
Vibrationsmagnetrometer VSM

Fortgeschrittenenpraktikum I/II

March 23, 2021

Kurzfassung

Für eine Vielzahl von Anwendungen ist es von grosser Wichtigkeit die magnetischen Eigenschaften diverser Materialien zu kennen. Mit dem Vibrationsmagnetrometer (engl.: Vibrating Sample Magnetometer, 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 Sättigungsmagnetisierung (M_s) und die Remanenz (M_r) bestimmen. In diesem Experiment werden verschiedene solcher Magnetisierungskurven gemessen. Sie sollen diese dokumentieren und kritisch diskutieren.

Contents

1	Einleitung	2
2	Theorie	3
3	Versuchsaufbau	5
4	Aufgaben	8
5	Tipps für das Vorgehen	9
6	Sicherheitshinweise	9

1 Einleitung

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 orientierten 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 Fig.1 verdeutlicht.

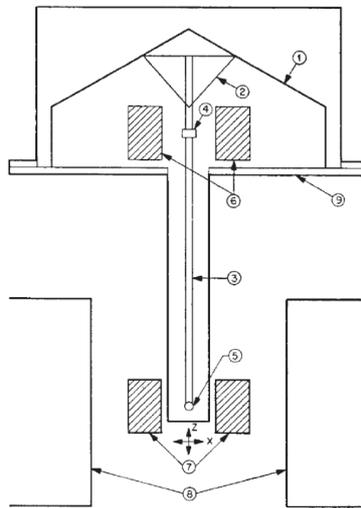


Figure 1: Skizze des Aufbaus eines VSM.

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 Fig.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.

2 Theorie

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“ vertraut. H_0 wird in A/m gemessen. Wir rechnen aber das externe Feld in Tesla um, in dem wir mit $\mu_0=4\pi \cdot 10^{-7}$ Vs/Am multiplizieren, d.h. $B_0 = \mu_0 H_0$. 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 $m = VM$ 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

$$U = Gm_{\parallel}\omega A \quad (1)$$

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 (Gl. 1) nur für kleine Amplituden linear ist. Die mechanische Amplitude wird durch den Lautsprecher erzeugt. Dazu wird eine elektrische Sinusspannung an diesen angelegt. Die rms Spannung ist typischerweise 1 V. Unser Messsignal hat den zeitlichen Verlauf

$$U(t) = U \sin(\omega t + \phi) \quad (2)$$

wobei ϕ eine unbestimmte Phase bezeichnet. Der lock-in Verstärker kann das Signal (Gl. 2) auch dann noch messen, wenn sehr viel Rauschen überlagert ist. Der lock-in arbeitet als schmaler Bandfilter, welcher 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 $U \cos(\phi - \varphi)$, welches für $\phi = \varphi$ 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 und im Vergleich zur Ausdehnung der Windungen in der Messspule. Für quantitative Messungen kommt noch eine weitere

Komplikation dazu: 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 Obeseite, die dem ursprünglichen Feld entgegen wirken. Die in der Probe wirkende gesamte magnetische Feldstärke H ist dann

$$H = H_0 - NM(H_0) \quad (3)$$

wobei N den Entmagnetisierungsfaktor bezeichnet.

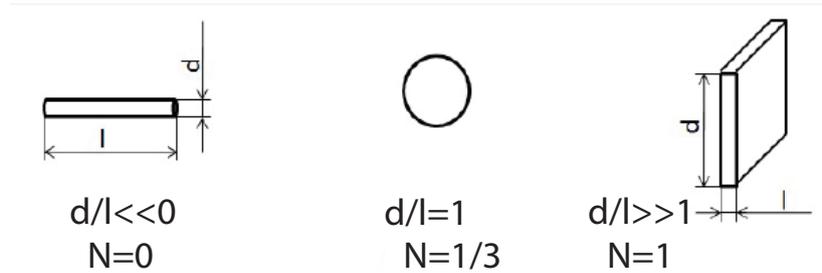


Figure 2: Drei Standardformen, ihr Geometrieverhältnisse und Entmagnetisierungsfaktoren: a) unendlich ausgedehnter Stab, b) Kugel, c) unendlich ausgedehnte Fläche, wobei d die Dicke und l die Länge der Probe beschreibt.

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 in der Abb.3 entnommen werden.

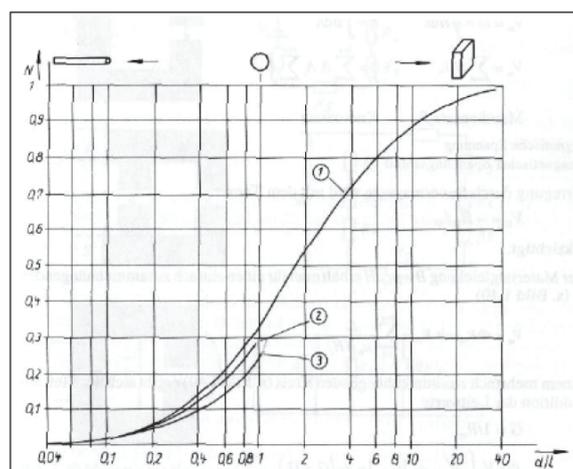


Figure 3: Entmagnetisierungsfaktor N für verschiedene Geometrien: Kurve (1) ist eine Interpolation für N .

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 (siehe Abb.4). Es ist wichtig, dass am Schluss der Strom durch den Elektromagneten immer auf Null gefahren wird, bevor die Stromquelle ausgeschaltet wird.

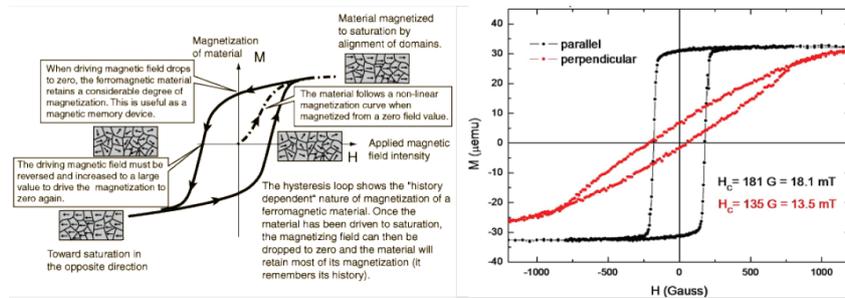


Figure 4: Links: Magnetische Hysterese und Domänenstruktur. Rechts: Messung einer Hysteresekurve von Nanometer-dicken magnetischen Streifen mit einem kommerziellen Gerät (Lakeshore VSM 7400).

3 Versuchsaufbau

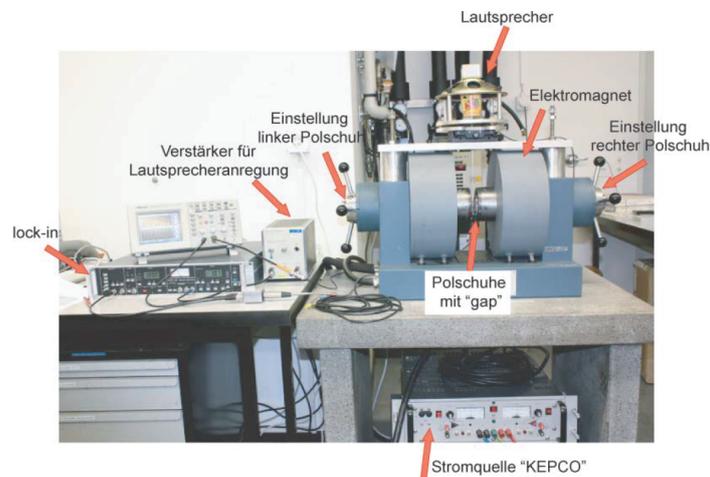


Figure 5: Gesamter Aufbau mit der Stromquelle KEPCO unter dem Elektromagneten.

Im folgenden wir mittels einigen Bilder der Versuchsaufbau kurz erläutert. Es wird nochmals betont, dass Kühlwasser für den Elektromagneten erforderlich ist. Stellen Sie sicher, dass Kühlwasser fließt. Dazu muss das Ventil in der Abbildung unter dem Tisch des Versuchsaufbaus geöffnet werden. Um absolut sicher zu gehen, wurde eine elektronische Überwachung installiert. Das Überwachungsgerät steht unter dem KEPCO.

Der Ablauf ist wie folgt: öffnen Sie zuerst die Ventile im Kühlwasserkreis. 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 6 sehen sie die Mechanik. Die Probe wird auf den Glasfaserstab in der Mitte aufgeklebt. Der Stab kann zur Messung von verschiedenen Proben ausgetauscht werden. 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. Die Schrauben auf der Lautsprecher-plattform erlauben eine Justierung der Probenposition, so dass sich diese in der Mitter des Elektromagneten und der Messpule befindet.

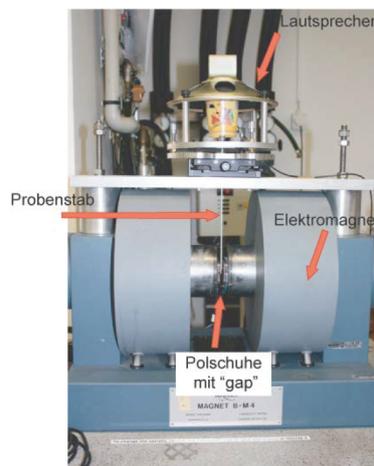


Figure 6: Versuchsaufbau mit Probehalter, Elektromagnet und Lautsprecher.

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 $1 V_{rms}$. Dieses Signal wird über den Signalverstärker 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).

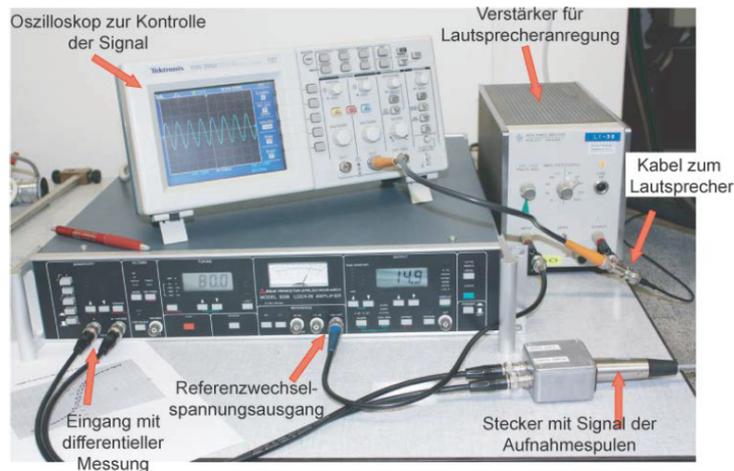


Figure 7: Messplatz mit den elektronischen Komponenten.

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 (siehe Abb.7. 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 an einem Punkt, an dem das Signal so gross wie möglich ist, d.h. bei magnetischer Sättigung der Probe. Diese Sättigung erreicht man, wenn man den Elektro-magneten auf einen möglichst hohen Wert fährt (maximal 1 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 8 zeigt die Stromquelle, die wir für den Elektromagneten einsetzen. Es ist eine universelle bioplare Quelle mit 400 Watt, die einen Ausgangsspannungsbereich von ± 36 V und Strombereich von ± 12 A bietet. Wir betreiben die Quelle im Strommodus (Schalterstellungen wie im Bild dargestellt). Wir werden die Messungen auch manuell durch-führen, 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.

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 Seite 8 folgt: zuerst den Strom am KEPCO mit dem rechten Potentiometer auf Null fahren. Dann den Hauptschalter vom KEPCO ausschalten.



Figure 8: KEPCO BOP 36-12 M

Danach schalten Sie das Überwachungsgerät aus und schlussendlich schliessen Sie die Ventile im Kühlkreislauf.

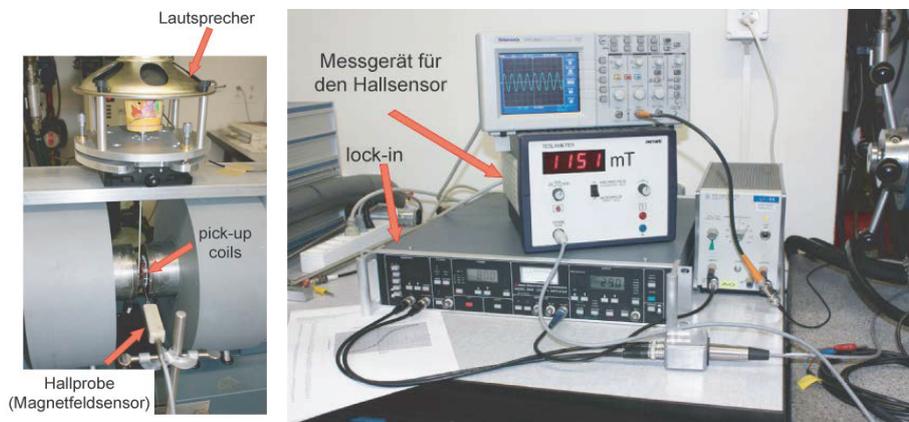


Figure 9: Links: Magnetfeldsensor zwischen den Polschuhen. Rechts: Zur Hall probe verbundenes Messgerät. Der Wert von 1.15 Tesla ist der Maximalwert, der mit diesem Elektromagneter erzielt werden kann.

4 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). 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!
2. Messen Sie parallel (in plane) und senkrecht (out of plane) zum externen Magnetfeld (wenn Sie wollen unter weiteren Winkeln).
3. 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.

4. 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 diskutieren Sie die jeweilige leichte Richtung der Magnetisierung und deren Ursache.
5. Messen Sie die Hysteresekurven YIG.
6. Bestimmen Sie für alle Proben die Remanenz M_r sowie die Koerzitivfeldstärke H_c der Proben. Diskutieren Sie die Unterschiede.
7. Erstellen Sie ein Versuchsprotokoll.

5 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 (Ihr könnt die folgenden Werte für eure Proben verwenden: Nickel: $4.4 \cdot 10^4$ A/m, CoPt: $3.6 \cdot 10^5$ A/m, YIG: $1.1 \cdot 10^4$ A/m [4, 5, 6]) können Sie nun die Magnetisierung eichen. Anhand von Gleichung (G3) können sie nun die Feldstärke H bestimmen.

6 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 KEPKO 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.

References

- [1] Frank Peis, *Komplexe DK von t-Butylchlorid*, 1988
- [2] J. D. Jackson, *Classical Electrodynamics*
- [3] A. R. von Hippel, *Dielectric Materials and Applications*, 1954, p.13 et seq.
- [4] M. Charilaou et al., PRB 93 224408 (2016)
- [5] J. Crangle and G. M. Goodman, Proc. Roy. Soc. Lond. A 321, 447-491, (1971)
- [6] G. Srinivasan et al., Solid state Physics 64, 349-363 (2013)
- [7] Powles, Williams and Smith, *Dielectric Dispersion in the Microwave Region of Six Tetrasubstituted Methanes in the Solid State*, 1952