Versuch: Vibrationsmagnetometer VSM

Fortgeschrittenen Praktikum

Einleitung

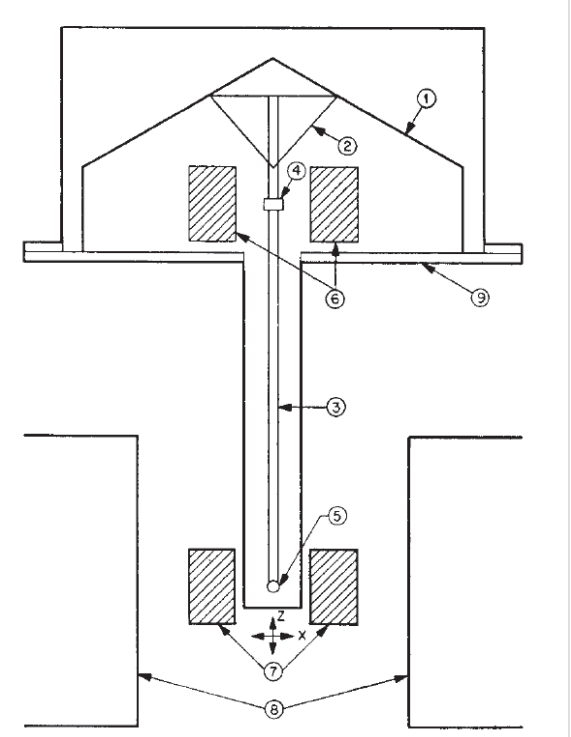
Für eine Vielzahl von Anwendungen ist es von grosser Wichtigkeit die magnetischen Eigenschaften diverser Materialien zu kennen. Mit dem Vibrationsmagnetometer (engl.: **V**ibrating **S**ample **M**agnetometer, kurz VSM) ist es möglich das magnetische Moment **m** einer in Material und Form nahezu beliebigen Probe als Funktion eines äusseren Magnetfeldes **H** zu bestimmen. Die Funktion **m(H)** zeigt eine Hysterese für Ferromagneten und aus ihrer Form lässt sich die **Koerzitivfeldstärke H_c** (engl.; coercive field), die **Sättigungsgmagnetisierung M_s** und die **Remanenz M_r** bestimmen. In diesem Experiment werden Sie verschiedene solcher Magnetisierungskurven messen. Sie sollen diese dokumentieren und kritisch diskutieren.

Die Funktionsweise des Vibrationsmagnetometers

Ein VSM funktioniert nach dem Induktionsprinzip. Unsere Probe wird zuerst durch ein **externes Magnetfeld H_0** magnetisiert. Die in der Probe induzierte **Magnetisierung M** ist an die Probe gebunden und besteht aus einer Ansammlung von orientieren magnetischen Dipolen, die für sich selbst ein Magnetfeld erzeugen. Wenn nun die Probe mechanisch bewegt wird, bewegt sich dieses Feld mit. Dies führt zu einem sich ändernden Fluss in einer Aufnahmespule, die in der Nähe der Probe fest montiert ist. Der zeitlich ändernde Fluss induziert eine Spannung, die wir messen. Die mechanische Bewegung wird als harmonische Schwingung realisiert und hat die Frequenz **f** (typischerweise 80 Hz). Die induzierte Spannung ist dann eine Wechselspannung mit einer Amplitude, die proportional zur Frequenz, zur Magnetisierung in der Probe und zur mechanischen Amplitude der Auslenkung ist. Das Prinzip ist in der Abbildung. 1 verdeutlicht [1].

Über einen Lautsprecher (1) wird ein Kunststoff Stab (3) mit konstanter Frequenz **f** angetrieben. Am Ende des Stabes ist die Probe (5) angeklebt. Diese Probe induziert, falls sie magnetisiert ist, eine Spannung in den Messspulen (7). Zur Magnetisierung der Probe wird ein stufenlos verstellbarer Elektromagnet (8) verwendet (externes Magnetfeld H_0).

In der Realisierung der Abb. 1 wird anhand eines Permanentmagneten (4) eine weitere Spannung in den Referenzspulen (6) induziert. Mit dem dabei entstehenden Signal können Änderungen in der Frequenz und Amplitude korrigiert werden. In unserem einfacheren Aufbau wird die Frequenz über den **lock-in** Verstärker konstant gehalten. (4) und (6) sind nicht realisiert.



[1] Foner S., The Review of Sientific Instuments, Vol. 30, Nr. 7, p. 548 ff.

Theoretische Grundlagen

Lesen Sie z.B. http://en.wikipedia.org/wiki/Hysteresis und ein Kapitel eines Lehrbuchs zum Thema Magnetismus, und machen Sie sich mit den Begriffen „magnetization loop, hysteresis, magnetization, saturation, remanence, coercive field“ vetraut.

Die durch das **externe Feld H_0** erzeugte **Magnetisierung** nennen wir **M**. H_0 wird in A/m gemessen. Wir rechnen aber das externe Feld in Tesla um, in dem wir mit $\mu_0=4\pi\ 10^{-7}$ Vs/Am multiplizieren, d.h. $\mathbf{B_0=\mu_0\ H_0}$. **M** ist eigentlich ein Vektorfeld, das magnetische Moment pro Volumen. Wenn wir **M** als konstant annehmen, ist das gesamte **magnetische Moment m** der Probe durch **m**=V**M** gegeben, wobei V das Volumen der magnetischen Probe (5) bezeichnet. Das durch **m** erzeugte äussere Magnetfeld wird durch Induktion in der Spule (7) gemessen. Da diese Spule in einem bestimmten Abstand von der Probe (5) liegt, misst sie nur einen Teil des Feldes. Diese Reduktion wird in einem **Geometriefaktor G** zusammengefasst. Die in (7) **induzierte rms Spannung U** ist gegeben durch

$$U = Gm_{\parallel}\omega A \qquad \text{(G1)}$$

wobei ω die Kreisfrequenz und A die Amplitude der mechanischen Bewegung bezeichnen. Die Bezeichnung $m_{\parallel}$ soll darauf hinweisen, dass die Messspule nur eine Feldrichtung messen kann. Die Messspule ist so angeordnet, dass sie den Fluss (das Feld) parallel zum externen Feld H_0 misst. Bitte beachten Sie, dass die Beziehung (G1) nur für nicht zu grosse Amplituden linear ist. Die mechanische Amplitude wird durch den Lautsprecher (1) erzeugt. Dazu wird eine elektrische Sinusspannung an diesen angelegt. Die rms Spannung ist typischerweise 1 V.

Unser Messsignal hat den zeitlichen Verlauf

$$U(t) = U\sin(\omega t + \varphi), \qquad \text{(G2)}$$

wobei ω die Anregungsfrequenz und φ eine unbestimmte Phase bezeichnet. **Der lock-in Verstärker** kann das Signal (G2) auch dann noch messen, wenn sehr viel Rauschen überlagert ist. Der lock-in arbeitet als schmales Bandfilter, welches um die Anregungsfrequenz zentriert ist. Technisch gesprochen multipliziert der lock-in das Signal mit $2\sin(\omega t+\phi)$, wobei ϕ die **Referenzphase** ist, die am lock-in eingestellt werden kann. Nach Multiplikation wird das Signal in einem **Tiefpassfilter** mit der Zeitkonstante τ gemittelt. Es entsteht das Signal $U\cos(\varphi-\phi)$, welches für $\varphi=\phi$ maximal wird. Es ist wichtig, dass bei jeder Messung die Referenzphase so eingestellt wird, dass man das maximale Signal misst. Trick: man maximiert nicht das Signal, sondern dreht zuerst durch Knopfdruck die Referenzphase um 90° und stellt die Phase so ein, dass der lock-in Verstärker Null zeigt. Dann dreht man die Phase um 90° zurück. Das „Nullen“ ist viel genauer als das Maximieren.

Um quantitative Messungen machen zu können, muss man den Gerätefaktor G kalibrieren. Da die Geometrie der Probe auch eingeht, ist dieser Faktor nicht universell. Er ist näherungsweise konstant, wenn die Probe klein ist im Vergleich zum Polschuhabstand des äusseren Magneten (8) und im Vergleich zur Ausdehnung der Windungen in der Messspule (7). Für quantitative Messungen kommt noch eine weitere Komplikation dazu: Das externe Magnetfeld H_0 erzeugt in der Probe eine Magnetisierung, welche als Folge zu einem Gegenfeld in der Probe führt. Dieses nennt man Entmagnetisierungsfeld und lässt sich so veranschaulichen: ist z.B. eine Kugel homogen magnetisiert, bilden sich magnetische Pole an der Ober-

fläche. Diese sind die Quellen des entmagnetisierenden H-Feldes, das dem ursprünglichen Feld entgegen wirkt. Die in der Probe wirkende gesamte magnetische Feldstärke **H** ist dann

$$H = H_0 - N\,M(H_0)/\mu_0\,, \qquad \text{(G3)}$$

wobei **N den Entmagnetisierungsfaktor** bezeichnet.

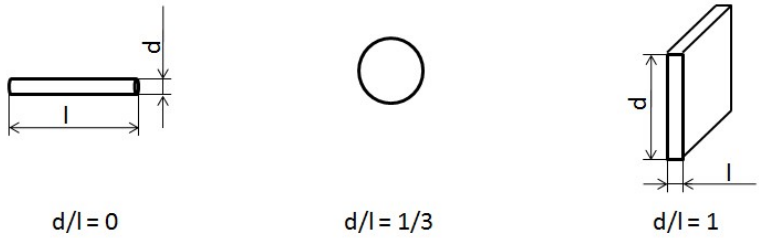


Abbildung 2: Die drei Standartformen und ihr Geometrieverhältnis: a) unendlich ausgedehnter Stab, b) Kugel, c) unendlich ausgedehnte Fläche.

Der Entmagnetisierungsfaktor ist abhängig von der Geometrie der Probe und lässt sich nur für drei verschiedene Geometrien exakt berechnen (siehe auch Abbildung 2). Diese sind: Der unendlich ausgedehnte Stab (N=0), die Kugel (N=1/3) und die unendlich ausgedehnte Platte (N=1) (wobei bei dieser das Magnetfeld senkrecht zur Normalen gerichtet sein soll). Die Entmagnetisierungsfaktoren für weitere Geometrien können, in einer Näherung, der Interpolationskurve (1) in der Abbildung 3 entnommen werden.

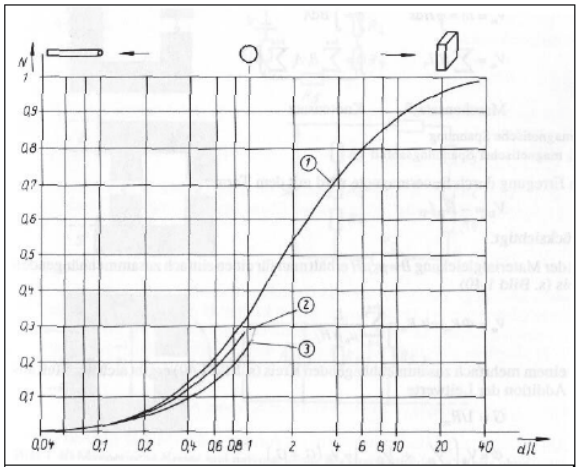


Abbildung 3: Entmagnetisierungsfaktor N für verschieden Geometrien: Kurve (1) ist eine Interpolation für N.

Unsere Experiment werden qualitativ sein. Wir messen das lock-in Signal U als Funktion von B_0 für verschiedene Proben und verschiedene Geometrien, in dem wir den Elektromagneten hoch und runterfahren. Es ist wichtig, dass am Schluss der Strom durch den Elektromagneten immer auf Null gefahren wird bevor die Stromquelle ausgeschaltet wird.

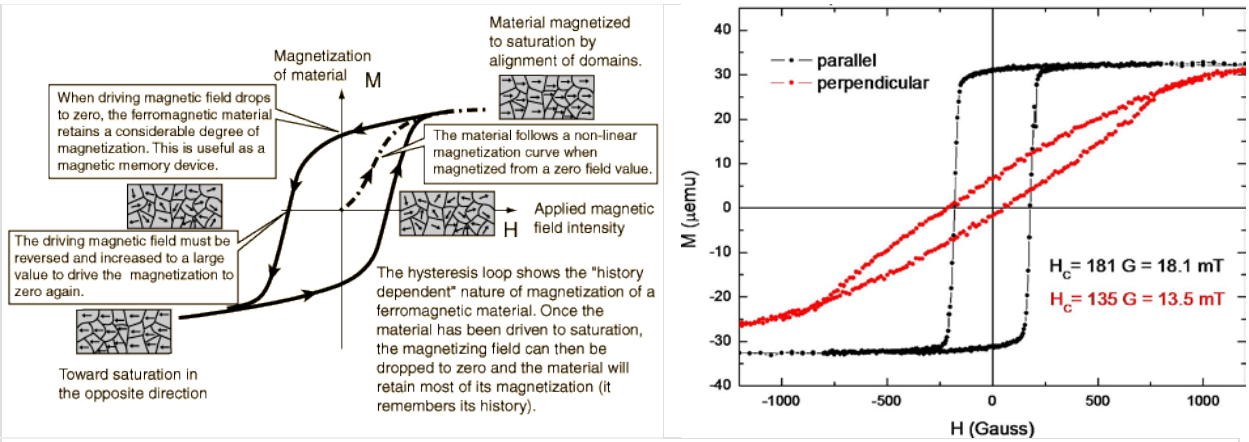


Abbildung 4: (links) Magnetische Hysterese & Domänenstruktur. (rechts) Messung einer Hysteresekurve von Nanometer-dicken magnetischen Streifen mit einem kommerziellen Gerät (Lakeshore VSM 7400).

Sicherheitshinweise

Der Messaufbau besteht aus Komponenten, die bei falschem Vorgehen kaputt gehen können. Das wollen wir unbedingt vermeiden, denn es handelt sich um recht teure Komponenten. Damit Sie sich eine Vorstellung machen können: ein guter lock-in kostet 10'000 Fr. Die bipolare Stromquelle für den Elektromagneten KEPKO BOP 36-12M kostet 5'000 Fr. und der Elektromagnet kostet ein Paar weitere tausend Franken.

Das Wichtigste:

1. Betreiben Sie den Elektromagneten NIE, ohne dass Kühlwasser durch den Magneten fliesst!
2. Der KEPCO wird im Strommodus betrieben. Sie stellen den Drehknopf immer auf Null bevor sie das Gerät ausschalten. Das ist wichtig, damit der Strom, welcher durch den Elektomagneten fliesst, beim Einschalten nicht schlagartig auf einen grossen Wert geht. Vergessen Sie also nie, den Strom auf Null zu fahren und erst dann das Gerät auszuschalten.
3. Sie kontrollieren periodisch, ob Wasser durch den Magneten fliesst (kann man hören) und ob die Zuleitungen nicht lecken.
4. Sie verlassen den Messplatz nie, wenn Strom durch die Spule fliesst. Erst nach Ausschalten der Stromquelle und Abschalten der Wasserkühlung dürfen Sie das Experiment verlassen.

Versuchsaufbau

Im folgenden wir mittels einigen Bilder der Versuchsaufbau kurz erläutert.

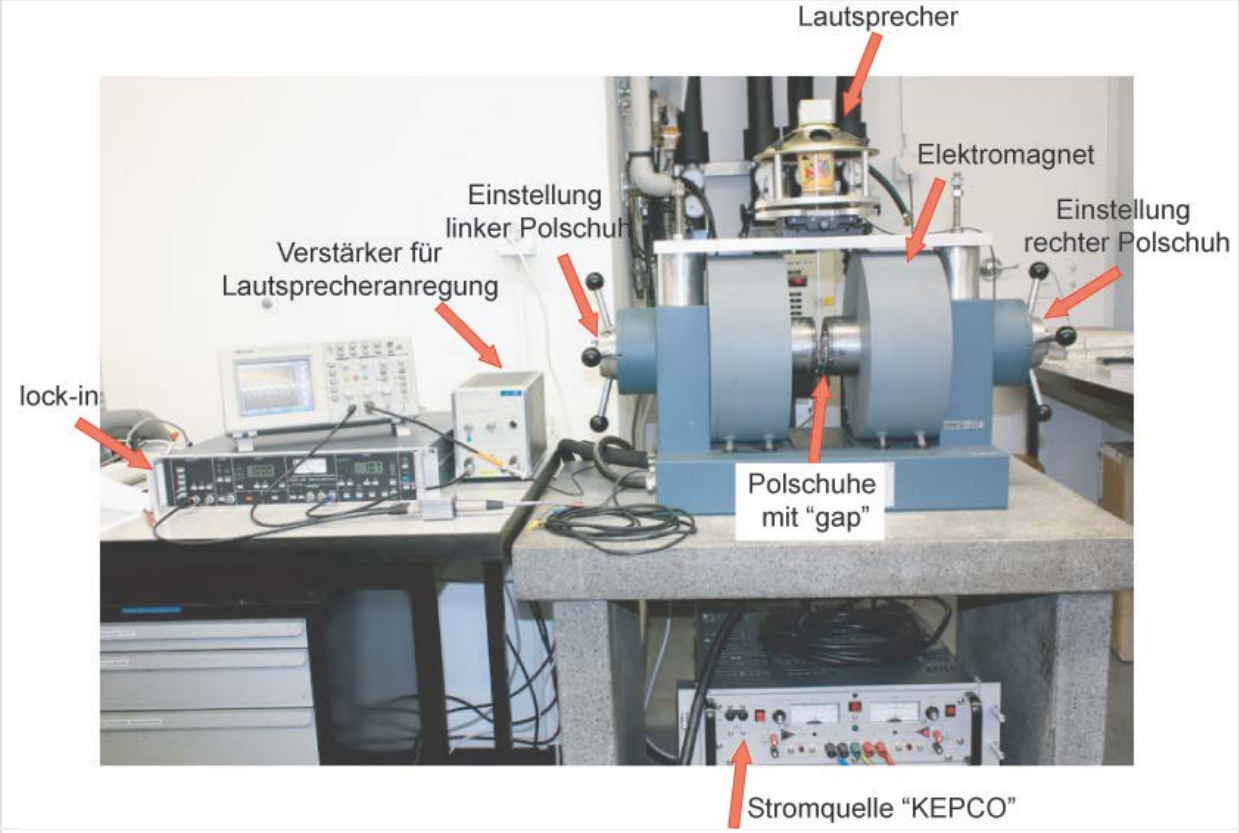
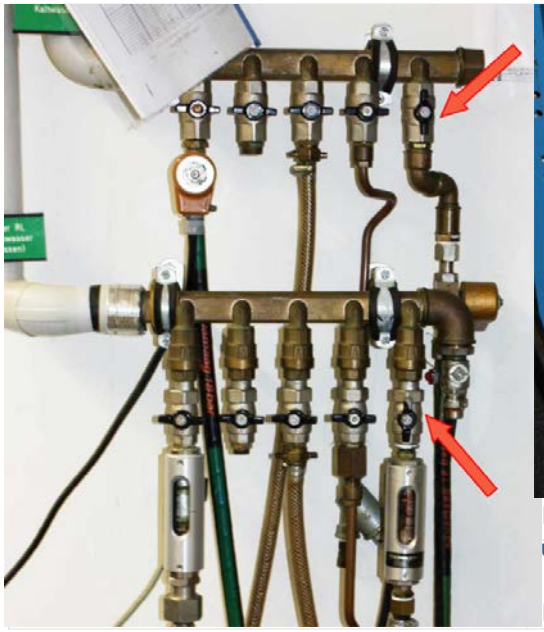


Abbildung 5: Gesamter Aufbau mit der Stromquelle KEPCO unter dem Elektromagneten.

Es wird nochmals betont, dass Kühlwasser für den Elektromagneten erforderlich ist. Stellen Sie sicher, dass Kühlwasser fliesst. Dazu müssen die beiden Ventile in der Abbildung 6 geöffnet werden. Um absolut sicher zu gehen, wurde eine elektronische Überwachung installiert. Das Überwachungsgerät steht über dem KEPCO und ist in der Abbildung 7 ersichtlich.



bbildung 7 (oben): Das Gerät über dem KEPCO überwacht das ühlwasser.

bbildung 6 (links): Anschlüsse Kühlwasser

Der Ablauf ist wie folgt: öffnen Sie zuerst die Ventile im Kühlwasserkreis (Abb. 6). Danach stellen Sie den Hauptschalter der Überwachung auf „1“. Dann betätigen Sie den grünen Knopf. Dieser öffnet ein elektrisch gesteuertes Ventil. Erst jetzt fliesst das Kühlwasser wirklich durch den Magneten. Nun können Sie den KEPCO einschalten. Das Überwachungsgerät kontrolliert den Kühlwasserkreislauf auch über ein Sensor und gibt die Netzspannung für den KEPCO nur dann frei, wenn hinreichend Wasser fliesst. Sollte der Kühlwasserkreislauf ausfallen (Abfall des Wasserdrucks, Leck im System), dann sollte dieser Umstand vom Überwachungsgerät detektiert werden und zum Unterbruch der Netzversorgung des KEPCO führen. Sie sollten trotzdem zur Sicherheit bei grossen Strömen den Magneten periodisch anfassen. Wenn er sich erwärmt, stimmt etwas bei der Kühlung nicht. Sie müssen dann den Strom sofort reduzieren. Ausserdem weisen wir darauf hin, dass der KEPCO nicht einfach im Radikalverfahren abgeschaltet werden darf. Sie müssen zuerst den Strom mit dem rechten Potentiometer nach Null fahren!

In der Abbildung 8 sehen Sie die Mechanik. Die Probe wird auf den Glasfaserstab in der Mitte aufgeklebt. Der Stab kann entfernt werden. Dazu öffnet man am Besten die Lücke zwischen den beiden Polschuhen durch Drehen an den beiden Räder am linken und rechten Ende der Polschuhe. Sie Drehen nur, wenn kein Strom durch den Magneten fliesst! Der Stab kann direkt unterhalb des Papierbechers über eine Madenschraube gelöst werden. Verwenden Sie dazu das spezielle Imbuswerkzeug. Es gibt 3 Probenstäbe, damit Sie verschieden Proben vorbereiten können. Typischerweise sind die Proben dünne Plättchen mit Kantenlängen im Bereich von 2-5 mm. Die Plättchen werden so aufgeklebt, dass sie vertikal stehen (parallel zum Stab). Beim Einbauen kann dann die Ebene des Plättchens senkrecht zum Magnetfeld oder auch parallel dazu justiert werden. Sie können auch einen Winkel dazwischen, z.B. ca. 45 Grad einstellen.

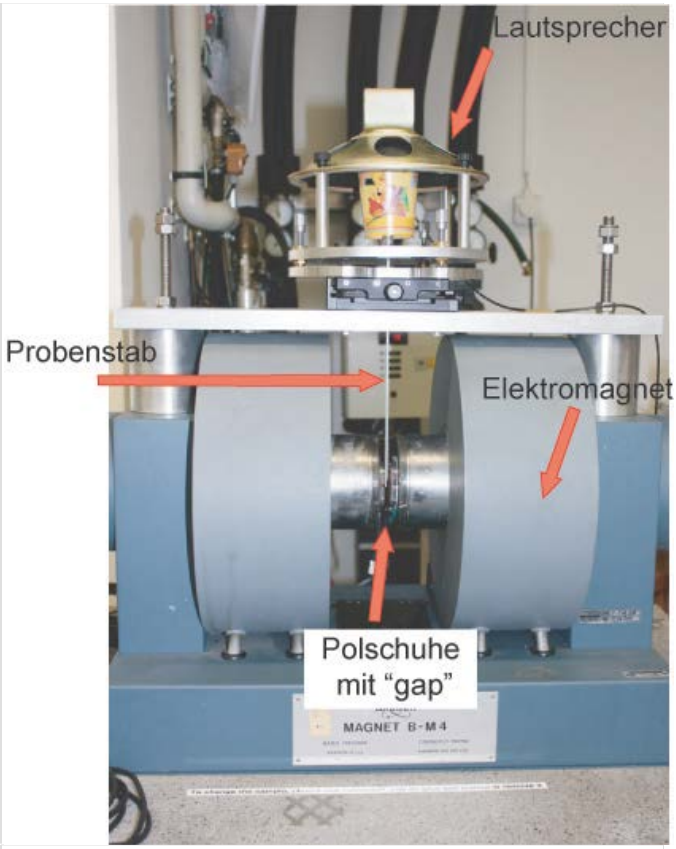


Abbildung 8: Die gesamte Mechanik

Die Schrauben auf der Lautsprecher-plattform erlauben eine Justierung. Der Probenstab soll möglichst vertikal stehen und die Probe soll schlussendlich in der Mitte der Aufnahmespule justiert sein. Letzteres ist von Auge nicht supergenau machbar, es genügt aber. Danach schieben Sie die Polschuhe wieder zusammen, so dass die Lücke zwischen den Polschuhen möglichst kein ist. Je kleiner Sie diese Lücke wählen, um so grösser wird das Signal, welches die Aufnahmespulen messen. Sie verwenden am Besten Proben mit nicht all zu grosser Kantenlänge, z.B. 3 mm. Dann können sie die Polschuhe bis auf ca. 5 mm zusammenfahren. Sie haben dann immer noch genügend Platz, um ohne die Polschuhe verstellen zu müssen parallel und senkrecht zum Feld des Elektromagneten messen zu können. Für eine quantitative Messung ist es sicher ein Vorteil, Proben mit näherungsweise identischer Geometrie zu nehmen, am Einfachsten dünne Plättchen.

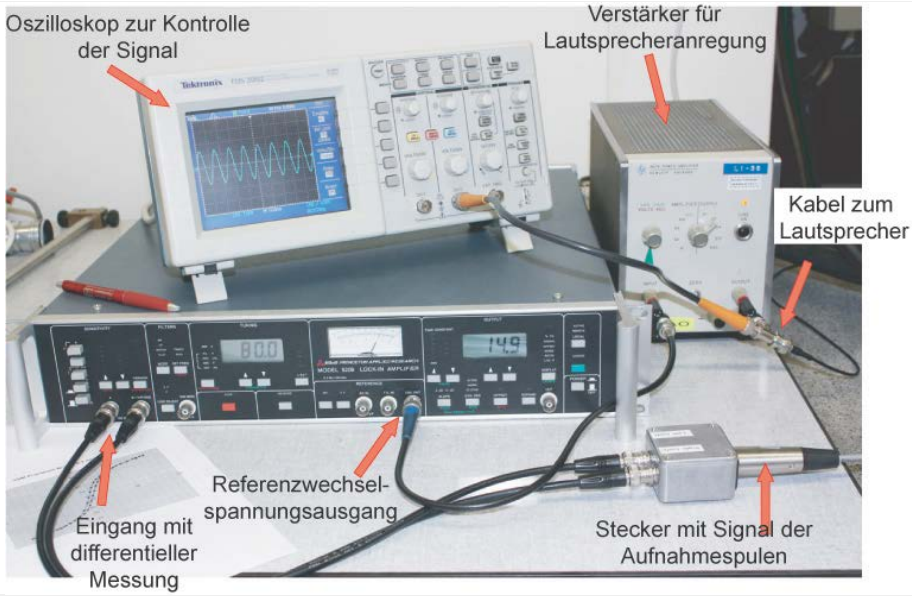


Abbildung 9: Messplatz mit den wichtigsten elektronischen Komponenten

Der lock-in dient als Messgerät und harmonische Quelle für die Anregung des Lautsprechers. Stellen Sie die Referenzfrequenz auf z.B. 80 Hz und die Ausgangsamplitude auf 1 Vrms. Dieses Signal wird über den Signalverstärker (Impedanzwandler) zum Lautsprecher geführt. Das Kabel zum Lautsprecher ist nur dann aufgesteckt, wenn Sie messen. Ziehen Sie dieses Kabel sonst aus, insbesondere dann wenn Sie am Lautsprecher manipulieren (z.B. Probenwechsel).

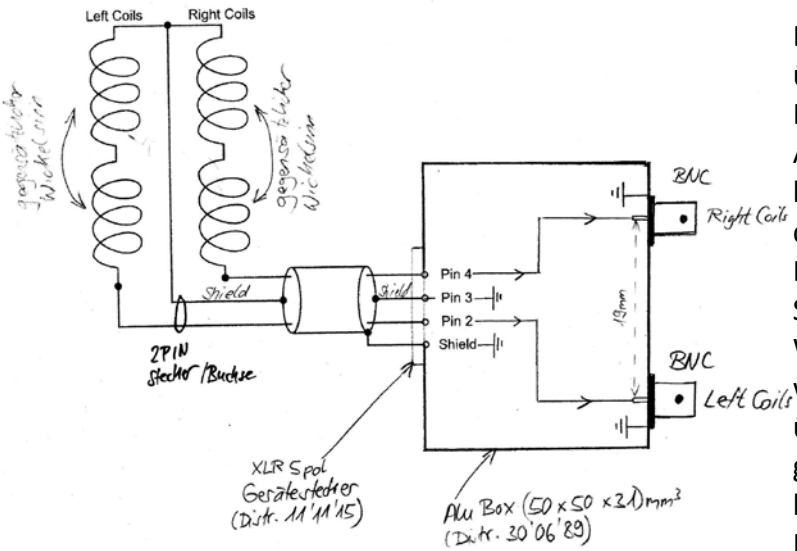


Abbildung 10: Elektrisches Verbindungsdiagramm der Aufnahmespulen (links) und BNC-Kabeldose.

Die magnetische Induktion wird über zwei Spulen gemessen. Eigentlich sind es vier Spulen. Auf jedem der beiden Polschuhe hat es zwei Spulen, die differentiell betrieben werden. Damit können externe Störfelder (z.B. 50 Hz Wechselfelder) unterdrückt werden. Die Signale werden über eine Dose auf 2 BNC-Kabel geführt, die zum Eingang des lock-in Verstärkers gelangen. Dieser muss im differentiellen Modus, d.h. im Modus A-B, betrieben werden.

Es wurde schon darauf hingewiesen, dass man die Phase des lock-in Verstärkers einstellen muss. Das macht man am Besten, wenn das Signal so gross wie möglich ist, d.h. bei magnetischer Sättigung der Probe. Diese Sättigung erreicht man, wenn man den Elektromagneten auf einen möglichst hohen Wert fährt (maximal 1.2 Tesla). Beachten Sie bitte, dass diese Kalibrierung beim Wechseln der Probe, der Probengeometrie und Anregungsamplitude und Frequenz ändern kann. Wiederholen Sie die Kalibrierung gegebenenfalls.

Die Abbildung 11 zeigt die Stromquelle, die wir für den Elektromagneten einsetzen. Es ist eine universelle bioplare Quelle mit 400 Watt, die einen Ausgangsspannungsbereich von ±36 Volt und Strombereich von ±12 Ampere bietet. Wir betreiben die Quelle im Strommodus (Schalterstellungen wie im Bild dargestellt). Wir werden die Messungen auch manuell durchführen, d.h. wir verstellen den Strom durch den Magneten durch Drehen am Knopf. Das Magnetfeld wird dabei mit einer Hallsonde gemessen und notiert. Ebenso notieren Sie das am lock-in angezeigte pick-up Signal. Sie erhalten so eine Tabelle mit 2 Spalten von Werten.

Abbildung 11: KEPCO BOP 36-12 M, see www.kepcopower.com/bop.htm

Bitte beachten Sie unbedingt, dass Sie den Strom nach Null drehen, bevor Sie den Hauptschalter aus machen. Sie dürfen den Messplatz nur verlassen, wenn Sie den Strom auf Null gefahren haben, die Stromquelle und der Kühlkreislauf aus sind. Die Reihenfolge ist wie

folgt: zuerst den Strom am KEPCO mit dem rechten Potentiometer auf Null fahren. Dann den Hauptschalter vom KEPCO ausschalten. Danach schalten Sie das Überwachungsgerät aus und schlussendlich schliessen Sie die Ventile im Kühlkreislauf.

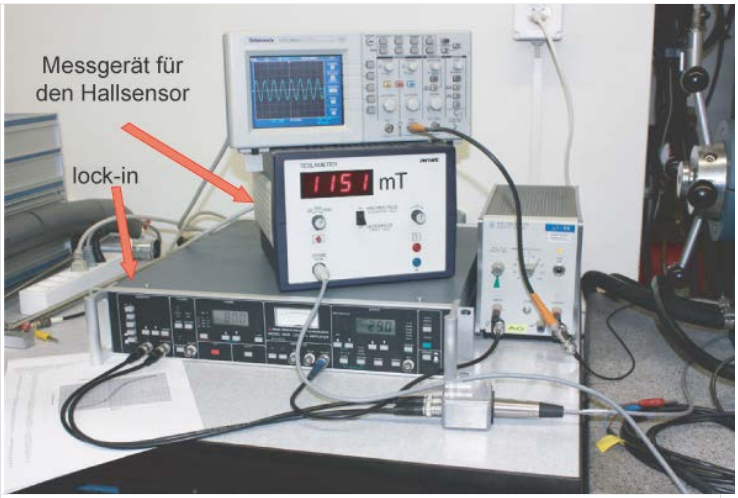


Abbildung 12 (links) und 13 (oben): Der Magnetfeldsensor wird zwischen den Polschuhen plaziert. Das Messgerät sehen Sie in der Abbildung 13. Der Wert von 1.15 Tesla ist Nahe beim Maximalwert, der mit diesem Elektromagneten erzielt werden kann.
Wenn die Polschuhe relative nahe beieinander sind, ist die Positionierung der Hallprobe nicht kritisch. Das Feld ist recht gut homogen.

Messresultate

Damit Sie einen Vergleich haben, werden ein Paar Messresultate hier dargestellt:

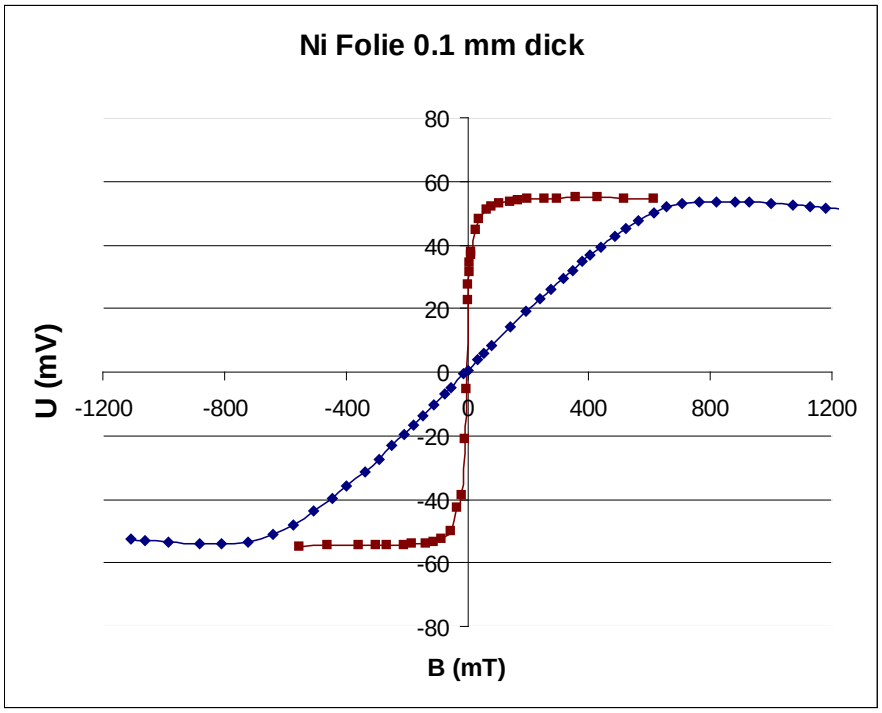


Abbildung 14: Messung einer Ni-Folie mit 0.1 mm Dicke in 2 Orientierungen (parallel und senkrecht zum Feld).

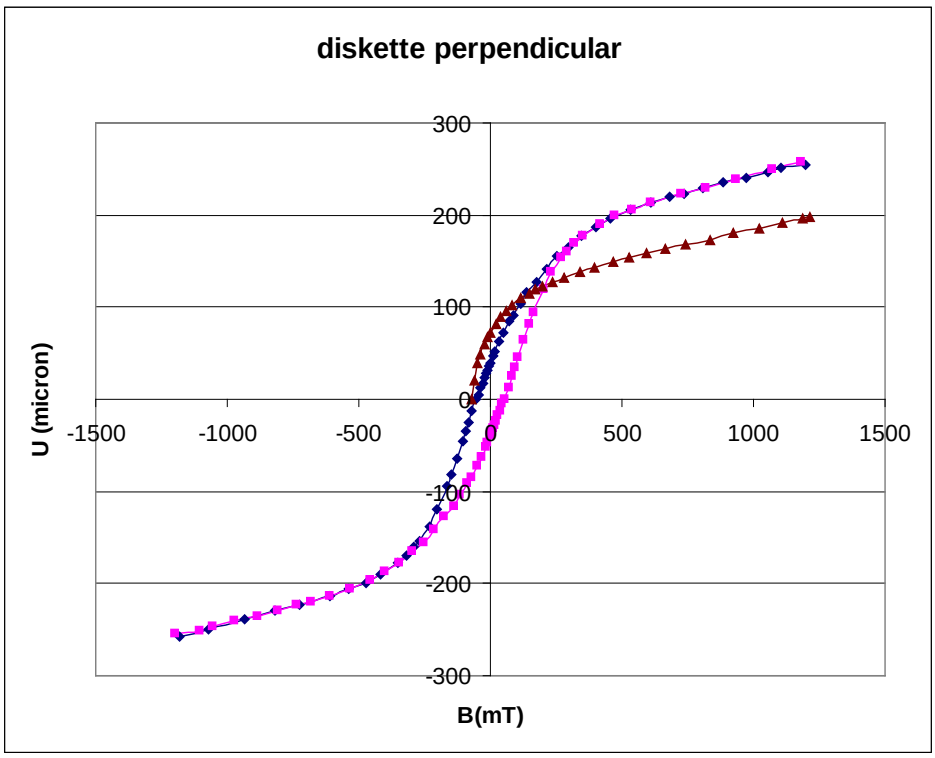


Abbildung 15: Es handelt sich hier um die Messung eines Stücks einer Diskette. Die braune Kurve ist parallel gemessen, während die anderen beiden senkrecht zur Probe gemessen wurden. Sie erkennen hier einen „background“, d.h. eine linear Abhängigkeit mit positiver Steigung, die bei grossen Felder übrig bleibt. Dies ist ein Hintergrundsignal, welches vom Substrat herrühren kann. Man subtrahiert es gewöhnlich. Sie erkennen übrigens ein analoges aber negatives Hintergrundssignal in der Abbildung 14.

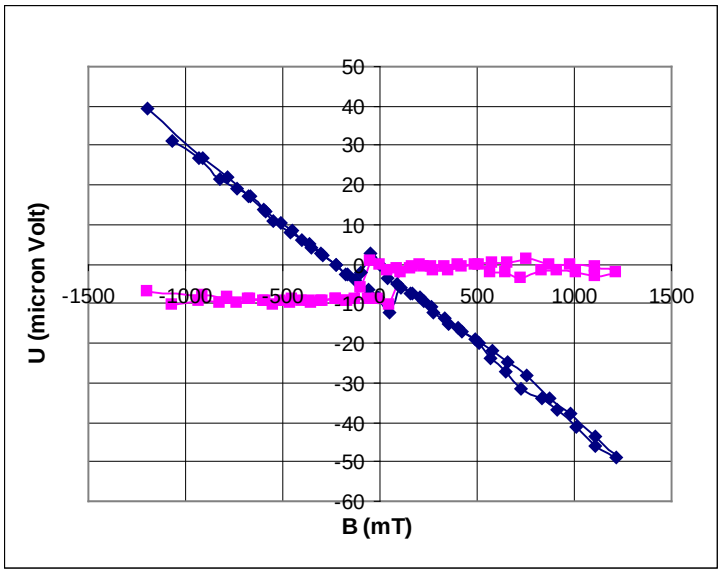


Abbildung 16: Sie sehen hier eine Messung eines dünnen Eisenfilms auf einem Silizium-Plättchen. Der Film ist erstaunliche 30 Nanometer dünn. Trotzdem kann man das magnetische Signal mit dieser einfachen Apparatur messen. Die Messkurve ist die blaue. Bei der anderen Kurve wurde das linear Hintergrundsignal subtrahiert.

Aufgaben

1. Kalibrieren Sie das VSM in Bezug auf die Sättigungsmagnetisierung mittels einer Messung an einer Ni Probe. Am Besten eignet sich ein dünner Ni Film (0.1 mm oder 0.3 mm stehen zur Verfügung).
    a. Bestimmen Sie das Signal bei Sättigung als Funktion der Anregung im Lautsprecher (von ca. 0.1 Volt bis max 4 Volt rms). Wie gross ist der „lineare“ Bereich? Stellen Sie die Messdaten in einem Graphen dar. In der Folge bleiben Sie bei allen Messungen im linearen Bereich!
    b. Messen Sie parallel (in plane) und senkrecht (out of plane) zum externen Magnetfeld (wenn Sie wollen unter weiteren Winkeln).
2. Messen Sie die Hysteresekurve für einen Ni Film und bestimmen Sie das Diagramm $M(H_0)$. Subtrahieren Sie wenn erforderlich einen linearen „background“. Versuchen Sie auch ein „korrigiertes“ Diagramm M(H) zu erstellen. Hierin ist H die gesamte magnetische Feldstärke, d.h. die Summe aus externem Feld und aus dem durch die Magnetisierung erzeugte innere Gegenfeld.
3. Messen Sie die Hysteresekurven für die CoPt-Probe sowohl parallel als auch senkrecht zur Filmebene. Vergleichen Sie das Ergebnis mit dem der Ni Probe und diskussieren Sie die jeweilige leichte Richtung der Magnetisierung und deren Ursache.
4. Messen Sie die Hysteresekurven eines Diskettestücks ebenfalls in beide Richtungen.
5. Bestimmen Sie für alle Proben die Remanenz M_r sowie die Koerzitivfeldstärke H_c der Proben. Diskutieren Sie die Unterschiede.
6. Erstellen Sie ein Versuchsprotokoll.

Tipps für das Vorgehen

Erstellen Sie für die Nickel-Probe zuerst eine Magnetisierungskurve bei der die Magnetisierung gegen H_0 aufgetragen wird. Anhand der Sättigungsmagnetisierung (diesen Wert finden Sie zum Beispiel im „Handbook of Physics and Chemistry“) können Sie nun die **Magnetisierung eichen**. Anhand von Gleichung (G3) können sie nun die Feldstärke H bestimmen.

Beachten Sie, dass eine Veränderung Spulenposition eine Neukalibrierung erforderlich macht.

David Just, Christian Schönenberger (Christian.Schoenenberger@unibas.ch) und Stefan Nau (Stefan.Nau@unibas.ch)

Version V5 von April 2013