

1. VSMの概略説明

振動試料型磁力計

Vibrating Sample Magnetometer

概要 均一磁界中に置いた試料を一定周波数、一定振幅で振動させ、試料の周辺に置いた検出コイルに誘起する起電力を測定する。起電力と磁化との関係式を基礎にして試料の磁化を決定する。

- 特徴**
1. 均一磁界中で磁化を測定
 2. 広範囲な印加磁界中で磁化測定が可能
(1mOe ~ 100kOe)
 3. 残留磁化の測定が可能
 4. 感度が高い
(分解能 : $\sim 10^{-6}$ emu)
 5. 磁化測定範囲が広い
(反磁性体から強磁性体、薄膜からバルク体)
 6. 温度測定範囲が広い
(4.2K ~ 1200K)
 7. ドリフトが無い
 8. 測定時間が短い
 9. 取扱が簡単

- 種類**
1. VSM-5型 (室温測定、温度測定 4.2K ~ 1200K)
 2. VSM-5SC型 (高磁界測定、超電導マグネット 100kOe)
 3. VSM-P7型 (高感度測定、温度測定 -50 ~ 200)
 4. VSM-C7型 (小型室温専用)
 5. VSM-P2H型 (低磁界測定、ヘルムホルツコイル 200Oe)

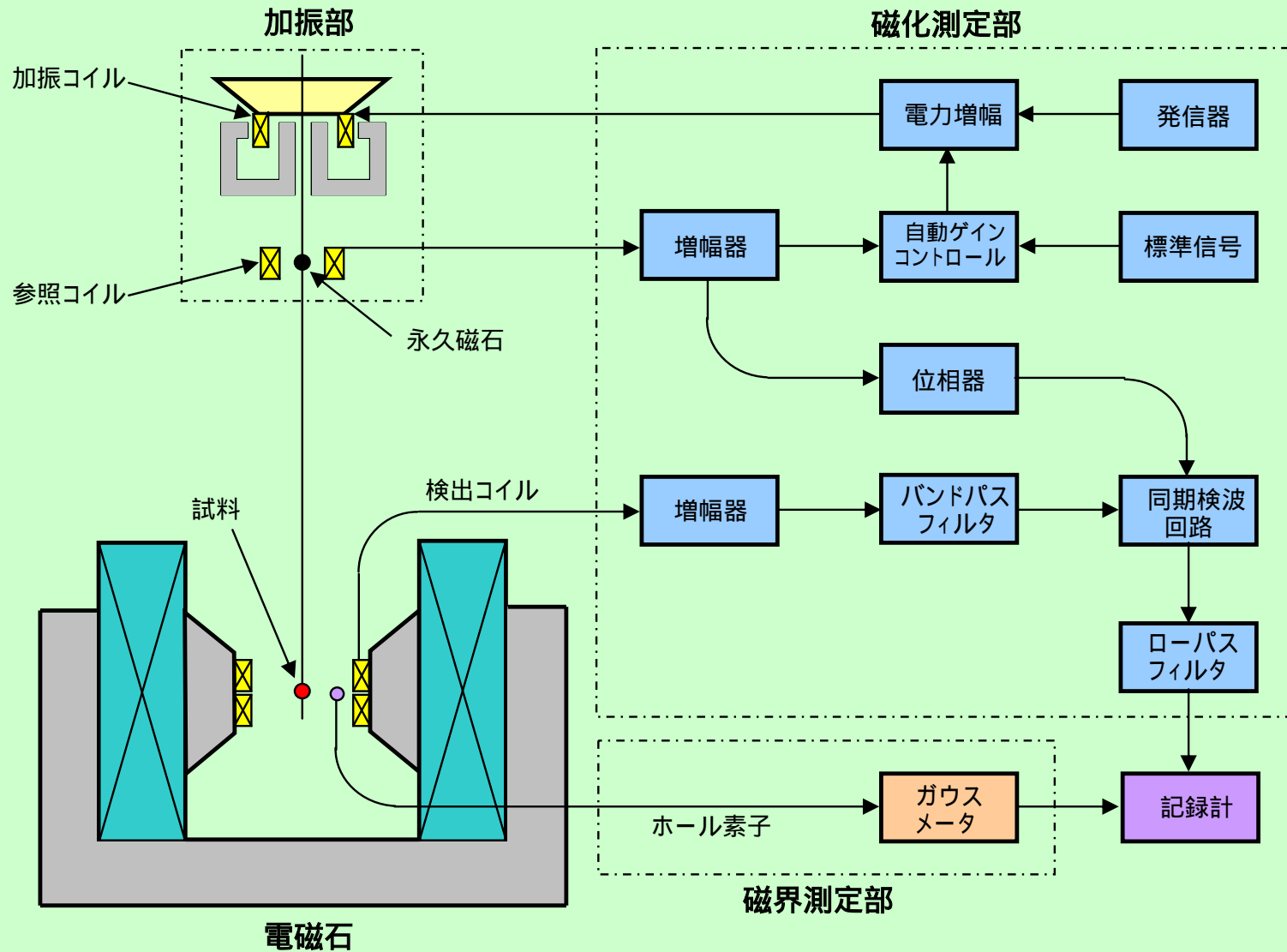


2. 構成およびブロック図

振動試料型磁力計の構成



振動試料型磁力計 (VSM) ブロック図



振動試料型磁力計の磁化検出原理

磁気双極子モーメント M が、点 $A(X, Y, Z)$ につくる双極子磁界は次式で表される。

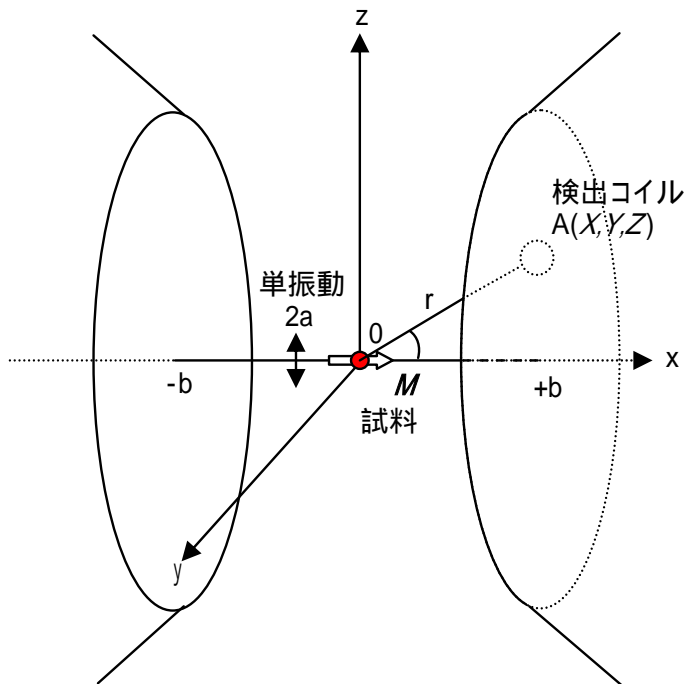
$$H(A) = \frac{1}{4 \mu_0} \left[-\frac{M}{r^3} + \frac{3(M \cdot r)r}{r^5} \right]$$

検出コイルの中心軸を x 軸に平行に配置した場合、点 A に生じる振動磁界 $H_x(A, t)$ と検出コイルに生じる誘導起電力はそれぞれ次のようになる。

$$H_x(A, t) = \frac{3M}{4 \mu_0} \left(-\frac{Z}{R^5} + \frac{5X^2 Z}{R^7} \right) \cos \omega t$$

$$V(t) = \frac{3Ma}{4} \frac{NS}{R^5} \left(\frac{Z}{R^5} - \frac{5X^2 Z}{R^7} \right) \cos \omega t$$

a : 振幅、 ω : 振動数、 N : コイルの巻き数、 S : コイルの断面積



4. 測定項目

VSMによる測定項目

1. 磁界に対して

1 - 1. 直接測定

- 1) ヒステリシスループ
(飽和磁化 M_s 、残留磁化 M_r 、保磁力 H_c 、角形比 SR 、保磁力角形比 S^* 等の測定)
- 2) 微分曲線
(半値幅 H_a 、反転磁界分布 SFD 等の測定)
- 3) 減磁曲線
(飽和磁束密度 $4 I_s$ 、残留磁束密度 B_r 、 iH_c 、 bH_c 、 BH_{max} 、 B_a 、 H_a 、 SR 等の測定)
- 4) 初磁化曲線
(初透磁率 μ_0 、最大透磁率 μ_{max} 等の測定)
- 5) レマネンスカーブ
(I_r 曲線、 I_d 曲線、 H_r 、 M 、ヘンケルプロット等の測定)

1 - 2. パラメータ

- 1) 温度 … 上記ループの温度依存性
(M_s 、 M_r 、 H_c 、 SR 、 S^* 等の温度依存性)
- 2) 角度 … 上記ループの角度依存性
(異方性磁界分布等の測定)

2. 温度に対して

2 - 1. 直接測定

- 1) 磁化の温度依存性
(ネール点、キュリー点、結晶化温度、臨界温度、 ZC 、 ZFC 、可逆・不可逆係数の測定)

2 - 2. パラメータ

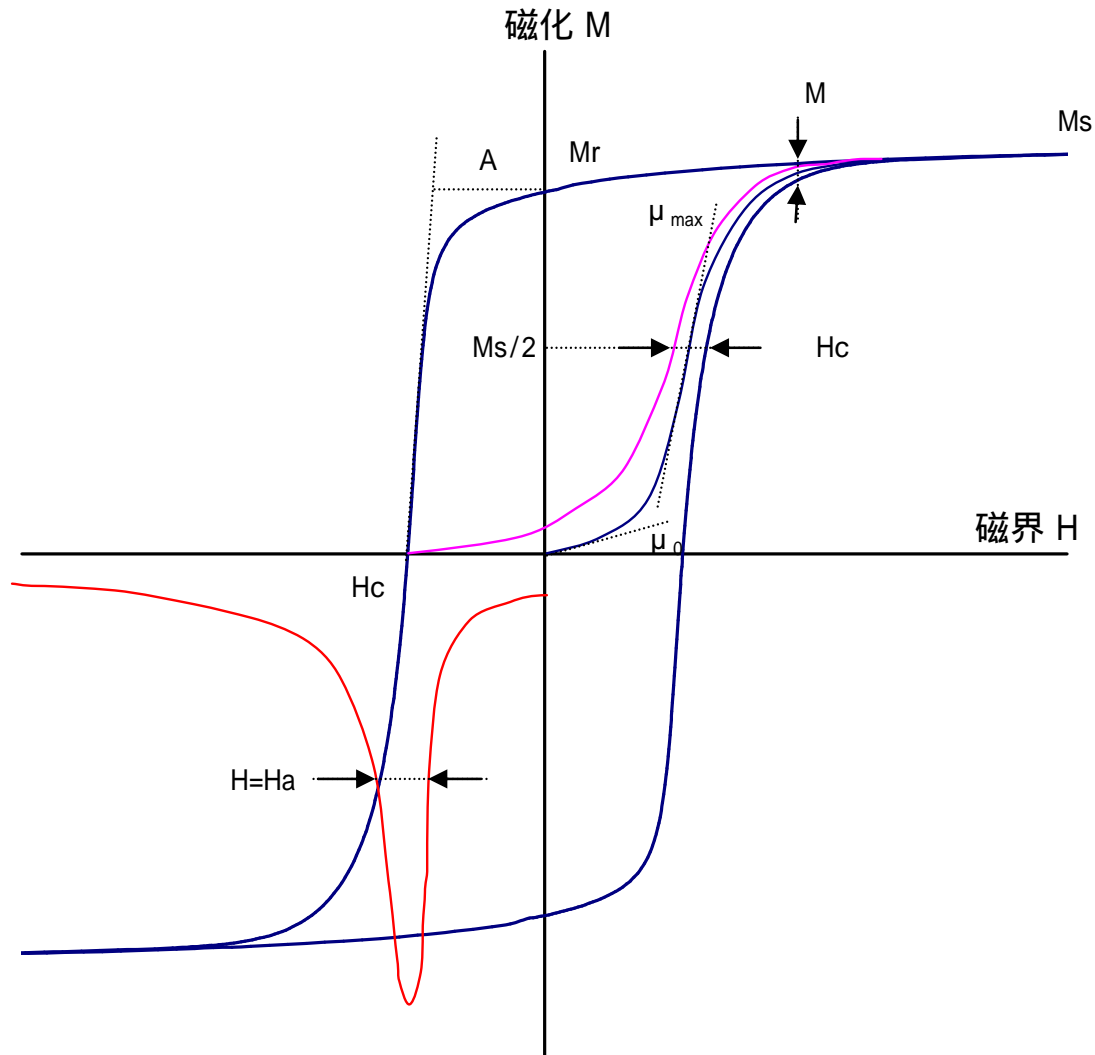
- 1) 磁界 … 磁界に対する磁化の温度依存性
(臨界温度等の測定)

3. 時間に対して

3 - 1. 直接測定

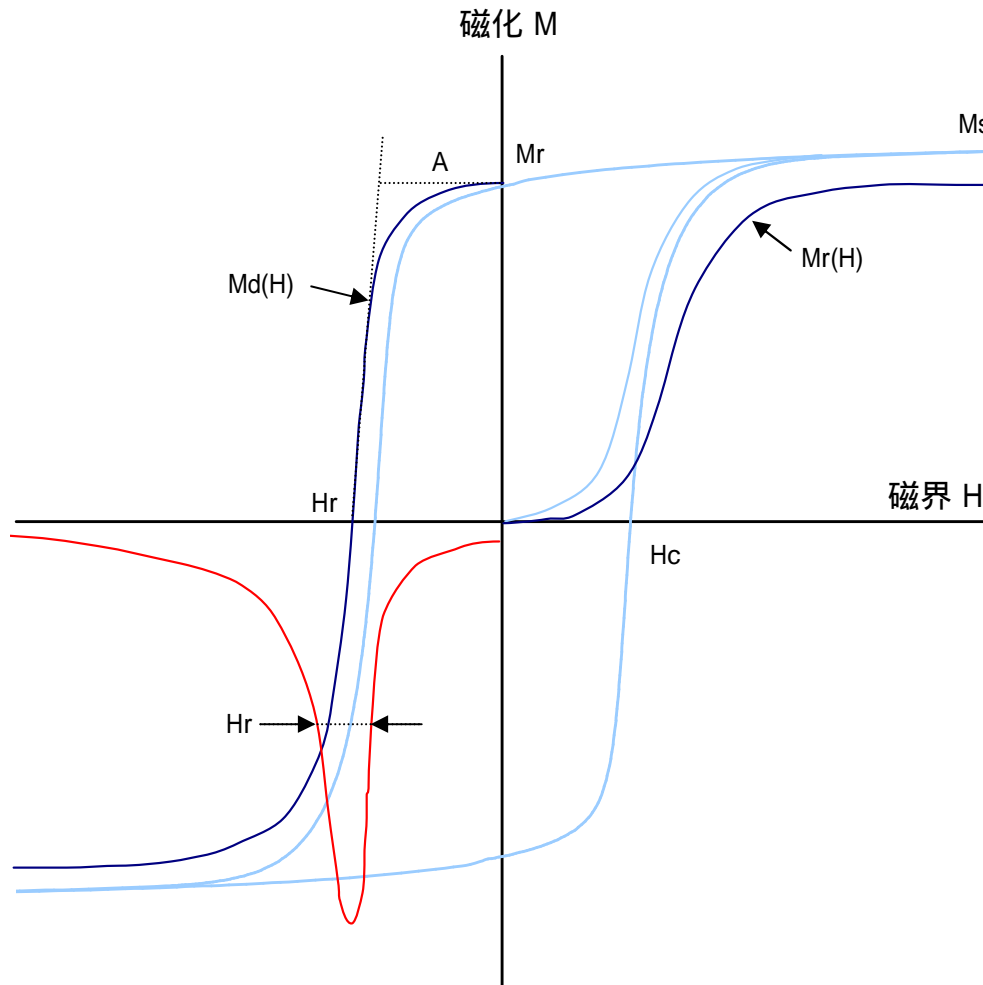
- 1) 磁気余効、フラックスクリーブ
- 2) 磁性塗料の分散性
- 3) 磁気転写

VSMによるヒステリシスループの評価項目



- M_s : 飽和磁化
- M_r : 残留磁化
- H_c : 保磁力
- $SR=M_r/M_s$: 角形比
- $OR=M_r(//)/M_r(\)$: 配向度
- $S^*=A/H_c$: 保磁力角形比
- $H=H_a$: 半値幅
- $SFD=H_a/H_c$: 反転磁界分布
- μ_0 : 初透磁率
- μ_{max} : 最大透磁率
- H_c : $M_s/2$ の磁界幅
- M : 任意磁界の磁化幅
- $M_r \cdot H_c$: 残留磁化と保磁力の積

VSMによるレマネンスループの評価項目



- $M_r(H)$: 等温残留磁化曲線
(初磁化残留磁化曲線)
- $M_d(H)$: 直流減磁残留磁化曲線
- H_r : 残留磁気飽和保磁力
(レマネンス保磁力)
- $S_r^* = A/H_r$: ヒステリシスループの S^* に対応
- H_r : " の H に対応
- SFD_r : " の SFD に対応
- Henkel Plot : $M_d(H) = M_r(\infty) - 2M_r(H)$
- $M(H)$: $(2M_r(H) + M_d(H))/M_r(\infty) - 1$

5. 校正

校正 (Calibration)

Ni : 純度 99.9% ~ 99.99% $M_s = 54.39 \text{ emu/g (15)}$
Gd₂O₃ : 純度 99.99% Curie-Weissの法則

磁化の校正は常に試料と同一形状の標準Niで行う。

1. 磁界(H)の校正

目的 : Gd₂O₃を使用して磁化量より磁界を校正

||
Gd₂O₃の磁化量を測定 (磁化校正後測定)

↑
測定試料

↑

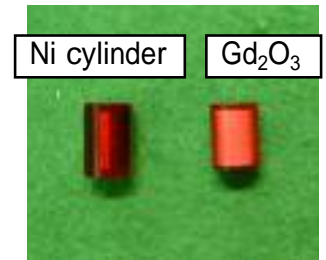
形状は?

→

円柱状

↑

Ni cylinder で磁化校正 (最初に測定)



2. 磁化(M)の校正

目的 : シート状記録媒体の磁化量を測定 (磁化校正後測定)

↑
測定試料

↑

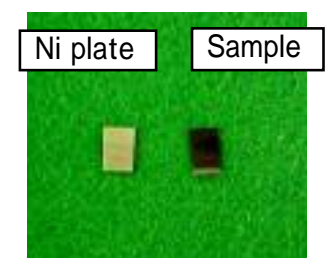
形状は?

→

平板状

↑

Ni plate で磁化校正 (最初に測定)

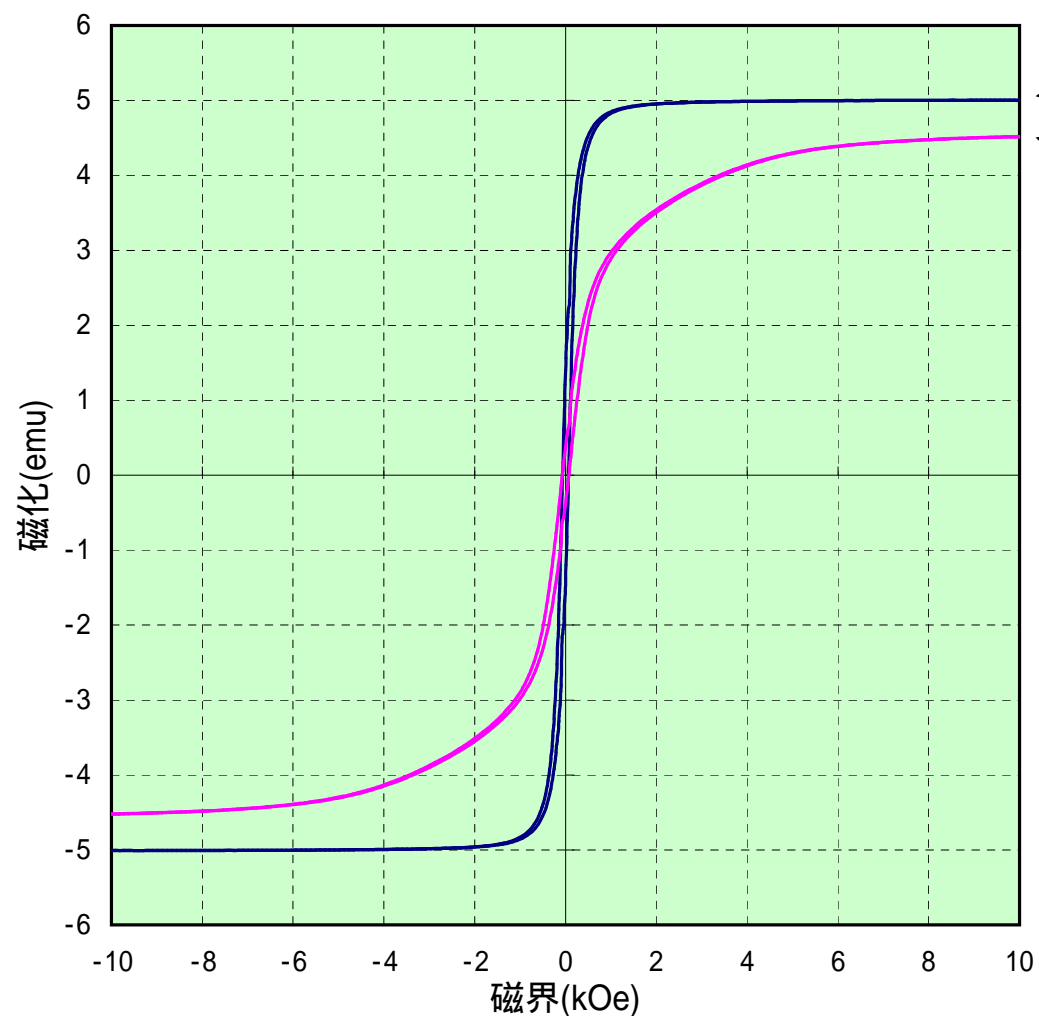


5-1. 磁化校正

Ni cylinder による磁化の校正

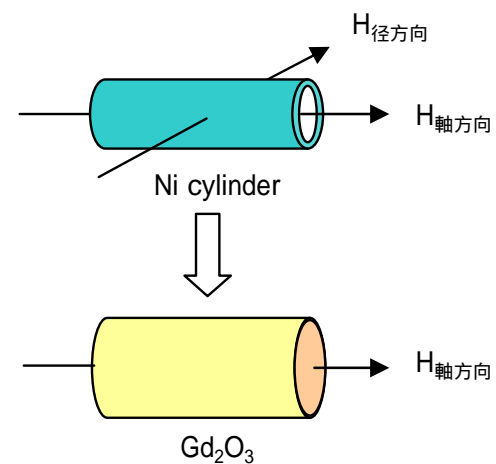
測定器 : VSM-P7-15型
試料 : Ni cylinder (2.5 x 7.5mm)
重量 (91.93mg : $M_s = 5.00\text{emu}$)

必ず軸方向に磁界を印加



Ni cylinder (軸方向に磁界印加)
Calibration

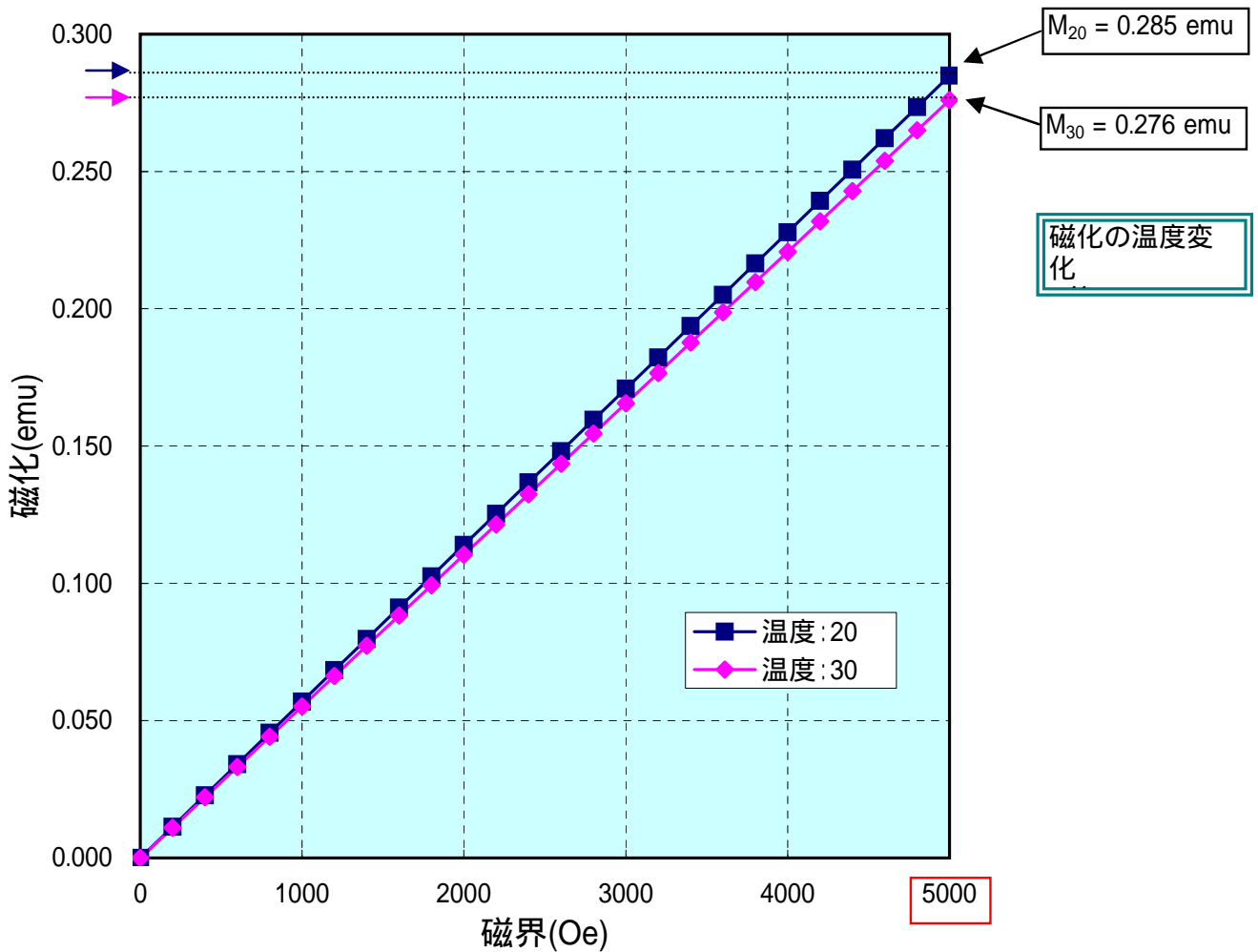
Ni cylinder (径方向に磁界印加)



Gd₂O₃による磁界の校正 (温度による磁化の変化)

計算式 : $M = m_g H = m \times 42.47 / (T+18) \times 10^{-3} \times H$

計算条件 Gd₂O₃の形状 : 5 x 7L
重量 : 417.36 mg
磁界 : 5000 Oe



6. 測定条件

測定条件の設定および入力

□ 枠および★ 印は測定するための必要条件！！

The screenshot displays the VSM-P7 software interface. The main window is titled "VSM-メイン" and contains a plot of magnetization M (emu) versus magnetic field H (Oe). The plot shows a hysteresis loop with a maximum magnetization of 0.005 emu and a maximum magnetic field of 5k Oe. The plot is annotated with red boxes and arrows pointing to specific features: "最大磁化レンジ" (Maximum magnetization range) at the top, "拡大磁界レンジ" (Expanded magnetic field range) on the left, "最大磁界レンジ" (Maximum magnetic field range) at the bottom right, "磁界掃引速度" (Magnetic field sweep rate) in the middle right, and "拡大磁化レンジ" (Expanded magnetization range) at the bottom left. The right side of the interface contains a settings panel with various parameters. The "モード" (Mode) is set to "フルループ" (Full Loop). The "測定条件" (Measurement conditions) section includes parameters such as "TC (sec)" (0.3), "ステップ (ピット)" (20), "V.タイム (sec)" (0.5), "MH平均数" (1), "最大磁界 (Oe)" (5000), "角度" (0), "拡大戻り点 Oe" (5000), and "拡大開始点 Oe" (0). The "拡大条件" (Expansion conditions) section includes "TC (sec)" (0.3), "ステップ (ピット)" (20), "V.タイム (sec)" (0.5), and "MH平均数" (1). The "コメント" (Comment) field at the bottom left contains the text "リストから測定条件の選択を行って下さい" (Please select measurement conditions from the list). The "測定日時" (Measurement date and time) is displayed as "2002-09-04/16:35:08".

| 測定条件 (7*ロットモード) | 拡大条件 |
|-----------------|------|
| TC (sec) | 0.3 |
| ステップ (ピット) | 20 |
| V.タイム (sec) | 0.5 |
| MH平均数 | 1 |

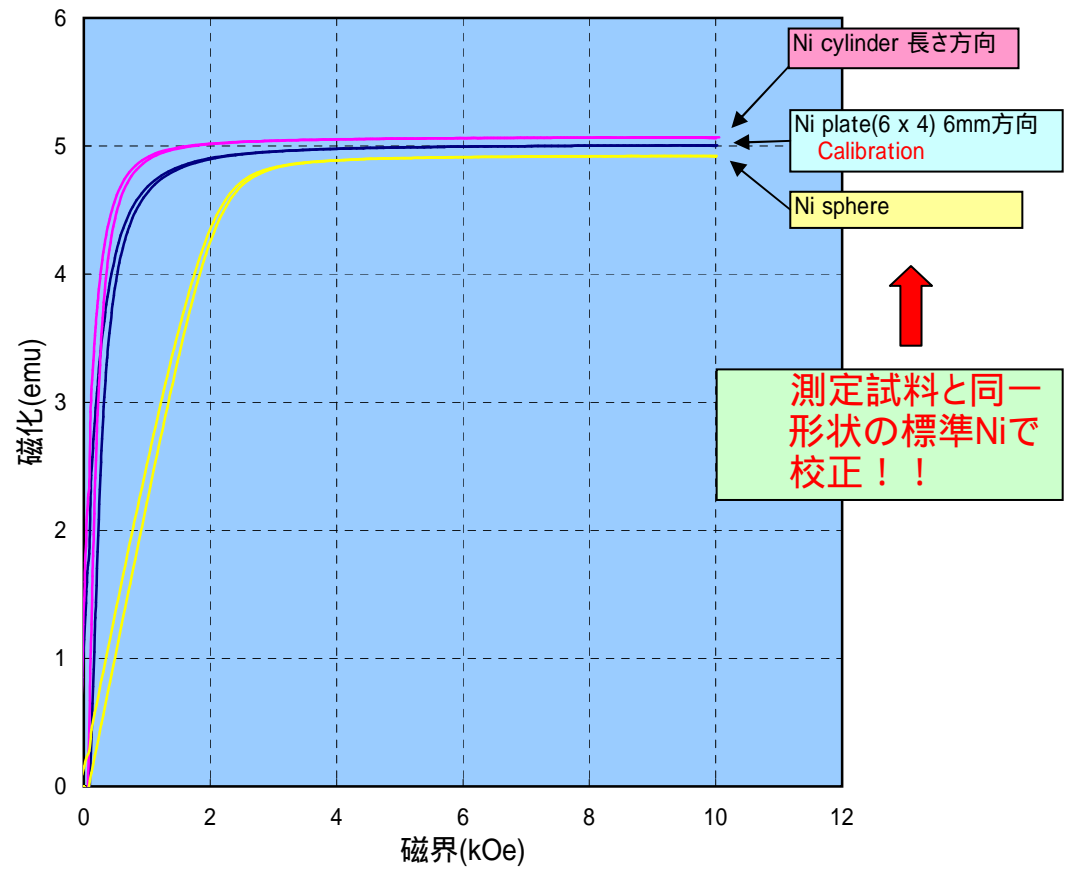
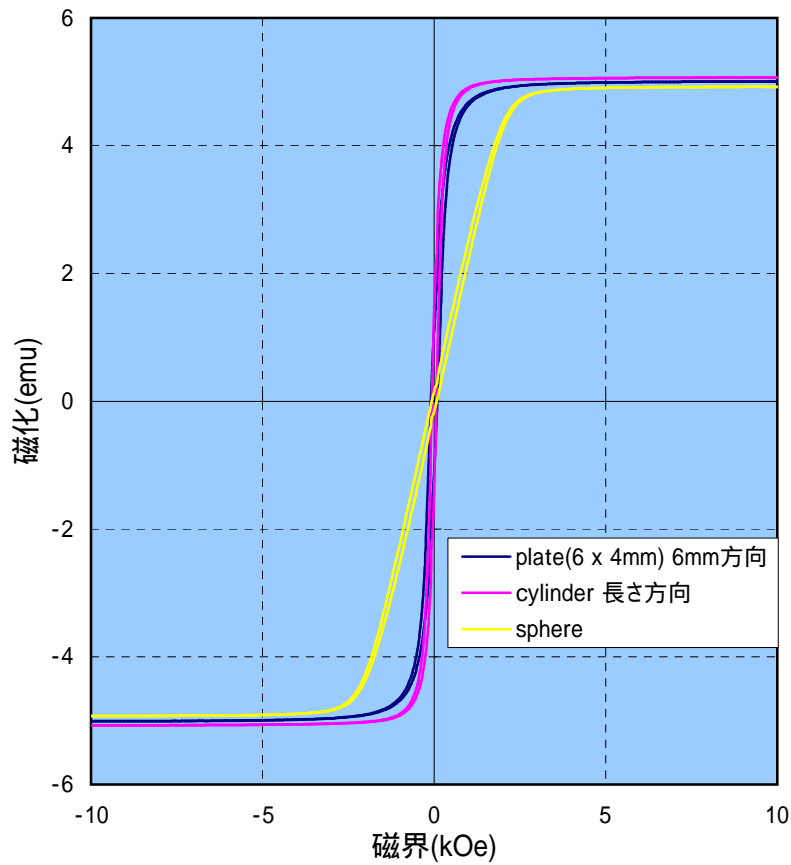
コメント
リストから測定条件の選択を行って下さい

VSM-P7 測定日時
2002-09-04/16:35:08

7. 試料の測定
7-1. 磁化の校正

標準Ni による磁化の校正 (形状による違い)

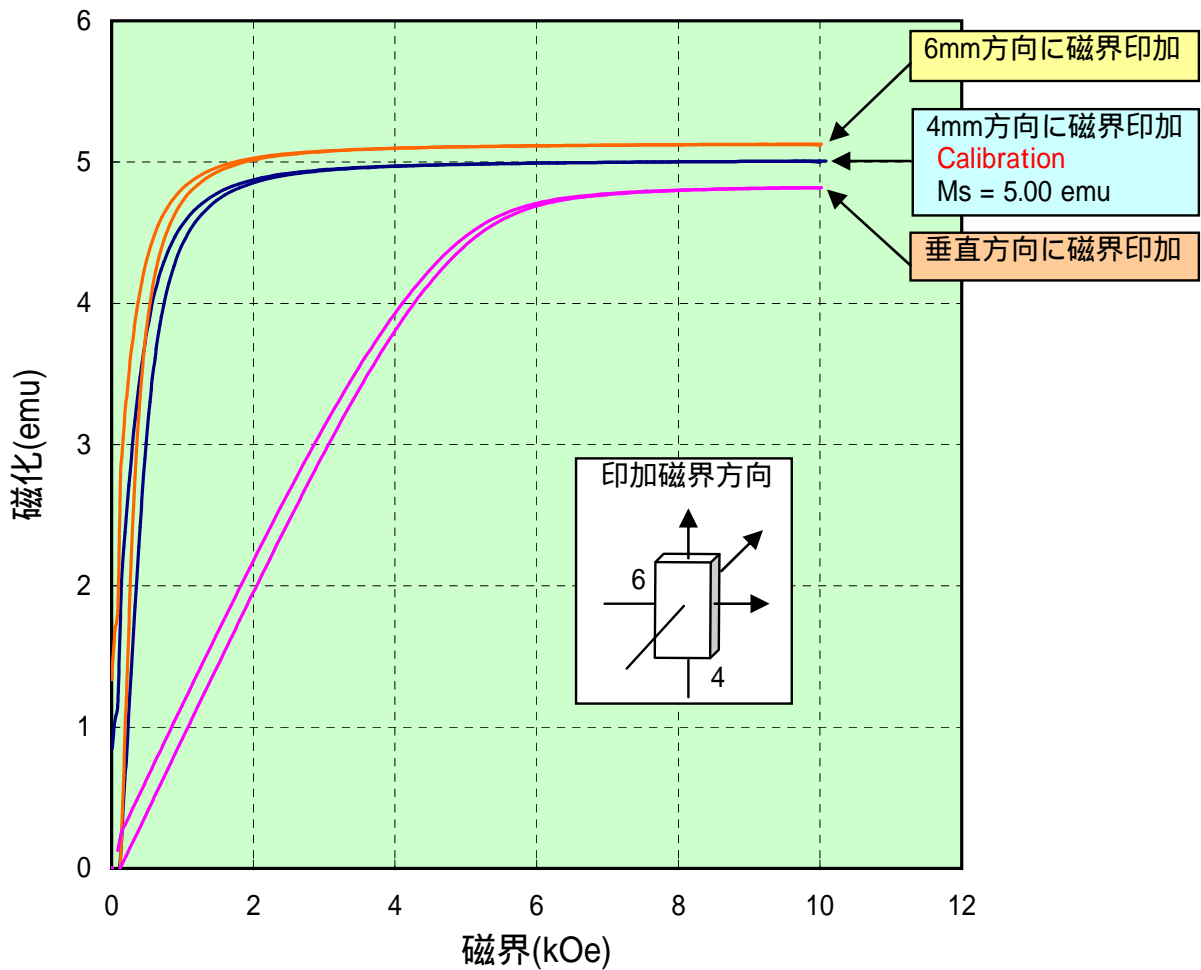
測定器 : VSM-P7-15型
試料 : Ni plate (6 x 4mm)
 : Ni cylinder (2.5 x 7.5mm)
 : Ni sphere } 重量 (91.93mg : Ms = 5.00emu)



印加磁界方向による検出感度の違い

測定器 : VSM-P7-15型
標準試料 : Ni 平板 (4 x 6 mm)
重さ 91.93 mg ($M_s = 5.00 \text{ emu}$)

印加磁界方向を決めて校正

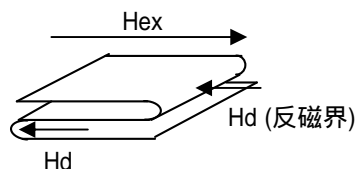


試料の厚みによる反磁界の影響

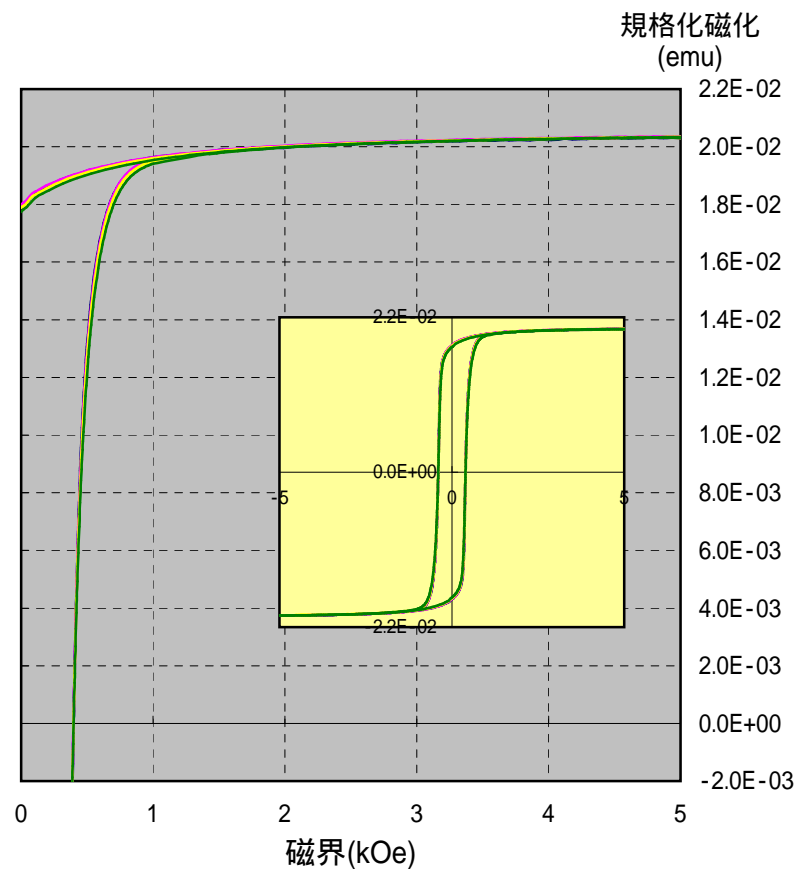
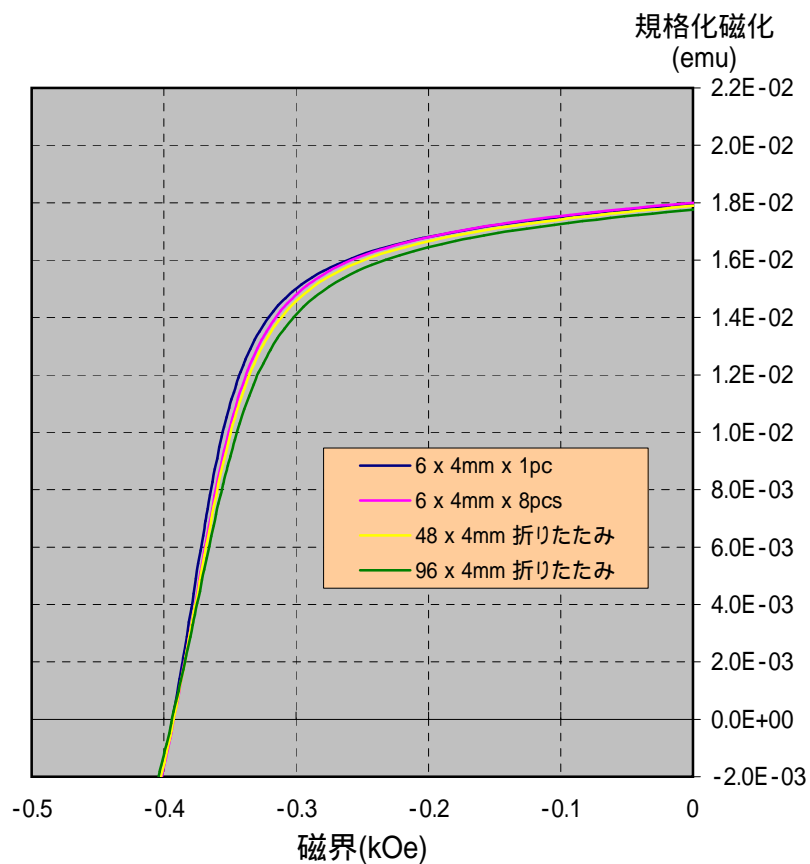
測定器 : VSM-P7-15型
 試料 : 磁気テープ

1. 6 x 3.81mm x 1pc
2. 6 x 3.81mm x 8pcs
3. 48 x 3.81mm (折りたたみ)
4. 96 x 3.81mm (折りたたみ)

| 磁界測定レンジ | 磁化測定レンジ | 時定数 |
|-----------------|----------|----------|
| 5 kOe (1 kOe) | 0.02 emu | 0.03 sec |
| " | 0.2 emu | " |
| " | 0.2 emu | " |
| " | 0.5 emu | " |



試料が厚くなると反磁界の影響は大きくなり、折りたたむとさらに大きくなる。特に微分特性に影響！！

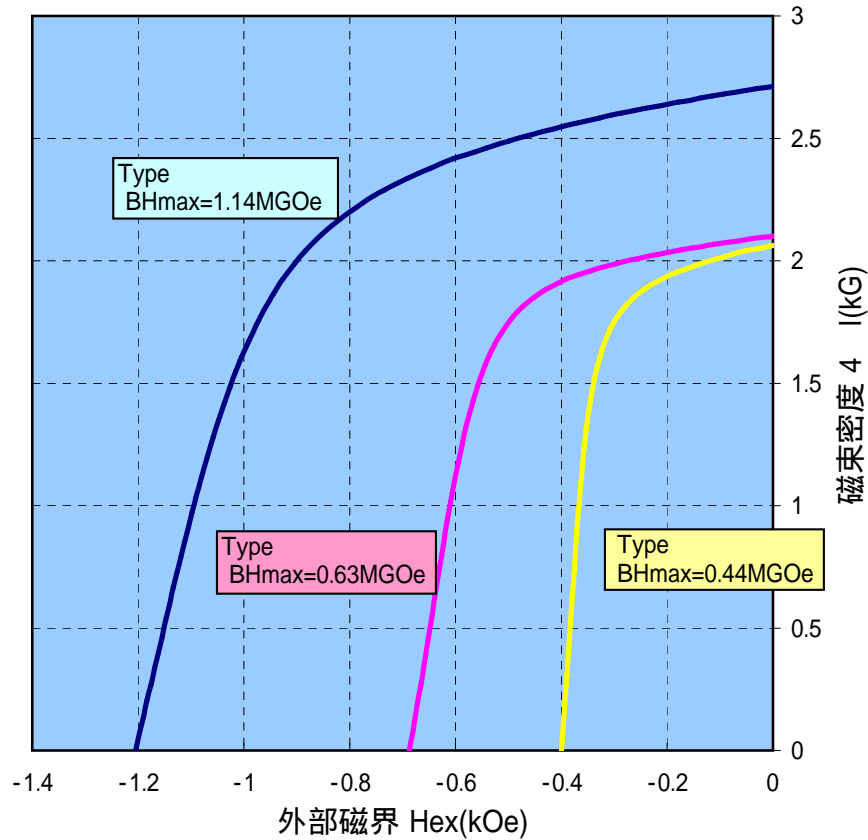


種類の異なる媒体の磁気特性比較

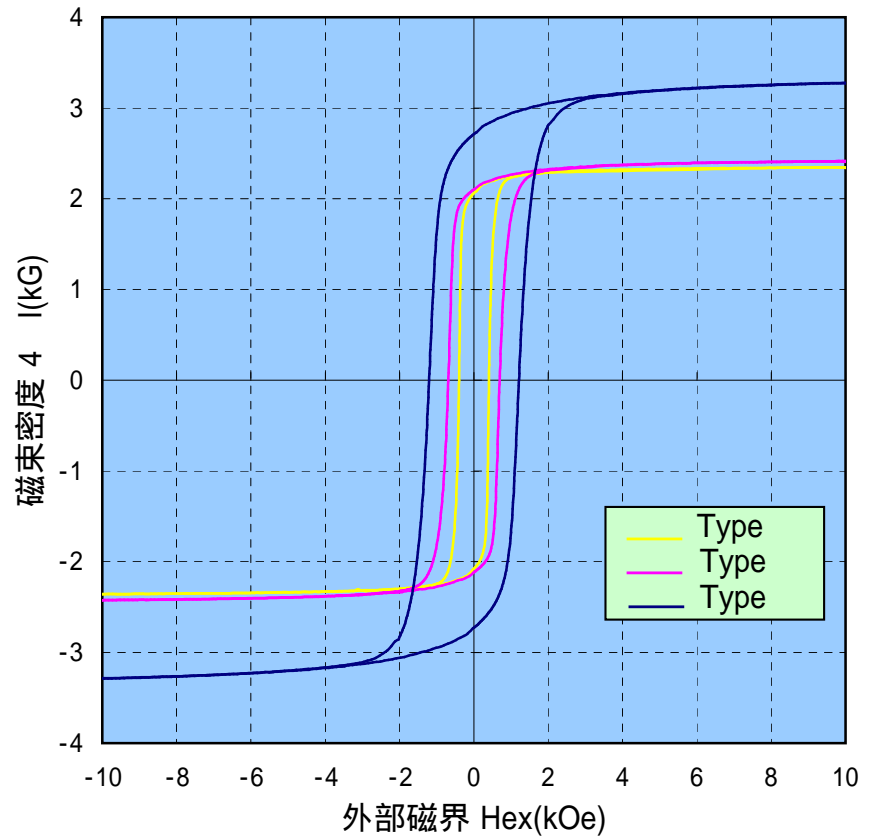
| | | | |
|-----|----------------------|------------------|---------------------------------|
| 測定器 | : VSM-P7-15型 | | |
| 試料 | : Type | 6 x 3.81mm x 1pc | 磁界測定レンジ 10 kOe (2 kOe) |
| | : Type | " | 磁化測定レンジ 0.05 emu |
| | : Type | " | 時定数 0.03 sec |
| | : 試料の厚みを全て 5 μmとして測定 | | 磁界掃引速度 10 kOe/min (1 kOe/min) |

磁束密度で比較する場合は体積の評価を正確に！！

減磁特性

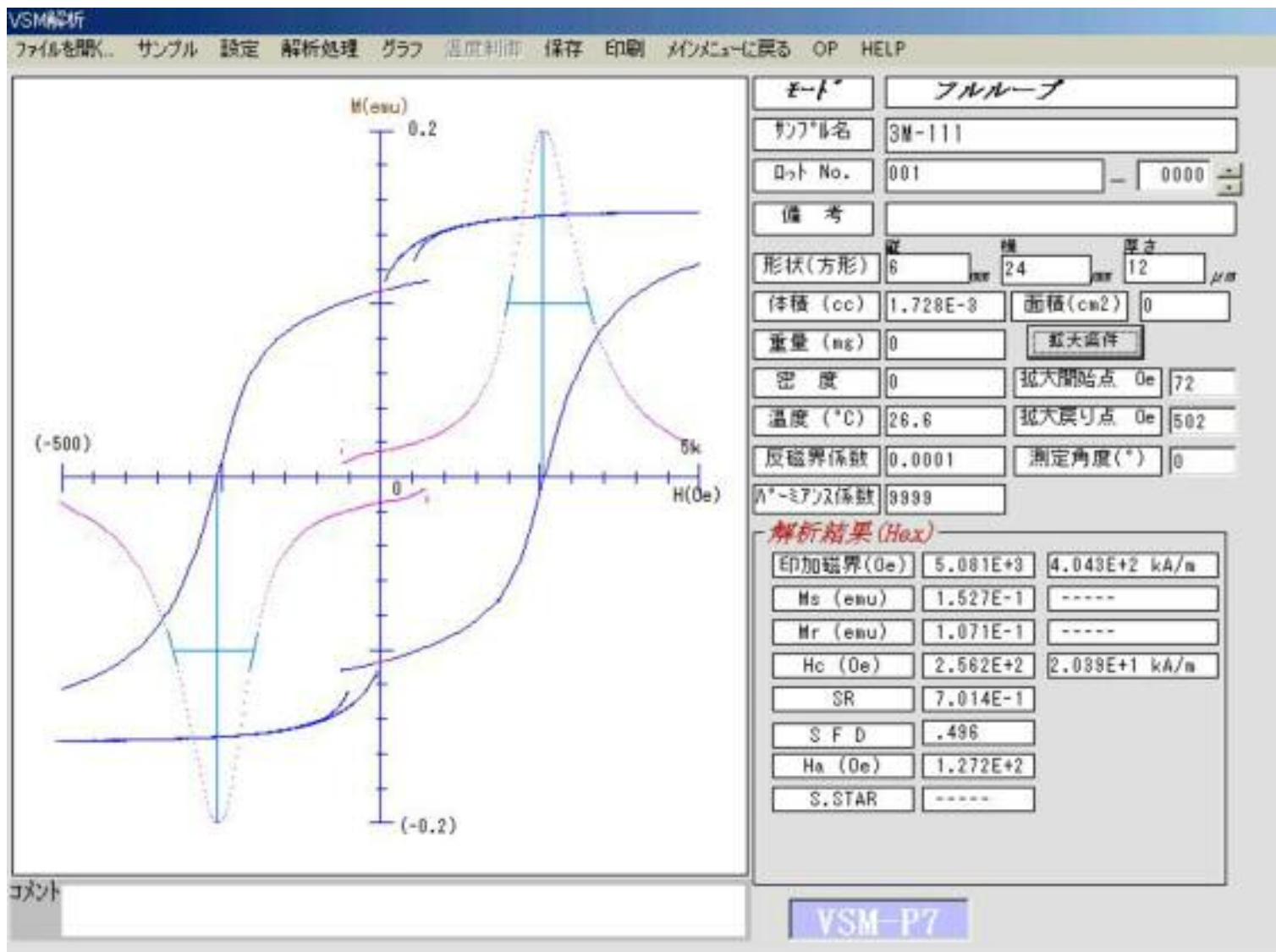


ヒステリシスループ



8. 測定結果

VSM解析データ



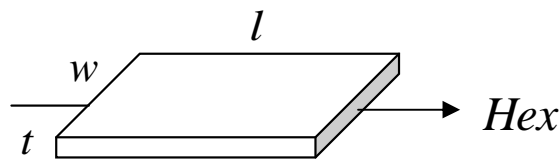
磁化の単位

$$= B \cdot S' = 4 I \cdot S' = \frac{4}{V} \cdot S' = \frac{4}{l} (Mx)$$

$$\frac{1}{w} (Mx/cm) = \frac{4}{l \cdot w} = \frac{4}{S} (Mx/cm) = \frac{4}{V} \cdot t (Gauss \cdot cm)$$

\Updownarrow
(emu/cm²)

$$\frac{1}{w \cdot t} (Mx/cm^2) = \frac{4}{l \cdot w \cdot t} = \frac{4}{V} = 4 I (Gauss)$$



体積 : $V = l \cdot w \cdot t (cm^3)$

面積 : $S = l \cdot w (cm^2)$

断面積 : $S' = w \cdot t (cm^2)$

参考図書 : 化学One Point **磁気と材料**

岡本祥一 著 共立出版

第6章 磁気量の単位と電磁気の基礎

9. VSMの測定誤差要因について

VSMの測定誤差要因

1. 設置環境

- 1-1. 大気温度 … エアコン等による試料付近の大気温度の変化
磁化測定に影響 Ni : -0.05 %/ 、 Gd₂O₃ : -0.3 %/
- 1-2. 水冷温度 … 水冷による試料付近の大気温度の変化
磁化、磁界測定に影響 試料近傍に温度計を設置
- 1-3. 振動 … 近くに大きな振動源
磁化のばらつき、精度、分解能に影響
- 1-4. 電磁波 … 近くに交流稼働の電気炉等
磁化曲線上にビート、精度、分解能に影響

2. 装置本体

2-1. 磁化測定

- 1) 試料位置 … 標準Niと試料の位置の違い、ホルダーの変更、ホルダーの回転
ホルダーの磨耗 試料の磁化測定に影響
- 2) 試料形状 … 標準Niと試料の形状の違い
試料の磁化測定に影響
- 3) 測定条件 … 時定数、磁界掃引速度、試料の体積評価
ヒステリシスループに影響
- 4) Background … ホルダー、カプセル、基板、汚れ等の磁性が無視できない
保磁力等に影響
- 5) 鏡像効果 … 高磁界での鏡像効果の減少
磁化の低下

2-2. 磁界測定

- 1) センサー … ホール素子の非直線性、ドリフト
保磁力および保磁力の非対称性等に影響
- 2) センサー位置 … 試料から離れた場所での測定、異なった校正法
磁界校正値に影響

3. 試料

- 3-1. 粉体 … 充填率、マイクロ形状と試料カプセルの組合せおよび粉碎による影響
磁化、保磁力に変化
- 3-2. 温度特性 … 磁化および保磁力の温度依存性
飽和磁化、残留磁化、保磁力に変化
- 3-3. 反磁界 … 試料の厚みが無視できない場合
角形比、微分特性に影響
- 3-4. 帯電 … 試料およびホルダーの帯電
高感度測定時、磁化にオフセットが発生

『振動試料型磁力計(VSM)の使用方法和注意点』

- 1 . VSM の概略説明
- 2 . 構成、ブロック図
- 3 . 原理
- 4 . 測定項目
- 5 . 校正
 - 5-1. 磁化校正
 - 5-2. 磁界校正
- 6 . 測定条件
- 7 . 試料の測定
 - 7-1. 磁化の校正
 - 7-2. 試料の取付
 - 7-3. ヒステリシスループの測定
 - 1) VSM の測定精度
 - 2) 高感度測定における時定数の効果と影響
 - 3) 磁界掃引速度による磁化曲線への影響
 - 4) Background 補正後の保磁力の変化
 - 5) 試料の厚みによる反磁界の影響
 - 6) 高磁界側での鏡像効果の減少
 - 7) 種類の異なる媒体の磁気特性比較
- 8 . 測定結果
- 9 . VSM の測定誤差要因