

Versuch PH: Magnetische Phasenübergänge

II. Physikalisches Institut B, RWTH Aachen

28. Februar 2013

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|-----|--|----|
| 1 | Theorie zum Versuch der magnetischen Phasenübergänge | 1 |
| 1.1 | Magnetismus | 1 |
| 1.2 | Phasenübergänge | 5 |
| 1.3 | Suszeptibilität, Curie Gesetz und kritische Exponenten | 7 |
| 1.4 | Supraleitung | 8 |
| 2 | Versuchsaufbau | 12 |
| 2.1 | Hartshorn-Spulensystem | 12 |
| 2.2 | Die Messung der AC-Suszeptibilität | 14 |
| 3 | Allgemeine Theorie zum Lock-In-Verfahren | 17 |
| 3.1 | Überlagerung zweier sinusförmiger Signale | 17 |
| 3.2 | Rauschregelung | 19 |
| 3.3 | Phasenverschiebung | 20 |
| 3.4 | Weitere Komponenten des Lock-In-Verstärkers | 20 |
| 4 | Vorversuche zum Lock-In-Verstärker | 22 |
| 4.1 | Vorversuch 1: Der Tiefpass | 23 |
| 4.2 | Vorversuch 2: Dämpfungsbereich der internen Filter | 24 |
| 4.3 | Vorversuch 3: Signalfiltern mittels Hoch- und Tiefpass | 25 |
| 4.4 | Vorversuch 4: Zeitkonstante und Empfindlichkeit | 27 |
| 4.5 | Einstellung des Lock-In-Verstärkers für den Hauptversuch | 28 |
| 5 | Durchführung und Auswertung des Hauptversuches | 29 |
| 5.1 | Sekundärspulenabgleich | 29 |
| 5.2 | Kalibrierungsmessungen am Supraleiter | 30 |
| 5.3 | Messung der $GdAg_{1-x}Zn_x$ Probe | 32 |
| 5.4 | Auswertung des Hauptversuches | 33 |

Einleitung

Das Ziel des Versuches ist es, die Suszeptibilität einer Probe, die abhängig von der Temperatur ferromagnetisch, paramagnetisch, oder eventuell antiferromagnetisch ist, zu messen. Aus der Änderung der Suszeptibilität kann man auf den Phasenübergang und dessen materialabhängige kritische Temperatur schließen. Ein weiterer Punkt ist die Messung der kritischen Temperatur eines Supraleiters beim Übergang zum supraleitenden Zustand. Zunächst wird in Kapitel 1 als Grundlage die Phänomenologie des Magnetismus und der Supraleitung sowie die Beschreibung von Phasenübergängen dargestellt. In Kapitel 2 wird der zentrale Meßaufbau zur Vermessung der Suszeptibilität χ präsentiert und in Kapitel 3 wird das Prinzip eines Lock-In-Verstärkers erläutert. Für dieses in der Festkörperphysik äußerst wichtige Messgerät werden daher vier Vorversuche am ersten Versuchstag durchgeführt, die in Kapitel 4 beschrieben werden. Schließlich wird in Kapitel 5 die Durchführung und die Auswertung des Hauptversuchs erläutert.

1 Theorie zum Versuch der magnetischen Phasenübergänge

1.1 Magnetismus

Magnetismus ist ein physikalisches Phänomen, das zwar makroskopisch wahrnehmbar ist, aber für sein Verständnis auf quantenmechanischer Skala beschrieben werden muss.

Die Magnetisierung M ist eine Konsequenz des Verhaltens von Elektronen innerhalb eines Festkörpers. Man kann sie als Dichte der magnetischen Dipolmomente \vec{m}_G beschreiben, wie z.B. Spin und Bahndrehimpuls. Es ergibt sich $\vec{M} = \vec{m}_G \cdot \frac{N}{V}$.

Für die Änderung der Magnetisierung dM in Abhängigkeit von einem äußeren magnetischen Feld \vec{H} gilt

$$dM = \frac{\partial M}{\partial H} \cdot dH = \chi \cdot dH. \quad (1)$$

Für kleine Felder von \vec{H} lässt sich die Magnetisierung als

$$\vec{M} \approx \chi \cdot \vec{H} \quad (2)$$

beschreiben.

Der Proportionalitätsfaktor zwischen \vec{M} und \vec{H} ist die magnetische Suszeptibilität χ . Sie beschreibt die Magnetisierbarkeit des Materials.

Eine Überlagerung von Magnetisierung und äußerem Feld \vec{H} ergibt sich die magnetische Flussdichte

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

Zu beachten ist, dass formal \vec{M} alle Beiträge der Materie zum \vec{B} -Feld umfasst.

Typische Formen des Magnetismus sind Diamagnetismus, Paramagnetismus und Ferromagnetismus. Sie sind auf makroskopischer Skala gut messbar. Im Folgenden sollen diese drei Arten kurz dargestellt werden.

1.1.1 Diamagnetismus

Wir betrachten ein System mit vollbesetzten Orbitalen. Die magnetischen Momente von Spin und Bahndrehimpuls addieren sich somit zu null. Im Magnetfeld ist die Summe der magnetische Momente jedoch ungleich null. Die Ursache dafür liegt in der Präzessionsbewegung der einzelnen Bahnmomente um das angelegte Feld. Die kreisenden Elektronen werden durch das Magnetfeld auf einen zusätzlichen Kreisbahnanteil senkrecht zum Feld gezwungen (vgl. Lorentzkraft) Es ergibt sich also ein magnetisches Moment, das dem Feld entgegengesetzt ausgerichtet ist (siehe Abbildung 1). Hierraus ergibt sich $-1 < \chi < 0$ für die Suszeptibilität.

Klassisch betrachtet würden die Elektronen jedoch aufgrund der elektromagnetischen Strahlung abgebremst werden. Eine quantenmechanische Beschreibung des Effektes ist aufwendig und soll hier nicht durchgeführt werden.

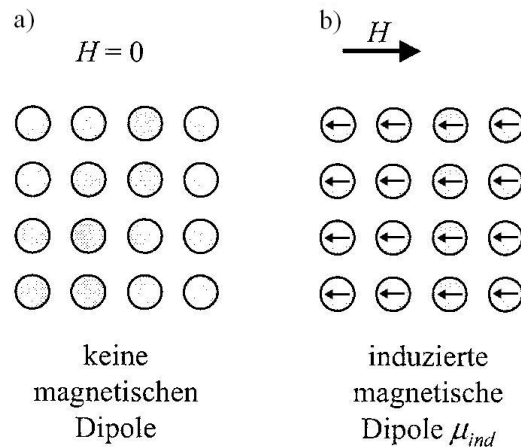


Abbildung 1: Ausrichtung der Dipolmomente der Atome eines Diamagneten bei (a) $\vec{H} = 0 \text{ T}$ und der Dipolmomente der Atome für (b) $\vec{H} \neq 0 \text{ T}$

Diamagnetismus ist temperaturunabhängig und besitzt Suszeptibilitäten in der Größenordnung von $\chi = -10^{-7}$ bis $\chi = -10^{-4}$. Er wird somit oft durch stärkere magnetische Effekte, wie Para- oder Ferromagnetismus, überdeckt.

Beispiele für diamagnetische Elemente sind Edelgase sowie Kupfer, Silber und Gold. Das stärkste diamagnetische Element bei Raumtemperatur ist Kohlenstoff in Form von HOPG (Highly Orientated Pyrolytic Graphite). Bei einem Magnetfeld senkrecht zu den Kohlenstoffatomschichten misst man eine Suszeptibilität von $\chi \approx -4,50 \cdot 10^{-4}$. Ein Supraleiter stellt einen perfekten Diamagneten mit $\chi = -1$ dar.

1.1.2 Paramagnetismus

Paramagnetische Anteile entstehen durch nicht-kompensierte magnetische Momente, d.h. dass es bei $\vec{H} = 0$ bereits Spin- oder Bahndrehimpulsmomente gibt. Paramagnetismus kann also bei Elementen mit nicht vollständig besetzten Orbitalen vorkommen. Die magnetischen Momente richten sich beim Anlegen eines äußeren Feldes aus und verstärken dieses. Dem entgegen wirkt die thermische Bewegung der Dipolmomente. Bei zunehmendem äußeren Feld strebt die Magnetisierung einem Grenzwert entgegen, der einer vollständigen Ausrichtung aller Dipole entspricht. Die gemeinsame Ausrichtung dieser Momente bricht nach Entfernung des äußeren Feldes zusammen (siehe Abbildung 2).

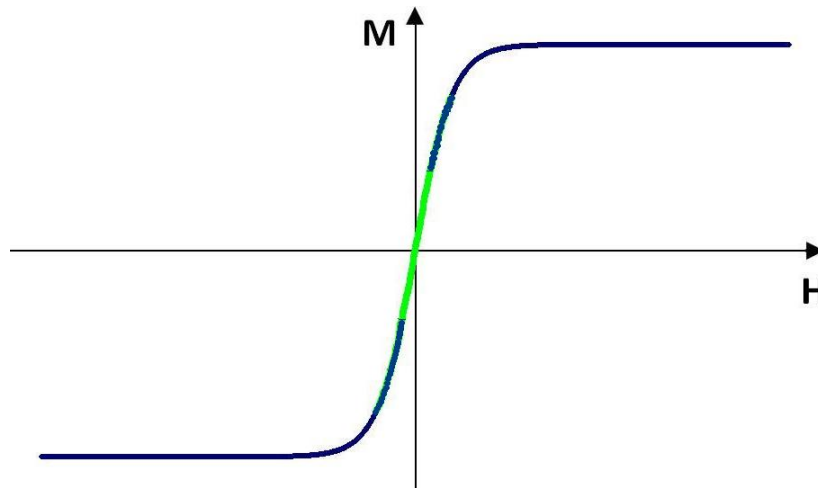


Abbildung 2: Magnetisierungskurve eines Paramagneten. Im linearen Bereich (grün markiert, kleine Felder) gilt $\vec{M} = \chi \cdot \vec{H}$.

Für kleine Felder im Vergleich zum Sättigungsfeld, welches bei Raumtemperatur bei ca. 500 T liegt, ist $\vec{M} \propto \vec{H}$, und man kann eine konstante Suszeptibilität annehmen. Die Suszeptibilität liegt im Bereich von $\chi = 10^{-2}$ bis $\chi = 10^{-9}$. Sie nimmt mit steigender Temperatur ab. Beispiele für Paramagneten sind Alkalimetalle, die ein einzelnes Elektron im S-Orbital besitzen.

1.1.3 Ferromagnetismus

Beim Ferromagnetismus, ähnlich wie der Paramagnetismus, richten sich die magnetischen Momente parallel zum von außen angelegten Feld aus. Jedoch ist auch bereits bei Abwesenheit eines äußeren Feldes eine parallele Ausrichtung der magnetischen Momente begünstigt. Ursache ist die sogenannte Austauschwechselwirkung. Die magnetischen Momente sind innerhalb Weiss'scher Bezirke ausgerichtet. Diese Bezirke sind zunächst statistisch verteilt, sodass die Gesamtmagnetisierung des Festkörpers gleich Null ist. Bei Anlegen eines äußeren Feldes werden diese Bezirke, die parallel zum äußeren Feld zeigen, vergrößert. Bezirke, die in eine falsche Richtung zeigen, werden ausgerichtet. Diese Ausrichtung kann teilweise auch nach Entfernen des äußeren Feldes übrig bleiben.

Im Gegensatz zum Paramagnetismus ist Ferromagnetismus daher nicht reversibel und von der Vorgeschichte abhängig (siehe Abbildung 3). Durch Erhitzen über die ferromagnetische Curie-Temperatur T_C wird die Restmagnetisierung wieder zerstört. Oberhalb dieser Temperatur zeigen viele Materialien paramagnetisches Verhalten.

Die Magnetisierbarkeit ist beim Ferromagnetismus wesentlich größer als beim Dia- und Paramagnetismus, $\chi \gg 1$. Der Begriff der Suszeptibilität bei Ferromagneten

ist jedoch nur sehr eingeschränkt verwendbar, da $M(H)$ schon bei relativ kleinen Feldern nicht linear ist. Eine Beschreibung durch $\chi(H) = \frac{\partial M}{\partial H}$ ist besser geeignet. Unter den Elementen weisen nur Eisen, Kobalt und Nickel ferromagnetische Eigenschaften auf. Die Curie-Temperaturen liegen hier zwischen 360K und 1130K.

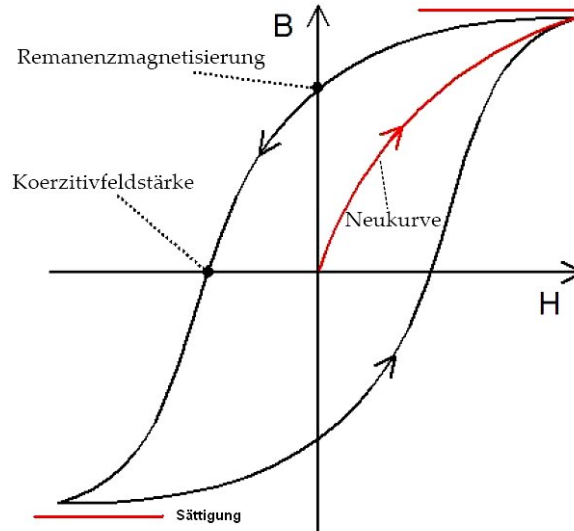


Abbildung 3: Abbildung 3 zeigt die Hysteresekurve eines Ferromagneten. Der Pfad bestimmt den Verlauf der Magnetisierung bei Durchlaufen eines äußeren Magnetfeldes. Dieser geht in einen Sättigungsbereich über, in dem sich alle Weiss'schen Bezirke ausgerichtet haben. Entfernt man das Magnetfeld, so bleibt eine Magnetisierung $M_0 = \frac{B(H=0)}{\mu_0}$ bestehen, die sich Remanenzmagnetisierung nennt. Die Koerzitivfeldstärke ist die zur Aufhebung der Remanenz notwendige (Gegen-)Feldstärke.

1.2 Phasenübergänge

Wie im vorherigen Kapitel erwähnt, vollziehen einige Ferromagnete bei T_C einen Phasenübergang von ferromagnetisch nach paramagnetisch. Hierzu soll in diesem Kapitel grundlegend auf Phasenübergänge eingegangen werden.

Ein Phasenübergang ist eine Zustandsänderung, bei der sich die physikalischen Eigenschaften eines Vielteilchensystems ändern, man also ein neues Minimum der Gibbs'schen freien Energie realisiert. Die Gibbs'sche Energie ist gegeben durch

$$G = U + PV - TS = H - TS$$

$$dG = VdP - SdT + (\mu dN)$$

mit U der inneren Energie, P dem Druck, S der Entropie und H der Enthalpie. Bei variablem Druck, variabler Temperatur und variabler Teilchenzahl wird das Minimum der Gibbs'schen Energie G realisiert.

Die Gibbs'sche Energie wird minimal, wenn die Enthalpie klein und die Entropie groß wird. Die Enthalpie kann verringert werden, indem sich die mikroskopischen Elemente des Systems strukturieren. Der Anteil der Entropie gewinnt mit steigender Temperatur immer mehr an Bedeutung.

Anschaulich ist dies am Beispiel des Ferromagneten, dessen atomare magnetische Momente innerhalb der Domäne und unterhalb der Curie-Temperatur größtenteils gleich ausgerichtet sind, weil diese Anordnung die Energie durch die Austauschwechselwirkung minimiert. Steigt die Temperatur an, wächst der Einfluss der Entropie auf die Gibbs'sche Energie, was dazu führt, dass ab einer kritischen Temperatur die Minimierung der Enthalpie keine Rolle mehr spielt und die Gleichausrichtung zugunsten größerer Unordnung aufgegeben wird.

Der Phasenübergang markiert den Punkt, an dem die Enthalpie und Entropie gleich groß sind. Ein Phasenübergang ist per Definition von n -ter Ordnung, wenn eine der n -ten partiellen Ableitungen eines thermodynamischen Potentials am Übergangspunkt diskontinuierlich ist, während alle $(n-1)$ -ten Ableitungen stetig sind.

1.2.1 Phasenübergang erster Ordnung

Bei einem Phasenübergang erster Ordnung (vgl. Abb. 4) ist die erste Ableitung eines thermodynamischen Potentials, z.B. die Entropie $S = \frac{dG}{dT}$, unstetig. Ein Beispiel dafür ist der Übergang zwischen Flüssigkeit und Gas. Dieser Übergang wird durch die Theorie des Van-der-Waals-Gases beschrieben. Die Energie, die für diesen Phasenübergang erster Ordnung benötigt wird, ist die latente Wärme. Sie heißt latent, weil dabei keine Temperaturänderung stattfindet.

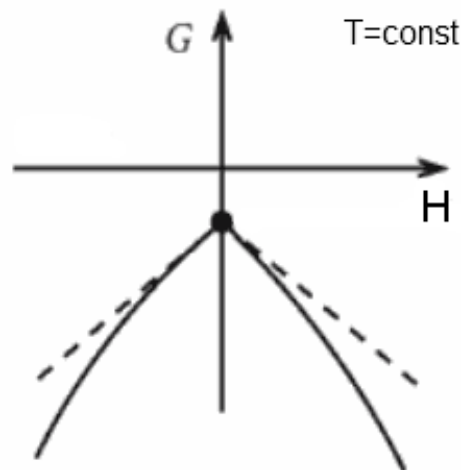


Abbildung 4: Beim Phasenübergang erster Ordnung ist eine erste Ableitung der Gibbs'schen Energie (hier $\frac{dG}{dH}$) unstetig.

1.2.2 Phasenübergang zweiter Ordnung

Der Phasenübergang vom Ferro- zu Paramagnetismus erfolgt ohne latente Wärme. Solche Zustandsänderungen können durch Phasenübergänge höherer Ordnung beschrieben werden. Ist beispielsweise die erste Ableitung der Enthalpie nach den zustandsdefinierenden Parametern stetig jedoch nicht differenzierbar, macht die erste Ableitung einen Knick bei einer kritischen Temperatur T_C . Daraus folgt, dass die zweite Ableitung der Enthalpie nach einem der Parameter einen Sprung macht. Man nennt dieses Verhalten einen Phasenübergang zweiter Ordnung.

Wie beim Wasser die Größen Temperatur und Druck zustandsbestimmend sind, wird beim Übergang vom Ferro- zu Paramagnetismus der Zustand zusätzlich durch das Magnetfeld festgelegt.

In der Thermodynamik wird gezeigt, dass die Ableitung der Gibbs'schen Energie ($dG = VdP - SdT + \mu dN - MdH$) nach dem äußeren Magnetfeld bei konstanter Temperatur die Magnetisierung $M = - \left(\frac{\partial G}{\partial H} \right)_T$ ist. Die zweite Ableitung macht bei einem Phasenübergang zweiter Ordnung einen Sprung bei der kritischen Temperatur T_C . Diese Größe ist die magnetische Suszeptibilität $\chi = \left(\frac{\partial M}{\partial H} \right)_T = - \left(\frac{\partial^2 G}{\partial H^2} \right)_T$.

1.3 Suszeptibilität, Curie Gesetz und kritische Exponenten

Betrachtet man die Magnetisierung eines Paramagneten als Funktion der Temperatur, so findet man, dass die Suszeptibilität mit steigender Temperatur abnimmt.

Sie lässt als ein Ensemble von nicht wechselwirkenden Atomen im \vec{B} -Feld beschreiben, welches der Boltzmannverteilung folgt. Es ergibt sich

$$\vec{M} \approx C \cdot \frac{\vec{B}}{T}, \quad (3)$$

mit der materialabhängigen Curiekonstante C .

Es ergibt sich das von Pierre Curie im Jahre 1896 entdeckte von Curie-Gesetz $\chi \approx \frac{C}{T}$.

1907 entdeckte der französische Physiker Pierre-Ernest-Weiss ein Gesetz, das die magnetischen Eigenschaften eines Materials, das bei tiefen Temperaturen ferromagnetisch wird, anhand der Suszeptibilität bei hohen Temperaturen ($T > T_C$) sehr genau beschreibt:

$$\chi^{-1} = \frac{T - T_C}{C} \quad (4)$$

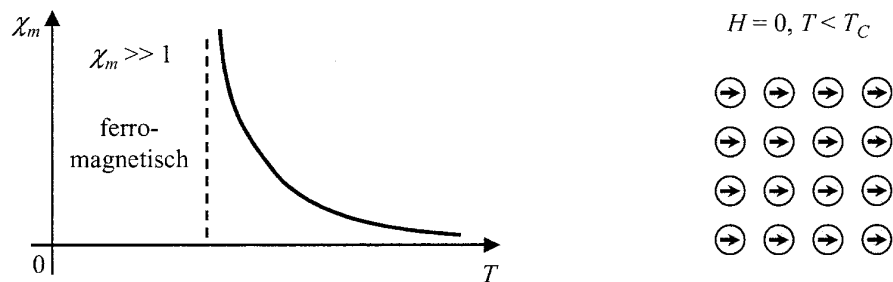


Abbildung 5: links: Phasenübergang des Ferro- zum Paramagnetismus, rechts: Bei $T = T_C$ fangen die magnetischen Momente an sich parallel zueinander auszurichten. Im linken Bild ist χ im ferromagnetischen Bereich nicht eingezeichnet, da dies beim Ferromagnetismus wesentlich größer ist als beim Paramagnetismus.

In dem Versuch wird u.a. ein solcher Phasenübergang untersucht. Die Curie-Temperatur T_C ist die Temperatur, bei der der Phasenübergang zum Ferromagnetismus stattfindet, d.h. die Suszeptibilität einen Sprung macht. Mit Annäherung an T_C ergeben sich Abweichungen zum Curie-Weiss-Gesetz, auf deren Ursache hier nicht näher eingegangen werden soll, die aber besser durch $\chi^{-1} \propto (T - T_C)^\gamma$ beschrieben werden können. $\gamma \approx \frac{4}{3}$ ist hierbei der sogenannte kritische Exponent des Phasenübergangs.

1.4 Supraleitung

Ein Supraleiter zeichnet sich durch zwei wesentliche Eigenschaften aus, die beide unterhalb einer kritischen Temperatur eintreten. Zum Einen sinkt der elektrische

Gleichstromwiderstand unter jeden messbaren Wert (idealer Leiter). Zum Anderen wird ein magnetisches Feld vollständig aus der Probe herausgedrängt (idealer Diamagnet mit $\chi = -1$). Dieser zweite Effekt lässt sich nicht durch eine ideale Leitfähigkeit allein erklären. Die Widerstandslosigkeit bedingt nur, dass das Magnetfeld im Inneren konstant bleibt. Eine Feldfreiheit resultiert nicht hieraus. Hierzu betrachten wir zunächst einen idealen Leiter in einem Magnetfeld. Aufgrund der Induktion wird bei diesem generell eine Änderung des Flusses verhindert. Hätte der ideale Leiter eine kritische Temperatur, so hinge die Feldfreiheit davon ab, ob er vor dem Erreichen der kritischen Temperatur feldfrei oder vom Feld durchdrungen gewesen wäre. Ein ihn durchdringendes Magnetfeld bliebe bestehen, falls dieses schon vor der Abkühlung angelegt worden wäre. Der Supraleiter hingegen ist immer feldfrei, unabhängig von seiner Vorgeschichte (Abb. 6).

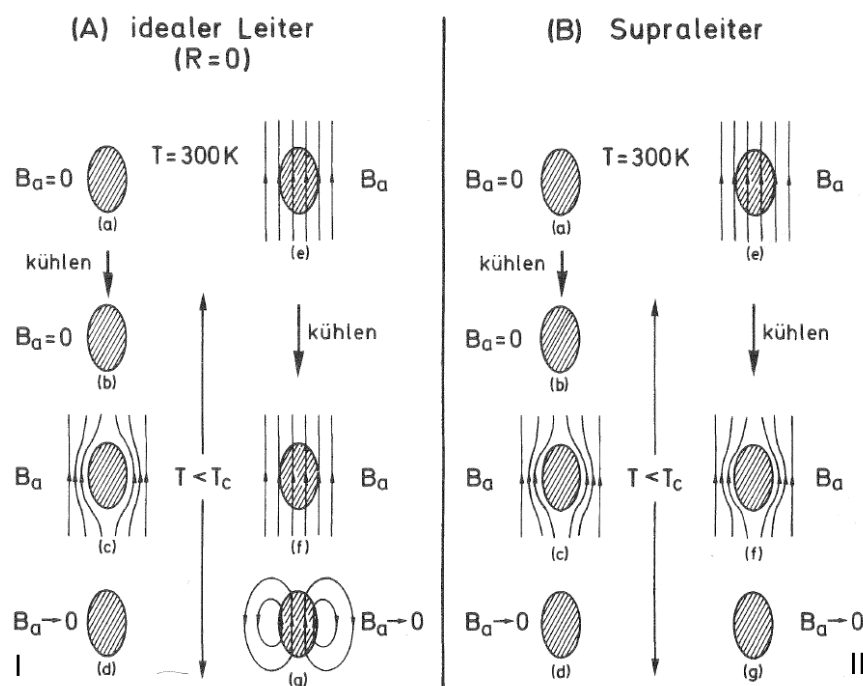


Abbildung 6: Magnetisches Verhalten eines idealen Leiters (A) und eines Supraleiters (B). (I) Beim idealen Leiter hängt der Endzustand (d) oder (g) davon ab, ob die Probe zuerst unter T_c abgekühlt und dann das Magnetfeld B_a eingeschaltet wurde oder ob umgekehrt im B_a -Feld abgekühlt wurde. Die Probe verliert ihren Widerstand unterhalb der Temperatur T_c . (II) Beim Supraleiter ergeben sich gleiche Endzustände (d) und (g) unabhängig von der Reihenfolge zwischen Anlegen des Magnetfeldes B_a und Abkühlen der Probe. [Festkörperphysik - Ibach, Lüth]

Es gibt zwei Arten von Supraleitern, die sich insbesondere in ihrem Magnetisierungsverhalten unterscheiden.

1.4.1 Supraleiter erster Art

Die kritische Temperatur liegt bei einem Supraleiter erster Art zwischen 0 K und 10 K. Im supraleitenden Zustand werden Feldlinien bis auf eine dünne Schicht (≤ 100 nm) an der Oberfläche verdrängt. Dieser Effekt wurde 1933 von Walther Meißner und Robert Ochsenfeld entdeckt. Der Übergang von Supraleitung zu Normalleitung erfolgt abrupt bei Überschreiten eines kritischen Feldes oder Temperatur. Metalle wie z. B. Pb, Sn, In, Tl, Cd und Ga zeigen dieses Verhalten.

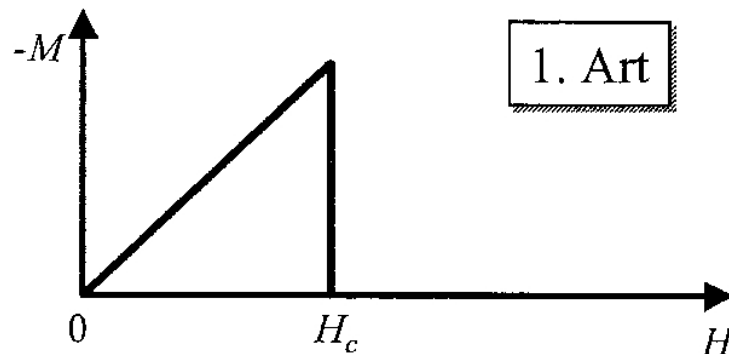


Abbildung 7: Unterhalb einer kritischen Feldstärke führt eine Erhöhung des \vec{H} -Feldes zu einer Erhöhung der entgegengerichteten Magnetisierung. Dies verhindert ein Eindringen des \vec{B} -Feldes. Dieser Effekt bricht bei Erreichen einer kritischen Feldstärke zusammen.

1.4.2 Supraleiter zweiter Art

Supraleiter zweiter Art haben ein anderes Magnetisierungsverhalten. Bis zum Wert $H = H_{C1}$, der unteren kritischen Feldstärke, verhält sich die Magnetisierung wie bei Supraleitern erster Art. Supraleiter zweiter Art jedoch weisen einen Übergangsbereich zwischen den kritischen Feldstärken H_{C1} und H_{C2} auf (Abb.:8), in dem die Magnetisierung rasch abfällt und Flussschläuche ins Material eindringen (*Abrikossow-Vortex-Gitter*). Wird eine obere kritische Feldstärke $H = H_{C2}$ erreicht, erfolgt ein Übergang vom supraleitenden in den normalleitenden Zustand und ein äußeres Feld kann den Supraleiter vollständig durchdringen.

Beispiele für Supraleiter zweiter Art sind keramische oder eisenhaltige Hochtemperatursupraleiter. Ihre kritischen Temperaturen sind im Vergleich zu Supraleitern erster Art deutlich höher. Die kritische Temperatur von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ beispielsweise liegt bei 93 K. (Momentaner Rekordhalter ist $\text{Hg}_{0,8}\text{Tl}_{0,2}\text{Ba}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_8$ mit $T_C = 138$ K).

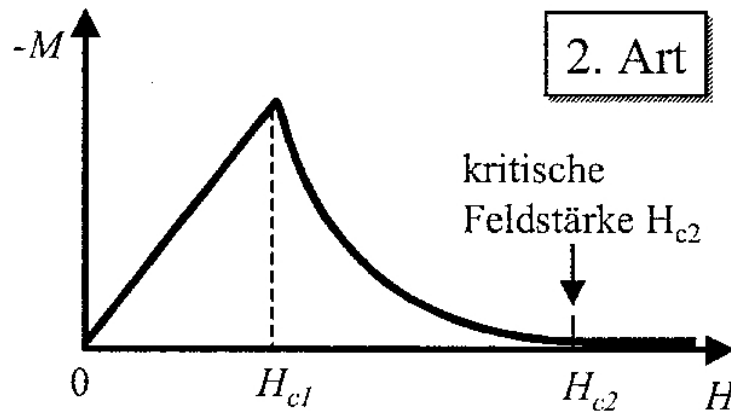


Abbildung 8: Bis zu einer kritischen Feldstärke H_{C1} zeigen Supraleiter zweiter Art dasselbe Verhalten wie Supraleiter erster Art. Dann erfolgt ein teilweises Eindringen des Feldes in Form von magnetischen Flussschläuchen, die von supraleitenden Bereichen umgeben sind. Bei einer kritischen Feldstärke H_{C2} wird der Supraleiter normalleitend.

1.4.3 Cooper-Paar-Bildung

Ein Modell zur Erklärung des Supraleiters stellt die Theorie der Cooper-Paar-Bildung dar: Der Grundzustand des Elektronengases aus einzelnen Elektronen bricht bei $T < T_C$ zusammen, wenn eine schwache attraktive Wechselwirkung zwischen den Elektronen zugelassen wird. Eine solche Wechselwirkung ist z.B. die Elektron-Phonon-Kopplung. Über eine dynamische Verzerrung des Gitters erfolgt also eine indirekte Anziehung zweier Elektronen im Festkörper.

Die beiden korrelierten Elektronen bilden als Quasiteilchen ein Paar mit dem Gesamtspin von Null (antiparallele Spinausrichtung) oder eins (parallele Spinausrichtung), also ein Boson. Man nennt sie Cooper-Paare. Diese unterliegen nicht mehr der Fermi-Dirac-Statistik der Elektronen und können somit alle denselben Energiezustand besetzen. Unterhalb einer kritischen Temperatur T^* besetzen tatsächlich alle Bosonen den energetisch niedrigsten Zustand und können somit alle durch eine makroskopische Wellenfunktion

$$\Psi_1 = \Psi_2 = \Psi_3 = \dots = A(x, y, z) \cdot e^{i\varphi(x, y, z)} \quad (5)$$

beschrieben werden, in der alle Elektronenpaare die gleiche Amplitude und Phase haben.

Diesen Phasenübergang nennt man Bose-Einstein-Übergang. Für die meisten Supraleiter gilt $T^* \gg T_C$, sodass die Bildung der Cooper-Paare automatisch zur Bose-Einstein-Kondensation führt.

2 Versuchsaufbau

Ziel des Hauptversuches ist es die Suszeptibilität eines Materials zu ermitteln. Es wird dafür der Phasenübergang bei der kritischen Temperaturen ausgemessen. Zur Kalibrierung des Messaufbaus wird der Phasenübergang eines Hochtemperatursupraleiters vermessen, so dass im Anschluss der Phasenübergang der Suszeptibilität einer $\text{GdAg}_{1-x}\text{Zn}_x$ -Probe unbekannter Zusammensetzung ausgemessen werden kann. Die Temperatur beim Phasenübergang des Hochtemperatursupraleiters liegt im Bereich von 90 K. Anhand der kritischen Temperatur kann die Zusammensetzung der $\text{GdAg}_{1-x}\text{Zn}_x$ -Probe bestimmt werden. Alle Informationen über die Suszeptibilität erhält man aus einer gemessenen Spannung. Die Messung dieser Spannung erfolgt über ein Hartshorn-Spulensystem, in deren Sekundärwicklung die zu vermessende Probe gebracht wird.

2.1 Hartshorn-Spulensystem

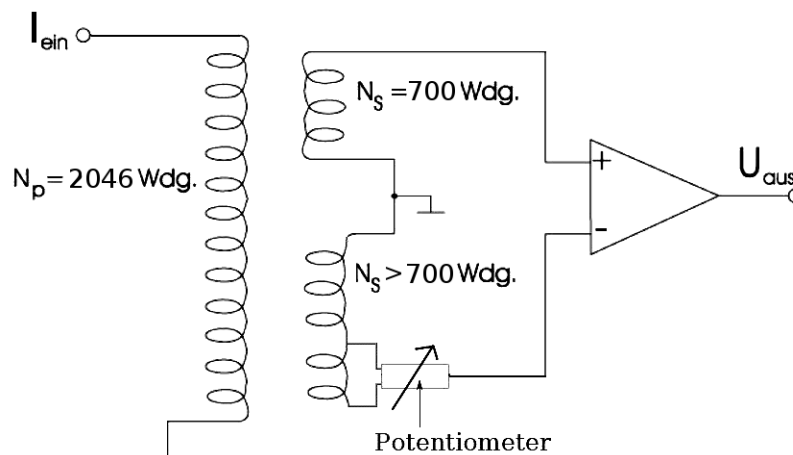


Abbildung 9: Die Hartshorn-Brückenschaltung

Das Hartshorn-Spulensystem funktioniert nach dem Prinzip eines Transformators. Wie Abbildung 9 zeigt, besteht dieser aus einer Primär- und zwei Sekundärspulen, welche übereinander auf einen nichtmagnetischen Spulenkörper gewickelt sind. Die Sekundärspulen liegen innerhalb der Primärspule. Die äußere Primärwicklung mit $N_{\text{prim}} = 2046$ Windungen wird von einem Wechselstrom konstanter Amplitude durchflossen und erzeugt ein homogenes magnetisches Wechselfeld \vec{H} im Zentrum der Spule. Das Feld wirkt auf zwei innere Sekundärwicklungen ("Pick-up-Spulen"), die jeweils die gleiche Induktivität, jedoch einen entgegengesetzten Windungssinn besitzen. Diese Anordnung nennt man Brückenschaltung.

Trotz des entgegengesetzten Windungssinns haben die induzierten Spannungen in beiden Spulen das gleiche Vorzeichen, da die Masse genau zwischen den Spulen liegt. (Abb. 9)

Prinzipiell könnte man die gleiche Induktivität durch eine gleiche Windungszahl erreichen, jedoch gibt es leichte Geometrieunterschiede zwischen den Spulen (Dichte der Wicklungen), so dass eine gleiche Windungszahl nicht zwangsläufig die gleiche Induktivität bedeutet. Der Feinabgleich der Spulen wird deswegen über ein ohmsches Potentiometer realisiert, das parallel zu einem Teil der zweiten Spule geschaltet wurde. So erreicht man durch eine Variation des Widerstandes, ob die parallel geschalteten Windungen zur Induktivität beitragen oder nicht. Beispiel: $R_{poti} = 0 \text{ Ohm}$, so sind die parallel geschalteten Windungen kurzgeschlossen und tragen nicht zur Induktivität bei.

2.1.1 Elemente des Aufbaus

Der Aufbau dieses Versuchs besteht unter anderem aus einem Probenstab, in dessen unterem Ende ein Hartshorn-Spulensystem eingebaut ist. Die verschiedenen Proben werden zur Messung in eine der Sekundärspulen geschoben (Abb. 10).

Der Probenstab wird so eine dafür vorgesehene Halterung gestellt, dass er mit dem Spulensystem in ein Dewar-Gefäß ragt. So kann mit Hilfe von flüssigem Stickstoff die Probe gekühlt werden. Am Spulensystem ist zur Aufnahme der Temperatur eine Silizium-Diode angebracht. Zur Erzeugung der Wechselspannung in der Primärspule und Messung der induzierten Spannung in der Sekundärspule wird ein Lock-In-Verstärker verwendet, dessen unktionsweise in Kapitel 3 erklärt wird.

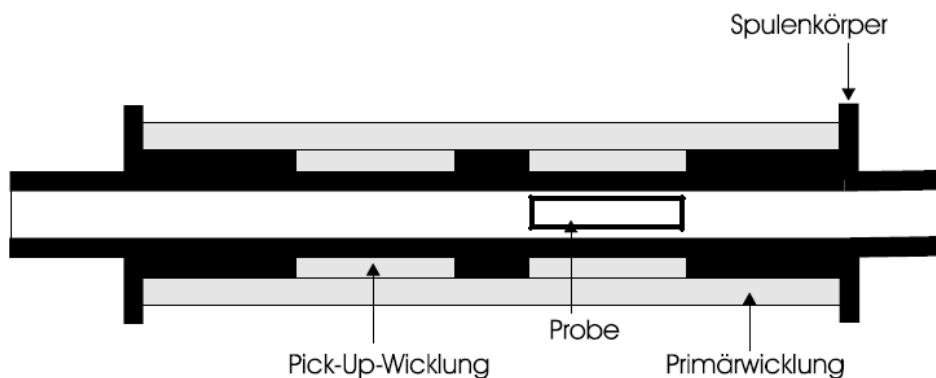


Abbildung 10: Hartshornspulensystem mit Spulenkörper und eingesetzter Probe.

2.2 Die Messung der AC-Suszeptibilität

2.2.1 χ als komplexe Zahl bei Wechselstrom

Im Folgenden wird der Fall betrachtet, indem durch die Primärspule ein Wechselstrom fließt.

Die Primärspule erzeugt ein äußeres Feld der Form $\vec{H}(t) = \vec{H}_0 \cdot \exp(i\omega t)$ mit konstantem \vec{H}_0 . Des Weiteren gibt es ein induziertes inneres Feld \vec{H}_i , welches auf induzierte Wirbelströme in der leitfähigen Probe in der Sekundärspule zurückzuführen ist. Diese Wirbelströme entstehen durch die zeitliche Änderung des äußeren \vec{H} -Felds aufgrund des Induktionsgesetzes:

$$\vec{H}_i(t) \propto -\frac{d\vec{H}(t)}{dt} = -i \cdot \omega \cdot \vec{H}(t). \quad (6)$$

Oder allgemeiner ausgedrückt, mit einer zunächst willkürlich benannten Konstanten χ'' , die die Proportionalität berücksichtigt:

$$\vec{H}_i(t) = -i\chi'' \cdot \vec{H}(t), \quad (7)$$

womit \vec{H}_i also gegenüber \vec{H} um $-\frac{\pi}{2}$ phasenverschoben ist.

In der Probe entsteht außerdem noch eine \vec{M}_{Dipol} -Magnetisierung durch die ausgerichteten Dipole, welche in Phase mit dem äußeren \vec{H} -Feld sind, wie im Kapitel 1.1 erläutert. Bei hinreichend schwachen Feldern sind \vec{M}_{Dipol} und \vec{H} proportional.

Es gilt

$$\vec{M}_{Dipol} = \chi' \cdot \vec{H}, \quad (8)$$

wobei χ' die Suszeptibilität ist. Für die vom magnetischen Körper erzeugte Gesamtmagnetisierung $\vec{M} = \vec{M}_{Dipol} + \vec{H}_i$ gilt also (bei hinreichend schwachen Feldern)

$$\vec{M} = (\chi' - i\chi'') \cdot \vec{H} = \chi_C \cdot \vec{H}. \quad (9)$$

Hierbei ist χ_C eine komplexe Zahl.

Ist die Probe nichtleitend, dann werden keine Wirbelströme induziert und der phasenverschobene Anteil \vec{H}_i verschwindet. Es gilt dann die einfache Beziehung $\vec{M}(t) = \chi' \cdot \vec{H}(t)$

Gleichung 9 ergibt sich für den Fall eines hinreichend schwachen \vec{H} -Feldes. Bei stärkeren Felder verallgemeinert sich diese Gleichung zu

$$\frac{\partial M_x(H)}{\partial H_x} = \chi_C(H) = \chi'(H) - i\chi''(H). \quad (10)$$

Man nennt die Größe χ_C die Wechselstrom-Suszeptibilität. Da die induzierten Ströme bei endlichem Widerstand der Probe einen Energieverlust verursachen (Ohmsches Gesetz), ist χ'' ein Maß für die von den Wechselströmen dissipierte Leistung. Da die Wirkleistung immer größer Null ist, ist es auch χ'' . Beim Supraleiter ist das \vec{B} -Feld im Inneren Null und ändert sich nicht, sodass keine Abschirmströme zusätzlich zum Magnetfeld beitragen. Ergo ist beim Supraleiter $\chi'' = 0$.

2.2.2 Der Entmagnetisierungsfaktor

Bringt man eine magnetisierbare Probe in das Feld einer Spule, so richten sich die Dipole im Inneren gleich- oder entgegengesetzt gerichtet aus. Im Idealfall ist das Feld, welches auf die Probe wirkt $\vec{B}_{ideal} = \mu_0 \cdot \vec{H} + \mu_0 \cdot \vec{M}$. Dies gilt aber nur im Idealfall bei bestimmten Probengeometrien, wie z.B. einem unendlich langen Zylinder, dessen Achse in Richtung des Feldes zeigt. Für andere Probengeometrien sei \vec{B}_{eff} der Mittelwert des Feldes, das auf die Probe einwirkt. Das effektive Feld ist eine Überlagerung vom homogenen Außenfeld, dem Feld der Abschirmströme an der Oberfläche der Probe und dem Feld der ausgerichteten Dipole. Um die Geometrieabhängigkeit des Feldes der Dipole zu beschreiben, wird ein mittlerer sogenannter Entmagnetisierungsfaktor n_M eingeführt. Für \vec{B}_{eff} ergibt sich

$$\vec{B}_{eff} = \mu_0 \cdot \vec{H} + (1 - n_M) \cdot \mu_0 \cdot \vec{M}, \quad (11)$$

mit $0 \leq n_M \leq 1$.

Mögliche Werte für den Entmagnetisierungsfaktor sind beispielsweise: $n_M(\text{Kugel}) = \frac{1}{3}$, $n_M(\infty\text{-langer Stab in Längsrichtung}) = 0$ und $n_M(\text{dünne Platte senkrecht zur Ebene}) = 1$.

2.2.3 Berechnung der induzierten Spannung im Hartshorn-Spulensystem

Betrachtet wird nun die gesamte induzierte Spannung U_{ges} des Hartshorn-Spulensystems. Da eine der beiden Sekundärspulen im Inneren materialgefüllt ist und die andere nicht, erzeugen diese nicht die gleichen \vec{B} -Felder.

Die induzierte Spannung U_{ind} in einer Sekundärspule mit N Windungen mit konstanter, von Magnetfeld durchsetzter Fläche A , berechnet sich mit

$$U_{ind} = -N_{sek} \cdot \frac{d\phi}{dt} = -N_{sek} A_{sek} \cdot \frac{dB}{dt}. \quad (12)$$

Aufgrund des entgegengerichteten Wicklungssinns muss man die induzierten Spannungen der beiden Sekundärspulen subtrahieren und man erhält mit Gleichung Formel 11:

$$\begin{aligned} U_{ges} &= U_{ind,1} - U_{ind,2} \\ &= -N_{sek} A_{sek} \cdot \frac{d}{dt} (B - B_{eff}) \\ &= -\mu_0 N_{sek} A_{sek} \cdot \frac{d}{dt} \left(H - \left(H + (1 - n_M) \cdot M \cdot \frac{V_{Probe}}{V_{sek}} \right) \right). \end{aligned}$$

Dabei wurde durch den Faktor $\frac{V_{Probe}}{V_{sek}}$ berücksichtigt, dass die Probe nur einen Teil des Volumens der zweiten Spule ausfüllt. Im letzten Schritt kann M noch durch Formel 9 ersetzt werden. Es folgt

$$\begin{aligned} U_{ges} &= \mu_0 N_{sek} A_{sek} \cdot \frac{d}{dt} \left((1 - n_M) \cdot M \cdot \frac{V_{Probe}}{V_{sek}} \right) \\ &= \mu_0 N_{sek} A_{sek} \cdot (1 - n_M) \cdot \frac{V_{Probe}}{V_{sek}} \cdot \frac{d}{dt} (\chi_C H(t)) \\ &= \chi_C \cdot \frac{\mu_0 N_{sek} V_{Probe} \cdot (1 - n_M)}{l_{sek}} \cdot \frac{dH(t)}{dt}. \end{aligned} \quad (13)$$

Dabei entspricht l_{sek} der Länge der Sekundärspule. Die Spannung U_{ges} ist somit das vom Lock-In-Verstärker gemessene Messsignal, wobei $H(t) = H_0 \cdot \sin(\omega t)$ ist, d.h. eine Wechselspannung an die Primärspule angelegt wird. ($H_0 = I_0 \cdot \frac{N_{prim}}{l_{prim}}$)

3 Allgemeine Theorie zum Lock-In-Verfahren

Das Lock-In-Verfahren

Ein Lock-In-Verstärker hat Funktionen, die zur Messung von Wechselspannungssignalen eingesetzt werden können. Zum Einen kann er Signale (Messsignal und Referenzsignal) überlagern indem er sie miteinander multipliziert. Dabei ist das Referenzsignal ein vom Lock-In-Verstärker erzeugtes Signal, das Messsignal entspricht der Antwort des Messaufbaus auf das Referenzsignal. Durch Regelung der relativen Phasenlage anhand eines Phasenschiebers können diese so aufeinander abgestimmt werden, dass nach einer Integration der multiplizierten Signale das Ergebnis proportional zur Amplitude des zu untersuchenden Signals ist (Die Amplitude des Referenzsignals ist konstant). Durch Vorschalten eines Hoch- Tief- oder Bandpasses können Störfrequenzen zusätzlich unterdrückt werden. So kann man Signale messen, die bis in den Nanovoltbereich hinein reichen.

3.1 Überlagerung zweier sinusförmiger Signale

Um ein sinusförmiges Signal $U(t) = U_0 \cdot \sin(\omega t + \varphi)$ vollständig zu charakterisieren, benötigt man dessen Amplitude U_0 , Phase φ und Frequenz ω , diese drei Größen sind unabhängig voneinander. Amplitude, Frequenz und die relative Phasenlage zweier Signale kann man am Lock-In-Verstärker einstellen. Betrachtet werden zwei Signale der gleichen Frequenz und unterschiedlicher Phasen φ_{Mess} und φ_{Ref} , so ist deren Überlagerung bei einer Phasenverschiebung $\Delta\varphi = \varphi_{Ref} - \varphi_{Mess}$ in den Spezialfällen $\Delta\varphi = 0, \frac{\pi}{2}$ in Abbildung 11 und Abbildung 12 dargestellt.

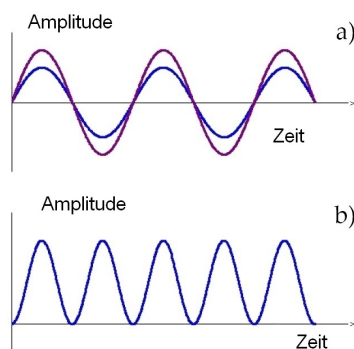


Abbildung 11: (a) Darstellung von Referenzsignal (blau) und Messsignal (lila), (b) Produkt von Messsignal und Referenzsignal bei Phasenverschiebung $\Delta\varphi = 0$.

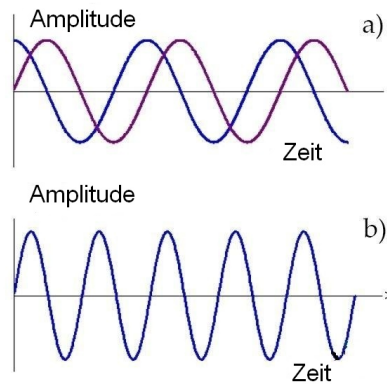


Abbildung 12: (a) Darstellung von Referenzsignal (blau) und Messsignal (lila), (b) Produkt von Messsignal und Referenzsignal bei Phasenverschiebung $\Delta\varphi = \frac{\pi}{2}$.

Beim Produkt beider Funktionen ergibt sich, dass die von Funktion und x-Achse eingeschlossene Fläche mit fortschreitendem Winkel $\Delta\varphi$ kontinuierlich verändert. Die Fläche oberhalb der Abszisse ist bei $\Delta\varphi = 0$ maximal, die Fläche unterhalb der Abszisse bei $\Delta\varphi = \pi$. Bei $\Delta\varphi = \frac{\pi}{2}$ und $\Delta\varphi = \frac{3\pi}{2}$ sind die Flächen oberhalb und unterhalb der Abszisse gleich groß. Da bei einer Integration des Lock-In-Verstärkers diese Flächen aufsummiert werden, wobei die Fläche unterhalb der Abszisse negativ zählt, heben sich diese für $\Delta\varphi = \frac{\pi}{2}$ oder $\Delta\varphi = \frac{3\pi}{2}$ vollständig auf und das Integral wird null. Bei beliebiger Phasenverschiebung zweier Signale $U_1 = a \cdot \sin(\omega t)$ und $U_2 = b \cdot \sin(\omega t + \Delta\varphi)$ gilt für die mittlere Fläche bei einer Integration über die n -fache Schwingungsdauer T , wobei a und b die Amplituden der jeweiligen Signale sind:

$$\begin{aligned}
 \frac{1}{nT} \int_0^{nT} U_1(t) \cdot U_2(t) dt &= \frac{ab}{nT} \cdot \int_0^{nT} \sin(\omega t) \cdot \sin(\omega t + \Delta\varphi) dt \\
 &= \frac{ab}{nT} \cdot \int_0^{nT} \frac{1}{2} \cos(\Delta\varphi) - \cos(2\omega t + \Delta\varphi) dt \\
 &= \frac{ab}{nT} \cdot \int_0^{nT} \frac{1}{2} \cos(\Delta\varphi) \\
 &= \frac{a \cdot b}{2} \cdot \cos(\Delta\varphi).
 \end{aligned} \tag{14}$$

Dabei ist das Integral von $\cos(2\omega t + \Delta\varphi)$ über die Zeit wegen der Periodizität des Cosinus gleich null.

Dies ist nur der Fall, falls beide Signale die gleiche Frequenz besitzen. Der Lock-In-Verstärker misst also bei $\Delta\varphi = 0$ ein Signal, das proportional zur Amplitude b des Messsignals ist. Bei der Überlagerung zweier Signale unterschiedlicher Frequenz gilt die Orthogonalitätsrelation ($\int_0^{2\pi} \sin(nx) \cdot \sin(mx) dx = \pi\delta_{nm}$), d.h. Störsignale anderer Frequenzen ω tragen nicht zum Ausgangssignal des Lock-In-Verstärkers bei, wenn man lang genug integriert, d.h. für Integrationszeiten T mit $\omega \cdot T \gg 2\pi$.

Anmerkung: Erwähnt sei, dass das Prinzip eines Lock-In-Verstärkers dem der Fourier-Transformation entspricht. Eine Funktion, die stückweise stetig oder stückweise stetig differenzierbar ist und periodisch in $T = \frac{2\pi}{\omega}$ ist, lässt sich als Fourier-Reihe darstellen:

$$f(t) = \sum_{k=-\infty}^{\infty} c_k \exp(ik\omega t) = \sum_{n=1}^{\infty} (a_n \cos(n\omega t) + b_n \sin(n\omega t))$$

f hat die komplexen Fourier-Koeffizienten c_k bzw. die reellen Fourierkoeffizienten a_n und b_n . Diese Koeffizienten, z.B. a_n lassen sich durch Multiplikation von $f(t)$ mit $\cos(n\omega t)$ und Integration von $t = 0$ bis $t = \frac{2\pi}{\omega}$ bestimmen, denn es gelten die Orthogonalitätsrelationen (siehe oben). Für eine reelle T -periodische Funktion f stellen die Fourierkoeffizienten c_k die (komplexen) Amplituden der harmonischen Teilschwingungen dar, aus denen sich f zusammensetzt.

3.2 Rauschregelung

Da man anhand eines Lock-In-Verstärkers Rauschen herausfiltern kann, sei erwähnt, wie Rauschen entsteht und in welchen Formen es vorkommt. Rauschen ist eine Störgröße mit einem breiten, unspezifischen Spektrum. Es kann seinen Ursprung sowohl im Inneren als auch außerhalb des Gerätes haben. Manche Rauschformen sind normalverteilt, andere nur bei bestimmten Frequenzen dominant. Ein Beispiel für eine normalverteilte Rauschform ist das Widerstandsrauschen, das durch zufällige Elektronenbewegungen in einem Leiter verursacht wird. Ein weiteres Beispiel für intrinsisches Rauschen ist das $\frac{1}{f}$ - oder Funkelrauschen.

Extrinsisches Rauschen wirkt durch äußere Einflüsse, z.B. durch Störsignale, die eine bestimmte Frequenz besitzen, auf eine Messung ein. Die Netzfrequenz von 50 Hz ist ein Beispiel dafür. Extrinsisches Rauschen besitzt demnach keine statistische Verteilung.

3.3 Phasenverschiebung

Bei einer Phasenverschiebung von 90° zwischen Signal und Referenzsignal erhält man kein Ausgangssignal. Um die Phasenlage zwischen Messsignal und Referenzsignal zu bestimmen, benötigt man einen Phasenschieber, der die Phase des Referenzsignals um bekannte Werte $\Delta\varphi$ verschiebt. Sind zwei Anteile eines Messsignals um $\Delta\varphi = \frac{\pi}{2}$ verschoben, so ist das eine Ausgangssignal Null, wenn das andere maximal wird. Durch geschickte Wahl von $\Delta\varphi$ lässt sich also der Anteil χ'' der Suszeptibilität (siehe Gl.9) komplett unterdrücken.

3.4 Weitere Komponenten des Lock-In-Verstärkers

Wesentlichen Elemente eines analogen Lock-In-Verstärkers sind Kondensatoren, Spulen und reale Widerstände. Diese Elemente reichen aus, um Bauteilgruppen wie Tiefpass, Hochpass und Bandpass darzustellen. Tief-, Hoch- und Bandpass sind Filter, die die Aufgabe haben bereits jene Frequenzen herauszufiltern, die weit weg der Referenzfrequenz liegen und in ihrer Amplitude die des Messsignals deutlich überragen (z.B. 50 Hz-Rauschen).

Der Tiefpass

Wie Abbildung 13 zeigt, kann ein einfacher Tiefpass aus einer RC-Schaltung aufgebaut sein, wobei die Ausgangsspannung U_a am Kondensator abgegriffen wird. Um das Verhältnis von Ausgangsspannung U_a zur Eingangsspannung U_e zu bestimmen, wird der Tiefpass als ein Spannungsteiler mit den reellen Widerständen R , $Z_C = |X_C| = \frac{1}{\omega C}$ und dem Scheinwiderstand $Z = \sqrt{Z_C^2 + R^2}$ betrachtet.

$$\frac{U_a}{U_e} = \frac{Z_C}{Z} = \frac{Z_C}{\sqrt{Z_C^2 + R^2}}$$

Hieraus folgt

$$U_a = \frac{1}{\sqrt{1 + (\omega RC)^2}} \cdot U_e.$$

Für große Frequenzen wird der kapazitive Widerstand X_C klein, sodass die Ausgangsspannung quasi kurzgeschlossen wird. Zudem findet am Kondensator eine frequenzabhängige Phasenverschiebung statt.

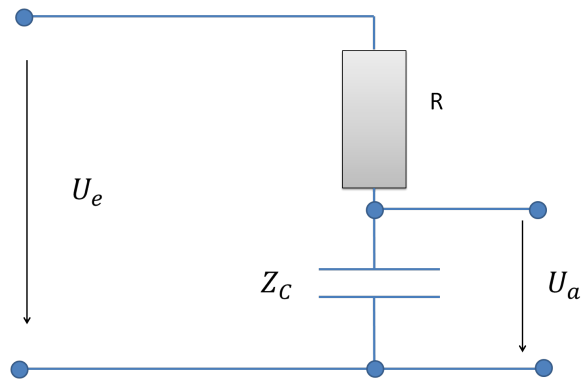


Abbildung 13: Aufbau eines Tiefpasses.

Die Grenzfrequenz $f_g = \frac{1}{2\pi RC}$ ist definitionsgemäß diejenige Frequenz, bei der der ohmsche Widerstand genauso groß ist wie der Blindwiderstand des Kondensators, deshalb gilt bei dieser

$$U_a = \frac{1}{\sqrt{2}} \cdot U_e.$$

Der Bandpass

Analog zum Tiefpass, der hohe Frequenzen dämpft, gibt es einen Hochpass, der nur Frequenzen oberhalb einer Grenzfrequenz durchlässt. Eine Reihenschaltung aus beiden ergibt eine Schaltung, die Frequenzen oberhalb der unteren Grenzfrequenz des Hochpasses und unterhalb der oberen Grenzfrequenz des Tiefpasses passieren lässt. Der Bandpass besitzt die Funktion, nur Frequenzen nahe der Referenzfrequenz durchzulassen. Da Störsignale nicht im gesamten Frequenzbereich konstant sind, muss man die Referenzfrequenz geeignet wählen.

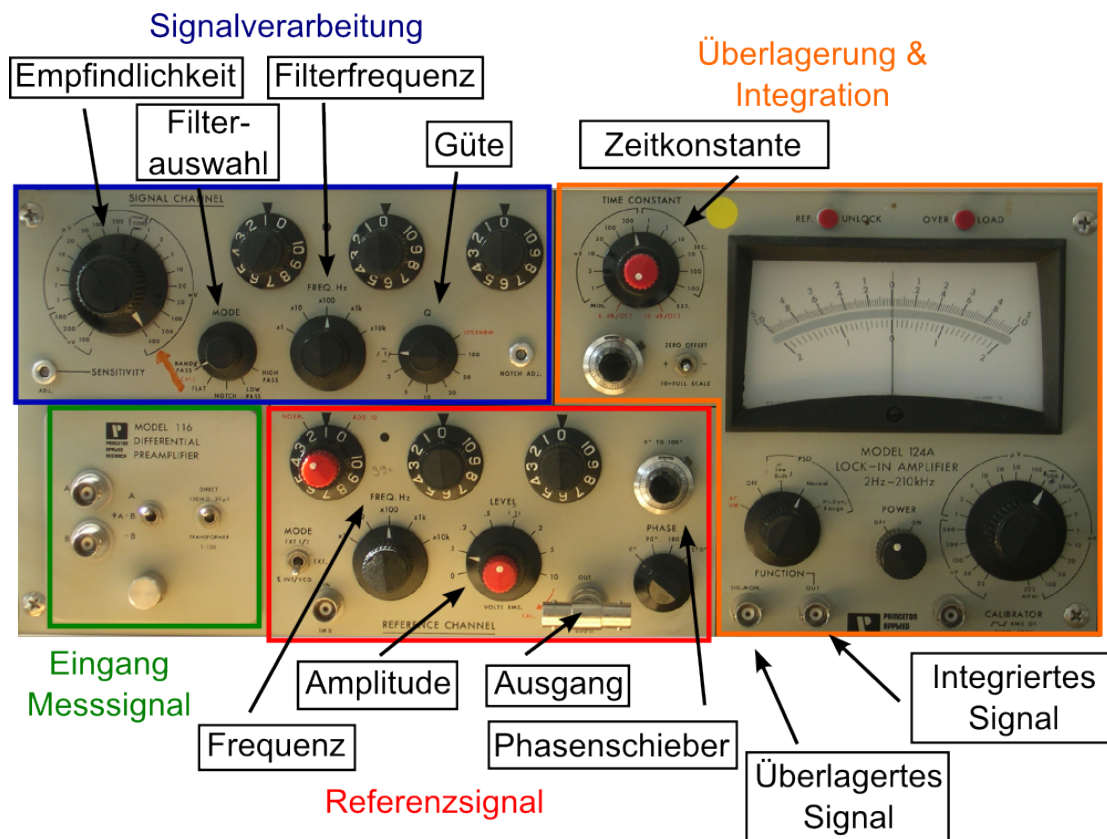


Abbildung 14: Bedienfeld des verwendeten Lock-In-Verstärkers

4 Vorversuche zum Lock-In-Verstärker

Im Hauptversuch, der Messung magnetischer Phasenübergänge, macht man von den wesentlichen Funktionen eines Lock-In-Verstärkers Gebrauch. Es werden zunächst vier Vorversuche durchgeführt. Eine Erläuterung und Verständnis zur Funktionsweise des Lock-In-Verstärkers ist von Bedeutung, da dieser im Hauptversuch selbst eingestellt werden soll.

Tiefpass, Hochpass und Bandpass sind wichtige Komponenten des Lock-In-Verstärkers. Sie verursachen die Frequenzfilterung von Störquellen und tragen damit zur Rauschverminderung bei. In Vorversuch 1 soll, mithilfe von Lock-In-Verstärker und Oszilloskop, die Funktionsweise eines Tiefpasses analysiert werden. Der Tiefpass wird ausgemessen und dessen Kurve mit einer theoretischen Kurve verglichen. In Vorversuch 2 wird der Dämpfungsbereich des internen Tief-, Hoch- und Bandpasses bestimmt. In Vorversuch 3 werden der interne Hoch- und Tiefpass dann zum Einsatz gebracht. Mehrere Signale unterschiedlicher Frequenz werden

mit dem Lock-In-Verstärker überlagert und am Oszilloskop betrachtet. Unter Anwendung des internen Hoch- und Tiefpasses werden nacheinander das hoch- und tieffrequente Signal gefiltert. Vorversuch 4 dient der richtigen Einstellung der Zeitkonstanten, das heißt, einer angemessenen Integrationszeit der Fouriertransformation. Auch wird im letzten Vorversuch das Einstellen des Empfindlichkeitsbereichs und einer sinnvollen Phasenlage erprobt.

4.1 Vorversuch 1: Der Tiefpass

Ziel dieses Vorversuchs ist es, die Bedeutung eines Tiefpasses zu verstehen. Eine Kurve wird aufgenommen, anhand derer man den frequenzabhängigen Dämpfungsbereich und die Grenzfrequenz des Tiefpasses bestimmt.

4.1.1 Aufbau

Zunächst wird ein Tiefpass aufgebaut ($R = 1,5 \text{ k}\Omega$ und $C = 100 \text{ nF}$). Eingangsspannung und Frequenz liefert ein Funktionsgenerator. Gleichzeitig können Eingangss- und Ausgangssignal auf das Oszilloskop gegeben und vermessen werden.

4.1.2 Durchführung und Auswertung

Am Funktionsgenerator wird eine Spannung $U_0 = 1 \text{ V}$ angelegt. Nun fahre man in geeigneten Schritten den Frequenzbereich von 10 Hz bis 10 kHz durch und stelle den Dämpfungsverlauf anhand eines Graphen, bei dem die Amplitude des Ausgangssignals gegen die Frequenz aufgetragen ist, dar. In der Auswertung soll der erzeugte Graph mit der theoretischen Erwartung bzgl. Grenzfrequenz und Verlauf verglichen werden.

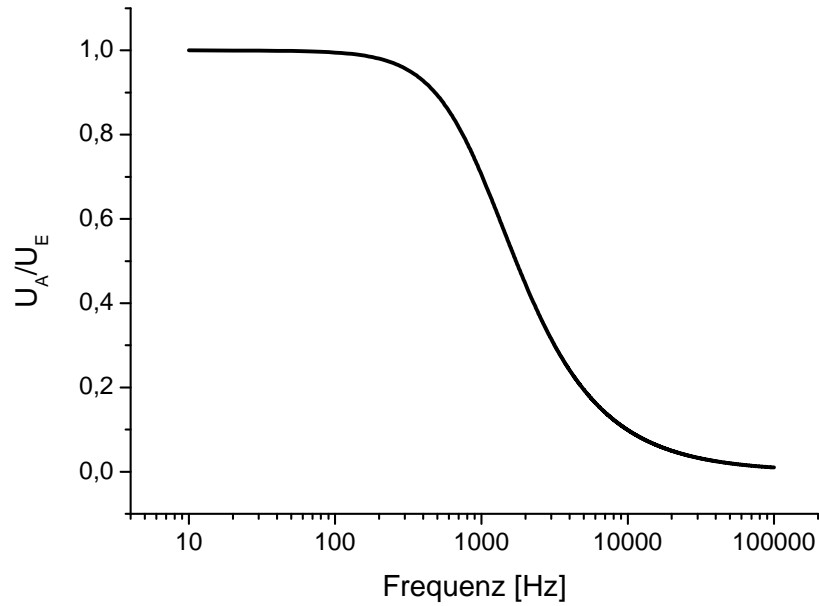


Abbildung 15: Dämpfungsverlauf eines Tiefpasses mit einer Grenzfrequenz von 1000 Hz.

4.2 Vorversuch 2: Dämpfungsbereich der internen Filter

Der interne Hoch-, Tief- und Bandpass dient der Frequenzfilterung von Störquellen und damit der Rauschminderung. Ziel des zweiten Vorversuchs ist es, deren Dämpfungsbereiche auszumessen.

4.2.1 Aufbau

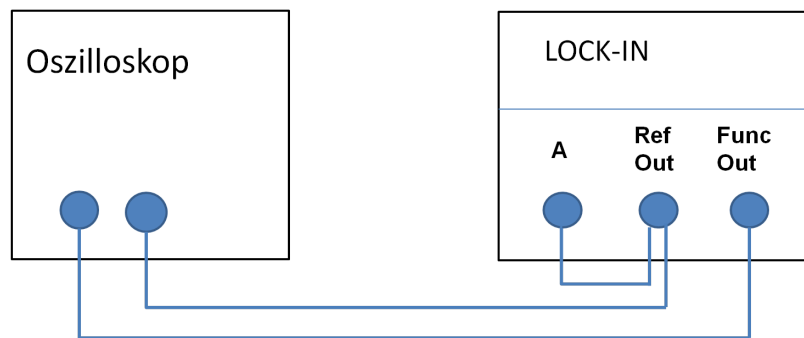


Abbildung 16: Versuchsaufbau des zweiten Vorversuchs.

4.2.2 Durchführung und Auswertung

In diesem Versuchsteil wird das Referenzsignal des Lock-In-Verstärkers als Messsignal benutzt. Daher wird dieses Signal über den Ausgang *Ref OUT* auf den Eingang A des Lock-In-Verstärkers und auf das Oszilloskop gegeben. Da die maximale Eingangsspannungsamplitude des Lock-In-Verstärkers bei 0,5 V liegt, ist eine Amplitude von $U_0 = 100 \text{ mV}$ des Referenzsignals einzustellen, da es sonst zu Beschädigungen am Lock-In-Verstärker kommen kann! Da der Lock-In-Verstärker intern das Signal von Eingang A mit dem Referenzsignal multipliziert und integriert, sollte das Ausgangssignal U_{int} des Lock-In-Verstärkers konstant sein, da diese Signale phasengleich sind. (Phasenschieber auf 0°) Durch die Wahl der Filterfrequenz f_0 im Feld SIGNAL CHANNEL wird die charakteristische Frequenz des jeweiligen Filters gewählt, der über den Drehknopf einfach ausgewählt werden kann. Die Filterfrequenz ist auf $f_0 = 1000 \text{ Hz}$, einer Güte von $Q = 1$ und einer Integrationszeit von $T = 300 \text{ ms}$ zu stellen, wobei die Referenzfrequenz f_R durchgeföhren werden soll. Das interne Ausgangssignal U_{int} (FUNCTION OUT) soll am Tief-, Hoch- und Bandpass ausgemessen werden, so dass eine Kennlinie (ähnlich zum ersten Vorversuch) angelegt werden kann.

In der Auswertung sind die Graphen darzustellen und es ist zu diskutieren, ob der gemessene Bandpass der Güte Q entspricht. Zudem sind die Grenzfrequenzen f_G mit den Filterfrequenzen f_0 von Hoch- und Tiefpass zu vergleichen.

4.3 Vorversuch 3: Signalfiltern mittels Hoch- und Tiefpass

Nun werden der interne Hoch- und Tiefpass eingesetzt. Dieser Vorversuch soll die Funktionsweise von Hoch- und Tiefpass als Rauschfilter demonstrieren. Zwei Signale, ein hochfrequentes und ein niederfrequentes, werden überlagert am Oszilloskop betrachtet. Durch Einsetzen des Hoch- und Tiefpasses wird jeweils eines der beiden Signale gefiltert und das übriggebliebene Signal am Oszilloskop ausgegeben.

4.3.1 Aufbau

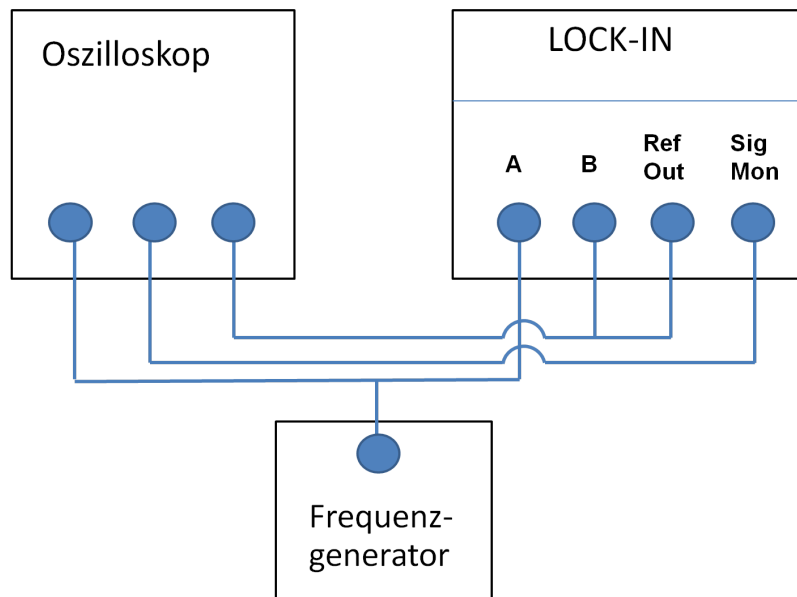


Abbildung 17: Versuchsaufbau des dritten Vorversuchs.

4.3.2 Durchführung und Auswertung

Das niederfrequente Signal wird mit einem Frequenzgenerator erzeugt und an den Eingang des Lock-In-Verstärkers gegeben. Als höherfrequentes Signal dient das Referenzsignal. Beide Signale werden an die Eingänge A und B gegeben und der danebenliegende Schalter auf A-B gestellt, um eine Überlagerung der beiden Frequenzen zu erzeugen. Die maximale Eingangsspannungsamplitude des Lock-In-Verstärkers liegt bei $0,5\text{ V}$, daher darf die Ausgangsspannung des Frequenzgenerators diesen Wert nicht überschreiten.

Der Lock-In-Verstärker besitzt einen Ausgang *SIG.MON*, an dem die überlagerten Signale abgegriffen und am Oszilloskop betrachtet werden können.

Die Signale unterschiedlicher Frequenz werden am Oszilloskop überlagert dargestellt. Durch Einstellen von Hoch- oder Tiefpass und einer jeweils passenden Filterfrequenz f_0 können die ursprünglichen Signale herausgefiltert werden. Die Funktion *FLAT* entspricht dem Durchlass des gesamten Signals.

Die Wahl der Frequenzen liegt bei den Experimentatoren. Ziel ist es drei Bilder aufzunehmen, an denen die Funktionen von Hoch- und Tiefpass anhand der überlagerten Signale deutlich wird. In der Auswertung soll, anhand der am Oszilloskop gespeicherten Bilder, die Filterung der überlagerten Signale mit Hoch- und Tiefpass dargestellt werden. Wichtig ist es wieder die Bilder zu beschriften und in den dazu geschriebenen erläuternden Text miteinzubeziehen.

4.4 Vorversuch 4: Zeitkonstante und Empfindlichkeit

Damit das integrierte Ausgangssignal U_{int} zeitunabhängig ist, (die Schwingungen werden bei der Integration gemäß der Orthogonalitätsrelation herausgefiltert), muss die Zeitdauer, über die integriert wird in Abhängigkeit der Frequenz sinnvoll eingestellt werden. Zudem gibt es am Lock-In-Verstärker einen Verstärker (Sensitivity) der Amplitude des Messsignals, der es ermöglicht bis in den Nanovoltbereich zu messen. Ziel von Vorversuch 4 ist es, die Zeitkonstante und Empfindlichkeit sinnvoll einstellen zu können.

Die Empfindlichkeit (*Sensitivity*) des Lock-In-Verstärkers wird angegeben in Volt und entspricht derjenigen Eingangsspannung, die auf 10 V verstärkt wird. Damit entspricht beispielsweise eine Empfindlichkeit von $s = 200 \text{ mV}$ einer Verstärkung des Eingangssignals um den Faktor $v = \frac{10 \text{ V}}{s} = 50$.

Die Zeitkonstante gibt den Bereich der Schwingung an, über den integriert wird. Betrachtet werden soll das integrierte Ausgangssignal, das aus zwei überlagerten Signalen derselben Frequenz, aber einer Phasenverschiebung von $\Delta\varphi = \frac{\pi}{2}$ besteht. Aus der Multiplikation zweier orthogonaler Signale folgt eine Ausgangsspannung $U_{int} = 0 \text{ V}$. Ist die Zeitkonstante nicht sinnvoll eingestellt, bleiben noch Schwingungen erhalten, die verstärkt betrachtet werden können. Es soll herausgefunden werden, bei welchen Integrationszeiten diese Schwingungen gut herausgefiltert wird. Da man die Frequenzen feiner durchfahren kann als die Zeitkonstante, wird eine feste Integrationszeit gewählt und die Amplitude der zusätzlichen Schwingungen in Abhängigkeit von der eingestellten Frequenz gemessen.

4.4.1 Aufbau

Wie in Vorversuch 3 wird das Referenzsignal abgegriffen und wieder auf den Eingang A des Lock-In-Verstärkers gegeben. Der Phasenschieber wird auf $\frac{\pi}{2}$ gestellt, dadurch wird die Phasenlage des Referenzsignals entsprechend verschoben. Die Integrationszeit wird auf $T_I = 10 \text{ ms}$ gestellt. Als Ausgangsspannung des Referenzsignals ist $U_0 = 0,5 \text{ V}$ zu wählen und die Empfindlichkeit des Lock-In-Verstärkers wird auf $s = 200 \text{ mV}$ gestellt. Auf dem Oszilloskop soll das integrierte Ausgangssignal U_{int} (Func_{out}, Flat - nicht gefiltert) betrachtet werden. Zum Feinabgleich der Phase muss zunächst noch das überlagerte Ausgangssignal auf null angeglichen werden, da durch die Coaxialkabel eine zusätzliche Phasenverschiebung auftritt. Dazu werden Signale mit einer hohen Frequenz (1 kHz) überlagert und so die Phase am Phasenregel verschoben, so dass das Ausgangssignal minimal wird.

4.4.2 Durchführung und Auswertung

Der Frequenzbereich der durchfahren wird ist so zu wählen, dass eine Aussage getroffen werden kann, ab welcher Frequenz die gewählte Zeitkonstante sinnvoll ist. Um die tatsächliche Amplitude des Signals am Eingang A zu bestimmen, muss die Empfindlichkeit berücksichtigt werden. In der Auswertung soll das eigentliche Messsignal (nicht verstärkt) gegen die Frequenz aufgetragen werden. Man erläutere anhand des Graphen, in welchem Verhältnis die Integrationszeit T_I zur Referenzfrequenz f_R sinnvollerweise stehen sollte, ohne dass die Messungen zu lange dauern.

4.5 Einstellung des Lock-In-Verstärkers für den Hauptversuch

Nach einem ersten Kennenlernen des Lock-In-Verstärkers soll dieser nun für den Hauptversuch richtig eingestellt werden. Ziel zum Abschluss des ersten Versuchstages ist es, sich zu überlegen welche Einstellungen für Frequenz, Integrationszeit und Empfindlichkeit für den Hauptversuch sinnvoll sind. Diese Einstellungen sind so zu wählen, dass das ausgegebene integrierte Ausgangssignal U_{int} möglichst genau gemessen wird.

Das im Hauptversuch vom Lock-In **ausgegebene Signal** lässt sich aus der Formel 13 mit Berücksichtigung des Verstärkungsfaktors v bestimmen:

$$\begin{aligned} U_{ges} &= \chi_C \cdot \frac{\mu_0 N_{sek} V_{Probe} \cdot (1 - n_M)}{l_{sek}} \cdot v \cdot H_0 \cdot \omega \cdot \cos(\omega t) \\ &= C \cdot \chi_C \cdot v \cdot V_{Probe} \cdot (1 - n_M) \cdot \cos(\omega t) \end{aligned} \quad (15)$$

wobei C eine vom Messaufbau abhängige Konstante ist.

$$C = \frac{2\pi f_R \mu_0 I_0 N_{sek} N_{prim}}{l_{sek} l_{prim}} \quad (16)$$

Im Hauptversuch wird mit zwei Proben unterschiedlicher Suszeptibilität gearbeitet. Um die Größenordnung des **Eingangssignals** des Lock-In-Verstärkers richtig abzuschätzen müssen die gewählten Parameter folgender Bedingung genügen.

$$C \cdot \chi' \cdot V_{Probe} \cdot (1 - n_M) < s \quad (17)$$

Die obere und untere Grenze der Suszeptibilität χ' sind jeweils vorgegeben (siehe unten, die Dimension von χ'' kann vernachlässigt werden). Da der Supraleiter und die Probe unterschiedliche Formen haben, sind je nach Probe andere Formfaktoren n_M und Volumina V zu berücksichtigen.

Im Hauptversuch wird der interne Bandpass betätigt und es werden von der Messsoftware automatisch **drei Messwerte pro Sekunde** aufgenommen. Die Dämpfungskurve des internen Bandpasses wurde in Vorversuch 2 ausgemessen. Stellen Sie die Referenzfrequenz f_R so ein, dass Störfrequenzen, wie zum Beispiel die Netzfrequenz, vom Bandpass komplett abgeschnitten werden. Allerdings ist bei der Wahl dieser Frequenz die Bedingung 17 zu berücksichtigen.

Vorgegebene Parameter:

$$\begin{aligned} N_{prim} &= 2046 \\ N_{sek} &= 700 \\ l_{prim} &= 50 \text{ mm} \\ l_{sek} &= 20 \text{ mm} \\ \chi_{Supra} &= -1 \\ \chi_{Ferro} &\leq 5 \\ V_{Supra} &= 14,7 \text{ mm}^3 \\ V_{Probe} &\approx 21 \text{ mm}^3 \text{ (selber messen!)} \\ n_{m,Supra} &= 0 \\ n_{m,Probe} &= 0,27 \\ U_{Ref} &= 1 \text{ V} \rightarrow I_0 = 1 \text{ mA} \\ s &= 500 \mu\text{V (Beispiel)} \\ Q &= 1 \end{aligned}$$

Die nun gewählten Einstellungen werden vor dem Hauptversuch am zweiten Versuchstag mit dem Betreuer besprochen.

5 Durchführung und Auswertung des Hauptversuches

5.1 Sekundärspulenabgleich

Der Anschluss der Verkabelung erfolgt in Zusammenarbeit mit dem Betreuer. $Func_{out}$ wird über ein Multimeter mit dem Messrechner verbunden. Ref_{out} wird

über einen Stromspannungswandler an das Spulensystem angeschlossen. Die Messsignale der Sekundärspulen wird an die Eingänge A und B angeschlossen, wobei eine Spule mit dem Potentiometer verbunden ist.

Da diese beiden Sekundärspulen nicht exakt die gleiche Induktivität besitzen, müssen sie zunächst abgeglichen werden. Dies geschieht indem man eine Leermessung der Messapparatur ohne Proben durchführt, wobei bei ca 80 K der Nullabgleich der Spulen stattfindet. Dazu wird zunächst eine Phase von etwa $\Delta\varphi = 90^\circ$ gewählt (Referenz und Messsignal sind somit ungefähr in Phase - Feinabgleich der Phase wird später vorgenommen). Bei ca. 80 K kann so das Hartshorn-Spulensystem mit Hilfe des Drehpotentiometers auf Null abgeglichen werden.

Im folgenden soll noch eine Messkurve des Signals χ'' im Bereich 80-120 K aufgenommen werden, so dass bei der empfindlicheren χ'' -Messung des Supraleiters die Möglichkeit besteht einen Untergrundabzug durchzuführen.

5.2 Kalibrierungsmessungen am Supraleiter

5.2.1 Einbau Supraleiters

Der Zusammenhang zwischen Spannung und Suszeptibilität ist durch Gleichung 15 gegeben. Um die Suszeptibilität zu bestimmen, muss man die vom Messaufbau abhängige Konstante aus Gleichung 16 kennen. Diese lassen sich mithilfe der bekannten Suszeptibilität eines Supraleiters bestimmen.

Zum Einsetzen des Supraleiters in den Probenstab muss dieser zunächst von den Messgeräten getrennt werden. Vor der Trennung der Steckverbindung ist darauf zu achten, dass der Lock-In-Verstärker auf minimale Empfindlichkeit gestellt ist. Der Stab wird aus der Halterung gehoben und kann über den unteren Flansch des Kreuzes geöffnet werden. Der Supraleiter kann an dem unteren Ende des Probenstabes in die Spule eingesetzt werden. Um zu verhindern, dass beim Abkühlprozess Luftfeuchtigkeit in den Spulen kondensieren kann, wird der Probenstab wieder verschlossen und mit einer Drehschieberpumpe evakuiert. Da sich nun im dem Probenstab ein Vakuum befindet, wird die Kühlung der Probe mit flüssigem Stickstoff durch das Befüllen des Probenstabes mit Helium als Kontaktgas ermöglicht.

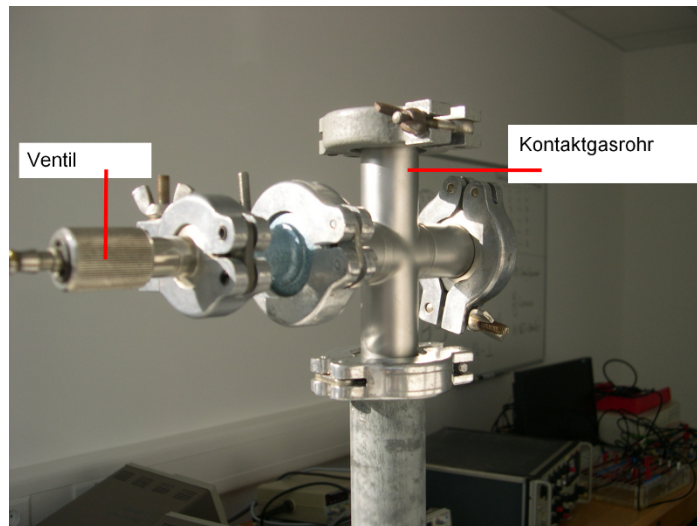


Abbildung 18: Aufbau für idealen Wärmeaustausch.

Der Probenstab wird mit den Messgeräten verbunden und das untere Ende in ein Dewargefäß gestellt. Der Dewar wird mit flüssigem Stickstoff gefüllt und die Probe so abgekühlt. Während des Abkühlvorgangs kann bereits eine Messung aufgenommen werden um eine erste Abschätzung für die Sprungtemperatur zu erhalten.

5.2.2 Kalibrierung der Phasenlage und Messung der Sprungtemperatur eines Supraleiters

Die komplexe Suszeptibilität hat die Form $\chi_C = \chi' - i \cdot \chi''$. Bei einer Phasenlage zwischen Eingang und Referenzsignal des Lock-In-Verstärker von $\Delta\varphi = 0$ misst man den Realteil und bei $\Delta\varphi = -\frac{\pi}{2}$ den Imaginärteil der Suszeptibilität.

Der Supraleiter besitzt die Suszeptibilität $\chi_C = -1 - i \cdot 0$. Also lässt sich durch die Tatsache, dass eine supraleitende Probe keinen messbaren Imaginärteil der Suszeptibilität besitzt, die exakte (!) Phasenlage des Messsignals zum Referenzsignal bestimmen. Außerdem kann aus der bekannten Suszeptibilität χ' des Supraleiters der Umrechnungsfaktor zwischen der Ausgangsspannung des Lock-In-Verstärkers und der Suszeptibilität berechnet werden.

Die Aufnahme der Sprungtemperatur für die Auswertung geschieht beim Aufwärmen. Der Temperaturgradient beim Erwärmen soll klein sein ($T/t < 0,1\text{K/s}$), so dass die Temperatur der Temperaturmessdiode nicht von der der Probe zu stark abweicht. Am Einfachsten lässt sich das dadurch realisieren, dass der Stickstoff aus dem Dewar ausgegossen wird und der Probenstab in dem noch kalten Dewar

gestellt wird. Die Messung sollte einen geeigneten Bereich um die Sprungtemperatur erfassen.

Der Supraleiter wird erneut eingekühlt und beim Erwärmen wird nun χ'' , d.h. $\Delta\varphi = -\frac{\pi}{2}$ gemessen.

5.3 Messung der $\text{GdAg}_{1-x}\text{Zn}_x$ Probe

Vor dem Einbau der $\text{GdAg}_{1-x}\text{Zn}_x$ Probe muss der Probenstab bis auf Raumtemperatur erwärmt werden, da sonst beim Öffnen des Probenstabs Luft in das System eindringt und Feuchtigkeit an den Spulen kondensieren könnte.

Das Volumen der Probe wird vermessen und der Einbau sowie die Messung verlaufen analog zu der des Supraleiters. Es reicht, wenn χ' aufgenommen wird. Die Messung sollte bis etwa 180 K erfolgen.

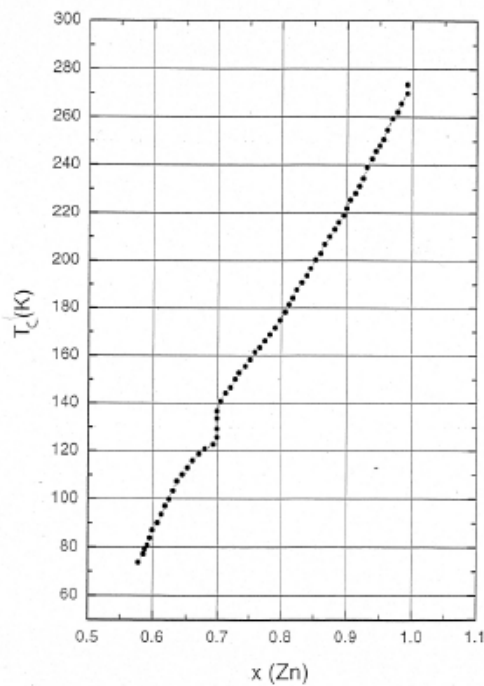


Abbildung 19: Zusammensetzung in Abhängigkeit der kritischen Temperatur

5.4 Auswertung des Hauptversuches

5.4.1 Auswertung Supraleiters

Zunächst soll die Kalibrierungskonstante C des Messsignals bestimmt werden.

$$U_{int} = C \cdot v \cdot V_{Probe}(1 - n_M)(\chi' - i\chi'') \quad (18)$$

Dabei sind Fehler auf die Messwerte bei der Bestimmung von C zu berücksichtigen.

Die Sprungtemperatur des Supraleiters soll bestimmt werden. Die Bestimmung von T_C erfolgt sowohl mit den Daten von χ' als auch mit den Daten von χ'' (ggf. Berücksichtigung des Untergrundes). Fehler sollen geeignet abgeschätzt werden und Ergebnisse verglichen werden. Man beschreibe das Verhalten von χ'' in der Nähe von T_C und begründe dies physikalisch.

5.4.2 Auswertung der $\text{GdAg}_{1-x}\text{Zn}_x$ Probe

Mit dem zuvor bestimmten Volumen der Probe und der Auswertung des Supraleiters lässt sich der Zusammenhang gemessenen Spannung bei der Probe in die Suszeptibilität überführen. (Plot: Suszeptibilität vs. Temperatur)

Eine Auftragung von χ^{-1} gegen T ermöglicht eine Bestimmung von T_C mit Hilfe des Curie-Weiss-Gesetz für den Bereich $T > T_C$. Für den Bereich knapp oberhalb T_C soll eine Anpassung an den Zusammenhang $\chi^{-1} \propto (T - T_C)^\gamma$ geschehen. Hierzu bietet es sich an $\chi^{-\frac{1}{\gamma}}$ gegen T aufzutragen und mit Hilfe einer linearen Anpassung T_C zu bestimmen.

Die bestimmten Curie-Temperaturen sollen verglichen und diskutiert werden. Mit Hilfe der Curie-Temperatur ließe sich nun z.B. die Zusammensetzung der Probe mit Hilfe von Abbildung 19 bestimmen.