

磁気測定のコツ

Tips for magnetic measurements

佐藤 勝昭
Katsuaki SATO

独立行政法人科学技術振興機構
Japan Science and Technology Agency

〒102-8666 東京都千代田区四番町 5-3 サイエンスプラザ
Science Plaza, 5-3, Yonbancho, Chiyoda-ku, Tokyo 102-8666

e-mail: katsuaki.sato@nifty.com

分類番号: 5.8, 5.10

磁気測定のうち、磁束密度の測定に用いるガウスメータ、磁化および磁化率の測定に用いる磁力計、磁気異方性の測定に用いる磁気トルク計について、測定原理のあらましと測定にあたっての注意事項を掲げる。

Keywords: Gauss meter, Hall probe, vibrating sample magnetometer (VSM), alternating gradient magnetometer (AGM), magnetic torque meter, magnetic anisotropy

1. まえがき

スピントロニクス急速な進展により、半導体分野など、これまで磁気測定に縁のなかった研究者がこの分野に参入する機会が増えてきました。磁性体には、半導体分野にはない複雑な物理が関与してくることが多く、土地勘のない研究者が、しばしば迷子になってしまいます。今回の講座では、磁気現象に不慣れな読者のために磁気測定の初歩をできるだけ実例を交えながら解説します。

2. 磁界を測る

磁界の強さを知るには磁束密度を測定します。この目的によく使われるのがガウスメータ（テスラメータとも言う）です。ガウスメータでは、磁束密度測定用プローブとしてホール素子を用います。ホール素子は、ホール効果を用いて磁束密度に比例した電圧出力を得る素子です。

ホール効果とは、磁界下に置かれた金属や半導体に電流を流したときに、電子やホールがローレンツ力を受けて進路を曲げられ電荷が端面に蓄積された結果、電流と磁界の両方に垂直な方向に電圧が生じる現象です。

図1に示すように、断面が $l(\text{m}) \times d(\text{m})$ の半導体の板の面に垂直に磁束密度 $B(\text{T})$ の一様な磁界が加わっていると

まず、この半導体の板に $I(\text{A})$ の電流を流したとすると、ホール電圧 V_H は

$$V_H = (R_H/d)IB \quad (1)$$

と書くことができます。ここで R_H はホール係数です。キャリア数 $n(\text{m}^{-3})$ 、電子の電荷を e とすると、

$$R_H = -1/ne(\text{m}^3/\text{C}) \quad (2)$$

で表されます。ホール素子用の半導体としてはガリウムヒ素 (GaAs)、インジウムアンチモン (InSb) がよく使われます。最もよく使われるのは温度依存性が小さく磁界に対する直線性がよく高周波でも使え、比較的低コストの GaAs です。低磁界では、出力が GaAs の数倍と大きな InSb が使われます。ただし、温度依存性に注意が必要です¹⁾。

以下に、ホールプローブの使い方について述べます²⁾。ホールプローブには図2に示すように、大きく分けて、(a) トランスバース（平板）型と (b) アキシヤル（円筒）型があります。計測する対象物の形状に応じてどちらかを選択します。

ホールセンサを使う場合、測定対象物との「角度」「大きさ」「距離」に注意が必要です。ホール素子と測定対象物の角度がわずか 5° 傾いているだけで 0.4% もの誤差が生じます。

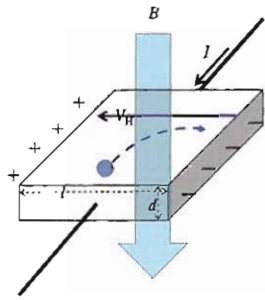


図1 ホール効果の説明図.

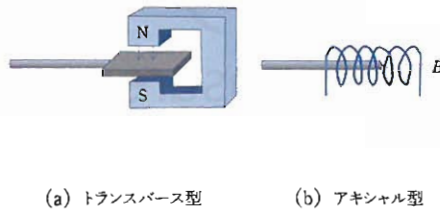


図2 2種類のホールプローブ

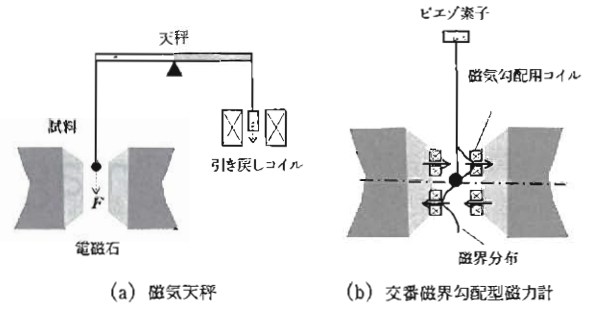


図3 力を測定する磁力計.

次に、精度のよい測定のためには測定対象物の寸法はホール素子の寸法の3倍以上でなければなりません。ホール素子と測定対象物との「距離」の変動も測定誤差の原因になります。手持ち測定では手ぶれがデータばらつきの原因になるので、プローブスタンドを用いて固定して測定します。スタンドには非磁性のものを用いましょう。

コラム スマートフォンの電子コンパス

スマートフォンには、地磁気センサが搭載されているのをご存じでしょうか。傾きは加速度センサで検出し、方角は地磁気センサで検出し、両者の情報を組み合わせることによって端末の向きと傾きを取得しています。地磁気磁束密度は30~50 μTと小さいのでスマートフォン用の地磁気センサでは、軟磁性体を用いて濃縮した磁束密度をホール素子に導くことによって、エレクトロニクスを動作できるホール電圧を得ています。

3. 磁化を測る^{1,3)}

磁界中に置いた磁性体の表面には磁極が生じます。つまり磁性体は一時的に磁石のようになりますが、そのとき磁性体は「磁化された」と言います。磁性体の中には磁気モーメントがたくさんあります。単位体積内の磁気モーメントのベクトル和を取ったものを磁化と言います。常磁性体の磁気モーメントはランダムな方向を向いていますから、磁界を加える前にはベクトル和、つまり磁化 M はゼロですが、磁界を加えると磁化はゼロでない値をもち、N極とS極が誘起されるのです。

磁気モーメントの単位は「Wb×m」ですから、磁化の単位は体積「m³」で割って「Wb/m²」となります。これは磁束密度 B の単位である「T」=「Wb/m²」と同じです。

磁気モーメントを測定する装置が磁力計です。磁力計には、磁性体に働く力を測定するタイプと、電磁誘導を利用して誘導起電力を測定するタイプに大別されます。

3.1 力を測定する磁力計

磁界 H 中に置かれた磁性体（磁気モーメントを m とする）の磁気エネルギー E は $-m \cdot H$ で与えられます。磁気力 F は磁気エネルギーの勾配ですから、

$$F = -\text{grad}E = m \cdot \text{grad}H \tag{3}$$

磁界に勾配があれば磁性体には力が働きます。

図3(a)は、磁気天秤（ファラデーバランス）です。磁気天秤法では、直流的な不均一磁界を用いて力を発生させ、その力を天秤によって測定します。不均一磁界を作るには、上下非対称に加工した磁極片（ポールピース）を用いるか、対称的なポールピースの端部付近の磁界勾配が最大になる位置に試料を置きます。天秤の1つの腕に試料を細線で鉛直につらし、ポールピースの間に置くことによって試料に働く磁気力を、もう一方の腕につらした永久磁石を引き戻しコイルによる磁気力でバランスさせ、コイルに流した電流で試料の磁気モーメントを測定します。天秤のバランスは光学的に検出されます。感度は天秤を支える刃状の支点（ナイフエッジ）の先端の曲率を大きくすることによって高くすることができます。

磁気天秤は重力方向の力を測定するので、温度制御用熱交換ガスによる浮力、試料や試料ホルダに付着した水分やガス分子などの重力変化の影響を受けます。磁気モーメントが小さな試料の測定では注意が必要です。

図3(b)は、交番磁界勾配型磁力計（Alternating Gradient Magnetometer: AGM）です。電磁石の磁極に配置した勾配磁界用コイルによって z 方向に磁界勾配 (dH_x/dz) を作り、試料に働く z 方向の力をピエゾ素子により電気信号に変換します。コイルに交流信号を印加することで磁界勾配を周期的に正負に変調することができ、これによって試料が上下に振動します。試料の振動振幅を大きくするために、交流信号の周波数を試料ホルダの共振周波数に合わせてあります。ピエゾ素子に発生する交流電圧をロックインアンプで検出するので非常に高感度です。感度は超伝導量子干渉素子

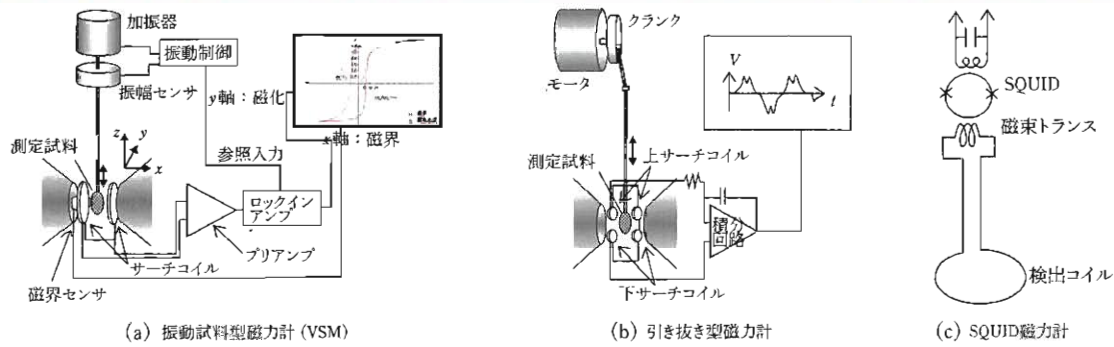


図4 電磁誘導を利用する磁力計

(Sperconducting Quantum Interference Device: SQUID) 磁力計と同レベルの 10^{-12} (T) = 10^{-8} (emu) です。また、高速測定が可能です。強磁性体のヒステリシスを1ループ1分程度で測定できます。

このスピードを生かして FORC (First Order Reversal Curve) という測定法に使うことができます。不均一な材料の結合度合いや反転磁界分布など材料の内部推定に有用な情報が得られる場合があります⁴⁾。

注意すべき点は、図3(b)のような磁界勾配を使いますので、試料に加わる磁界が不均一であるということです。例えば3mm程度の大きさの試料でも上部と下部で印加磁界が数kA/m異なりますので、パーマロイ ($\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$) のような軟質磁性材料では正確な磁化曲線が測れないことがあります。この影響を少なくするため磁界勾配を低くすると感度が低下します。磁界分解能を上げるために磁気モーメントの分解能を落とす必要があり、軟質磁性材料では後述の振動試料型磁力計 (Vibrating Sample Magnetometer: VSM) のほうが測定しやすい場合もあります。

また、試料を100 Hz~1 kHzの高周波で振動させるためにホルダを軽く作る必要があります。試料の固定にはシリコングリスを用いるため、高温測定ができないという欠点があります。高温測定には後述のVSMの使用をお勧めします。もう1点、共振を利用して感度を上げていますので、安定性に若干問題があります。例えば試料が中心にないと、磁界の印加により試料に一方方向の力が加わり、共振周波数がずれてしまうこともあります。

AGMは非常に高感度ですので、ちょっとしたゴミで磁化曲線の形が大きく変わることも知っておきましょう。AGMでは1nTの磁化を測定できますが、これは $6 \times 10^{-15} \text{ m}^3$ のFeの磁気モーメントに相当します。これは一辺18 μm のFe立方体の体積と等価です。Si基板などでも片面鏡面研磨の場合、裏面は鉄定盤で粗削りしただけのこともあり、Fe不純物によって基板の強磁性成分を拾ってしまう可能性があります。Siスピン

トロニクスの研究者は、しっかりと酸洗浄してくれるメーカーの基板を購入するのがよいでしょう。

3.2 電磁誘導を利用する磁力計

測定試料の磁気モーメント \mathbf{m} (Wbm) がその中心からの位置 \mathbf{r} (m) に作る磁束密度 \mathbf{B}_s (Wb/m²) は、

$$\mathbf{B}_s = \frac{1}{4\pi} \left(-\frac{\mathbf{m}}{r^3} + \frac{3(\mathbf{m} \cdot \mathbf{r})\mathbf{r}}{r^5} \right) \quad (4)$$

で表されます (r は \mathbf{r} の長さを表す)。 \mathbf{m} や \mathbf{r} を何らかの手段で時間的に変化させると、位置 \mathbf{r} に置かれた検出コイル (断面積 S 、断面の法線ベクトル \mathbf{n}) に誘導起電力 V が生じます。 V は、式(5)で与えられます。

$$V = -S \frac{\partial (\mathbf{B}_s \cdot \mathbf{n})}{\partial t} \quad (5)$$

この V を時間積分すると磁気モーメントを求めることができます。

図4(a)は、VSMの模式図です。

VSMでは、スピーカと同じ原理の加振器によって80 Hz程度の低周波数 ω で、試料をわずかな振幅 $a=0.1\sim 0.2$ mmだけ振動させ、試料の磁化によって生じる磁束の時間変化を、傍らに置いたサーチコイルに生じる誘導起電力として検出します。

サーチコイルの位置を (x, y, z) とし、中心軸を z 軸方向に平行になるように配置すると、試料の磁化の大きさ m による誘導起電力は、

$$V(t) = \frac{3ma\omega NSx}{4\pi r^5} \cos\omega t \quad (6)$$

となります。ここで N はサーチコイルの巻数、 S はコイルの面積です。また、検出コイルの中心軸を x 軸方向に平行に配置した場合には、誘導起電力は式(7)のようになります。

$$V(t) = \frac{3ma\omega NS}{4\pi} \left(\frac{z}{r^5} - \frac{5x^2z}{r^7} \right) \cos\omega t \quad (7)$$

起電力は試料の磁化に比例し、振動数は ω です。したがって周波数が ω の成分だけをロックイン検出すれば磁化を

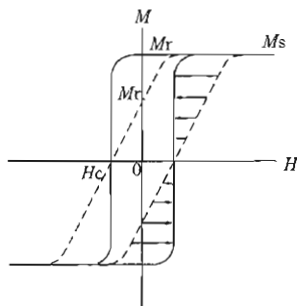


図5 磁気ヒステリシス曲線における反磁界の補正

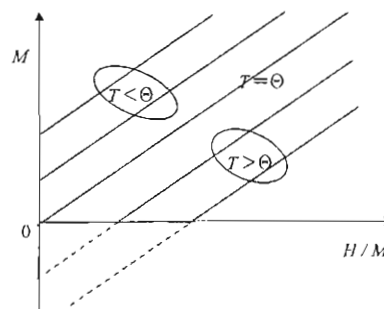


図6 アロットプロット.

高感度に測定することができます。

VSMで磁化を求めるときの注意事項を述べます。3.1節に述べた磁力を直接測定する磁力計では磁気モーメントの絶対値を測定できますが、VSMは相対測定なので、標準試料を用いた校正が必要です。校正については3.3節を参照してください。

磁気異方性の大きな強磁性体を測定するとき、磁気トルクが働き測定中に試料が回転したり移動したりすることがありますから試料の固定が非常に重要です。

薄膜試料の場合、基板の反磁界補正が必要になりますが、最大印加磁界で磁化が飽和しないサンプルの場合、この補正が非常に難しいです。同程度の大きさの基板を取り付け、バックグラウンドを測定し、それを差し引くというを行いますが、薄膜試料に用いた基板と全く同じ形状、同じ体積にすることは現実には難しいので、どうしても補正しきれない成分があります。理想的には試料を溶かして基板だけを測定するのがよいかもしれませんが、二度と磁化曲線が測れなくなってしまう。

図4(b)は引き抜き型磁力計です。検出コイル対を上下2段に並べて、コイルの間で試料を往復させて試料から出る磁束を検出します。上下の検出コイルを逆極性にすることによって磁界の変動による誘導起電力を打ち消し、試料による磁束変化のみを検出します。誘導起電力は、微分波形なので、積分回路を使って積分することによって磁化に比例する電圧を得ます。私は以前このような磁力計を自作して使っていましたが、当時の積分回路はドリフトが大きく、その補正に苦労したことを思い出します。引き抜き型の技術は、次に述べるSQUID磁力計に生かされています。

図4(c)はSQUIDを磁束の検出に用いる磁力計です。SQUIDは2つの超伝導ジョセフソン接合を組み合わせた素子で、接合を横切る磁束の本数に応じて位相差が変調されることを利用して、磁束量子を単位として磁束の大きさを測定するものです。SQUID磁力計では、磁束検出コイル中に試料を

出し入れし、そのときの磁束変化から磁化を求めるもので、原理的に前述の引き抜き型磁力計と同じです。SQUIDを用いて磁束を直接観測するのはノイズの点で困難なので超伝導線を用いた検出コイルで磁束を検出し、磁束トランスによってSQUIDに導きます。磁束検出コイルは磁束そのものを測るのではなく、1対のコイルを逆極性に接続し、磁束の位置変化の1次微分を測定するもの、あるいは、3個のコイルを用いて2回微分を測定するものなどがあります。

SQUID磁力計は非常に高感度なので、試料ホルダの磁気的汚れには細心の注意を払わなければなりません。

3.3 磁化曲線の解析³⁾

3.3.1 校正法

磁化の校正には、磁化がよく知られた磁性体を標準試料として用います。通常、磁気異方性が小さいNiが用いられます。測定試料と同程度の磁気モーメントをもつ標準試料を使うと精度の高い校正を行うことができます。磁気モーメントが大きいときには球状の試料を用い、小さいときには切断した細線試料を用います。薄膜試料を校正する場合には、Ni箔を用います。常磁性体のように小さい磁気モーメントをもつ試料の測定のための標準試料としては高純度の常磁性金属 (Al, Pt, Pd)、遷移金属錯塩 (モール, FeSO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ など)、遷移金属化合物 (MnF_2) を用います。

3.3.2 反磁界の補正

試料が巨視的な磁化 M をもつと、試料表面に磁極が生じることによる反磁界のため、試料に加わる実際の磁界は外部から印加した磁界 H から反磁界の分だけ小さくなっています。実際に試料に加わる磁界を有効磁界 H_{eff} と言います。反磁界係数を N とすると、有効磁界は、 $H_{\text{eff}} = H - NM/\mu_0$ で与えられます。図5の点線のように測定された $M-H$ ヒステリシス曲線は傾いた磁化曲線になっていますが、反磁界の補正後の $M-H_{\text{eff}}$ ヒステリシスは実線のように急峻なものになります。

反磁界係数 N は形状のみによって決まる無次元量で、形状および方向によって異なる値をもちます。対称性のよい形状

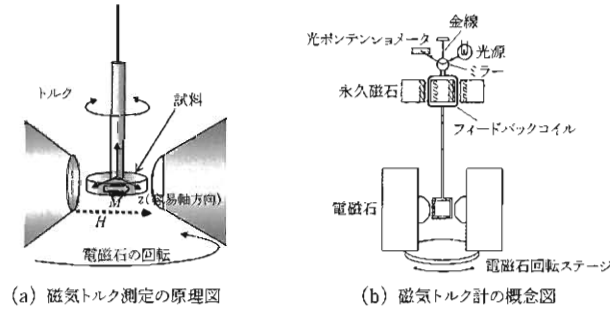


図7 磁気トルク測定の実験と磁気トルク計.

の場合は、簡単な形になり、 x, y, z 方向の反磁界係数を N_x, N_y, N_z とすると、球の場合は、 $N_x=N_y=N_z=1/3$ 、円柱の場合は、 $N_x=N_y=1/2, N_z=0$ 、薄板の場合は $N_x=N_y=0, N_z=1$ という値をとります。

3.3.3 アロットプロット

強磁性体のキュリー温度を正確に決定する方法として、図6に示すアロットプロットという手法が知られています。磁界の大きさ H と磁化の大きさ M の間には、キュリー温度 θ として、

$$M^2 = \frac{a}{A} \left(1 - \frac{T}{\theta}\right) + \frac{\mu_0 H}{A M} \quad (8)$$

という関係が成り立つので M^2 を H/M に対してプロットすると直線になります。ここで a および A は定数です。このプロット法を、アロットプロットと言います。式(8)より、直線が縦軸を横切る位置は $(1 - T/\theta)$ に比例することがわかりますから、原点を通過するときがキュリー温度を与えます。そこで、各温度で磁界の強さを変えながら磁化を測定し、アロットプロットを行い内挿によって原点を通る直線の T を求めるとキュリー温度が得られるのです。

4. 磁気トルク計で磁気異方性を測る³⁾

4.1 磁気トルク計の原理

磁気異方性をもつ磁性体に磁界を加えると、磁化 M にトルク（回転力）が働き、磁性体は全エネルギーを最小にするように回転します。したがって、磁気トルクを測定することによって、磁気異方性エネルギーの大きさと方位依存性が求められます。

磁気トルク計は、図7(a)に示すように、試料に磁界を印加し、磁化させたまま電磁石を回転することによって、試料に生じるトルクを測定します。回転力は図7(b)に示すように、光てこ法により検出され、試料が回転しようとする力をフィードバックコイルにより打ち消します。このため、フィードバックコイルに流れる電流が回転力に比例することになります。標準試料はNiの細線を用い、Niの体積（重さ）がわかれば、その

形状異方性から生じるトルクがわかります。微小なトルクを検出するために試料は細い弾性金属線（Au線）につるされています。

4.2 磁気トルクの解析

結晶磁気異方性エネルギー E_a は、立方晶の場合、

$$E_a = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \dots \quad (9)$$

で表されます。ここで $\alpha_i (i=1, 2, 3)$ は主要結晶軸に関する方向余弦です。一方、六方晶では、

$$E_a = K_{a1} \sin^2 \theta + K_{a2} \sin^4 \theta + K_{a3} \sin^6 \theta + \dots \quad (10)$$

となります。両式において、 $K_i, K_{a(i=1, 2, 3)}$ は磁気異方性定数です。体積当たりのトルク L と異方性エネルギー E_a の間には、

$$L = - \frac{\partial E_a}{\partial \theta} \quad (11)$$

の関係がありますから、図8に示す磁気トルク曲線を角度について積分すれば異方性エネルギーが得られるのです。

いま、立方晶の場合を考えると、(100)面内で磁界を回転させ、[001]軸と磁界の方向のなす角を θ とすると、方向余弦は $\alpha_1=0, \alpha_2=\sin\theta, \alpha_3=\cos\theta$ となり、 E_a は次式で表されます。

$$E_a = K_1 \sin^2 \theta \cos^2 \theta = \frac{K_1}{8} (1 - \cos 4\theta) \quad (12)$$

これより、

$$L = - \frac{K_1}{2} \sin 4\theta \quad (13)$$

となり図8(a)のように 90° で1周期の正弦波曲線になります。この成分の振幅から異方性定数 K_1 の大きさが得られます。

一方、(111)面内で磁石を回転したときには、

$$L = - \frac{K_2}{18} \sin 6\theta \quad (14)$$

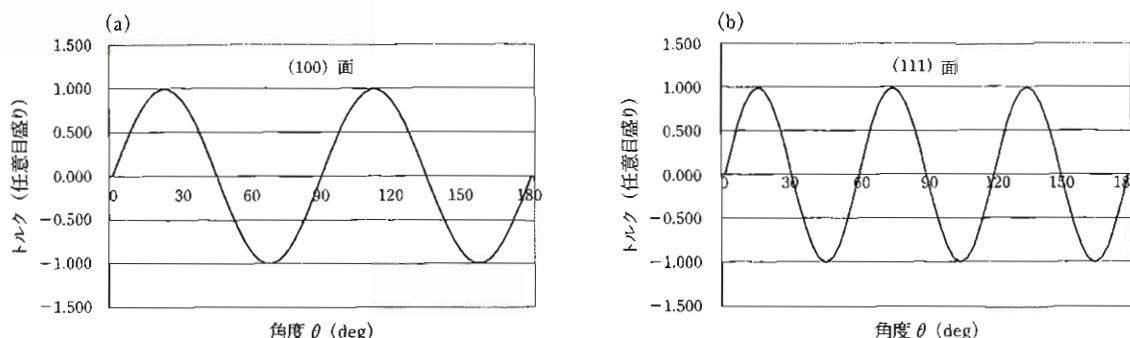


図8 磁気トルク曲線

と表され、図8(b)のように60°で1周期となり、この成分の振幅から K_2 が得られます。

現実のトルク曲線は、このような単純なものではなく複雑な形状になっているので、実験で得られたトルク曲線 ($L-\theta$ 曲線) をフーリエ解析することによって、 2θ , 4θ , 6θ 各成分を求め、これより磁気異方性定数を決めます。また、磁気トルク曲線を積分して得られる磁気異方性エネルギーの極小値から磁気容易軸の方向を決めることができます。

4.3 磁気トルク測定の注意事項

磁気トルク計の感度は 10^{-3} erg程度ですが、この感度を達成するために、図7(b)のフィードバックコイルが配置される磁石のギャップを非常に狭くしています。このため、永久磁石を固定している上部の測定器のちょっとした傾きでコイルが磁石に触れてしまいます。

バルク材料を測定するトルク磁力計では磁界の印加により試料が移動することがあるためコイルの下についているガラス棒を固定するためのベアリングが必要ですが、薄膜試料では磁界による並進力は非常に小さいためベアリングはついていません。

非常に微小なトルクを検出できる反面、不要な信号が引っ掛かってしまう可能性もあります。例えば、石英ガラス製の試料ステージや試料ホルダが容易に帯電し、電磁石が回転すると、接地されている磁極に電氣的に引っ張られて回転力が発生することがあります。磁界を印加しない状態で電磁石を回転して発生するトルクがあれば帯電を疑います。帯電対策には除電ブローが有効です。

トルク曲線の測定では試料磁化が印加磁界で磁気飽和し、電磁石を回転するときに印加磁界方向に追従して磁化が容易軸から困難軸まで回転する必要があります。このため、試料内に多磁区構造を作らないような工夫が必要です。

磁気異方性が非常に大きい場合、最大印加磁界でも磁化

困難方向を向けられないことがあります。この場合、磁気異方性の飽和値を見積もることができず、トルク曲線の磁界依存性などから飽和値を推定します。このような試料では、回転ヒステリシスが現れるので、飽和していないことを判断できません。

5. むすび

以上、磁気物性の研究によく使うガウスメータ、磁力計、磁気トルク計による測定の原理とコツを紹介しました。磁気測定には、このほか、磁区観測のための磁気カー顕微鏡や磁気力顕微鏡などさまざまな技術が使われますが、誌面の関係で扱うことができませんでした。なお、磁力計と磁気トルク計の執筆にあたり、名古屋大学工学研究科の加藤剛志准教授に貴重な情報をいただきました。ここに感謝します。

文 献

- 1) 近桂一郎, 安岡弘志編: 実験物理学講座⑥磁気測定 (1) (丸善, 2000).
- 2) <http://www.toyo.co.jp/magne/faq.html>
- 3) 森泉豊栄, 岩本光正, 小田俊理, 山本寛, 川名明夫編: 電子物性・材料の事典, 第2章 2.3 (佐藤勝昭・石橋隆幸執筆部分 (朝倉書店, 2006).
- 4) http://www.lakeshore.com/Documents/LakeShoreWP_FORC_FINAL_web.pdf <http://www.lakeshore.com/>

(2014年12月8日 受理)

さとう かつあき

1966年京都大学大学院工学研究科修士課程修了。66年日本放送協会, 84年東京農工大学, 07年科学技術振興機構, 工学博士。主な著書『光と磁気』(朝倉書店, 1988), 『応用物性』(オーム社, 1991), 『半導体物性なんでもQ&A』(講談社, 2010), 『太陽電池』のキホン』(SoftBank Creative, 2011), 『磁性工学超入門』(共立出版, 2014) 応用物理学学会フェロー, 功労会員。

