

2. 特性の計測評価

2-3 磁気特性の計測と解析

2-3-2 磁気測定の実用：動的磁化測定(測定)

小野寺 礼 尚* 喜 多 英 治**

2-3-2-4 はじめに

63号10号⁽¹⁹⁾掲載の「2-3-2 磁気測定の実用：動的磁化測定(原理)」では、交流(AC)の磁気測定を実施する意義、測定での評価対象および、明らかになるAC特性について説明をしました。その続きとして今回は測定編をお届けします。今回は、前半で市販されているAC磁気特性評価装置についていくつか簡単に説明し、後半ではAC磁気計測の一例として、著者らが開発している装置と得られるデータの解析について紹介します。最後にこれまで取り上げてこなかった磁化に関わる重要な計測についてその他の磁気計測として簡単に説明します。

2-3-2-4 一般的な交流磁気測定装置

2-3-4-1 交流磁化率測定装置

海外メーカーが販売している物理特性測定システム(PPMS: Physical property measurement system)と呼ばれる超伝導マグネットを利用した磁気測定装置で提供されているオプションにAC磁化率測定があります⁽²⁰⁾。前回⁽¹⁹⁾、「2-3-2-3-2 磁化が線形応答する領域での緩和の取り扱い」で述べた複素磁化率の実数部 χ' および虚数部 χ'' の周波数特性を評価するもので、主に、物性研究で用いられる傾向があります。

磁化率測定では一般に、図12のような同心の1次コイル、2次コイルを用い、2次コイルの内側に測定試料を挿入します。1次コイルでAC磁場を発生させ、試料に誘起される磁化を2次コイルで検出します。2次コイルは磁場をキャンセルするように2つの反対向きのコイルで構成され磁化だけを検出するようになっているため、片方のコイルの中心に試

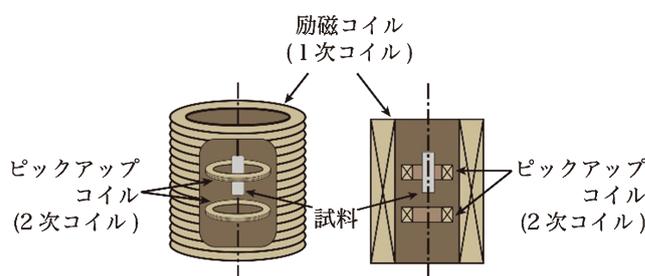


図12 AC磁化率測定用コイルの概念図とその断面図。

表1 PPMSのAC磁化率測定仕様⁽¹⁹⁾。

温度範囲	1.9-350 K
周波数範囲	10-10 kHz
交流振幅	0.005-1.5 mT
測定感度	$1 \times 10^{-11} \text{ Am}^2$ (10 kHz)
試料形状	粉末, バルク, 薄膜

料を置きます。この装置は、VSM(試料振動型磁力計)と併用できることが特徴です。表1には、この測定装置で可能なAC磁化率測定の仕様をまとめました。

AC磁化率の測定に特化したコンパクトな装置もいくつか市販されています。試料の χ' 、 χ'' の周波数特性を容易に計測できる反面、磁場振幅が小さいため、基本的には飽和領域を含めたM-H(B-H)ループを取得することはできず、主として線形領域での計測となります。

* 茨城工業高等専門学校 国際創造工学科；准教授(〒312-8508 ひたちなか市中根866)

** 筑波大学名誉教授

Experimental Guides for Metallic Materials: 2. Measurement and Evaluation of Material Properties

2-3 Measurement and Analysis of Magnetic Properties: 2-3-2 Introduction of Advanced Magnetometry: Basic of Dynamic Measurement (Measurement Techniques); Reisho Onodera* and Eiji Kita** (*National Institute of Technology, Ibaraki College, Hitachinaka. **University of Tsukuba, Tsukuba)

Keywords: dynamic magnetization measurement, dynamic hysteresis loop, magnetic relaxation, energy loss, soft magnetic materials, magnetic nano-particles

2024年8月19日受理[doi:10.2320/materia.63.842]

2-3-2-4-2 交流 $B-H$ ループ測定装置

ここで紹介する装置は、 $B-H$ アナライザ、 $B-H$ ループトレーサー、AC磁化特性評価装置、鉄損計測システムなどの名称で販売されているものです。いずれも軟磁性材料および成形されたコアや部品などの $B-H$ ループを測定し、コアロス(鉄損)、磁束密度、保磁力、複素透磁率、損失係数、インダクタンスなどを評価できる装置として販売されています⁽²¹⁾。

それぞれの特性評価装置に適した試料形状、測定温度、周波数帯、AC振幅などがあり、測定感度や分解能も異なります。それらの装置ごとの特徴を説明することはできないため、ここでは多くの装置に共通すると思われる磁場、磁化(磁束密度)の検出方法、試料形状と、損失の評価について説明します。

2-3-2-4-2-1 $B-H$ ループ測定の特徴

軟磁性コア材料のAC磁化特性評価では、 $B-H$ ループを計測することが求められます。前述のAC磁化率測定とは異なり、印加磁場 H を打ち消す必要がありません。 $B-H$ ループ計測では材料単体というよりは、コイルとコアで構成されたインダクタを特性評価する意味合いが大きく、磁化 M ではなく磁束密度 B を、磁化率 χ' 、 χ'' ではなく透磁率 μ' 、 μ'' を評価する必要があるためです。このことについては、63号10号掲載⁽¹⁹⁾の動的磁化測定(原理)、「2-3-2-2-3 交流磁化測定で評価する特性」でも説明を行いました。

透磁率あるいは $B-H$ 特性評価の際には、図13(a)に示すようなリング状のコア(トロイダルコア)に成形して用いることが多くあります。リング状のコアに巻いたコイルをトロイダルコイルと呼びますが、電気・電子回路の高周波フィルターや、スイッチング電源の平滑化回路などに幅広く用いられる代表的なインダクタです。円周方向に磁化したトロイダルコアでは、生じた磁束が閉回路を作るため磁極が発生せず、63号8号掲載⁽¹⁾の「2-3-1 磁気測定の基礎：静的磁化測定」で説明した反磁場が生じません。したがって、磁性材料は反磁場に依存しない磁化過程を経て、僅かな磁場印加で飽和に至ります。その際得られる $B-H$ ループの傾きが透磁率 μ' を反映しています。

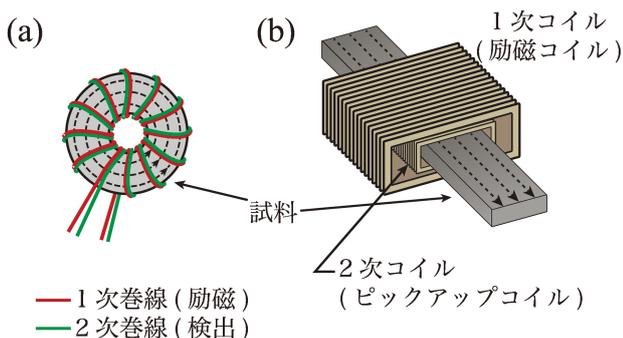


図13 (a) 巻線法と(b)ピックアップコイル法。

一方、棒状に成形したコアを測定する場合、アスペクト比によっては磁化過程に反磁場の影響が大きく出てしまい、飽和までの磁化過程の傾きが反磁場係数 N によって決まってしまう。反磁場の影響が強い試料形状では、この反磁場を補正しなければコアの本質的な透磁率を得ることができません。測定に用いる試料に反磁場の影響がなければ、飽和に要する磁場振幅を小さく、周波数を高くすることができます。

実用材料としての特性を評価する場合には、国際電気標準会議(IEC)、日本産業規格(JIS)、推奨性国家標準(GB/T、中国)などで定められている測定・評価方法に準拠している装置を用いて定められた方法で評価する必要があります。材料や用途によってIEC62044-3やIEC60404-6、JIS C 2535、JIS C 2550などが挙げられます⁽²¹⁾⁽²²⁾⁽²³⁾。

2-3-2-4-2-2 検出方法(巻線法とピックアップ法)

図13に交流 $B-H$ ループ測定で一般に使われている2種類の計測方法である巻線法とピックアップコイル法の試料と検出部の概略を示します。いずれの方法でも1次巻線(コイル)に励磁電流を通電することで磁場を発生させ、2次巻線(コイル)で1次巻線によって生じた磁場の磁束とコアが磁化して生じた磁束の両者を検出します。図13(a)に示す2巻線法の場合、試料ごとに巻線を施す必要があります。

ピックアップコイル法の場合は励磁コイルと磁束用ピックアップコイルの計2つのコイルを用います。図13(b)に示したように空芯励磁コイルの内側に同心のピックアップコイルを配置します。巻線法と同様にピックアップコイルを鎖交する磁場由来の磁束と試料の磁化由来の磁束の両者を検出します。ただし、巻線法のように試料ごとに巻線を施す必要がなく、励磁コイル、ピックアップコイルの空間配置が固定されているため、比較的高い再現性を有しています。この方法は単板試料の測定に用いられます。

2-3-2-4-2-3 損失の評価法

前回、緩和の説明の際に述べましたが、ヒステリシスループの面積からエネルギー損失を得ることができます。この損失をどのように評価するのか簡単に紹介します。ヒステリシスループの面積は

$$S_{\text{loop}} = \oint HdB = E_{\text{loss}}[\text{J}/\text{m}^3] \quad (22)$$

と表され、ループ1周あたり消費する単位体積あたりのエネルギー $E_{\text{loss}}[\text{J}/\text{m}^3]$ となります。1sあたりの損失にするためにはこれに周波数をかけます。

一方で、図13(a)の1次巻線(励磁コイル、ターン数 N_1)に通電するAC電流を $I_1(t)$ とすると、励磁コイルによって発生されるAC磁場 $H(t)$ と $I_1(t)$ は実効磁路長 l_e (リングコアの外・内径の平均の円周の長さ)を用いて、

¹¹ JIS C 2550-1~5は、電磁鋼帯の試験方法を、JIS C 2534は鉄基アモルファス帯についての規格となっています。また、IEC 62044-3は軟磁性コアの測定方法、IEC 60404-6はリング試料を用いた磁気特性の測定方法の規格です。

$$l_e H(t) = N_1 I_1(t) \quad (23)$$

と比例関係にあります。また、2次巻線(ターン数 N_2)に鎖交する磁束 Φ の変化 $d\Phi(t)/dt$ は誘導起電力 $V_2(t)$ と比例関係にあり、磁束密度の変化 $dB(t)/dt$ と巻線1ターンが囲む面積 S_2 、巻数 N_2 を用いて、

$$N_2 S_2 \frac{dB}{dt} = V_2(t) \quad (24)$$

と表せます。これらの関係式を利用すると式(22)は、

$$E_{\text{loss}}[\text{J/m}^3] = \oint H dB = \frac{N_2 S_2 l_e}{N_1 T} \int_0^T H(t) \frac{dB}{dt} dt = \frac{1}{T} \int_0^T V_2(t) I_1(t) dt \quad (25)$$

となり、電圧×電流の一周期分を積分することでヒステリシスループの面積を計算することができます。ただし、ここで T は周期を表しています。

2-3-2-4-2-4 市販装置の特徴

国内で販売されている装置のうち2つの仕様を表2にまとめました⁽²¹⁾⁽²⁴⁾。市販の装置では、一般に粉末状、単板状、リング状のコアを計測可能です。単板試料の場合は、ピックアップ法で測定するためのオプションが用意されています。粉末状試料の場合はコアの形状の容器に粉末を充填します。粉末を充填したリング状の容器や単板状、リング状コアに対して巻線法で測定を行います。フレーク状や粉末状の材料を圧縮整形したコアと、リング状容器に充填しただけのコア形状の材料では、密度(充填率)や、絶縁コーティングの有無による耐圧なども異なるため、得られる特性は別物として扱う必要があることに注意してください。

コアに成形しないで測定する場合、試料形状によって反磁場の影響が大きくなり透磁率を評価することが難しくなります。また、反磁場が大きい試料形状では出力に対して実効磁場強度が低下するため、飽和させるために大きな磁場を要するというデメリットにつながります。大振幅(～10 kA/m)

表2 B-H 特性の測定範囲。

	岩崎通信 B-H アナライザ ⁽²¹⁾	メトロン技研 鉄損計測システム ⁽²⁴⁾
準拠規格	IEC 62044-3	IEC 60404-16 JIS C 2535等
温度範囲	-55～180°C[218～453 K] (オプション使用時)	室温 (温度制御記載なし)
周波数範囲	10-10 MHz	40-10 kHz
交流振幅	最大 6 A (巻線数, コイル径に依存)	900 VA (巻線数, コイル径に依存)
AD 変換* (分解能)	16 bit	16 bit
試料形状	粉末 バルク(リング, 単板)	単板(薄帯)

* 分解能は AD 変換の精度で決まります。16 bit の場合、1/65536 の分解能となります。

を発生可能な AC 磁気測定装置として商用 30 Hz-20 kHz までの周波数帯に対応したものが市販されています⁽²⁵⁾。

2-3-2-5 交流磁化過程測定装置

前述した交流 B-H ループ測定装置は B-H ループの測定を通じた、透磁率や損失の評価を目的としており、材料磁化に注目した交流 M-H 評価装置の市販品は見当たりません。この測定を必要とする研究者は、自作した装置で特性評価をしていると思われます⁽²⁶⁾⁽²⁷⁾。

同様に著者らは、医療応用を目的とした磁性ナノ粒子の特性評価の一環として開発した AC 磁化過程測定装置を、軟磁性材料の特性評価に応用するために分解能向上など開発を継続しています。この装置の特徴は後述しますが、トロイダルコア形状に成形しない粉末試料やバルク試料の M-H ループを測定できるメリットがあります。

本節では著者らの自作装置を例に、装置の特徴や構成、測定からデータ解析までの一例を紹介します。装置を自ら構築し特性評価に挑戦したい方だけでなく、市販装置で測定を実施している方々にとっても、装置の構成要素やデータの処理過程について理解を深めることは得られた結果のより深い理解に繋がると考えられますので、参考にしていただけたらと思います。

2-3-2-5-1 本装置の特徴

ここでは、著者らが開発をしている装置の概要について説明します。表3に現在の仕様をまとめました。ここで紹介する装置⁽¹¹⁾⁽²⁸⁾⁽²⁹⁾が市販装置と大きく異なる点は、

- 磁束密度ではなく、材料の磁化を測定対象としている
- 任意の試料形状で測定可能(リング形状への成形必要なし)
- 磁性流体の測定が可能
- 印加 AC 磁場の振幅が大きい(任意形状の試料でも磁化が飽和する)
- 独立して DC 磁場を印加できる

が挙げられます。

B-H ループ測定ではコア材料のインダクタとしての特性評価が目的でした。一方、その前段階として軟磁性材料の開発をする上での基礎研究では、材料磁化 M を評価する必要があります。また、磁化の線形応答領域を超えた非線形領域での特性を評価するためには、磁化を飽和させることができ

表3 AC 磁化過程測定装置の仕様⁽²⁸⁾⁽²⁹⁾。

温度範囲	室温
周波数範囲	20 k-1 MHz
交流振幅	5-70 mT
測定感度(分解能)	$2 \times 10^{-7} \text{ Am}^2$ 程度(12 bit)
試料形状	粉末, 液体 バルク(ロッド他)

る大振幅の磁場を印加する必要があります。このように、材料の開発・研究に用いることを前提に本装置を開発しています。

2-3-2-5-2 装置の構成

本装置における磁場は、空芯ソレノイドコイルに高周波電源とLC回路(ソレノイドコイル+コンデンサ)の共振を利用して生じる大電流を通电して発生させます。発生した磁場や材料磁化の検出にはピックアップコイル法を採用しており、空芯ソレノイドコイルの内部にピックアップコイルを設置しています。ピックアップコイルで磁束 B ではなく材料磁化 M を検出する方法については後述します。ピックアップコイルに生じた誘導起電力を、オシロスコープで計測後、データ処理して $M-H$ ループを得ています。

測定の概略は図14に示しています。また、励磁コイルを電磁石の磁極間に配置することで、DC磁場バイアス下でのAC磁化特性を評価することも可能です⁽¹¹⁾⁽²⁹⁾。以下に、それぞれの構成要素について簡単に説明します。

(a) 励磁コイル

励磁コイルは内径14 mm、長さ約50 mmの空芯ソレノイドコイルとなっており、線径0.04 mmの素線660本が束ねられたリッツ線(外径約1.6 mm)を巻いて作製しています。コイルのインダクタンスは約10 μH となっています。コイルの形状と概要を図15に示します。

(b) 共振用コンデンサ

本装置は、図14に示すように励磁コイルのインダクタンス L 、コンデンサ回路のキャパシタンス C の直列共振回路を構成しています。コンデンサ回路中には、複数の高耐圧フィルムコンデンサ(各40 nF)と1台の真空可変コンデンサがあり、それらを複数のスイッチで切替え、回路の静電容量を変更し共振周波数を設定できます。

(c) 高周波電源

1 kW の出力を持つThamway T142-6013を使用しています。発振周波数は20 kHz-1 MHzの範囲で設定可能です。電源の出力インピーダンスが50 Ω のため、負荷回路(コンデンサ回路+励磁コイル)とのインピーダンス整合をとるために、500 kHzでインピーダンス50 Ω となるように設計されたトランスを介して磁氣的に接続します。

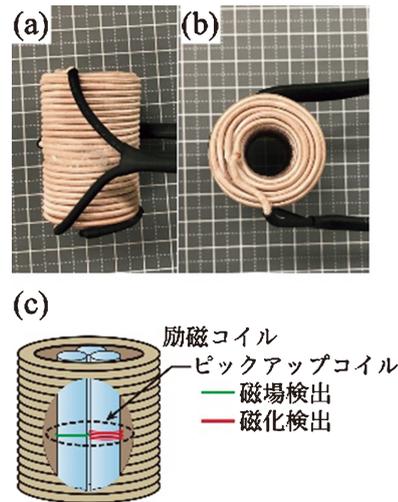


図15 励磁コイルの(a)側面と(b)上面、および(c)励磁コイル内ピックアップコイルの配置概略。

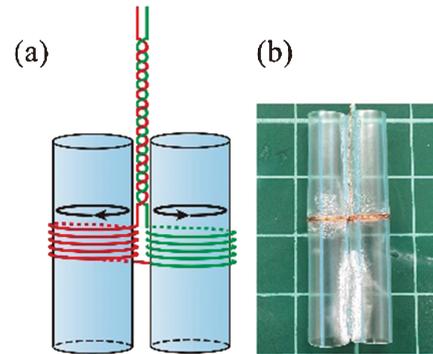


図16 磁化用8の字ピックアップコイルの(a)概念図と(b)その写真。

(d) ピックアップコイル

磁場、磁化の検出用ピックアップコイルは、線径0.06 mmの銅線を、外径6 mmのストローに巻いて作製しています。磁場用は巻数1のシングルターンコイル、磁化用は右・左回りにそれぞれ5巻を直列接続した8の字ピックアップコイルとして作製しています。

図16に磁化用8の字コイルの概念図と写真を示します。右回り・左回りのコイルの両者に同じ数の磁束が鎖交し時間変化する場合、それぞれのコイルに生じる起電力は相殺されます。測定時には片方のコイルにのみ試料を挿入し、磁化による磁束の変化分だけ検出することができます。ピックアップコイルを巻いたあと、配線部分で閉回路を作り磁束が鎖交しないよう撚り線にしてBNCコネクタに接続し、オシロスコープに入力します。

測定できる試料の形状はこのピックアップコイルに収まる範囲で任意ですが、著者は、おおむね直径5 mm、長さ20 mm以内の形状で測定を実施しています。

(e) オシロスコープ

H , M それぞれの誘導起電力をテレサイン・レクロイ社の

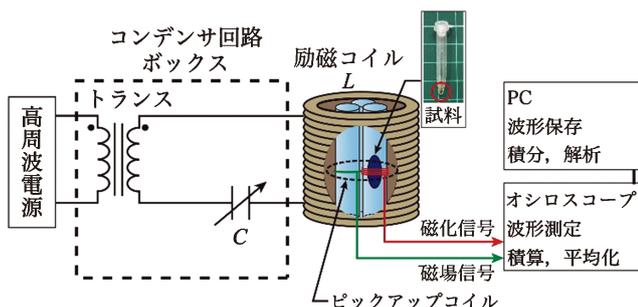


図14 装置の概略図。

HDO 4034A を用いて測定しています。プリアンプの帯域は 350 MHz で、AD 変換の精度は 12 bit です。また、入力カップリングは DC 50 Ω としています。実際の測定では約 1 周期分の波形を 1 セグメントとし、125 セグメントを積算し平均化した波形を測定結果として採用しています。この処理はオシロスコープ内で実施できます。測定のトリガーには、 H の信号を用いています。そのほか、磁化信号の高調波成分の測定や積分の精度向上のため、1 波形あたりのデータ点が設定できる最大値となるように測定条件を選択しています。

(f) データ解析用 PC

オシロスコープで測定したデータは、PC に取り込みデータ処理後ヒステリシスループとなります。ピックアップコイルで検出できる誘導起電力 (V_H , V_M) は磁場、磁化によって生じる磁束の微分信号 (Φ_H , Φ_M)

$$V_H = \frac{d\Phi_H}{dt} = A \frac{dH}{dt}, \quad V_M = \frac{d\Phi_M}{dt} = B \frac{dM}{dt} \quad (26)$$

であるので、それぞれの信号強度をエクセルなどで数値積分し $H(t)$ および $M(t)$ を得ます。ただし、測定時には比例係数 A, B は不明ですので、較正をする必要があります。

2-3-2-5-3 測定例(生データからループ作成まで)

実際の測定手順および、測定データを M - H ループに変換し、データ解析を行うまでの手順について紹介します。

(a) 励磁周波数と磁場振幅

電源の出力周波数を設定し、共振周波数に対応したコンデンサ回路のスイッチ切替を行います。測定したい磁場の振幅を設定します。上述したように、磁場、磁化の微分信号を積分する時点では、式(26)の比例係数は未知です。後ほど、較正用の試料を用いてこれらの係数を実験的に決定します。概算でこの値を決定する場合、ピックアップコイルの断面積 $S[\text{m}^2]$ 、出力する磁場振幅の磁束密度 $B_0 = \mu_0 H_0 [\text{Wb}/\text{m}^2]$ を用いて、

$$\Phi(t) = \mu_0 H_0 S \sin \omega t \quad (27)$$

とコイルに鎖交する磁束 Φ を求めます。また、角振動数 ω は測定周波数 $f[\text{Hz}]$ を用いて $\omega = 2\pi f$ です。これらから、磁場信号 V_H を、

$$V_H = 2\pi f S \mu_0 H_0 \cos \omega t = V_{\text{peak}} \cos \omega t \quad (28)$$

と求めることができ、 V_{pp} (peak to peak) $= 2 V_{\text{peak}}$ を見積もることができます。この V_{pp} が得られるように電源の出力を調整します。コイルへ通電する電流から直接 H を計算することもできます。

(b) 磁場およびバックグラウンドの測定

磁化の検出に用いる 8 の字ピックアップコイルは、磁場による誘導起電力をキャンセルしますが、2 つのコイルの出力は完全には一致せず、僅かに誘導起電力が生じてしまいます。著者らはこれをバックグラウンド (V_{BG}) と呼び、測定後に補正しています。 V_{BG} 信号は、 H_0, f によって異なるため、試料を挿入する前にその都度測定を行います、これをブランク測定と呼んでいます。

(c) 試料磁化の測定

ブランク測定で V_{BG} 信号を得たのちに、試料を 8 の字コイルの一方に挿入し、磁化信号 V_M の測定を行います。図 17 に、磁性ナノ粒子懸濁液(リゾビスト®)を $f = 58 \text{ kHz}$ 、振幅 $\mu_0 H_0 = 20 \text{ mT}$ で測定した際の $V_H(t)$, $V_M(t)$, $V_{\text{BG}}(t)$ を示します。

(d) データ解析

(d-1) バックグラウンド(BG)の補正

測定で得られるデータは、 $V_H(t)$, $V_M(t)$, $V_{\text{BG}}(t)$ の 3 系列になります。このうち、 $V_M(t)$ には磁化 M による起電力 $V_{M_0}(t)$ とピックアップコイルの BG 信号 $V_{\text{BG}}(t)$ の両者が含まれます。そのため、 $V_{M_0}(t) = V_M(t) - V_{\text{BG}}(t)$ と差分をとります。

(d-2) 積分および補正

BG の処理をした $V_{M_0}(t)$ および、 $V_H(t)$ をそれぞれ積分します。図 18 に積分後の各波形を示しています。 $V_{M_0}(t)$ の積分では、信号電圧に重畳している磁化のシグナルではない DC 成分も含めて積分されるため、積分後に DC 成分の効果を差引き補正します。

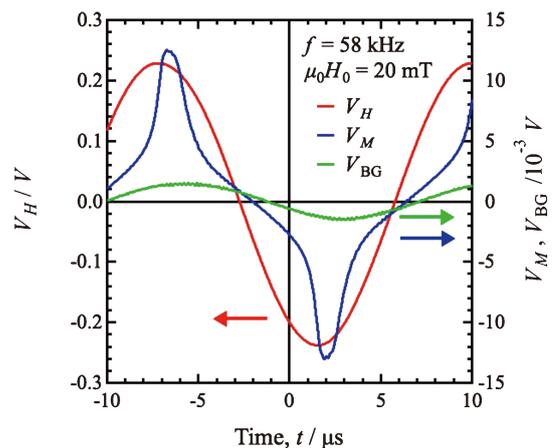


図 17 磁性ナノ粒子(リゾビスト®)を $f = 58 \text{ kHz}$ 、振幅 $\mu_0 H_0 = 20 \text{ mT}$ で測定した際の $V_H(t)$, $V_M(t)$, $V_{\text{BG}}(t)$ 。

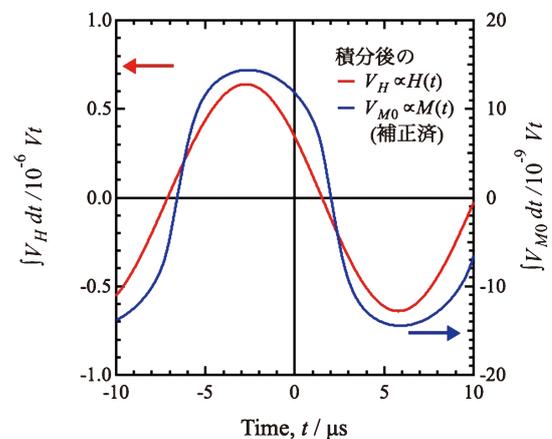


図 18 積分後の $V_H(t)$, $V_{M_0}(t)$ 。さらにオフセット補正後の $V_{M_0}(t)$ を右軸に示す。

(d-3) ヒステリシスループの描画

積分後の V_H , V_{M0} を用いてループを描かせたものが図19になります。縦・横軸の単位は変換前ですが、ヒステリシスループとして最終形状が得られています。AC 磁場によるループ形状の変化(損失の発生)を比較するため、VSM で測定した DC ループも併せて示しています。

縦・横軸を正しい単位に変換するためには、ピックアップコイルごとに、式(26)の比例係数 A , B を求めておく必要があります。解析的に計算もできますが、実際にはピックアップコイルの歪み、微小な不均一など様々な要因で誤差が生じるため、実験的に求める必要があります。

(d-4) 縦・横軸の較正

較正係数を実験的に決めるために、損失のない標準試料の測定を用います。図20に示したヒステリシスループは、イットリウム鉄ガーネット ($Y_3Fe_5O_{12}$: YIG) の単結晶を直径 3 mm の球状に成形した試料の AC 測定の結果です⁽¹¹⁾。試料を球状にすることで反磁場係数は 1/3 と厳密に定まります。63号 8号掲載⁽¹⁾の「2-3-1 磁気測定の基礎：静的磁化測定」において、「2-3-1-4-1 磁化曲線に影響を及ぼす因子(A)反磁場」でも説明しましたが、試料の磁化が既知であれば反磁場係数を用いて、試料が飽和する磁場(飽和磁場, H_s)を計算することができます⁽¹⁾。

YIG は保磁力が非常に小さく、うず電流損失もほとんどなく、DC 測定と AC 測定で同じヒステリシスループが得られるため、較正試料として最適であると言えます。実際には、この試料の飽和磁化 M_s および、飽和磁場 H_s を DC 測定(VSM)から求め、AC 測定で得られた M_s , H_s がその値に一致するように係数を定めました⁽¹¹⁾⁽²⁷⁾。このような測定で、横軸と縦軸を同時に較正することができます。図19の反対軸が較正後の値になります。

以上のような手順で、実験解析を実施し磁性体の AC ヒステリシスループを測定することができます。

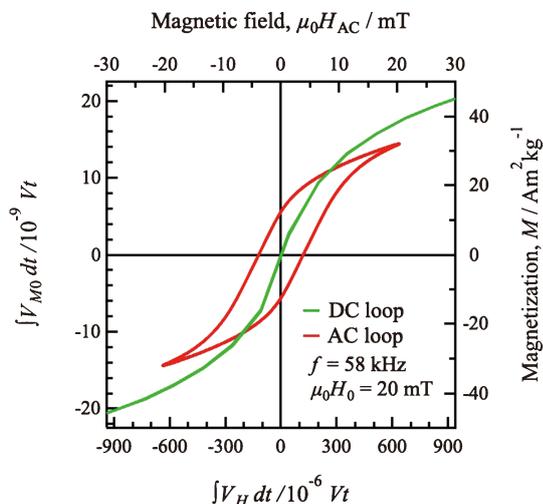


図19 磁性ナノ粒子(リゾビスト®)の M - H ループ。積分後の $V_H(t)$, $V_{M0}(t)$ で描画。右縦軸は較正後の値⁽¹¹⁾を示す。緑実線で DC 測定で得られた M - H ループを示す。

(e) 測定上の問題点

ピックアップコイルを用いた AC 磁気測定で問題となるのが、磁化の絶対値です。ピックアップコイルでは磁束(磁場, 磁化)の時間あたりの変化($d\Phi/dt$)を検出します。これは、相対的な磁化の変化量を測定することになるため、 M - H ループの原点を原理的に決定できません。ただし、AC 磁場のみを用いて測定する場合、信号電圧の振幅中心がゼロであるとして、(d-2)で説明した積分を実施する際の積分定数をゼロとするのが一般的です。

一方、磁化の DC 重畳特性を評価する際に行われるように、1次コイル(1次巻線)に通電している DC 電流に対して AC 変調を重畳させて磁場発生させる場合、あるいは AC 磁場とは別に独立した外部磁場として DC 磁場(DC バイアス磁場)が印加されている場合、DC 磁場で誘起された静的な磁化はピックアップコイルで検出することができません。したがって、積分定数を決定することが困難であり、 M - H ループの原点を決定することができません。

以上のことから、一般にピックアップコイルを用いた計測では、ループ測定から損失を評価できますが、得られる磁化は絶対値ではなく、相対的な変化量として得られることを理解しておく必要があります。

2-3-2-6 その他の磁気計測

これまで材料の磁気的測定として、基本的な物理量である磁化の測定方法について述べてきました。しかし磁気のかかわる物理現象の計測は多岐にわたります。この章では、これまで紹介した磁化測定に加えて他の磁化測定や材料評価に重要な磁気測定について簡単に紹介します。

2-3-2-6-1 その他の磁化測定

ここまでは VSM を中心として SQUID 磁束計など、一般

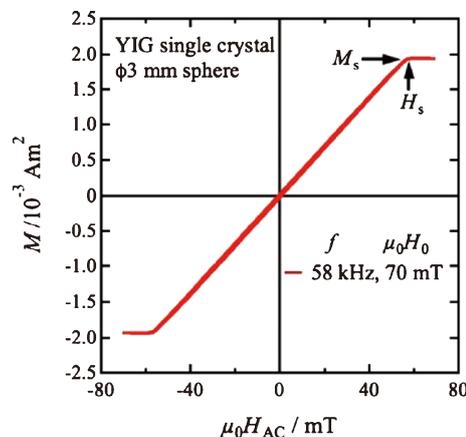


図20 較正用 YIG 球の $f = 58$ kHz での AC ヒステリシスループ⁽¹¹⁾。ループの傾きは反磁場係数を反映しており、飽和磁化 M_s と反磁場係数で定まる飽和磁場 H_s を明瞭に観察することができる。

によく用いられる磁化測定について紹介してきました。ただし、場合によってはこれらの測定だけでなく他の方法も利用されます。ここで代表的な幾つかの手法について紹介します。

2-3-2-6-1-1 強磁場パルス磁化測定

この手法は、磁化過程測定に強磁場が必要な場合に短時間だけ強い磁場を発生させるパルス磁場^(7, p.119)を用いて測定する方法です。パルス磁場法では $10^{-3} \sim 10^{-6}$ s程度の短時間だけ磁場を作り出し、その磁場強度は30~100 Tに及びます⁽³⁰⁾。時間変動する磁場によって誘起される試料の磁束を検知する方法は、外部磁場を打ち消して試料の磁束だけを検出するAC測定と同様であり、ピックアップコイルからの磁化信号を積分して試料の磁束を得ています。この方法は主に磁気物性の計測に用いられ、磁気秩序の磁場強度依存性などの情報が得られますが、電気伝導性のある試料では高速の印加磁場変化の影響がわず電流を引き起こすため、試料形状などに配慮が必要となります。

2-3-2-6-1-2 磁気天秤法⁽²⁾

この手法は歴史的に最も古くから磁化測定に用いられた方法で、ファラデー法(Faraday Balance)とも呼ばれます。原理は非常に基本的で、磁石が磁場(正確には磁場の勾配)によって力を受けることを利用します。磁化 M は磁場勾配(磁場の場所依存性)の存在する空間では力 F を受けます。図21では z 軸方向に沿って磁束密度の変化が生じており、磁場勾配 dH/dz が生じています。すると、磁化 M に働く力 F は、

$$F = Mv\mu_0 \frac{dH}{dz} \quad (29)$$

と表すことができます。ただし、 v は試料の体積です。式(29)から磁化 M に対して一様な磁場中では力が働かず、不均一な磁場中で力が働くことがわかります。この力を力学的に測定する手法が磁気天秤法です。図21に示すように電磁石の磁極の中心(a)では磁場は一様であり、磁場勾配がないため力は働きません。一方、磁極片の端(b)では磁場勾配があり、磁化が存在すれば磁場の強い方に力が働きます。

力の測定には多くの手法が考えられますが、主に化学天秤が用いられてきました。実際に、電磁石の上方に置いた天秤

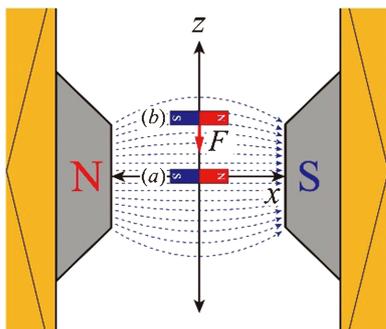


図21 磁気天秤の原理(電磁石の磁場分布と磁気力の概念図)。

から石英棒などで試料をつるして図21中の位置(b)に試料をおいて力の変化を観測します。試料の保持には石英のバスケットなどを使うため、高温での測定が容易となり、熱磁化曲線の測定が可能となります。電磁石を用いる方法では、磁場ゼロ付近で磁気勾配も小さくなるため、磁化曲線の測定は困難で、磁化率の測定に利点があります。

超伝導マグネットを磁場発生装置に用いる場合、独立した磁場勾配用コイルを用いると磁場と磁場勾配が独立して変えられるようになり、磁場ゼロ付近でも測定が可能で、いずれにしても力学的測定は天秤のような機械的測定装置によるため、振動や試料の設置などに高度な熟練が必要となります。

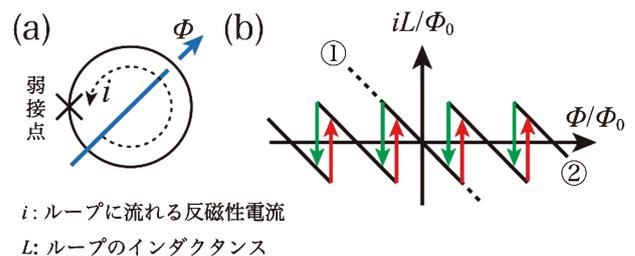
2-3-2-6-1-3 SQUID 磁力計の動作原理^(7, p.113-114) (31)

63号8号掲載⁽¹⁾の「2-3-1 磁気測定の基礎：静的磁化測定」で紹介したように、SQUIDは超伝導ループの量子効果を利用した計測素子です。超伝導ループの中には量子磁束($\Phi_0 = h/2e = 2.07 \times 10^{-15}$ Tm²)の整数倍の磁束しか存在しない性質があります。SQUIDの動作はジョセフソン効果で説明されますが、ここではよく利用されるRF-SQUIDの動作を、単純化した弱接点モデルにより説明します⁽³¹⁾。

RF-SQUIDで用いられる超伝導ループは、弱い臨界電流で超伝導が壊れる部分(弱接点)を一つ有し、図22(a)に示すように簡略化して表されます。このループに外部から磁場を印加するとループには図22(b)のように外部からの磁束 Φ を完全に打ち消す反磁性電流(i)が流れます。もし弱接点がないとき i は①のように原点を通る電流として流れます。弱接点のある回路では i がある大きさ(臨界電流)に達するとループ内に1量子磁束を取り込んで i は減少し、図22(b)②のようにノコギリ状に変化します。

このような性質を持つ弱接点回路に20 M~200 MHzのRF磁場を印加する使い方をRF-SQUIDと呼び、概略図を図23に示します。点線で囲まれたSQUID素子(リング状の超伝導ループ)、動作コイル(右)と計測用のDC磁束超伝導トランスのコイル(左)は液体ヘリウム中に置かれています。

超伝導ループ内の動作コイルにRF電流を流して磁場を発生させたときのSQUID素子の挙動を図24に示します。RF磁場の振幅を増加させていくとRF磁場コイルの両端の電圧振幅は直線的に増加しますが、弱接点で反磁性電流が変



i : ループに流れる反磁性電流
 L : ループのインダクタンス

図22 (a) 弱接点をもつ超伝導ループの概略図と(b) ループに流れる反磁性電流(iL/Φ_0)の外部磁束(Φ)依存性。

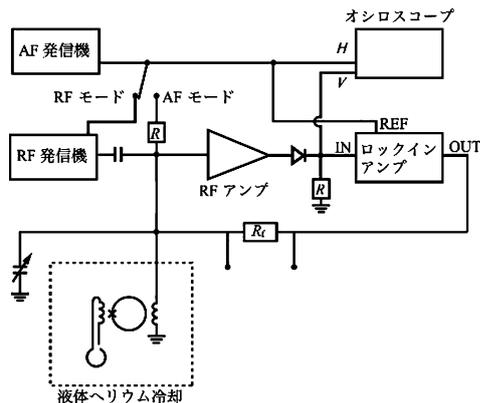


図23 SQUIDによる磁束変化測定用回路の基本図⁽³²⁾。スイッチの切り替えによって、RFモードで図24(a)、AFモードで図24(b)の波形が得られる。

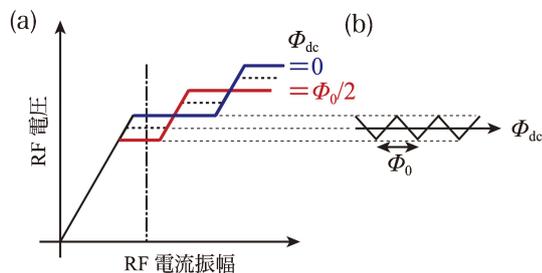


図24 (a) RF電圧のRF電流振幅に対する変化。(b) RF電圧のDCバイアス磁束(Φ_{dc})に対する変化。(b)の波形を得るためには、RF電流振幅を一点鎖線の大きさに固定する。

化するまでに達すると、磁束のジャンプによるエネルギー損失が起りコイル両端の電圧は、エネルギー損失を十分に補充するまでは変化せず一定になります(図24(a))。さらに電流を増加させると、2番目の磁束ジャンプに至るまでは直線的に電圧が増加して、次々とステップ状の変化をすることになります。このステップは超伝導ループ内に存在するDC磁束により位置と高さが変化して、RF磁場の値を適当に設定するとDC磁束に対してRF電圧はDC磁束に対して三角波状の周期的な変化をします(図24(b))。この一周期が1量子磁束(Φ_0)に相当します。

このDC磁束の変化を三角波の数を数えて測る方法が考えられますが、通常はDC磁束を低い周波数(f_0 , 1k~100kHz)でAF変調し、測りたいDC磁束を負帰還(ネガティブ・フィードバック)電流による磁束で打ち消すゼロ点法が用いられます。図23の回路では、外部磁束が図24(b)の三角波の谷底ではAF周波数 f_0 でのロックイン検波後の出力がゼロになる事を利用し、ロックインアンプの出力を負帰還電流としてSQUID素子にもどすと、計測対象の磁束は負帰還電流に比例することになります。計測対象の磁束の変化は超伝導トランスによりDC電流としてSQUID素子内のコイルに伝達します。このようなRF-SQUIDの磁束分解能は(1/1000) Φ_0 以下となり、高感度な測定が可能となります。

2-3-2-6-2 磁気異方性の測定(トルク測定)

2-3-2-6-2-1 磁気異方性⁽¹²⁾

磁性材料の特性を表す物性に磁気異方性があります。強磁性材料の用途は磁気異方性の大きさで分類することが多く、磁気異方性の大きな材料は磁石材料、小さな材料は軟磁性材料、磁化方向の制御が可能な磁気異方性を有する磁気記録材料のようにまとめられます。この磁気異方性は材料の結晶対称性と試料形状に大きく依存し、磁気異方性エネルギー E_a は次式で与えられます。

$$E_a = K_u \sin^2 \theta \quad (\text{一軸異方性}) \quad (30)$$

$$E_a = K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) \quad (\text{立方異方性}) \quad (31)$$

式(30)は対称性の低い一軸性結晶の異方性を表し、 K_u は一軸磁気異方性定数と呼ばれます。 θ は一軸磁気異方性主軸からの磁化の角度を示します。形状による磁気異方性もこの中に含まれます。式(31)は立方対称性を持つ結晶の持つ磁気異方性エネルギーを示し K_1, K_2 は立方対称磁気異方性定数と呼ばれ、 $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ は結晶の立方軸([100], [010], [001])に対する磁化の方向余弦を表しています。それぞれエネルギーの次元(J/m³)をもっています。

2-3-2-6-2-2 磁気異方性の測定方法(トルク測定)⁽²⁾

磁気異方性エネルギーを決定するには、試料を磁場中に置いて磁場を回転させてトルクを測定する手法があります。例えば一軸異方性のある試料を一様磁場中に固定して異方性主軸を含む面内で磁場を回転させるとします。その時の主軸と磁化の角度を θ とすると、試料には次式のようなトルク $L(\theta)$ が発生します。

$$L(\theta) = -\frac{dE_a}{d\theta} = -K_u \sin 2\theta \quad (32)$$

このトルクを測定すれば磁気異方性エネルギーの大きさが決定できます。また次節で述べる磁気共鳴にも磁気異方性は大きな影響を与えます。

磁気トルクの測定にはいくつかの方法が使われていますが、主にはリン青銅線などのバネ材料のねじり剛性を用いるねじり法、ひずみゲージを用いる方法が使われます。古典的なねじり法(図25)では、電磁石上部から10cm程度のリン青銅線、石英棒などを介して試料を磁極中心に置きます。電磁石を回転させると試料にはトルクが発生しますが、試料の回転角を光学的に検知してその出力を引き戻しコイルに流し、逆トルクを作って試料を回転しないようにします(ゼロ点法)。この時の逆トルクを作る引き戻しコイルに流れる電流を測定すれば磁気異方性が求められます。

超伝導磁石を用いると強い磁場下での磁気異方性エネルギーが測定可能となります⁽²⁰⁾。トルクの検知にはひずみゲージを用い、ゲージを試料に貼り付けます。この場合、磁場を回転させることは困難で測定系を磁場中で回すことになりません。

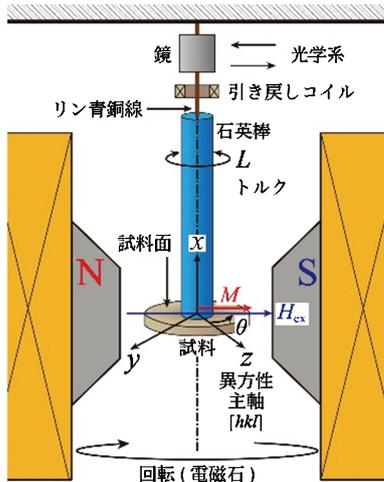


図25 トルク法の概念図。異方性主軸を含む面に磁場印加した場合、異方性主軸を印加磁場方向に向けるトルクが生じる。

2-3-2-6-3 共鳴法(強磁性共鳴)⁽¹²⁾⁽³³⁾

磁化や核磁気モーメントの源である角運動量は、磁場が存在すると磁場の周りに歳差運動を起こし、磁気共鳴と呼ばれています。水素原子の核磁気モーメントの磁気共鳴は、化学分析や磁気共鳴イメージング(MRI)に利用されて役に立っています。電子の場合、共鳴周波数(ラーモア周波数)は外部磁場を $B_0 = \mu_0 H_0$ と表して、

$$f_L = \gamma B_0 = \left(\frac{ge}{4\pi m_e} \right) B_0 = 28.03 [\text{GHz T}^{-1}] \quad (33)$$

と表せます。ここで e は素電荷、 m_e は有効質量を表し、 g (電子の g 因子) は磁気モーメントと角運動量の比例定数となっています⁽¹³⁾。

強磁性体などでは磁気共鳴は電子の集団運動として取扱(キッテルモード)が可能で、共鳴周波数 ω_0 は飽和磁化 M_s と磁場振幅 H_0 、異方性磁場 $H_{ax, az, ay}$ や反磁場係数 $N_{x, y, z}$ を使って、

$$\omega_0^2 = (\gamma\mu_0)^2 \left\{ H_0 + \frac{1}{\mu_0} (N_x - N_z) M_s + (H_{ax} - H_{az}) \right\} \times \left\{ H_0 + \frac{1}{\mu_0} (N_y - N_z) M_s + (H_{ay} - H_{az}) \right\} \quad (34)$$

と表せます。球状試料の場合は簡単に、

$$\omega_0 = \gamma\mu_0 \left(H_0 + \frac{2K_1}{\mu_0 M_s} - M_s \right) \quad (35)$$

と表せます⁽¹²⁾。この共鳴周波数は反磁場の影響と磁気異方性の項を含み、磁化や磁気異方性の情報を得ることに利用されています。

フェライトなどの軟磁性体では外部磁場(H_0 や B_0) がゼロでも磁気異方性の存在に依って自然共鳴と呼ばれる磁気共鳴が起こり、透磁率の低下を引き起こします。透磁率はやはり複素透磁率で表され、前出の表式と類似の式で表せます。また透磁率の高い材料では共鳴周波数が低下することになり、この透磁率と周波数の関係はスヌークの限界として知られて

います⁽⁸⁾。

2-3-2-6-4 さらに発展的な測定法⁽²⁾⁽³³⁾

これまで磁気的性質の中で重要で基本的な物理量である磁化の測定方法を紹介してきました、ここで紹介した方法以外にも磁化や磁気モーメントを反映する測定方法があります。代表的なものとして中性子回折⁽²⁾とメスbauer分光⁽³³⁾が挙げられます。いずれも粒子線や放射線源を利用するので、簡単に測定することはできませんが、得られる情報は磁気秩序や内部磁場など非常に有益なものです。

中性子回折は原子核を構成する中性子が電荷を持たずスピンを持っていることから磁気に関する情報を与えてくれます。中性子の波動的性質によって結晶格子による回折現象が起こりますが、それらは核由来(核散乱)と磁性由来(磁気散乱)の散乱がふくまれます。磁気散乱を分離することによって磁気構造や磁気モーメントの大きさなどの非常に有益な情報が得られます。

メスbauer効果は、特定の原子核が示すエネルギー損失のないガンマ線の放出・吸収現象です。磁性材料に多く含まれる鉄原子が計測対象となっているため、磁性材料の研究には好都合です。固体中の原子でしか計測できませんが、磁気モーメントの大きさや結晶対称性の影響を核位置から観測できる特徴を持っています。

本講座は、磁気測定の入門であることからこれらの発展的な測定について詳しい解説は省略しますが、物質の磁気的情報を得る手段としては有効な手段です。興味のある方は、チャレンジしてはいかがでしょうか。全国共同利用施設での共同研究・委託測定などで利用することができます¹¹。

2-3-2-7 まとめ

本稿では、発展的な磁気特性評価方法として物質の AC 磁気特性について紹介しました。AC 特性は静的特性と異なり、磁場の時間変化やそれに伴う磁化の緩和、損失など少し難しい概念を取り扱うことになります。ここで紹介したことは基礎中の基礎であり、AC 磁気測定の入口でしかありません。学生読者のみなさんが必要に応じてここから発展的内容をさらに勉強できるように、基礎を省かず説明してきたつもりです、少しでもみなさんの理解につながれば幸いです。

全3回にわたり材料の磁気特性評価について紹介してきました。物質の磁気特性は奥が深く、多くの専門書が出版されています。一方で、それらの本の内容は初学者にとっては難しく感じることも多くあります。読者のみなさんが、それらの専門書にトライし実践する前の準備として、この講座が少しでも役に立てば幸いです。

¹¹ 中性子実験は、茨城県東海村にある実験施設 J-PARC の物質・生命科学実験施設(MLF)に課題を申請することができます。メスbauer分光については大学連携研究設備ネットワークで共同利用設備が検索でき、名古屋工業大学などで共用利用ができます。それ以外に筑波大学などでも受託測定を実施しています。

