

文章编号: 1004-4353(2019)03-0250-04

磁性测量系统在本科实验教学中的应用

阚绪材

(安徽大学 物理与材料科学学院, 安徽 合肥 230601)

摘要: 为培养本科生的科研创新能力及提高大型科研设备的利用率,以磁性测量系统(MPMS)在本科课程“磁性测量技术”的实践教学为例探讨了大型设备在本科实验教学中的应用. 研究表明,将大型科研设备应用于本科生的教学中,不仅能够提高大型设备的利用效率,而且通过实验教学内容的具体实施,可进一步提高学生对理论知识的理解和实践创新的能力.

关键词: 磁性测量系统; 磁热效应; 本科教学; 实践能力

中图分类号: G642.423 **文献标识码:** A

Application of MPMS in undergraduate experiments teaching

KAN Xucai

(School of Physics and Materials Science, Anhui University, Hefei 230601, China)

Abstract: In order to develop undergraduates' scientific research innovation ability and increase the utilization rate of precious scientific research equipment, we discuss the application of precious equipment in the experiment teaching of undergraduate course, taking the practical application of magnetic property measurement system (MPMS) in the course of magnetic measurement technology as an example. Studies have shown that applying precious scientific research equipment to undergraduate teaching not only improve the efficiency of precious scientific research equipment, but also can further enhance students' understanding ability of theoretical knowledge and practical innovation ability through the concrete implementation of experimental teaching content.

Keywords: magnetic property measurement system; magnetocaloric effect; undergraduate teaching; practical ability

随着国家对科研投入的日益加大,各高校都增加了大型科研设备的购置.然而,高校购置的这些大型设备大多仅限于教师和研究生在科研中使用,很少用于本科教学工作,这使得本科生很难利用这些大型设备进行科研活动^[1-2].因此,如何将大型设备与本科实验教学相结合,充分发挥科研设备的利用率,提高实验教学水平已经成为高校众多教师面临的一个迫切问题.对此,一些高校教师对该问题进行了探讨.例如:吴湛霞等^[3]、张转芳等^[4]对大型仪器在本科实验教学中的重要性及现状进行了探讨;赵红昆等^[5]利用磁强计开展了实验教学,并对已知性能的材料进行了重复测试及分析.但在这些研究中,利用大型设备开展实验教学并引导本科生开展系统的科研活动的研究较少.本文以安徽大学物理与材料科学学院开设的“磁性测量技术”课程为例,探讨大型设备“磁性测量系统(MPMS)”在本科实验教学中的实践与应用.

1 课程安排

“磁性测量技术”课程的教学课时为 72 学时,其中前 30 学时为理论教学课时,后 42 学时为实验教

学课时. 在理论教学中, 教师除了讲解 MPMS 设备的组成、测试原理以及常见数据分析外, 还要讲授 MPMS 在科学研究中的具体应用, 培养学生的科学探索精神. 在实验教学中, 采取课题形式组织教学, 具体做法为: 教师提供多个研究课题; 5~6 名学生为一个实验小组, 每组学生根据研究兴趣, 自主选择其中一个研究课题; 学生在教师的指导下完成课题内容, 实现教学目标——使学生熟悉设备和正确使用设备, 培养学生的实践操作能力和分析数据能力, 为将来从事科研工作奠定基础.

2 设备维护及其使用规范

众所周知, 实验设备是科研和实验教学中必不可少的工具; 因此, 让学生认识到实验设备的重要性并能正确使用设备, 对保证学生能够正常开展实验具有重要意义.

本实验教学中所使用的 MPMS 由液氦循环制冷. 在实验过程中, 若意外(如断电)停止运行且没有得到及时处理, 液氦会很快蒸发殆尽; 再次开启则需要灌入大量液氦, 成本巨大. 另外, 液氦完全蒸发且仍有磁场存在时, 很容易引起超导磁体失超, 进而对设备造成不可逆的伤害. 为了维护好设备, 对设备的管理和使用做如下安排: 选拔 3~4 名责任心强且对设备操作熟练的学生作为学生管理员, 并建立值班制, 以此达到对设备的实时监控. 实验过程中若出现问题, 值班的学管理理员须及时向教师汇报, 做到出现问题及时处理. 本科生在操作仪器前, 须对其在设备结构、测试原理、操作规范等方面进行考核, 考核合格后方可允许其对仪器进行操作. 操作时, 教师必须在场指导, 及时解答学生在操作中提出的问题, 以防止因操作不当造成设备损坏等. 同时, 为了能够有序地进行测试, 学生在使用前要进行预约, 经教师批准后才能根据相关规定使用设备, 并且要做好使用记录.

3 培养学生的实践操作能力

实验教学分为多个课题小组, 本文仅以其中一个小组(下称课题小组)的课题($\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的磁热效应研究)为例进行说明. 该课题的目标是研究 $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的磁热效应, 主要实验包括样品制备、磁性测试及测试数据分析.

3.1 样品制备及其测定

样品制备和磁性测试是培养学生实践操作能力的重要环节. $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的具体制备方法如下: 首先在氩气环境下电磁熔炼钴、铌、钽粉末(纯度 99.9%), 熔炼后冷却得到 $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 合金锭; 然后采用电磁熔炼的方法将上述所获得的合金锭加热至熔融状态, 再使用高速转动的铜辊对熔融状态的合金进行拉丝, 拉丝后快速冷却即得 $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶态合金丝. 在样品制备前, 教师引导学生思考并回答如下问题: 非晶态概念; 如何选择合适的原材料; 在熔炼过程中为什么需要氩气环境; 制备过程中, 两次熔炼的目的有什么不同; 如何确定熔炼条件(温度、时间); 为什么需要快速冷却. 通过上述问题的解答, 能够使学生加深理解制备过程中所蕴含的理论知识.

课题小组完成样品制备后, 为检验样品是否为非晶丝, 教师指导课题小组利用 X 射线衍射仪(XRD)对样品进行测定, 结果如图 1 所示. 从图 1 可以看出, 衍射谱在 45° 衍射角附近显示出典型的“非晶包”特征, 且在其他角度没有出现衍射峰, 这表明该合金丝具有典型的非晶态特征. 图 1 中的插图是 $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 的扫描电子显微(SEM)图像.

3.2 磁性测试

磁性测试的目的是使学生理解零场冷却(ZFC)和加磁场冷却(FC)的物理意义以及在变磁场测试时为何需要将样品加热至顺磁区温度. 取 10 mg 非晶丝样品进行测试. 测试分为两部分: 在固定磁场下以 2~390 K 的

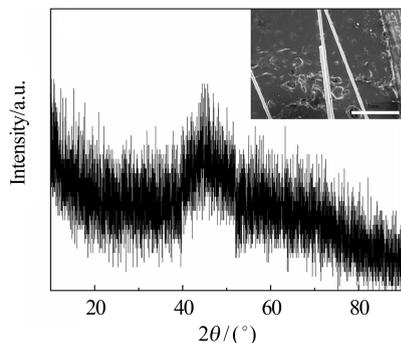


图 1 $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的 XRD 图谱(插图为非晶丝的 SEM 图)

变温测试磁化强度和在固定温度下以 0~6 kOe 的变磁场测试磁化强度. 在变温磁化强度测试中, 首先对样品进行 ZFC 和 FC, 降温至 2 K, 然后再进行升温测量. 在变磁场磁化强度测试中, 先将样品加热至 400 K 附近的顺磁区, 然后进行 ZFC 至相应的测试温度点再进行测量.

4 培养学生的分析数据能力

完成上述基本磁性测试后, 再结合“磁性测量技术”课程所学的理论知识指导学生分析非晶丝的磁热效应, 以此培养学生的分析数据能力.

4.1 磁热效应的理论知识

磁热效应是指磁性材料随外磁场增加/减少产生的吸/放热现象, 一般用等温磁熵变表示. 零场下, 材料的磁矩取向趋于无序, 磁熵较大, 体系的绝热温度较低. 外加磁场下, 磁矩沿磁场方向趋于有序, 磁熵减小, 绝热温度升高. 当外磁场消失时, 因磁矩受热运动的影响, 磁矩再次趋于无序, 磁熵变大, 绝热温度降低^[6].

根据经典热力学和麦克斯韦方程, 磁熵变化 $\Delta S_M(T, H)$ 的计算可近似地表示为:

$$\Delta S_M(T, H) = S_M(T, H) - S_M(T, 0) = \int_0^H \left(\frac{\partial S}{\partial M} \right)_T dH = \int_0^H \left(\frac{\partial M}{\partial T} \right)_H dH. \quad (1)$$

在实际测试中, 由于测试温度或磁场并非连续变化, 因此公式(1)可修正为^[7]:

$$|\Delta S_M(T, H)| = \sum \left[\left(\frac{\partial M}{\partial T} \right)_{H_i} + \left(\frac{\partial M}{\partial T} \right)_{H_{i+1}} \right] \frac{1}{2} \Delta H_i, \quad (2)$$

其中 $(\partial M/\partial T)_{H_i}$ 和 $(\partial M/\partial T)_{H_{i+1}}$ 分别为材料磁化强度 $M(T, H)$ 在磁场 H_i 和 H_{i+1} 处的偏导. ΔS_M 的正负与 $\partial M/\partial T$ 同号. 当 $\partial M/\partial T > 0$ ($\Delta S_M > 0$) 时, 称为负磁热效应(出现在反铁磁-铁磁相变附近); 反之, 则为正磁热效应(出现在铁磁-顺磁相变处).

4.2 磁性测试结果及分析

为了加深学生对磁相变的理解, 教师指导课题小组对非晶丝的变温磁化强度 M (外磁场 H 为 100 Oe) 进行测试, 结果如图 2 所示. 其中左侧 y 轴为 $M/(\text{emu/g})$, 右侧 y 轴为 H/M 的比值. 由图 2 可以看出, ZFC 和 FC 的曲线基本重合, 并且 M 随着 T 升高逐渐减小; 当 T 升高至 360 K 附近时, M 急剧下降并逐渐趋于零, 即出现铁磁-顺磁相变过程. 铁磁-顺磁相变温度(居里温度 T_c) 是研究铁磁材料磁热效应的重要参数. 确定 T_c 常用的方法是将 M 对 T 求导(dM/dT), 然后绘制 dM/dT 与 T 的关系曲线, 该曲线最小值位置所对应的温度即为 T_c .

图 2 中插图 of dM/dT 随 T 的变化曲线, 由插图可以看出, T_c 为 360 K.

为了进一步确认磁相变为铁磁-顺磁相变, 教师指导学生利用 FC 数据绘制 H/M 与 T 的关系曲线, 然后用居里-外斯定律对该曲线进行拟合(拟合线为实线部分). 从图 2 可以看出, 当温度高于 360 K 时, 拟合曲线为一条直线, 这说明在拟合温度范围内材料的磁行为是顺磁行为.

为了进一步加深学生对磁热效应的理解和提高学生分析数据的能力, 教师指导课题小组对 T_c 附近多个温度点的变磁场磁化强度进行测试, 并获得 M 随 H 的变化曲线, 如图 3 所示. 由图 3 中的数据 and 式(2)可计算出 $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的磁熵变 ΔS_M . 图 4 为计算出的 ΔS_M 随 T 的变化曲线. 由于铁磁-顺磁相变处的 $\Delta S_M < 0$, 且 ΔS_M 数值往往用其绝对值表示, 因此以下用 $-\Delta S_M$ 来表示磁熵变. 由图 4 可以看出, 无论外磁场如何变化, $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的 $-\Delta S_M$ 在 T_c 附近均存在峰值. 磁场强度为 20、40、60 kOe 时, $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的磁熵变峰值 $-\Delta S_M^{\text{max}}$ 分别为 1.13、1.92、2.43 $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

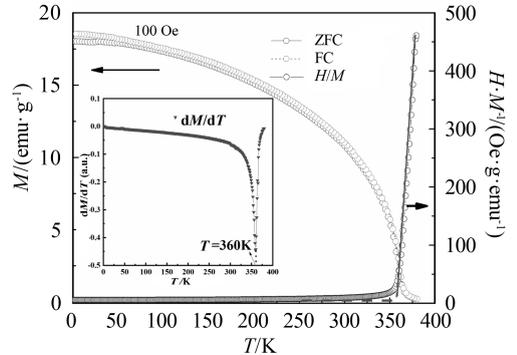


图 2 H 为 100 Oe 时非晶丝的 M 和 H/M 随 T 的变化曲线(插图为 dM/dT 随 T 的变化曲线)

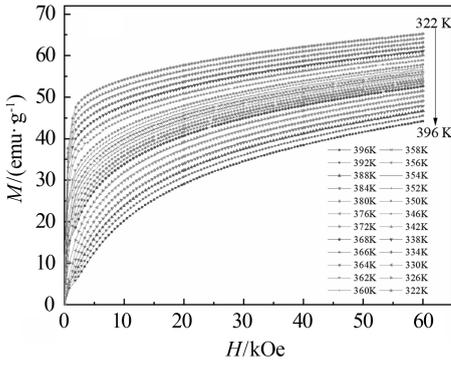


图 3 不同 T 值下非晶丝的 M 随 H 的变化曲线

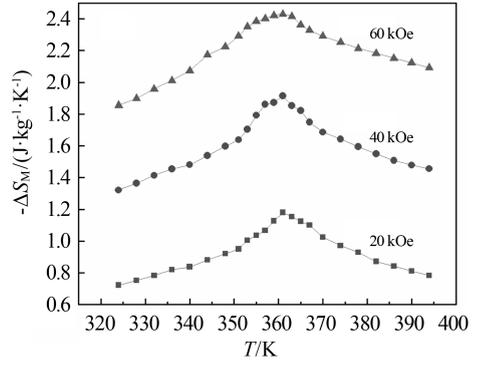


图 4 H 为 20、40、60 kOe 时非晶丝的 $-\Delta S_M$ 随 T 的变化曲线

4.3 数据检验

为验证课题小组所获取的磁熵变峰值 $-\Delta S_M$ 的准确性以及培养学生严谨的科研态度,教师指导学生以上计算结果进行检验.数据检验通常采用两种方法:多次实验比对验证和依据理论知识验证.由于重复实验将会占用过多的时间,因此教师引导学生利用理论知识对上述结果进行验证.

根据平均场理论^[8],在 T_c 附近 $-\Delta S_M^{\max}$ 与磁场的关系可近似地描述为:

$$-\Delta S_M^{\max} = 1.07qR(g\mu_H JH/kT_c)^{2/3}. \quad (3)$$

其中 $M_s = g\mu_B J$, q 是磁性离子的数量, R 为气体常数, g 为朗德因子.图 5 为 $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的 $-\Delta S_M^{\max}$ 与 $H^{2/3}$ 的变化曲线.由图 5 可以看出, $\text{Co}_{90}\text{Nb}_{10}\text{Ta}_3$ 非晶丝的 $-\Delta S_M^{\max}$ 与 $H^{2/3}$ 呈线性关系,即满足公式(3),由此表明学生所计算的磁熵是准确的.

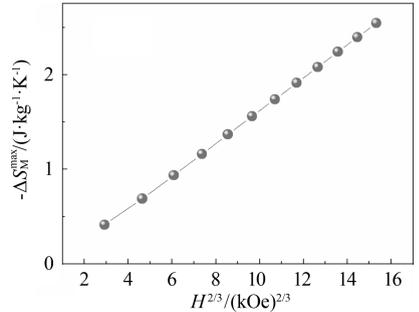


图 5 $-\Delta S_M^{\max}$ 与 $H^{2/3}$ 的函数关系

5 结论

将大型设备 MPMS 应用在本科生实验课程“磁性测量技术”的教学中,不仅可提高大型科研设备的使用效率,而且通过具体课题的研究还能有效培养学生的实践操作能力和分析数据能力,加深学生对所学理论知识的理解,提高学生运用理论知识分析解决问题的能力.同时,注意到学生的科研实践均是在教师指导下完成的,因此,如何逐步引导学生独立思考并完成课题研究将是我们进一步研究的问题.

参考文献:

- [1] 欧阳健明,夏志月,鲁鹏.透射电子显微镜与选区电子衍射对纳米材料的联合分析[J].暨南大学学报(自然科学与医学版),2012,33(1):87-93.
- [2] 陈汝芬,张云,赵建荣,等.可控粒径纳米 Fe_3O_4 的制备及其磁性研究[J].无机化学学报,2010,26(7):1207-1212.
- [3] 吴湛霞,蔡鹰,李思东.大型精密仪器设备在本科实验教学中的运用与管理浅谈[J].广东化工,2019,46(3):196-198.
- [4] 张转芳,唐林,赵春艳.大型仪器在本科实验教学中的应用研究[J].化工时刊,2019,33(6):54-55.
- [5] 赵红昆,杨恩翠,刘忠义,等.超导量子干涉仪磁强计在本科实验教学中的应用[J].实验室科学,2017,20(3):196-198.
- [6] 霍军涛,盛威,王军强.非晶合金的磁热效应及磁蓄冷性能[J].物理学报,2007,66(17):307-328.
- [7] LIN Shuai, WANG Boseng, LIN Jianchao, et al. Composition dependent magnetocaloric effect and low room-temperature coefficient of resistivity study of iron-based antiperovskite compounds $\text{Sn}_{1-x}\text{Ga}_x\text{Fe}_3$ ($0 \leq x \leq 1.0$) [J]. Appl Phys Lett, 2011(99):172503.
- [8] PECHARSKY V K, GSCHNEIDNER Jr K A. Tunable magnetic regenerator alloys with a giant magnetocaloric effect for magnetic refrigeration from 20 to 290 K [J]. Appl Phys Lett, 1997(70):3299-3301.