# Magnetisierung

## Michael Prim, Tobias Volkenandt Gruppe 37

## 7. Januar 2008

# Inhaltsverzeichnis

1	Ziel	l des Versuchs	<b>2</b>
<b>2</b>	The	eoretische Grundlagen	<b>2</b>
	2.1	Magnetismus	2
		2.1.1 Grundbegriffe	2
		2.1.2 Hysterese	3
		2.1.3 Bloch'sches $T^{3/2}$ -Gesetz	3
	2.2	Supraleitung	4
		2.2.1 Grundbegriffe	4
		2.2.2 Meißner-Ochsenfeld-Effekt und Flussquantisierung	4
		2.2.3 Josephson-Effekt	5
	2.3	SQUID	6
		2.3.1 Aufbau	6
		2.3.2 Prinzip	7
		2.3.3 Funktionsweise eines RF-SQUID	7
3	Ver	suchsaufbau und -durchführung	9
U	3 1	Aufhau	9
	3.2	Prohen	9
	3.3	Kalibrierung	9
	3.4	Eichung	10
	3.5	Messungen	11
4	Vers	suchsauswertung	<b>12</b>
	4.1	Eichung	12
	4.2	Terbium, nullfeldgekühlt	13
	4.3	Terbium, feldgekühlt	14
	4.4	Gadolinium, feldgekühlt	15
	4.5	Curie-Temperaturen	16
	4.6	Hysterese Neu-Kurven	18

## 1 Ziel des Versuchs

Bei diesem Versuch geht es darum, die Magnetisierung zweier Proben aus Selten-Erd-Metallen zu messen. Dazu wird ein SQUID verwendet, dessen Bedienung durch den Versuch erlernt werden soll.

## 2 Theoretische Grundlagen

#### 2.1 Magnetismus

#### 2.1.1 Grundbegriffe

Die magnetischen Eigenschaften von Festkörpern lassen sich auf Spin- und Bahnmomente der Elektronen zurückführen. Durch äußere Magnetfelder können diese beeinflusst werden, was eine Magnetisierung des Festkörpers zur Folge hat. Es gilt dann für den magnetischen Fluss B:

$$B = \mu_0(H + M) = \mu_0\mu_R H = \mu_0(1 + \chi_m)H$$

Wobei H die Magnetfeldstärke und M die Magnetisierung bezeichnen. Die Gleichung lässt sich einfacher schreiben, wenn man die Permeabilität  $\mu_R$  einführt, die sich aus der magnetischen Suszeptibilität  $\chi_m$  ergibt. Dabei ist  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \frac{Vs}{Am}$  die magnetische Feldkonstante.

Je nach den Eigenschaften des Festkörpers kann die Magnetisierung das äußere Feld verstärken oder abschwächen. Man unterscheidet daher verschiedene Formen des Magnetismus:

- Diamagnetismus: Ein diamagnetisches Material schwächt das äußere Feld. Es hat eine Suszeptibilität  $\chi < 1$ . Durch das äußere Feld werden elementare magnetische Dipole induziert, die dem erzeugenden Feld entgegenwirken. Jedes Material ist grundsätzlich diamagnetisch, solange andere Formen des Magnetismus nicht überwiegen.
- Paramagnetismus: In paramagnetischen Materialien sind bereits elementare magnetische Dipole vorhanden, die sich im äußeren Feld ausrichten und es verstärken. Die Suszeptibilität ist demnach  $\chi > 1$ , aber klein.
- Ferromagnetismus: Der Ferromagnetismus ist die Steigerung des Paramagnetismus. Durch die Austauschwechselwirkung können sich die elementaren magnetischen Dipole aneinander ausrichten. Es entstehen Domänen mit gleicher Magnetisierung, sog. Weiß'sche Bezirke. Diese richten sich in einem äußeren Feld nach und nach aus und verstärken aufgrund ihrer Kopplung das äußere Feld deutlich stärker. Die Suszeptibilität ist dann eine komplizierte Funktion des äußeren Feldes und der Temperatur, aber auf jeden Fall  $\chi \gg 1$ .

Die Temperaturabhängigkeit des Paramagnetismus lässt sich durch ein einfaches Gesetz beschreiben, das Curie-Weiß-Gesetz:

$$\chi_m(T) = \frac{C}{T - T_C}$$

Wobe<br/>iCdie Curie-Konstante und  $T_C$  die Curie-Temperatur <br/>ist. Oberhalb der Curie-Temperatur werden auch Ferromagneten paramagnetisch, da die thermische Energie zu groß ist um Weiß'sche Bezirke zu bilden.

#### 2.1.2 Hysterese

Für Ferromagneten gilt zusätzlich, dass ihre Magnetisierung stark von der Vorgeschichte des Materials abhängt. Es kommt zu Hysterese-Effekten. Es bildet sich die in Abbildung 1 gezeigte, typische Schleife in der Magnetisierungskurve M(H). Diese besitzt einige wichtige Punkte. Die Sättigungsmagnetisierung  $M_S$  gibt die maximale Magnetisierung an. Alle elementaren Dipole sind dann ausgerichtet. Eine weitere Erhöhung des externen Feldes hat keinen Effekt. Die Koerzitivfeldstärke  $H_C$  ist die Feldstärke, die nötig ist, um die Magnetisierung komplett zu beseitigen, während die Remanenz  $M_R$  genau die Magnetisierung angibt, die bei Abschalten des äußeren Feldes erhalten bleibt.



Abbildung 1: Typischer Verlauf einer Hysteresekurve

#### 2.1.3 Bloch'sches $T^{3/2}$ -Gesetz

Für sehr niedrige Temperaturen  $T \rightarrow 0$  befindet sich ein Ferromagnet im Grundzustand, der durch die Spinquantenzahl  $N \cdot S$  beschrieben wird. Es können dann sog. Magnonen angeregt werden, die anschaulich dem Umklappen eines Spins entsprechen. Bei Anregung eines Magnons ändert sich also der Gesamtspin um 2S. Betrachtet man die Zahl der angeregten Magnonen, so lässt sich wie in der Vorbereitungsmappe gezeigt das Bloch'sche  $T^{3/2}$ -Gesetz für die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung herleiten:

$$\frac{M_S(0) - M_S(T)}{M_S(0)} = \frac{0.0587}{s S} \left(\frac{k_B T}{2JS}\right)^{3/2}$$

Dabei gibt s die Anzahl der Gitteratome pro Einheitszelle an und S den atomaren Spin.

## 2.2 Supraleitung

#### 2.2.1 Grundbegriffe

Ein Supraleiter ist ein Material, dessen Widerstand bei Abkühlen unter eine bestimmte Temperatur  $T_c$  sprunghaft auf 0 sinkt. In diesem Zustand ist eine verlustfreie Stromleitung möglich. Dies bedeutet jedoch nicht, dass unendlich viel Strom transportiert werden kann. Oberhalb einer kritischen Stromdichte  $I_c$  bricht die Supraleitung zusammen.

Materialien werden erst bei sehr niedrigen Temperaturen supraleitend und mussten daher früher mit flüssigem Helium gekühlt werden. Heute ist man in der Lage Supraleiter herzustellen, die Sprungtemperaturen von über 100K besitzen und daher mit einer flüssig Stickstoff-Kühlung auskommen. Diese Hochtemperatursupraleiter bestehen aus Schichtkeramiken und haben großes technischen Anwendungspotential.

Eine theoretische Beschreibung der Supraleitung ist noch nicht für alle Materialien einheitlich möglich. Für reine Elemente und bestimmte Schichtsysteme gilt jedoch die BCS-Theorie. Diese Theorie geht davon aus, dass zwei bewegliche Elektronen im Metall zu einem Cooper-Paar koppeln. Bei der Bildung dieser Paare spielt die Elektron-Phonon-Kopplung eine wichtige Rolle. Zudem können nur Elektronen koppeln, die genau entgegengesetzten Spin und Impuls haben. Das Paar verhält sich dann wie ein Teilchen mit Spin 0 und Impuls 0. Es wird also durch die Bose-Einstein-Statistik beschrieben. Die Cooper-Paare befinden sich in einem gemeinsamen Zustand und bilden eine ausgedehnte Wellenfunktion mit wohldefinierter Phase und Amplitude.

#### 2.2.2 Meißner-Ochsenfeld-Effekt und Flussquantisierung

Die gemeinsame Wellenfunktion der Cooper-Paare reagiert empfindlich auf äußere Einflüsse, die die Phasenkohärenz stören. Eindringende Magnetfelder beispielsweise werden durch Kreisströme, die ein Gegenfeld aufbauen, kompensiert. Das Magnetfeld wird aus dem Supraleiter verdrängt. Dieser Effekt ist als Meißner-Ochsenfeld-Effekt bekannt.

Man unterscheidet zwei Arten von Supraleitern. Typ-I-Supraleiter verdrängen Magnetfelder vollständig aus ihrem Innern, währen Typ-II-Supraleiter magnetischen Fluss in Form von Flussschläuchen zulassen. Die magnetischen Feldlinien werden in dünnen Schläuchen durch das Material geleitet, die vorwiegend an Defektstellen entstehen. Dort wo der magnetische Fluss den Supraleiter durchdringt wird das Material lokal normalleitend. Nahezu alle technisch genutzten Supraleiter sind vom Typ-II.

Betrachtet man einen Supraleiter mit einem solchen eingeschlossenen magnetischen Fluss, so verlangt die Quantenmechanik nach Randbedingungen für diesen stationären Zustand. Über die Bohr-Sommerfeld-Quantisierung kann dann, wie in der Vorbereitungsmappe explizit gezeigt, eine Flussquantisierung hergeleitet werden. Ein Supraleiter kann magnetische Flüsse nur einschließen, wenn sie ein ganzzahliges Vielfaches des Flussquants  $\phi_0$  sind. Man findet für die Quantisierung:

$$\phi_0 = \frac{h}{2e} = 2.07 \cdot 10^{-15} Vs$$

Wobei h das Planck'sche Wirkungsquantum und 2e die Ladung der Cooper-Paare bezeichnen. Für sehr starke Magnetfelder bricht die Supraleitung, unabhängig vom Typ, zusammen. Die Materialien werden dann normalleitend. Auch das Einlegieren von Eisenatomen führt zu einer Unterdrückung der Supraleitung. Ferromagnetische Metalle können nie supraleitend werden.

Die Supraleiter vom Typ-II werden zusätzlich in hart und weich klassifiziert. Harte Supraleiter frieren den magnetischen Fluss fest ein, während weiche dies reversibel in Abhängigkeit des äußeren Feldes tun. Um die abschirmenden Kreisströme in einem harten Supraleiter aufzulösen und ihn

damit zu entmagnetisieren, hilft oft nur das Erwärmen über die Sprungtemperatur  $T_c$ . Dann verschwindet die Supraleitung und auch der eingeschlossene magnetische Fluss.

#### 2.2.3 Josephson-Effekt

Zur Erklärung des Josephson-Effekts betrachtet man zwei Supraleiter, die durch eine dünne isolierende Barriere getrennt sind (entsprechend einem Ring mit Spalt). Die Barriere wird auch als weak link oder Josephson-Kontakt bezeichnet.



Abbildung 2: Veranschaulichung des Aufbaus zum Josephson-Effekt

Durch die Ausdehnung der Wellenfunktion der Cooper-Paare können diese durch die Barriere tunneln. Es entsteht ein Gleichstrom zwischen den beiden Supraleitern. Dieser Tunnelstrom hängt von der Phasendifferenz der beiden Wellenfunktionen ab. Es gilt:

$$I_{Co}^{=} \propto \sin(\varphi_2 - \varphi_1)$$

Der Maximalwert des Tunnelstroms hängt dabei sehr stark vom angelegten Magnetfeld ab. Für ganzzahlige Vielfache des Flussquants ist er 0.

Ist die Phasendifferenz der Wellenfunktionen zeitlich nicht konstant, z.B. wenn über den Kontakt eine Spannung angelegt wird, so stellt sich zusätzlich ein hochfrequenter Wechselstrom ein. Für diesen gilt:

$$I_{Co}^{\sim} \propto \sin(\omega_c t + \Delta \varphi)$$

Wobei für die Frequenz von der angelegten Spannung abhängt:

$$\omega_c = \frac{2e}{\hbar} U$$

## 2.3 SQUID

SQUID steht für Superconducting QUantum Interference Device (supraleitendes Quanteninterferometer). Mit ihm können kleine Magnetfeldänderungen gemessen werden.

## 2.3.1 Aufbau

Das SQUID besteht aus einem supraleitenden Ring mit Josephson-Kontakt. In unserem Fall wurde  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  (kurz YBCO) als Material verwendet. Da der Strom durch den Josephson-Kontakt empfindlich vom Magnetfeld abhängt, eignen sich SQUIDs gut zur Magnetfeld-Messung. Um den Strom durch den Kontakt zu messen gibt es zwei Verfahren. Ein RF-SQUID (für radio frequency) misst den Strom über induktive Kopplung in einem Schwingkreis. Es kommt mit einem weak link aus. DC-SQUIDs (für direct current) benötigen zwei weak links. Über zwei Anschlüsse kann dann der Strom als Gleichstrom direkt abgegriffen werden. Das SQUID in unserem Versuch ist ein RF-SQUID.



Abbildung 3: Schema von RF-SQUID und DC-SQUID

Da SQUIDS sehr empfindlich sind, müssen externe Störfelder gut abgeschirmt werden. Zudem ist eine Kühlung notwendig um den Zustand der Supraleitung herbeizuführen. Unser SQUID befindet sich daher in einem Kryostat, der eine Ummantelung aus  $\mu$ -Metall besitzt, welches externe Magnetfelder abschirmt.

Man unterscheidet zwei Layouts von SQUIDs. Das Gradiometer misst das Magnetfeld an zwei von einander getrennten Orten mit bekanntem Abstand und bildet die Differenz. Wenn man Störfelder am Ort der Messungen als homogen annimmt, so werden diese durch die Differenzmessung sehr gut eliminiert. Ein Magnetometer, wie es in unserem Versuch Verwendung findet, misst dagegen nur an einem Ort.



Abbildung 4: Vergleich von Magnetometer und Gradiometer

#### 2.3.2 Prinzip

Das Messprinzip eines SQUIDs beruht darauf, dass ein magnetischer Fluss nur in dem supraleitenden Ring eingeschlossen werden kann, wenn er ein ganzzahliges Vielfaches des Flussquants ist. Zusätzliche Flüsse werden durch Supraströme kompensiert, so dass immer auf ganzzahlige Flussquanten auf- oder abgerundet wird. Dies bedeutet:

$$\phi_{innen,ges} = n \cdot \phi_0 = \phi_{ext} + L \cdot I_s$$

Wobei L die Induktivität des Ringes bezeichnet. Der Supraleiter will den magnetischen Fluss konstant halten und wirkt daher jeder Änderung mit der Erzeugung von Supraströmen  $I_s$  entgegen. Der Josephson-Kontakt sorgt nun jedoch dafür, dass nicht beliebig große Supraströme erzeugt werden können. Diese müssten dann nämlich auch durch den Kontakt fließen. Der Kontakt ist jedoch so gestaltet, dass er nur eine maximale Stromdichte  $I_c$  tragen kann. Übersteigen die Supraströme diesen Grenzwert, so bricht die Supraleitung im Bereich des weak links zusammen und ein Flussquant kann in den Ring eindringen oder ihn verlassen. Dieser Vorgang erfolgt blitzschnell, ist jedoch mit Energiedissipation verbunden, da der Kontakt normalleitend wird und der Suprastrom komplett in Wärme umgewandelt wird. Die Energiedissipation kann beim RF-SQUID über einen Schwingkreis nachgewiesen werden.

#### 2.3.3 Funktionsweise eines RF-SQUID

Bei einem RF-SQUID wird der SQUID-Ring induktiv mit einem sog. Tank-Schwingkreis gekoppelt. Dieser wird mit einer Frequenz im Bereich von 100MHz bis 1GHz betrieben und ermöglicht es, statische Felder oder Wechselfelder in den Ring einzukoppeln. Wird der Schwingkreis mit der Amplitude  $I_{rf}$  betrieben, so entsteht im Ring ein wechselnder magnetischer Fluss  $\phi_{rf}$ :

$$\phi_{rf} = M_G \ Q \ I_{rf} \sin(\omega_0 t)$$

Dabei ist  $Q = \frac{R_T}{\omega_0 L_T}$  die Güte des Gesamtsystems und  $M_G = k \cdot \sqrt{L_{SQ} \cdot L_T}$  die Gegeninduktivität des Schwingkreises.  $L_i$  sind die Induktivitäten von Tank oder SQUID.  $R_T$  ist der Widerstand des Tanks und  $\omega_0$  seine Resonanzfrequenz. k ist eine Kopplungskonstante.

Das SQUID ist üblicherweise so konstruiert, dass <br/>es einen magnetischen Fluss von einem Flussquant  $\phi_0$  kompensieren kann, bevor die Supraströme den Maximalwert  $I_c$  überschreiten.

Nehmen wir zur Veranschaulichung des Messvorgangs an, das externe Feld  $\phi_{ext}$  betrage genau  $n \cdot \phi_0$ . Das SQUID braucht dann lediglich den vom Tank induzierten Fluss  $\phi_{rf}$  zu kompensieren. Solange der dadurch erzeugte Suprastrom  $I_s < I_c$  ist, steigt die Spannungsamplitude  $U_{mess}$  im Tank-Schwingkreis linear mit dem Erregerstrom  $I_{rf}$  an. Wird jedoch beim kritischen Fluss  $\phi_c$  der kritische Strom  $I_s = I_c$  erreicht, so erreicht auch die Spannung im Tank ein Maximum:

$$U_{mess}^n = \frac{\omega_0 \ L_T}{M_G} \phi_c$$

Denn in diesem Augenblick geschieht im Ring ein Flussquantensprung von  $n \to n \pm 1$ . Der weak link wird normalleitend und nimmt ein Flussquant auf bzw. lässt eines frei. Durch die dabei entstehende Dissipation wird dem Tank-Schwingkreis Energie entzogen. Seine Spannung bricht ein und muss durch den externen Oszillator über einige Perioden hinweg nachgeliefert werden. Die mittlere Energie im Tank wird durch diesen Prozess scharf begrenzt. Erhöht man  $I_{rf}$  weiter, so ändert sie sich nicht. Die gemittelte Amplitude  $U_{mess}$  bleibt konstant. Es steigt lediglich die Häufigkeit der Flussquantensprünge. Die obere Grenze dieses Vorgangs ist erreicht, wenn mit jeder Schwingungsperiode ein Flussquantensprung ausgelöst wird. Steigert man den Pumpstrom noch weiter, so bleibt der dissipative Effekt erhalten, aber die Amplitude kann wieder linear ansteigen. Ein weiteres Plateau wird erreicht, wenn der durch  $I_{rf}$  erzeugte Fluss  $\phi_{rf}$  ausreicht, um zwei Flussquantensprünge zu erzeugen. Sobald dies jede Periode der Fall ist, kann  $U_{mess}$  wieder ansteigen und so weiter.



Abbildung 5: Verlauf der Mess-Spannung im Tank-Schwingkreis über dem Pumpstrom

Wenn wir andererseits annehmen, das externe Feld betrage genau  $(n+\frac{1}{2})\phi_0$ , dann muss das SQUID bereits ein halbes Flussquant kompensieren. Es exisitiert also bereits ein Suprastrom  $I_s$ . Kommt nun noch das Wechselfeld des Tank-Schwingkreises hinzu, so ist offensichtlich, dass  $I_c$  bereits für kleinere Pumpströme  $I_{rf}$  erreicht wird. Ebenso liegt das Spannungsplateau von  $U_{mess}$  auf einem tieferen Wert:

$$U_{mess}^{n+1/2} = \frac{\omega_0 L_T}{M_G} \left( \phi_c - \frac{1}{2} \phi_0 \right)$$

Der weitere Verlauf ist dann analog zum vorher angenommenen Fall.

Da nie mehr als ein halbes Flussquant kompensiert werden muss, haben wir so bereits beide Extreme betrachtet. Alle anderen denkbaren externen Flüsse liegen zwischen diesen. Ebenso bewegt sich die messbare Spannungsamplitude zwischen den beiden Plateauwerten.

$$\Delta U_{mess} = U_{mess}^n - U_{mess}^{n+1/2} = \frac{\omega_0 \ L_T \ \phi_0}{2 \ M_G}$$

Wobei der wirkliche Wert vom externen Fluss  $\phi_{ext}$  abhängt. Aus diesem Zusammenhang ergibt sich die  $U(\phi)$ -Transferfunktion. Sie hängt von den Details des SQUIDs und der Anordnung ab, ist aber in jedem Fall  $\phi_0$ -periodisch.

Auf diese Weise lassen sich Änderungen im externen Fluss von bis zu  $\frac{\phi_0}{2}$  messen. Oft will man jedoch größere Schwankungen untersuchen. Dies wird möglich wenn man den externen Fluss mit Hilfe einer Spule durch einen Gegenfeld kompensiert und das SQUID nur noch als Null-Detektor verwendet. Der Verlauf des Stromes für das Gegenfeld ist dann genau proportional zur Änderung des externen Flusses. Entscheidend für die Signalauflösung ist jedoch immer noch allein die Sensitivität des SQUIDs. Es bietet sich an, des Gegenfeld mit Hilfe des Tank-Schwingkreises zu erzeugen. Dazu muss lediglich ein Gleichstromanteil in die Schwingkreisspule eingespeist werden.

## 3 Versuchsaufbau und -durchführung

## 3.1 Aufbau

Der Versuchsaufbau besteht aus dem bereits erwähnten Kryostaten, der das SQUID enthält und gegen Störfelder isoliert ist. In diesen lässt sich zur Untersuchung der Proben ein Probenhalter einführen. Dieser besitzt an seiner Spitze eine Fläche, auf der die Proben platziert werden können. An seiner Unterseite befindet sich ein Platin-Widerstand, über den die Temperatur gemessen werden kann. In der Vorbereitungsmappe war gegeben:

$$T = \frac{R-R_0}{\alpha} = \frac{R+117.36 \ \Omega}{4.093 \ \Omega/K}$$

Der Probenhalter besitzt zudem Zuleitungen für flüssigen Stickstoff und Pressluft. Ersterer dient zum Kühlen der Probe, während Zweitere zum langsamen Erwärmen genutzt werden kann. Mit einem doppelten Zylinder kann der Probenhalter abgeschlossen und anschließend evakuiert werden. Dazu steht eine Drehschieberpumpe zur Verfügung.

Die SQUID-Spannung wird über eine Elektronik gemessen und kann mit Hilfe des PCs in einem LabView-Programm aufgenommen werden. Gleichzeitig steht ein Oszilloskop zur Verfügung, auf dem die Spannung zu Kalibirierungszwecken ausgegeben werden kann. Ein Digitalmultimeter dient zur Anzeige der Spannung des Platin-Temperatursensors, ist jedoch auch mit dem PC verbunden, so dass die Messwerte ausgelesen werden können.

Um in den Proben verschiedene Magnetisierungen einzustellen, steht ein Elektromagnet zur Verfügung. Über ein Messgerät kann der eingespeiste Strom verfolgt und somit ein gewünschtes Magnetfeld erzeugt werden. Es gilt laut der Vorbereitungsmappe:

$$B_{EM}(I) = 9.8461 \cdot 10^{-4} \ \frac{kG}{mA} \cdot I + 2.0587 \cdot 10^{-3} \ kG$$

### 3.2 Proben

Für den Versuch stehen zwei Proben aus Selten-Erd-Metallen zur Verfügung. Die erste besteht aus Terbium (Tb) und ist 0.5x0.5x0.01cm groß. Sie kann in zwei Ausrichtungen montiert werden. Terbium besitzt 8 Elektronen in der 4f-Schale, welche mit 14 Elektronen besetzt werden kann. Gemäß der Hund'schen Regeln ergibt sich dann aus Gesamtspin S = 6/2 und Bahndrehimpus L = 3 ein Gesamtdrehimpuls von J = 6. Terbium hat eine hexagonale Kristallstruktur und eine Curie-Temperatur von  $T_C = 219K$ . Unterhalb dieser Temperatur wird Terbium ferromagnetisch.

Die zweite Probe ist ein Gadolinium-Quader (Gd) mit den Abmessungen 0.5x0.2x0.2cm. Gadolinium hat eine halbgefüllte f-Schale. Mit dem Gesamtspin S = 7/2 und dem Bahndrehimpuls L = 0 ergibt sich also ein Gesamtdrehimpuls J = 7/2. Gadolinium hat eine hexagonale Kristallstruktur und eine Curie-Temperatur oberhalb der Raumtemperatur von  $T_C = 292.5K$ . Unterhalb dieser Temperatur ist Gadolinium ferromagnetisch, wobei die Magnetisierungsachse parallel zur c-Achse des Kristalls ist. Unterhalb von 230K dreht sich die Magnetisierungsachse, bis sie bei 200K einen Maximalwinkel von  $60^{\circ}$  zur c-Achse erreicht. Sinkt die Temperatur weiter, so dreht sich die Magnetisierungsachse wieder zurück. Ab 50K bleibt sie dann konstant bei etwa  $30^{\circ}$ .

### 3.3 Kalibrierung

Bevor wir mit der Eichung und den eigentlichen Messungen beginnen können, muss das SQUID kalibriert werden. Dafür verwendeten wir die mitgelieferte Software. Mit Hilfe des Adjust-Buttons

starteten wir einen automatischen Kalibrierungsvorgang des SQUIDs. Die Software legte dann einen geeigneten Arbeitspunkt für das SQUID fest. Da dieses jedoch sehr empfindlich ist, muss vor jeder Messung eine kurze Nachkalibrierung vorgenommen werden. Bei den folgenden Messungen haben wir also stets direkt vor dem Einführen des Probenhalters mit Hilfe des Fast-Adjust-Buttons eine Rekalibrierung durchgeführt.

#### 3.4 Eichung

Vor den eigentlichen Messungen muss das SQUID geeicht werden. Ziel ist es eine von der Mess-Spannung abhängige Funktion  $B(U) = \alpha \cdot U$  für das Magnetfeld zu erhalten. Dafür gibt es zwei Möglichkeiten.

Die erste Möglichkeit nutzt eine kleine Kupfer-Spule, die auf dem Probenhalter platziert werden kann. Über den Spulenstrom werden verschieden starke Magnetfelder erzeugt und die SQUID-Spannung gemessen. Aus der Regressionsgeraden lässt sich der Proportionalitätsfaktor  $\alpha$  bestimmen. Für das durch die Spule erzeugte Magnetfeld gilt am Messort des SQUIDs:

$$B(I) = \frac{\mu_0 \ R^2}{2 \ x^3} I$$

Wobei R = 0,35cm der Radius der Spule ist und x = 1,3cm der Abstand zum SQUID.

Leider war diese Spule zum Zeitpunkt unseres Versuches defekt, so dass wir zur Auswertung dieses Aufgabenteils auf die Messwerte einer anderen Gruppe zurückgreifen mussten.

Für die zweite Eichmöglichkeit wird eine Nickelprobe verwendet. Zusätzlich geht man davon aus, dass die remanente Magnetisierung von der Stärke des zur Magnetisierung verwendeten Feldes abhängt. Die Sättigungsmagnetisierung  $M_0$  wird für Nickel bei einem Feld von  $B_0 = 6169G$  erreicht. Ein solches Feld lässt sich mit dem verfügbaren Elektromagneten jedoch nicht erzeugen. Die erzeugbare Magnetisierung M wird also nur einen Teil der Sättigung ausmachen. Dieser Magnetisierungsanteil ist jedoch proportional zum genutzen Magnetfeld B. Es gilt:

$$\frac{M}{M_0} = \frac{B}{B_0}$$

Mit Hilfe der Literatur lässt sich berechnen, dass die Probe im Fall der vollen Magnetisierung, ein Feld von  $B_{M_0} = 1.01303G$  am Messort des SQUIDs erzeugen würde. Dabei gehen der Abstand x = 1.3cm zum SQUID, die Masse m = 0.0202g der Probe und die spezifische Magnetisierung von Nickel  $\sigma = 55.09 \frac{Am^2}{kg}$  ein:

$$B(M_0) = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{2 \sigma m}{x^3} = 1.01303 \cdot 10^{-4} T$$

Da die Magnetisierung aber nicht gesättigt ist, muss dieser Wert um den Magnetisierungsanteil korrigiert werden. Man kennt dann einen Absolutwert für das Magnetfeld am Messort und kann aus der gemessenen Spannung sofort den Proportionalitätsfaktor ausrechnen. Es gilt:

$$\alpha = \frac{\frac{B}{B_0} \cdot B_{M_0}}{U_{mess}}$$

Wir führten diese Eichung doppelt durch und montierten die Probe einmal senkrecht und einmal parallel zum äußeren Magnetfeld.

### 3.5 Messungen

Um die Magnetisierungen der beiden Proben zu untersuchen führten wir verschiedene Messungen durch. Als erstes untersuchten wir die Terbium-Probe ohne sie vorher zu magnetisieren. Wir nahmen die Probe wie sie war und montierten sie so, dass sie senkrecht zu einem äußeren Magnetfeld orientiert wäre. Anschließend kühlten wir sie mit flüssigem Stickstoff ab. Danach brachten wir sie unter das SQUID und maßen den Verlauf ihrer Magnetisierung beim Erwärmen.

Als nächstes sollte die Probe nach Aufmagnetisierung untersucht werden. Wir kühlten sie daher im Nullfeld ab und brachten sie anschließend in das Feld eines Elektromagneten. Wir stellten einen Strom von I = 153.2mA ein, was einem Magnetfeld von  $B_{EM} = 152.901G$  entspricht. Danach maßen wir mit dem SQUID den Magnetisierungsverlauf.

Zwei weitere Messreihen sollten die Magnetisierung der Terbium-Probe nach Aufmagnetisierung untersuchen. Allerdings sollte die Aufmagnetisierung nun während des Kühlens stattfinden. Wir brachten die Probe also zuerst in den Elektromagneten und kühlten sie dann bei eingeschaltetem Magnetfeld ab. Danach wurde sie im SQUID vermessen. Wir stellten Ströme von I = 53.53mA und I = 152.40mA ein, was Magnetfeldern von  $B_{EM} = 54.7649G$  und  $B_{EM} = 152.113G$  entspricht.

Diese sogenannten feldgekühlten Messungen sollten für parallele Ausrichtung der Probe wiederholt werden. Wir montierten die Probe nun also so, dass sie parallel zu den Feldlinien des externen Feldes ausgerichtet war. Anschließend kühlten wir sie im Feld ab und führten mit dem SQUID die Magnetisierungs-Messungen durch. Wir verwendeten für den Elektromagneten Ströme von I = 51.80, 81.10, 113.00 und 152.50mA. Diese entsprechen Magnetfeldern von  $B_{EM} = 53.0615, 81.9106, 113.32$  und 152.212G.

Danach untersuchten wir die Gadolinium Probe. Für diese sollten lediglich zwei feldgekühlte Messungen durchgeführt werden. Wir stellten Ströme von I = 420mA und I = 1170mA ein, was  $B_{EM} = 415.595G$  und  $B_{EM} = 1154.05G$  entspricht.

## 4 Versuchsauswertung

Im Rahmen der Versuchsauswertung wurden, soweit nichts anderes erwähnt,  $ROOT^1$  und MATHEMATICA<sup>2</sup> zur Fehlerrechnung und grafischen Darstellung der Messergebnisse verwendet. Darüber hinaus wurden die gängigen Formeln für Stichprobenmittelwert, Stichprobenvarianz und Gauß'scher Fehlerfortpflanzung verwendet. Bei korrelierten Fehlern wird ggf. die Größtfehlerabschätzung anstelle der Gauß'schen Fehlerfortpflanzung verwendet, sofern nicht alle Elemente der Kovarianzmatrix bekannt sind. Darauf wird jedoch im Text explizit hingewiesen. Von einer Wiedergabe der Messwerte im Protokoll sehen wir aus Gründen der Übersichtlichkeit ab. Sie finden sich auf dem Praktikumsrechner.

## 4.1 Eichung

Da die Probenspule, die zur Eichmessung verwendet werden soll, defekt war, erhielten wir die Messwerte einer anderen Gruppe. Die Werte für den eingestellten Spulenstrom konnten wir mit oben genannter Formel in Magnefeldstärken umrechnen und gegen die gemessene SQUID-Spannung auftragen. Es ergab sich der in Abbildung 6 gezeigte lineare Verlauf.



Abbildung 6: Magnetfeld der Eichspule gegen gemessene SQUID-Spannung

<sup>1</sup>http://root.cern.ch

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>http://www.wolfram.com

Wir trugen absichtlich die SQUID-Spannung nach rechts auf, obwohl eigentlich der Spulenstrom die Stellgröße war. Diese Auftragung hat jedoch den Vorteil, dass der gesuchte Proportionalitätsfaktor  $\alpha$  sich direkt aus der Steigung ergibt und nicht noch invertiert werden muss. Aus der linearen Regression fanden wir:

$$\alpha_{Spule} = 0.00106836 \ G/V$$

Für die zweite Eichmethode verwendeten wir die Nickelprobe ein Mal senkrecht und ein Mal parallel zum äußeren Feld. Wir magnetisierten sie jeweils mit einem Strom von I = 1170mA was  $B_{EM} = 1154.05G$  entspricht. Für den senkrechten Einbau konnten wir eine SQUID-Spannung von  $U_{SQUID} = 8.27V$  messen. Im parallelen Fall ergab sich  $U_{SQUID} = 13.01V$ . Über die oben hergeleitete Formel lassen sich dann die Proportionalitätsfaktoren für beide Fälle berechnen. Es ergab sich:

$$\begin{aligned} \alpha_{Ni \ \perp} &= 0.0229155 \ G/V \\ \alpha_{Ni \ \parallel} &= 0.0145666 \ G/V \end{aligned}$$

Im weiteren Verlauf der Auswertung verwendeten wir die beiden letzten Faktoren um die SQUID-Spannungen in Magnetfeldstärken umzurechnen. Dies hat verschiedene Gründe. Die Eichung mit Hilfe der Probenspule ist statistisch genauer, da viel mehr Messwerte aufgenommen werden. Zudem müssen im Vergleich zur Nickel-Eichung weniger theoretische Annahmen gemacht werden. Das große Manko ist jedoch, dass die Spule aus Kupfer besteht, welches kein Ferromagnet ist. Die Nickel-Probe ist jedoch ferromagnetisch und gleicht in ihren Effekten dadurch viel mehr den später verwendeten Proben. Zudem ist auch die Geometrie der Nickel-Probe ähnlich zu den später vermessenen. Und schließlich war die Nickel-Eichung die, die wir wirklich selbst durchgeführt haben und auf die wir uns verlassen können. Daher sind die Messwerte im Folgenden mit dem jeweils zur Anordnung passenden Nickel-Eichfaktor umgerechnet worden.

### 4.2 Terbium, nullfeldgekühlt

Als erstes haben wir mit Terbium die nullfeldgekühlten Messungen durchgeführt. Die erste ohne und die zweite mit Aufmagnetisierung. Die Probe war dabei senkrecht zum äußeren Feld montiert. Es ergab sich der in Abbildung 7 gezeigte Verlauf.

Die Kurve ohne Aufmagnetisierung zeigt eindeutig einen zufälligen Verlauf der Magnetisierung, während die Magnetisierung im aufmagnetisierten Fall mit steigender Temperatur abnimmt. Ab der Curie-Temperatur fällt sie auf 0 und geht in Rauschen über.

Da das SQUID vor jeder Messung neu nachkalibriert wird, ist es nicht möglich einen einheitlichen Nullpunkt anzugeben. Um dennoch eine Normierung zu erreichen und das Ablesen von Absolutwerten zu ermöglichen, haben wir die Magnetisierungskurven verschoben. Bekanntermaßen geht die Magnetisierung oberhalb der Curie-Temperatur verloren. Daraus lässt sich der Nullpunkt der Magnetisierung bestimmen. Wir betrachteten für diese und alle folgenden Messkurven den Mittelwert der letzten 25 Messpunkte. Dieser muss einer Magnetisierung von 0 entsprechen, womit wir die Kurven entsprechend verschieben konnten.



Abbildung 7: Verlauf der Magnetsierung von Terbium nach Kühlung im Nullfeld mit und ohne anschließende Aufmagnetisierung

### 4.3 Terbium, feldgekühlt

Nach den nullfeldgekühlten Messungen führten wir die feldgekühlten durch. Dabei wurde die Probe sowohl in senkrechter, wie auch in paralleler Ausrichtung zum äußeren Magnetfeld vermessen. Das Ergebnis dieser Messungen ist in Abbildung 8 dargestellt.

Hierbei fällt auf, dass die Magnetisierung bei paralleler Ausrichtung der Probe deutlich stärker ist, im Vergleich zum senkrechten Einbau. Dies ist an den nahezu aufeinander liegenden gelben und grünen Kurven besonders deutlich zu erkennen. Die grüne ergab sich für senkrechten Einbau nach einer feldgekühlten Aufmagnetisierung mit  $B_{EM} = 152.1G$ . Die gelbe Kurve ergab sich bei parallelem Einbau, allerdings bei einer viel geringeren Magnetisierungsfeldstärke von nur  $B_{EM} = 82.0G$ .

Dieser Effekt ist auf die Geometrie der Probe zurückzuführen. Bei parallelem Einbau zeigt die Querseite des Probenquaders in Richtung SQUID. Da diese Querseite eine kleinere Fläche als die Längsseite besitzt, verlaufen die Feldlinien enger (siehe Abbildung 9). Die so durch die Probe erzeugte magnetische Flussdichte ist dann natürlich größer.



Abbildung 8: Verlauf der Magnetisierung von Tb nach Kühlung bei verschiedenen Feldstärken



Abbildung 9: Vergleich des erzeugten magnetischen Flusses einer quaderförmigen Probe

## 4.4 Gadolinium, feldgekühlt

Nach der Terbiumprobe führten wir die feldgekühlten Messungen auch mit Gadolinium durch. Wir verwendeten jedoch deutlich höhere Feldstärken bei der Aufmagnetisierung, da Gadolinium ein schwächerer Ferromagnet ist. Auch war bei der Probe nur die parallele Ausrichtung zum äußeren Feld möglich. Der Verlauf der Magnetisierungskurven ist in Abbildung 10 dargestellt. Man erkennt deutlich wie die Magnetisierung von Gadolinium oberhalb der Curie-Temperatur im Rauschen verschwindet. Zu tieferen Temperaturen erricht sie ein Maximum und unterhalb von 230K nimmt sie durch die Drehung der Magnetisierungsachse wieder ab.



Abbildung 10: Verlauf der Magnetisierung von Gd nach Kühlung bei verschiedenen Feldstärken

## 4.5 Curie-Temperaturen

Aus unseren Messungen lassen sich die Curie-Temperaturen der beiden Proben bestimmen. Wir haben dafür die Ableitung des Magnetisierungsverlaufs geplottet (Abbildungen 11 und 12) und das Minimum bestimmt. Das Minimum der Ableitung entspricht einem Wendepunkt im eigentlichen Verlauf. Dieser Wendepunkt in der Magnetisierung tritt genau bei der Curie-Temperatur auf. Für Terbium ließ sich die Curie-Temperatur auf diese Weise gut bestimmen. Das Minimum in der Ableitung von Gadolinium hingegen ist im Rauschen nicht auszumachen. Wir mussten daher für Gadolinium eine andere Methode verwenden. Wir wählten die Temperatur des ersten Messpunkts mit einem Magnetisierungswert kleiner 0 als Punkt der Curie-Temperatur. Die Curie-Temperatur entspricht also der Temperatur des ersten Messwerts direkt nach dem steilen Abfall zu höheren Temperaturen.

Wir erhielten folgende Mittelwerte für die Curie-Temperaturen:

$$T_{C,Tb} = 218.941K \pm 28.7535K$$
  
$$T_{C,Gd} = 293.816K \pm 1.34808K$$

Diese Werte stimmen sehr gut mit den Literaturwerten  $T_{C,Tb}^{Lit}=219K$  und  $T_{C,Gd}^{Lit}=292.5K$ überein.



Abbildung 11: Ableitung der Magnetisierung von Tb



Abbildung 12: Ableitung der Magnetisierung von Gd

#### 4.6 Hysterese Neu-Kurven

Da die beiden Proben stets über die Curie-Temperatur erwärmt und dann bei verschiedenen Feldern gekühlt wurden, kann aus den gemessenen Kurven die Neu-Kurve einer Hysterese gewonnen werden. Wir wählten dazu eine bestimmte Temperatur und trugen dann die zu dieser Temperatur gehörenden Messwerte aus den einzelnen Messreihen über der Aufmagnetisierungs-Feldstärke auf. Wir erhielten also Wertepaare  $B_{SQUID}(B_{EM})$  für eine feste Temperatur. Dies entspricht genau einer Hystereseauftragung. Da wir allerdings nur bei 4 bzw. 2 Aufmagnetisierungs-Feldstärken gemessen haben, ergaben sich nicht viele Messpunkte. Für Terbium wählten wir eine Temperatur von 150K und unterschieden zwischen senkrechter und paralleler Ausrichtung. Für Gadolinium wählten wir eine Temperatur von 240K. Da es sich um eine Neu-Kurve der Magnetisierung handelt, nahmen wir der Anschaulichkeit halber den Punkt (0,0) stets mit dazu, obwohl wir ihn nicht explizit gemessen haben. In Abbildung 13 sind die resultierenden Verläufe dargestellt.



Abbildung 13: Neukurven der Hysterese von Tb und Gd