

VSM  
振動試料型磁力計  
製品資料

東英工業株式会社

## 振動試料型磁力計(VSM)の使用方法和注意点

1. 装置概要	1
2. 構成及びブロック図	2
2-1. 構成及びブロック図	2
2-2. 磁化検出原理	3
3. 測定項目	4
3-1. 測定項目	4
3-2. ヒステリシスループの評価項目	5
3-3. レマネンスループの評価項目	6
4. 校正	7
4-1. 校正 (Calibration)	7
4-2. 磁化校正	8
4-3. 磁界校正	9
5. 測定条件	10
6. 試料の測定	11
6-1. 標準 Ni による磁化の校正 (形状による違い)	11
6-2. 印加磁界方向による検出感度の違い	12
6-3. 試料の厚みによる反磁界の影響	13
6-4. 種類の異なる媒体の磁気特性比較	14
7. 測定結果	15
7-1. 磁化の単位	16
8. VSM の測定誤差要因	17

## 装置概要

### VSM

#### 振動試料型磁力計 (Vibrating Sample Magnetometer)

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します。

起電力と磁化との関係式を基礎にして、試料の磁化を決定します。



#### 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 (1 mOe~100 kOe)
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 (4.2 K~1200 K)
7. ドリフトが無い
8. 測定時間が短い
9. 取り扱いが簡単

#### 種類

VSM-5 型 (室温測定、温度測定 4.2 K~1200 K)

VSM-5SC 型 (高磁界測定、超電導マグネット 100 kOe)

VSM-P7 型 (高感度測定、温度測定 -50~200°C)

VSM-C7 型 (小型室温専用)

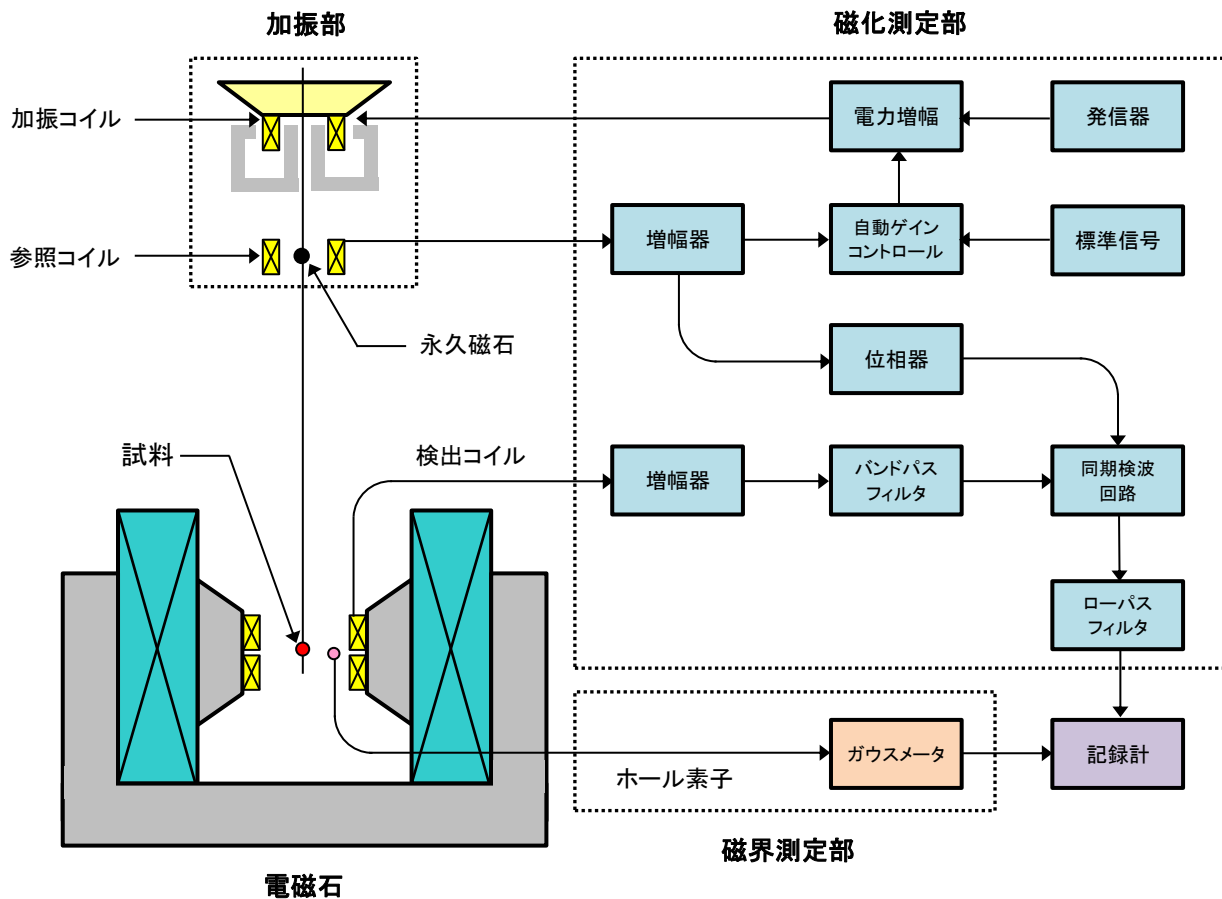
VSM-P2H 型 (低磁界測定、ヘルムホルツコイル 200 Oe)

# 構成及びブロック図

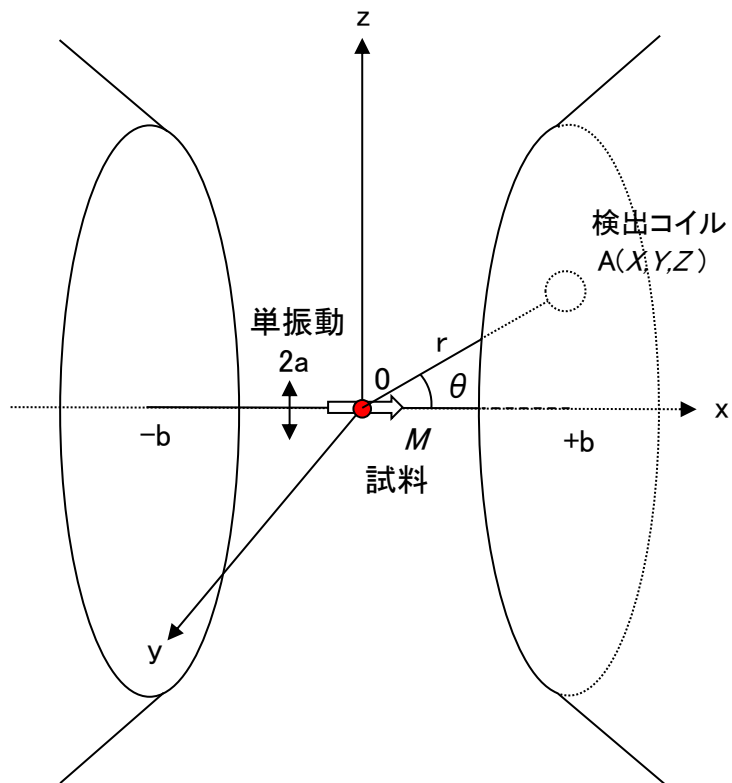
## 振動試料型磁力計の構成



## 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。

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

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  $H_x(A, \omega)$  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。

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

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

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

## 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  $4\pi I_s$ 、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  $\mu_0$ 、最大透磁率  $\mu_{max}$  等の測定)

##### 5. レマネンスカーブ

( $I_r$  曲線、 $I_d$  曲線、 $H_r$ 、 $\Delta M$ 、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

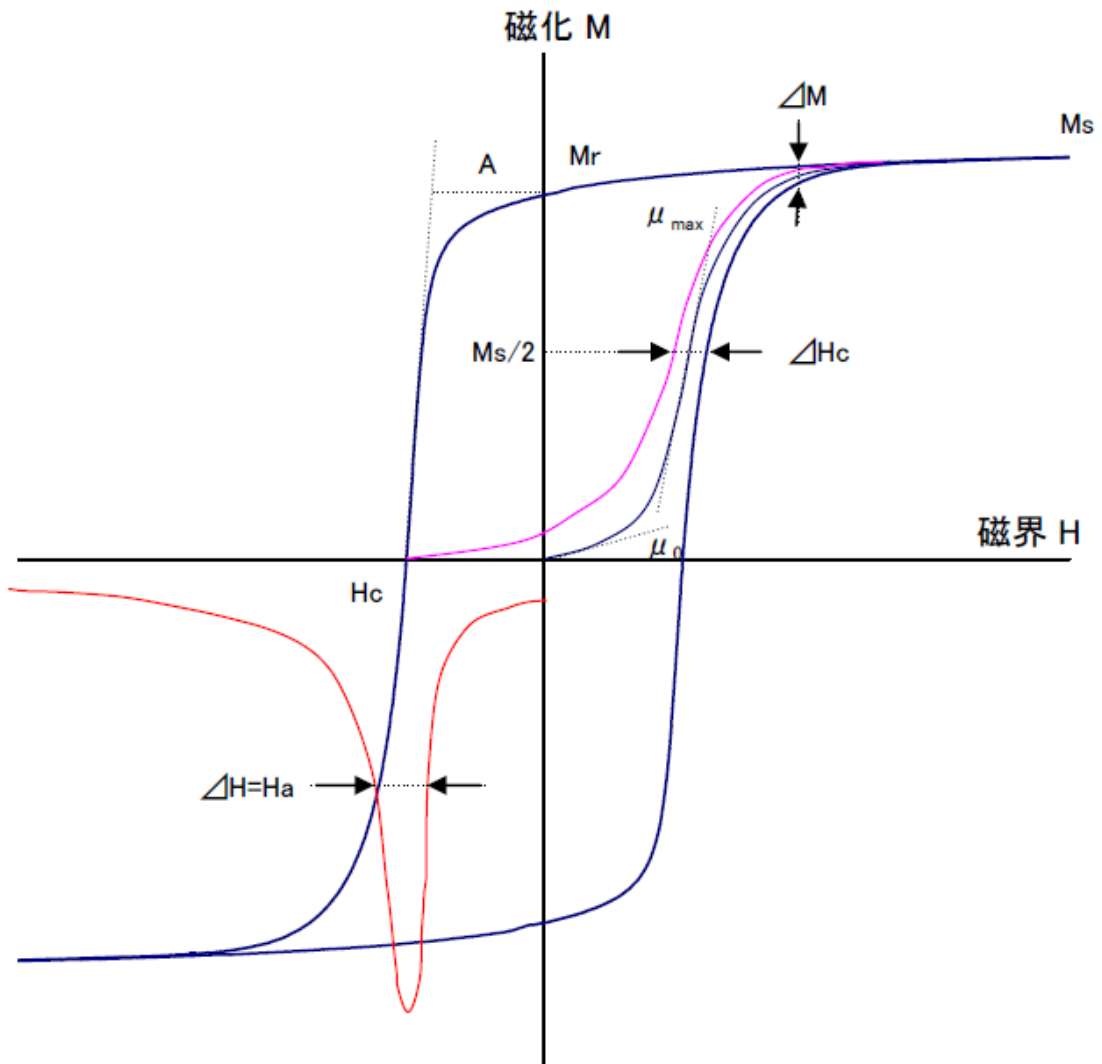
#### 3-1. 直接測定

##### 1. 磁気余効、フラックスクリープ

##### 2. 磁性塗料の分散性

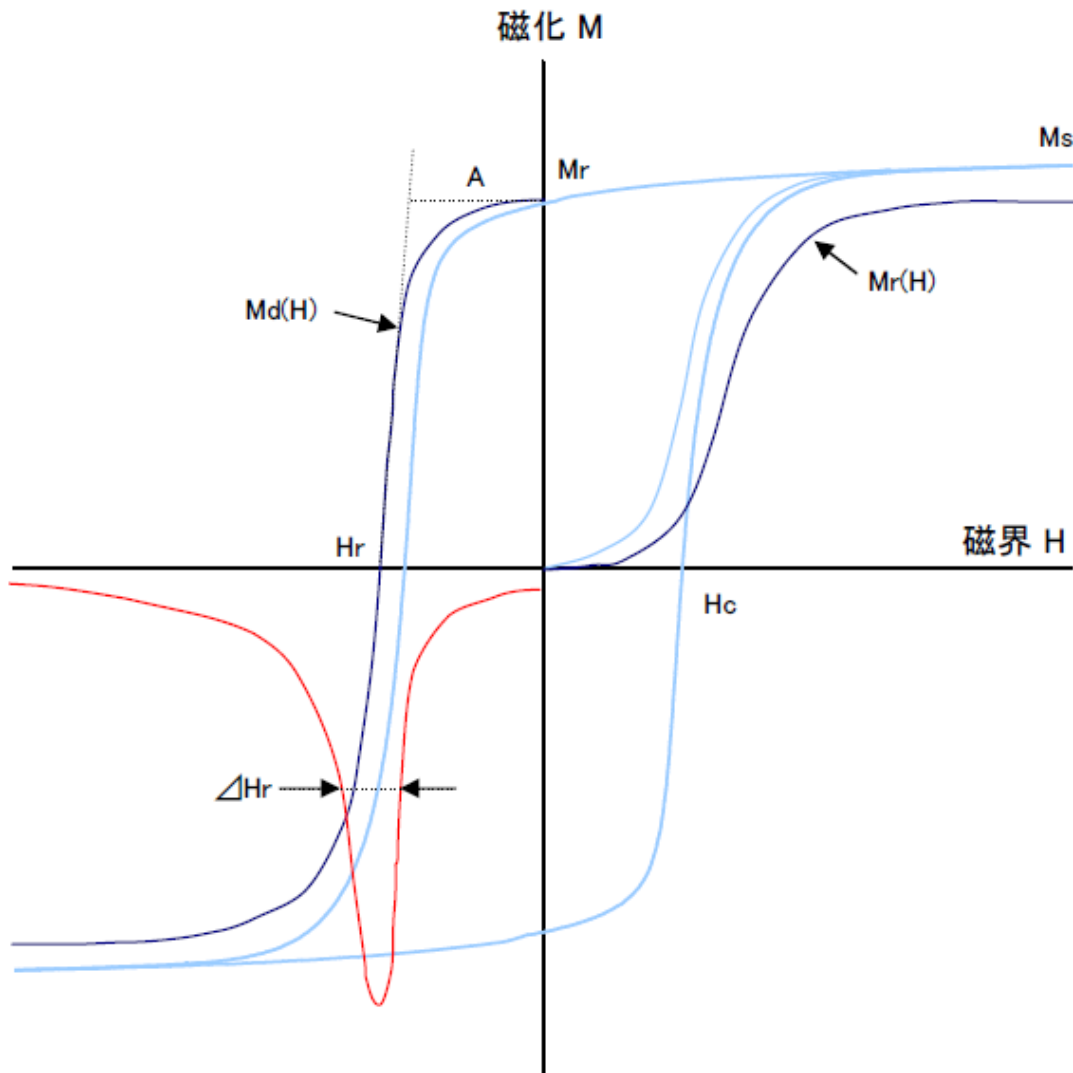
##### 3. 磁気転写

# VSM によるヒステリシスループの評価項目



- |                             |   |        |                   |   |              |
|-----------------------------|---|--------|-------------------|---|--------------|
| $M_s$                       | : | 飽和磁化   | $SFD = H_a / H_c$ | : | 反転磁界分布       |
| $M_r$                       | : | 残留磁化   | $\mu_0$           | : | 初透磁率         |
| $H_c$                       | : | 保磁力    | $\mu_{max}$       | : | 最大透磁率        |
| $SR = M_r / M_s$            | : | 角形比    | $\Delta H_c$      | : | $M_s/2$ の磁界幅 |
| $OR = M_r(//) / M_r(\perp)$ | : | 配向度    | $\Delta M$        | : | 任意磁界の磁化幅     |
| $S^* = A / H_c$             | : | 保磁力角形比 | $M_r \cdot H_c$   | : | 残留磁化と保磁力の積   |
| $\Delta H = H_a$            | : | 半値幅    |                   |   |              |

# 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  
 $\Delta H_r$  : " の  $\Delta H$  に対応  
 $SFD_r$  : " の SFD に対応  
 Henkel Plot :  $M_d(H) = M_r(\infty) - 2M_r(H)$   
 $\delta M(H)$  :  $(2M_r(H) + M_d(H))/M_r(\infty) - 1$



# 校正 (Calibration)

Ni : 純度 99.9% ~ 99.99%       $M_s = 54.39 \text{ emu/g (15}^\circ\text{C)}$

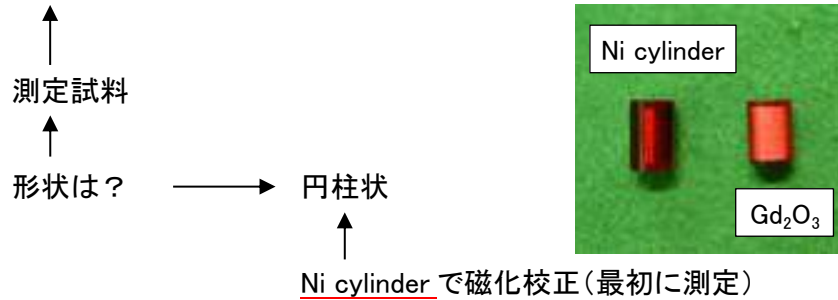
$Gd_2O_3$  : 純度 99.99%      Curie-Weiss の法則

※ 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

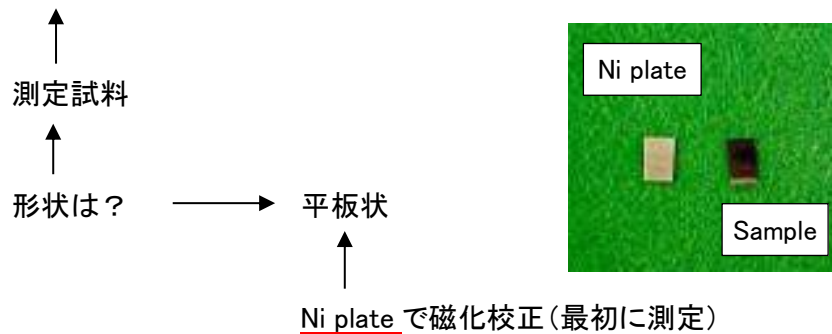
目的:  $Gd_2O_3$  を使用して磁化量より磁界を校正

||  
 $Gd_2O_3$  の磁化量を測定 (磁化校正後測定)



## 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)



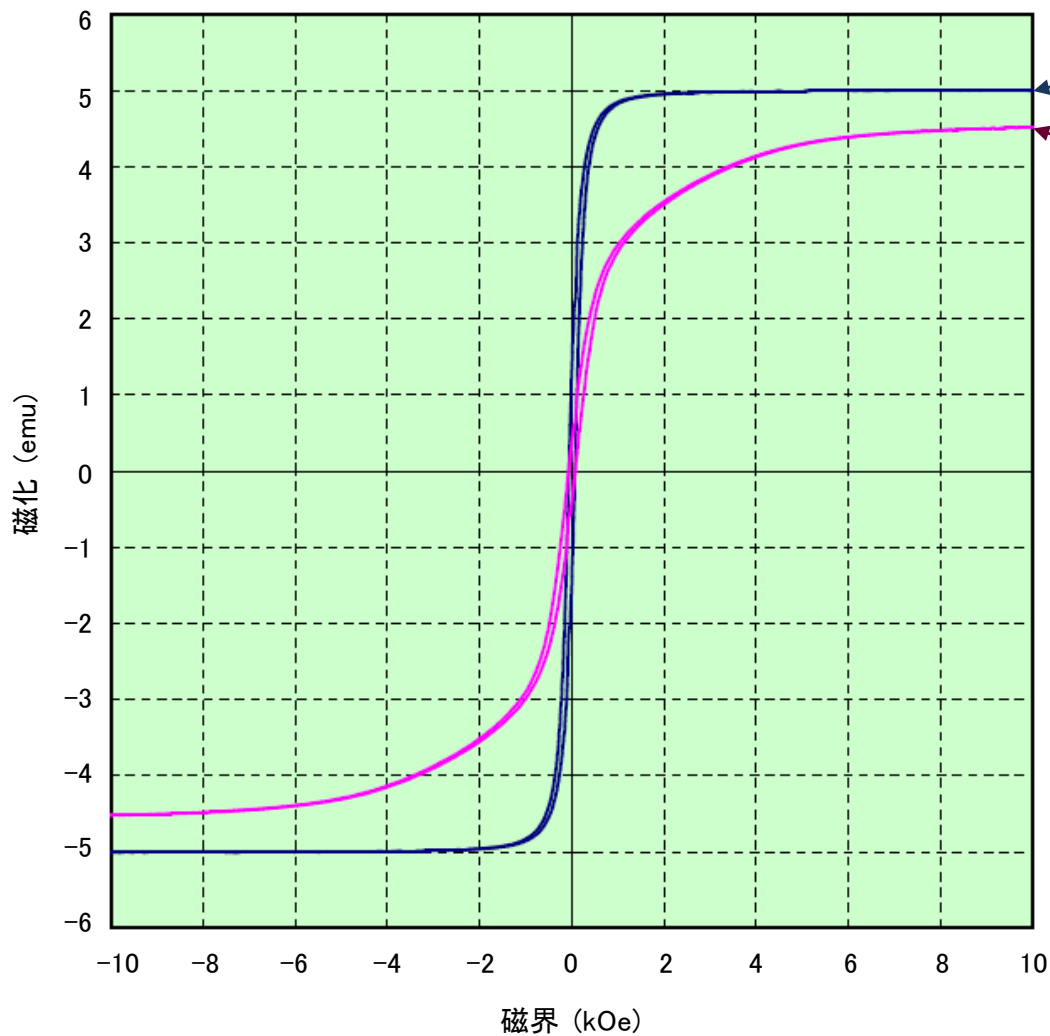
# Ni cylinder による磁化の校正

測定器: VSM-P7-15 型

試料: Ni cylinder (2.5 φ x 7.5 mm)

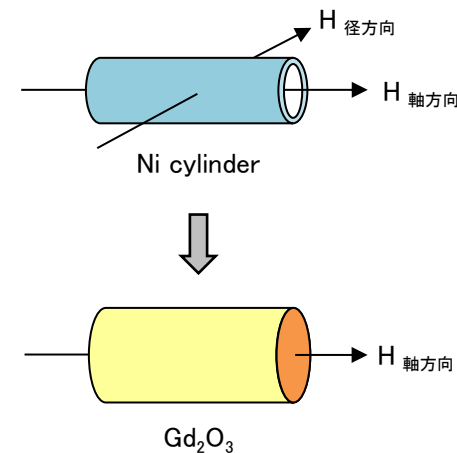
重量 (91.93 mg :  $M_s = 5.00$  emu)

※ 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)



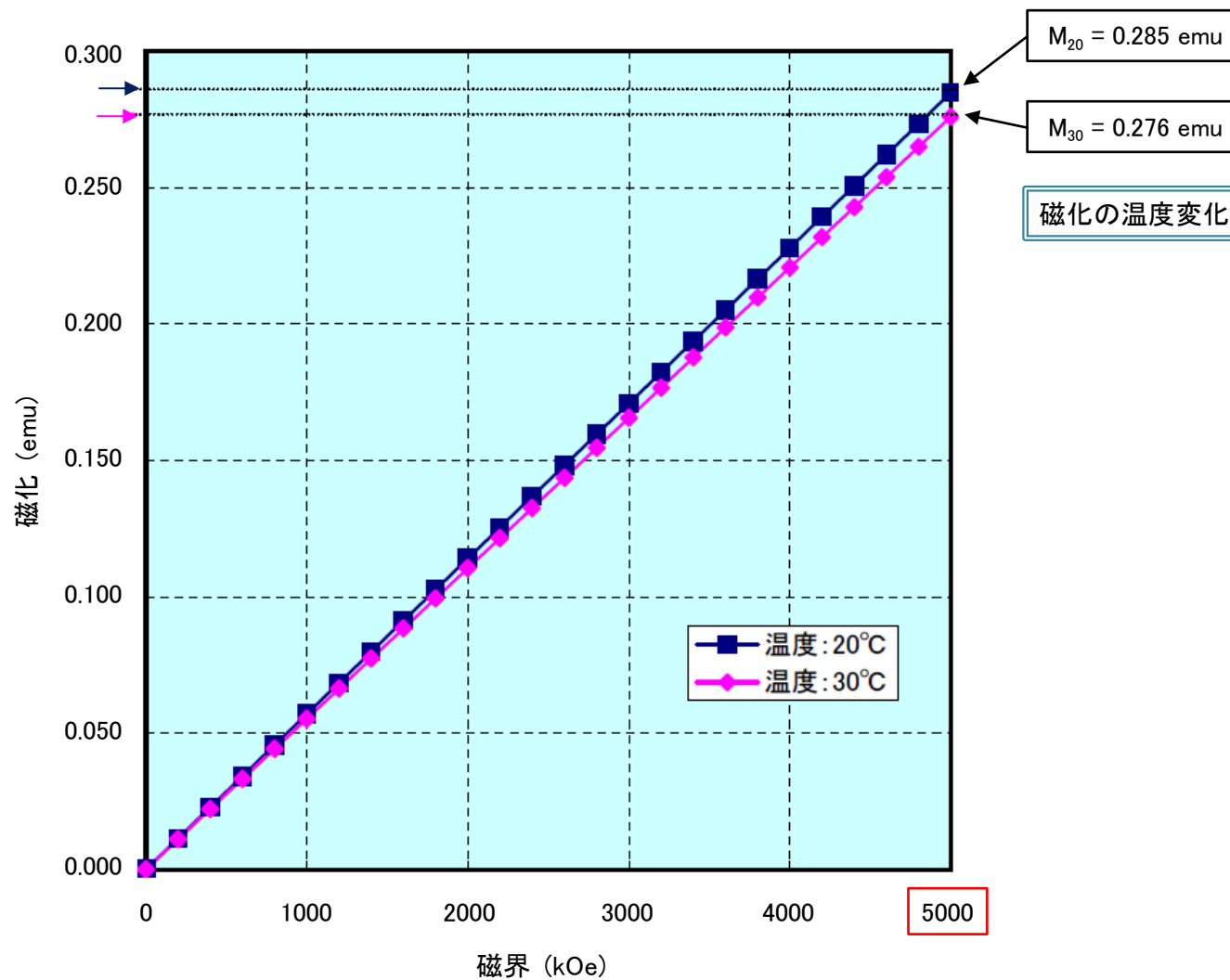
# Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>による磁界の校正 (温度による磁化の変化)

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

計算条件 Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の形状 : 5φ x 7L

重量 : 417.36 mg

磁界 : 5000 Oe



# 測定条件の設定及び入力

※  枠及び★印は測定するための必要条件。

**VSM-メイン**  
 VSM終了 レンダテスト 運調セト モード 測定条件 サンプル 設定 印刷 キャンセル スタート OPソフト HELP

モード

サンプル名

ロット No.  -

備考

形状(不明)

★体積 (cc)  面積 (cm<sup>2</sup>)

★重量 (mg)

密度

温度 (°C)

反磁界係数   $\mu^*$ -ミラミス係数

測定条件(↑ロットモード)

★TC (sec)

★ストップ(ピット)

★W.タイム(sec)

MH平均数

★最大磁界(Oe)

角度

拡大戻り点 Oe

拡大開始点 Oe

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

## 標準 Ni による磁化の校正 (形状による違い)

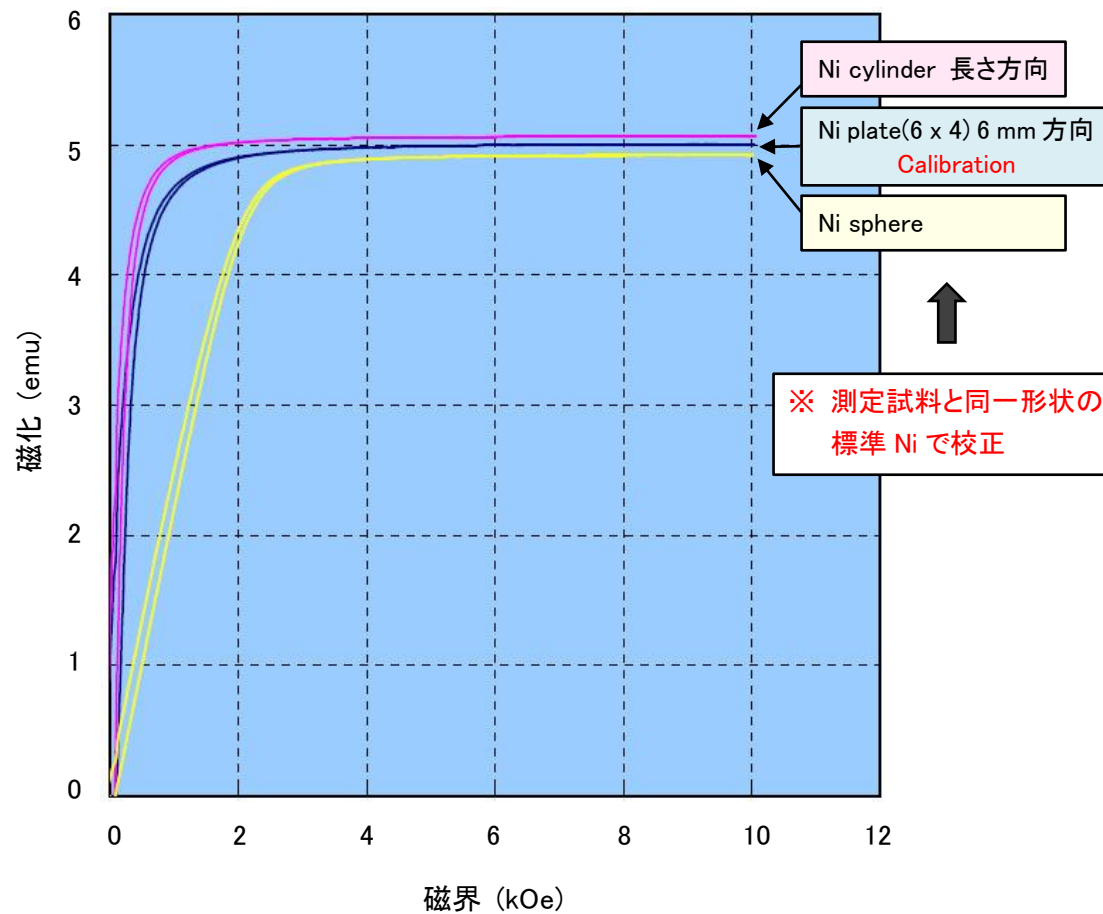
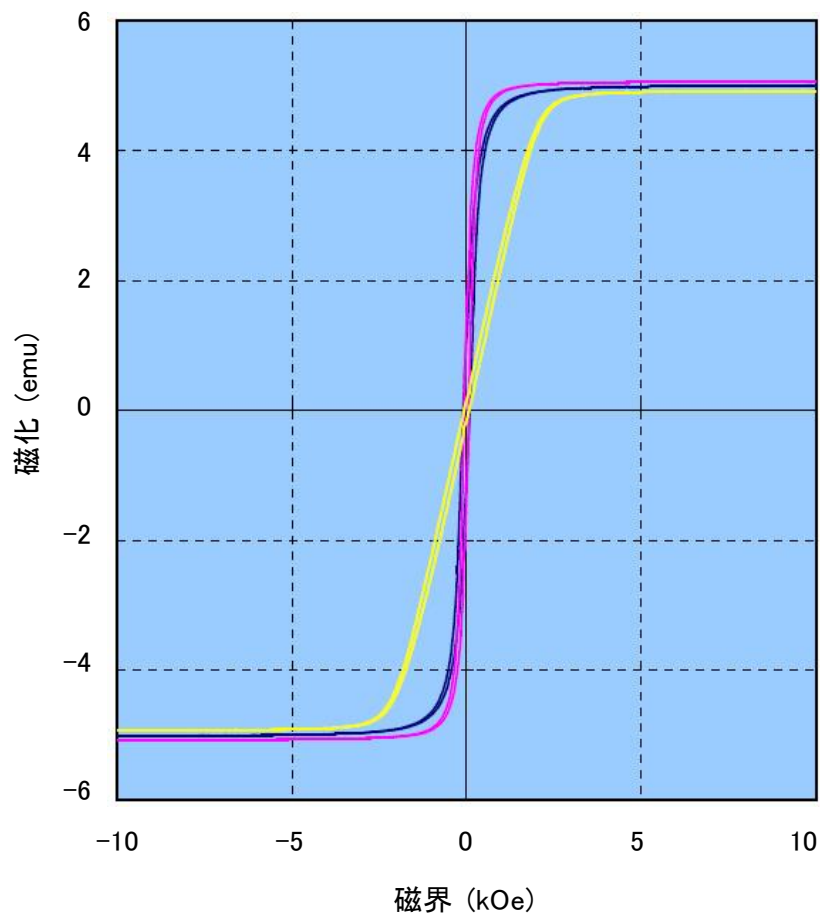
測定器 : VSM-P7-15 型

試料 : Ni plate (6 x 4 mm)

: Ni cylinder (2.5  $\phi$  x 7.5 mm)

: Ni sphere

重量 (91.93 mg :  $M_s = 5.00$  emu)



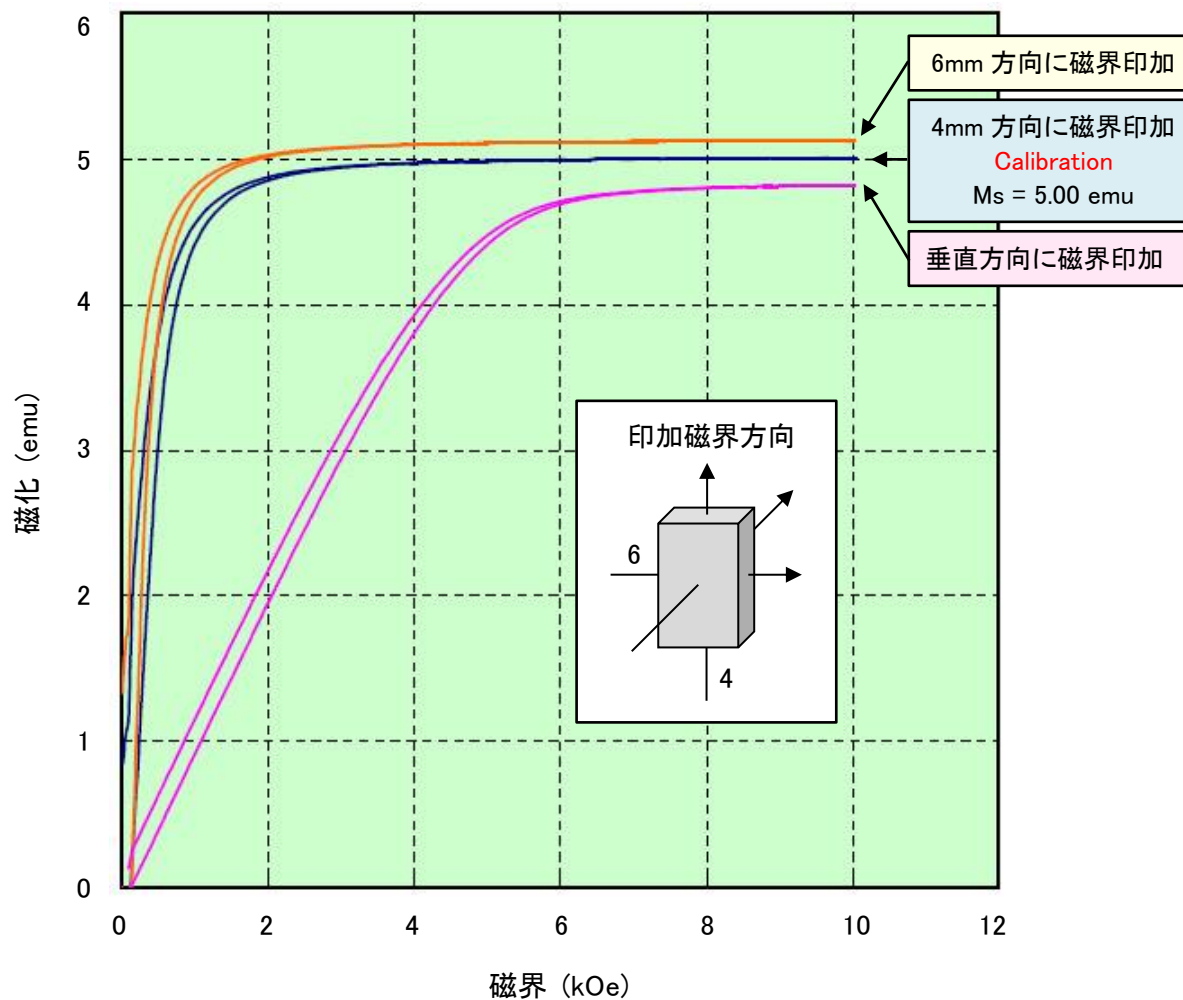
## 印加磁界方向による検出感度の違い

測定器 : VSM-P7-15 型

標準試料 : Ni 平板 (4 x 6 mm)

重さ 91.93 mg ( $M_s = 5.00$  emu)

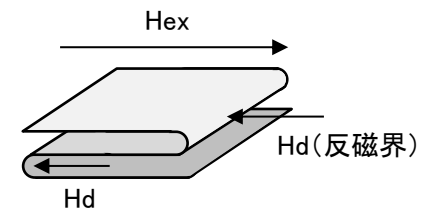
※ 印加磁界方向を決めて校正



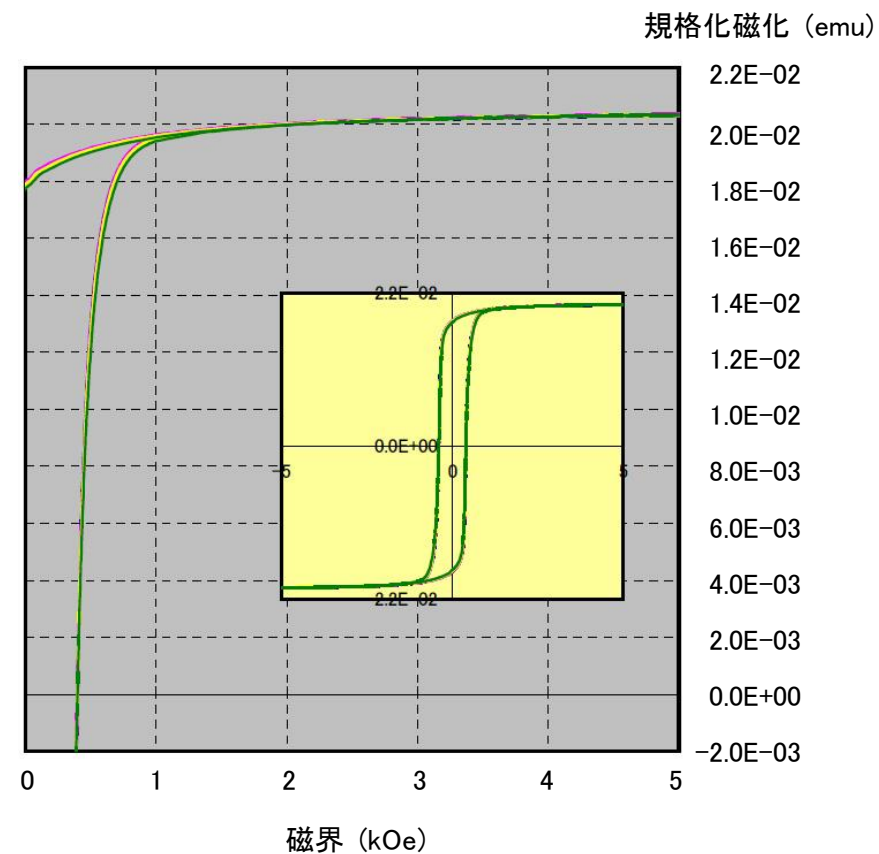
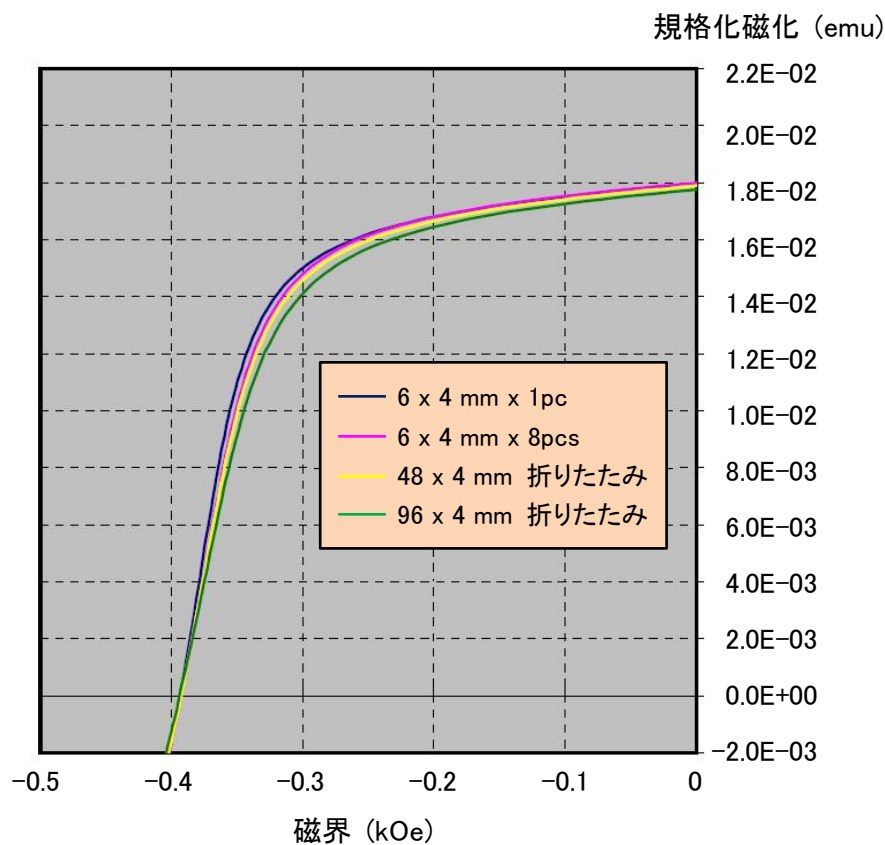
## 試料の厚みによる反磁界の影響

測定器： VSM-P7-15 型

試料	磁気テープ	磁界測定レンジ	磁化測定レンジ	時定数
1.	6 x 3.81 mm x 1pc	5 kOe (1 kOe)	0.02 emu	0.03 sec
2.	6 x 3.81 mm x 8pcs	"	0.2 emu	"
3.	48 x 3.81 mm (折りたたみ)	"	0.2 emu	"
4.	96 x 3.81 mm (折りたたみ)	"	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する。





# 種類の異なる媒体の磁気特性比較

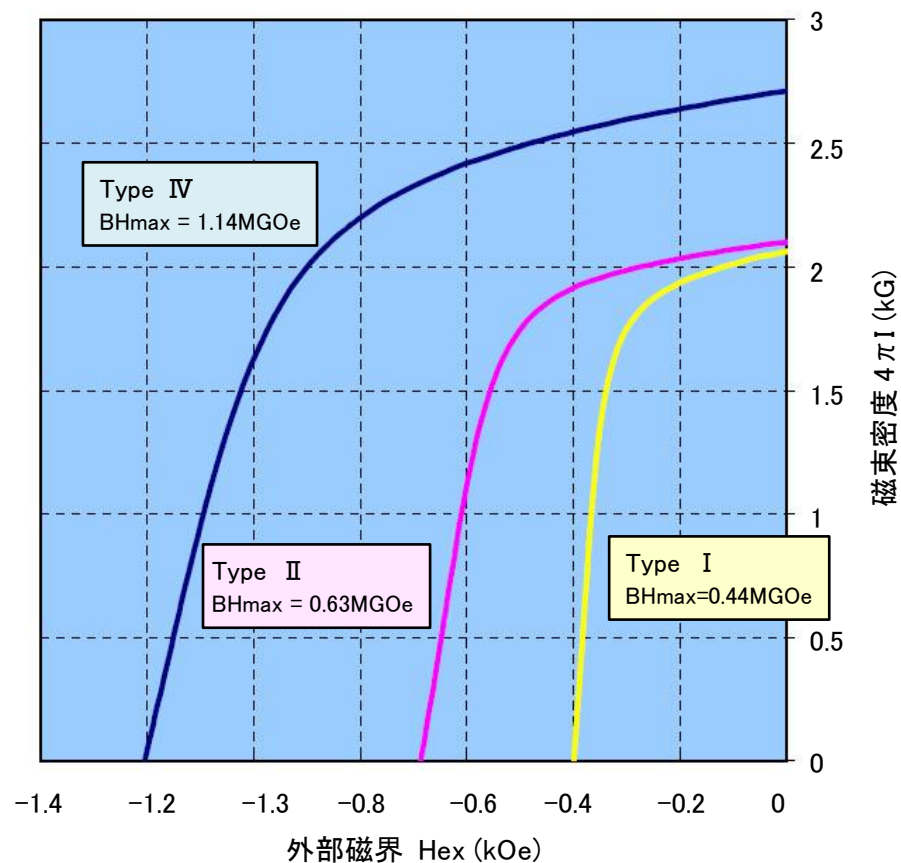
測定器： VSM-P7-15 型

試料: Type I	6 x 3.81mm x 1pc	磁界測定レンジ	10 kOe (2 kOe)
Type II	"	磁化測定レンジ	0.05 emu
Type IV	"	時定数	0.03 sec

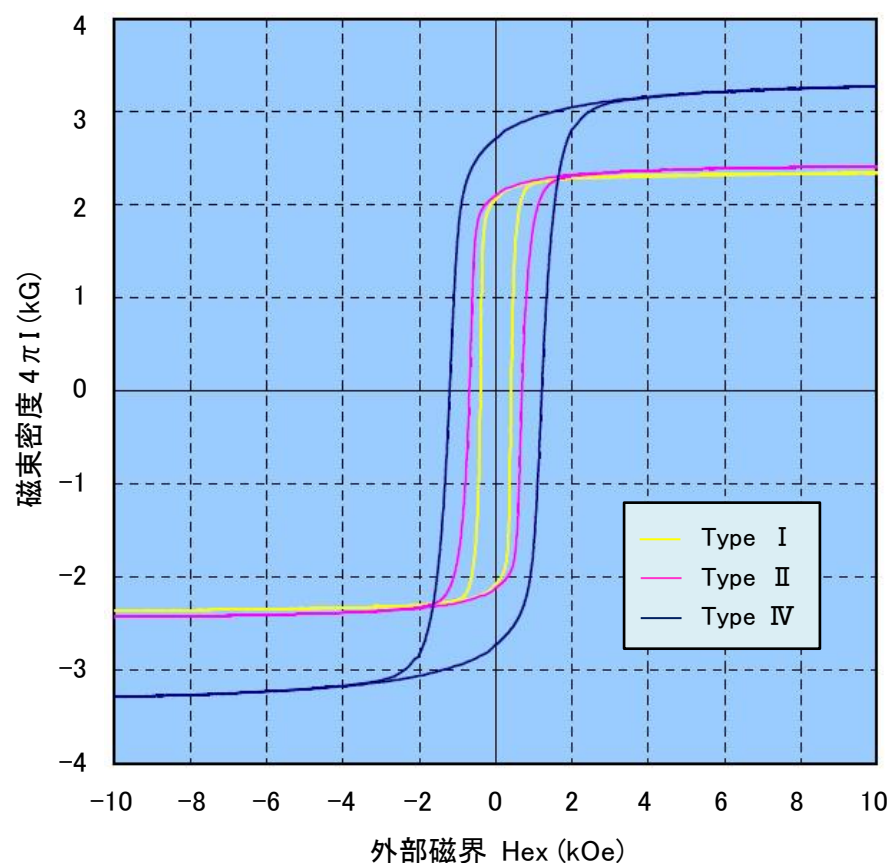
※ 試料の厚みを全て 5  $\mu$ m として測定。 磁界掃引速度 10 kOe/min (1 kOe/min)

※ 磁束密度で比較する場合は体積の評価を正確に行うこと。

減磁特性

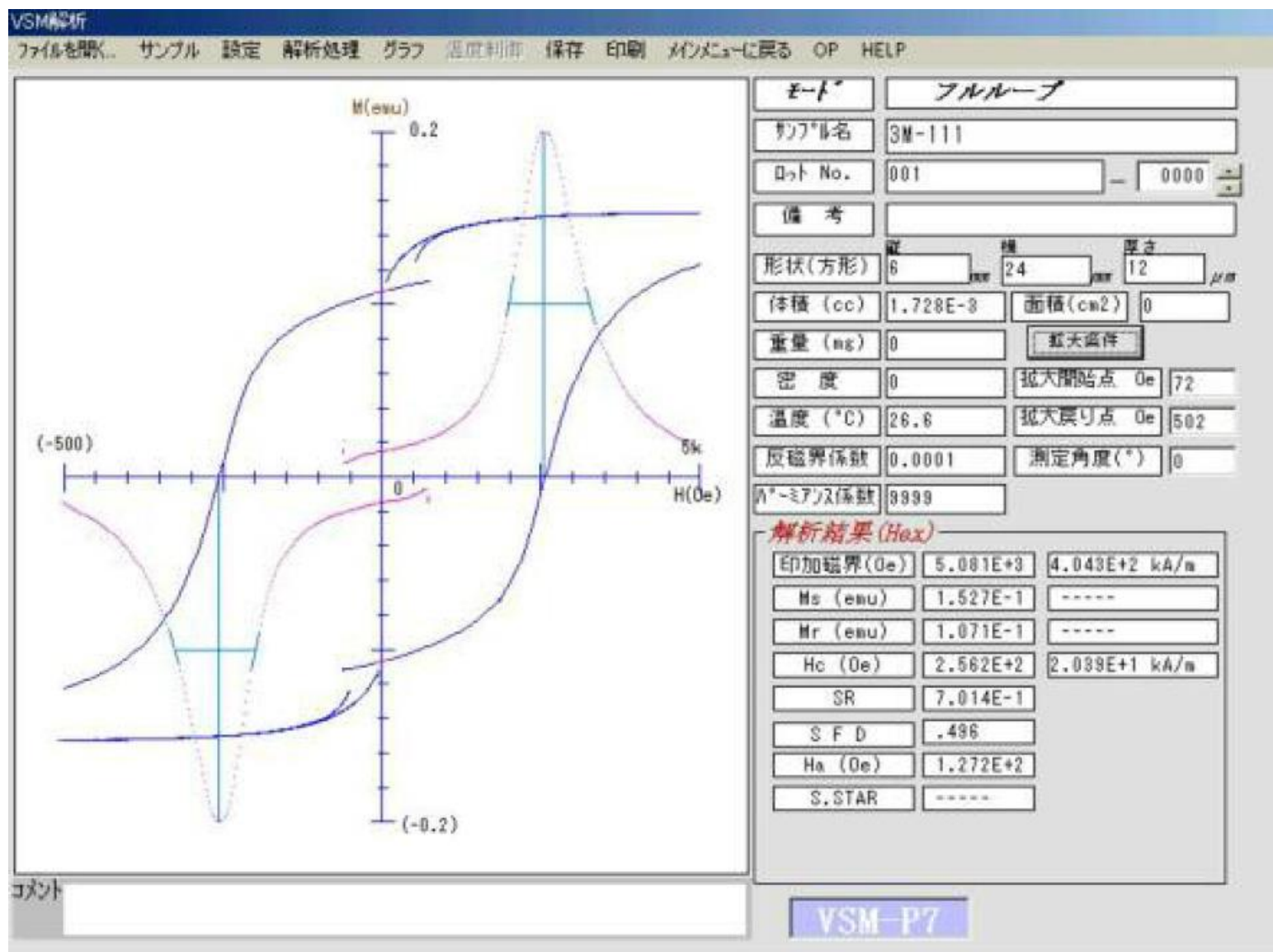


ヒステリシスループ





# 測定結果 (VSM 解析データ)



## 磁化の単位

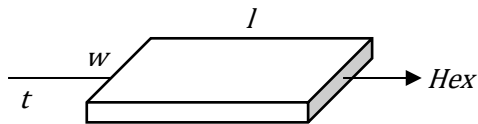
$$\varphi = B \cdot S' = 4\pi I \cdot S' = \frac{4\pi \sigma}{V} \cdot S' = \frac{4\pi \sigma}{l} (Mx)$$

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



$$(emu/cm^2)$$

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



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

## 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:  $-0.05\%/^{\circ}\text{C}$ 、 $\text{Gd}_2\text{O}_3$ :  $-0.3\%/^{\circ}\text{C}$
- 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  
→ 保磁力及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及び粉碎による影響  
→ 磁化、保磁力に変化
- 3-2. 温度特性                        磁化及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                            試料及びホルダーの帯電  
→ 高感度測定時、磁化にオフセットが発生