehimpuls die Differenz $\vec{J} = \vec{L} - \vec{S}$ falls die Atomschale zu höchstens der Hälfte gefüllt ist, und $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$ falls die Schale mindestens zur Hälfte gefüllt ist.

Für eine Messung der Suszeptibilität bietet sich eine Brückenschaltung wie in Abbildung 1 an. In dieser sind zwei möglichst gleiche Spulen vorhanden, wobei sich eine von ihnen mit der zu untersuchenden Materie füllen lässt. Es kann dadurch die Suszeptibilität mit einer Induktivitätsmessung ermittelt werden, da für die Differenz zwischen der Induktivität der Spulen (eine mit Materie gefüllt) folgende Formel gilt:

$$\Delta L = \mu_0 \chi Q \frac{n^2}{1} \tag{6}$$

(Q = Querschnitt der Spule, n = Windungszahl, l = Länge)

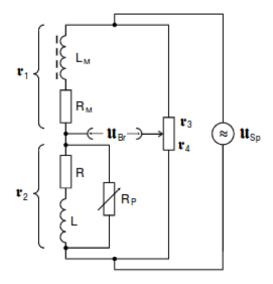


Abbildung 1: Brückenschaltung. Es kann eine Probe in eine der Spulen eingeführt werden [1].

Daraus ergeben sich zwei Methoden zur Berechnung der Suszeptibilität. In der ersten werden die zwei Spulen vor dem Einführen des Materials abgeglichen, damit sich nach dem Einführen eine genaue Brückenspannung $U_{\rm Br}$ messen lässt. Bei der zweiten Methode werden die Spulen nach dem Einführen der Materie erneut abgeglichen, um aus den dafür notwendigen Änderungen die Suszeptibilität zu erhalten.

Aus der ersten Methode folgt für große Frequenzen ω folgender Ausdruck:

$$\chi(\omega \to \infty) = 4 \frac{\mathrm{FU}_{\mathrm{Br}}}{\mathrm{QU}_{\mathrm{Sp}}} \tag{7}$$

(F = Spulenquerschnitt, U_{Sp} = Speisespannung) Die zweite Methode führt zu dem Ausdruck

$$\chi = 2 \frac{\text{F}\Delta R}{\text{Q R}}.$$
 (8)

 $(R = Widerstand des Potentiometer, \Delta R = Differenz der Einstellungen)$

2 Durchführung

Bevor der eigentlichen Messung der Suszeptibilität, muss die Störspannung an den Ausgängen der Brückenschaltung betrachtet werden, da diese die Brückenspannung komplett überdecken könnte. Es wird ein Selektivverstärker verwendet, der die Störspannung rausfiltert und nur die monofrequente Signalsspannung durchlässt. Anschließend wird, um das Ablesen zu vereinfachen, die schwache Signalsspannung noch durch einen Verstärker auf dass zehnfache verstärkt.

Insgesamt wird für die Messung der in Abbildung 2 dargestellte Aufbau verwendet. Durch einen Sinusgenerator wird eine Wechselspannung in einem $20-40\,\mathrm{kHz}$ frequentem Abstand erzeugt und mit einem Volt auf die Brückenschaltung gegeben. Dort wird die enstehende Spannung verstärkt auf den eben erwähnten Selektivverstärker gelegt. Über ein Millivoltmeter und Oszilloskop lässt sich die letztendlich enstehende Spannung messen.

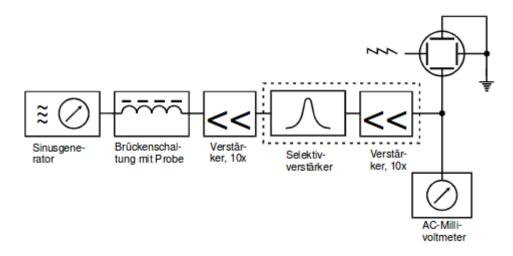


Abbildung 2: Verwendeter Versuchsaufbau zur Bestimmung der Suszeptibilität [1].

Um die Störspannung möglichst komplett rauszufiltern, wird am Selektivverstärker mithilfe eines Synthesizer die Frequenz zwischen $30-40\,\mathrm{kHz}$ abgegangen, und mit dem Millivoltmeter die Ausgangsspannung abgelesen. Es ist in diesem Intervall ein Maximum zu erkennen an dem die Ausgangspannung am größten ist, sprich die Störspannung am effektivsten gefilltert wird. Es werden ca. 30 Messwerte genommen, wobei um das Maximum herum genauer gemessen wird. Ist das Maximum gefunden, wird der Sinusgenerator auf diese Frequenz eingestellt und die Spannung notiert.

Anschließend wird die Brückenschaltung betrachtet, und die Widerstände an den Spulen mit dem Potentiometer abgeglichen. Die dafür nötigen Einstellungen werden aufgetragen und im Anschluss die Probe in die Spule geführt. Es ensteht eine zu notierende Brückenspannung. Dies wird für drei verschiedene Proben (Dy, Nd, Gd) durchgeführt. Für die andere Methode zur Berechnung von χ wird die Brücke erneut abgeglichen und die dafür nötigen Einstellungen, zur Berechnung der Differenz aus den ersten Einstellungen, aufgetragen.

Als letztes gilt es, um die Masse m sowie die im Gerät eingeführte Länge l zu erhalten, die verwendeten Proben zu vermessen und zu wiegen.

3 Auswertung

In Abbildung 3 sind die aufgenommenen Messwerte aus Tabelle 1 zur Untersuchung der Filterkurve am Selektiv-Verstärker zu sehen. Es ist zu erkennen, das bei einer Frequenz $f=35.3\,\mathrm{kHz}$ die maximale Spannung erreicht ist. Hier wird nun die Auswertung durchgeführt.

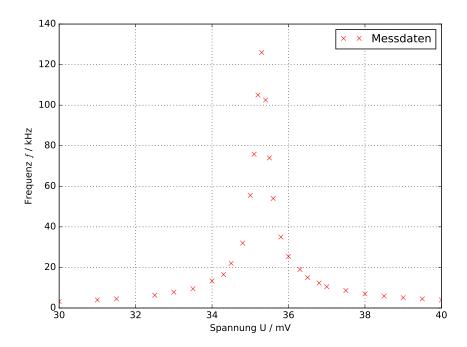


Abbildung 3: Untersuchung der Filterkurve des Selektivverstärkers.

U / mV	f / kHz
3.2	30.0
4.0	31.0
4.5	31.5
6.3	32.5
7.8	33.0
9.5	33.5
13.3	34.0
16.5	34.3
22.0	34.5
32.0	34.8
55.5	35.0
75.8	35.1
105.0	35.2
126.0	35.3
102.5	35.4
74.0	35.5
54.0	35.6
35.0	35.8
25.4	36.0
19.0	36.3
15.0	36.5
12.3	36.8
10.5	37.0
8.6	37.5
7.0	38.0
5.9	38.5
5.1	39.0
4.5	39.5
4.0	40.0

Tabelle 1: Werte zur Darstellung der Filterkurve.

Die zur weiteren Bestimmung der Suszeptibilität nötigen Messwerte sind in Tabelle 2 nachzulesen. Wärend sich keine Probe in der Spule befindet, so herrscht eine Spannung $U_{\rm SP}{=}1\,\rm V$ bei einem Widerstand von $R_0{=}9.81$. Da die einzelnen Proben nicht perfekt gestopft sind, wird in den Formeln Q durch $Q_{\rm real}$ ersetzt. Was

$$Q_{\rm real} = \frac{m}{L\rho} \tag{9}$$

erspricht. Zum weiteren Fortfahren werden daher die Masse m, die Länge L der Probe

Tabelle 2: Gemessene Werte zur Bestimmung der Suszeptibilität.

	$R / m\Omega$	U / V
Dy_2O_3	0	1,28
-	0	$1,\!25$
	0	1,30
$\mathrm{Nd_2O_3}$	35,73	$0,\!58$
	32,60	$0,\!59$
	$31,\!54$	$0,\!59$
$\mathrm{Gd}_2\mathrm{O}_3$	5,49	0,85
	$6,\!86$	$0,\!86$
	$6,\!51$	$0,\!86$

innerhalb der Spule und die Dichte ρ benötigt. Daraus ergeben sich die Werte:

	m / kg	L / m	ρ / kg/m ³	$Q~/10^{-6}~\mathrm{m}^2$
$\mathrm{Dy_2O_3}$	0.151	0.143	7800	11.06
$\mathrm{Nd_2^2O_3}$	0.009	0.148	7240	6,94
$\rm Gd_2O_3$	0.014	0.134	7400	10,81

Außerdem wird die Anzahl N der Momente pro Volumeneinheit, berechnet durch

$$N = \frac{\rho}{M},\tag{10}$$

wobei M die molare Masse darstellt. Diese sind in Tabelle 2 dargestellt.

	${ m M}~/10^{-25}~{ m kg/mol}$	$N/10^{28} / m^3$
$\mathrm{Dy}_2\mathrm{O}_3$	6,19	3.111
$\mathrm{Nd}_{2}\mathrm{O}_{3}$	5,58	48.44
$\mathrm{Gd}_2\mathrm{O}_3$	$6,\!02$	0.446

Tabelle 3: Berechnete molare Massen der Proben.

Um nun die Theoriewerte bestimmen zu können wird die Temperatur $T=298,15\,\mathrm{K}$ angenommen. Der Lande-Faktor lässt sich durch Formel (9) berechnen zu:

	L	S	J	g_{J}
$\mathrm{Dy}_2\mathrm{O}_3$	5	2.5	7.5	1.33
$\mathrm{Nd_2^2O_3}$	6	1.5	4.5	0.72
$\mathrm{Gd}_2\mathrm{O}_3$	0	3.5	3.5	2.00

Tabelle 4: Daten zur Bestimmung der Lande-Faktoren.

Daraus lassen sich nun die Theoriewerte bestimmen:

	$\chi_{ m T}$
$\mathrm{Dy_2O_3}$	0,254
Nd_2O_3	0,003
$\mathrm{Gd_2O_3}$	$0,\!138$

Tabelle 5: Theoriewerte der Suszeptibilitäten.

Mit Formel (12) und (13) berechnen sich aus den Daten von Tabelle 2 die Werte von χ_R und χ_U :

	$\chi_{ m R}$	$\chi_{ m u}$
$\mathrm{Dy_2O_3}$	$0,00897 \pm 0.0$	0.01534 ± 0.0
Nd_2O_3	$0,00025 \pm 0.0$	$0,00443 \pm 0.0$
$\mathrm{Gd}_2\mathrm{O}_3$	$0,00459 \pm 0.0$	0.01267 ± 0.0

Tabelle 6: Bestimmte Werte der Suszeptibilität.

4 Diskussion

In Tabelle 7 sind die Abweichungen der zuvor bestimmten Werte der Suszeptibilitäten $\chi_{\rm U}$ und $\chi_{\rm R}$ von den Theoriewerten $\chi_{\rm T}$ aufgelistet. Bei Betrachtung der hohen Abweichungen sind mehrere zu erwähnen. Jede der Proben konnte beim Einführen in die Spule beliebig weit bewegt werden, da es keine Vorrichtung gab, die das vollständige Eindringen der Probe verhindern konnte. Zudem schwankte die Anzeige des Messgeräts während der Messungen der Brückenspannung, was eine genaue Messung erheblich erschwährte. Dazu kommt, das wie in der Anleitung [1] vemerkt, die allgemeine Messung der Brückenspannung anhand der großen Störspannungen sehr schwierig ist und dies zu großen Abweichungen in der Suszeptibilität geführt hat. Bei den Messungen an der Probe Dy $_2$ O $_3$ reichte der Wertebereich des Potentiometers nicht aus, um ein Minimum der Brückenspannung zu vermessen. Daher kommt es hier zu großen Abweichungen. Bei den Werten für Nd $_2$ O $_3$ ist eine Betrachtung anhand der großen Abweichungen in $\chi_{\rm U}$ nicht sinnvoll, ein Grund für

diese Werte kann nur ein Fehler in der Durchführung gewesen sein, da der Fehler bei $\chi_{\rm R}$ nur 44% beträgt und daher kein Fehler an der Apparatur vorgekommen sein kann.

	$\frac{\chi_{\rm T} - \chi_{\rm U}}{\chi_{\rm T}}$ / %	$\frac{\chi_{\rm T} - \chi_{\rm R}}{\chi_{\rm T}}$ / %
$\mathrm{Dy}_2\mathrm{O}_3$	65	39
$\mathrm{Nd_2^2O_3}$	91	44
$\mathrm{Gd}_2\mathrm{O}_3$	66	8

Tabelle 7: Prozentuale Abweichung der bestimmten Suszeptibilitäten.

5 Literatur

[1] TU Dortmund. Versuchsanleitung zum Versuch V
606, Messung der Suszebtibilität paramagnetischer Substanzen.
 2017

 $\label{eq:url:http://129.217.224.2/HOMEPAGE/PHYSIKER/BACHELOR/AP/SKRIPT/V606.pdf, 10.06.12017} \\$