

高感度試料振動型磁力計の試作

栄岩哲二* 坂口秀治** 松本光功***

(昭和62年5月30日受理)

Construction of a High-Sensitivity Vibrating Sample Magnetometer

Tetsuji HAEIWA, Syuuji SAKAGUCHI,
and Mitsunori MATSUMOTO

A title magnetometer for measuring the magnetization of soft magnetic thin films was constructed and subjected to a performance test. The vibration of sample is effected by a 1650-rpm induction motor. The frequency and amplitude of vibration adopted are 30 cps and 1 mm, respectively. Magnetic fields up to 90 Oe are applied with a Helmholtz coil. The sensitivity and resolution of this magnetometer and the variation of the magnetic field are 29.8 V/emu, 0.33×10^{-3} emu, and 0.7 Oe/cm, respectively.

1. はじめに

近年、磁気ヘッド用磁性材料における軟磁気特性の向上には目ざましいものがあり、 10^{-2} Oe オーダーの微少保磁力を有する材料も出現してきた。材料開発に携わる者にとっては、この領域の特性を正確に掴むことが材料の開発研究のカギを握っていると言っても過言ではない。一般に、磁化過程を正確に測定する方法として様々な方法があり各々の目的に応じて使い分けられている。それらの方法の中で、簡便でかつ高感度な測定方法として、試料振動型磁力計¹⁾ (以下 VSM と略す) を用いる方法があり、材料開発における測定手段としては最も一般的な方法と言える。VSM の動作原理については別報²⁾ として解説を行っているのでここでは簡単に VSM の特徴を述べておく。

長所として

- (1) Lock-in 検出を行うことにより微弱信号の検出が可能となり、非常に弱い磁化の測定が可能である。
- (2) 試料を振動させるので零磁界中での測定が可能である。(残留磁化の測定が可能)
- (3) 零点移動が無いために静磁界中での測定が可能である。
- (4) 磁化の検出コイル方向成分のみを検出できる。

短所として

* 情報工学科助手
** 大学院修士課程
*** 情報工学科教授

- (5) 磁化曲線を測定する場合、測定に時間がかかる。
- (6) 外部からの振動に弱い。

VSM を用いて軟磁性体の磁化測定を行う場合、零磁界近傍での磁界の分解能を上げる事が重要である。現在、当研究室では、軟磁性材料および硬磁性材料といった相反する材料開発を平行して行っており、両試料の磁化測定には、東英工業社製 VSM P-1S 型を共用してきた。この VSM は、最大10K Oe の磁界を発生できる電磁石と組み合わせた高感度磁束計であるが、磁極に鉄芯が存在するために鉄芯の残留磁化の影響を受け、微小磁界での制御性を上げることが困難であった。両材料の開発を平行して行う関係上、軟磁性材料に適した VSM を専用を持つことが望まれていた。

本論文は、以上のような要求から、軟磁性材料、特に薄膜軟磁性材料の磁気測定を主眼において試作した高感度 VSM についての報告である。

2. 構 成

図1に今回試作した VSM のブロック図を示す。装置は、大きく分けて①試料加振部②信号検出部③磁界印加部の3ブロックより構成されている。以下に簡単に検出方法を説明する。

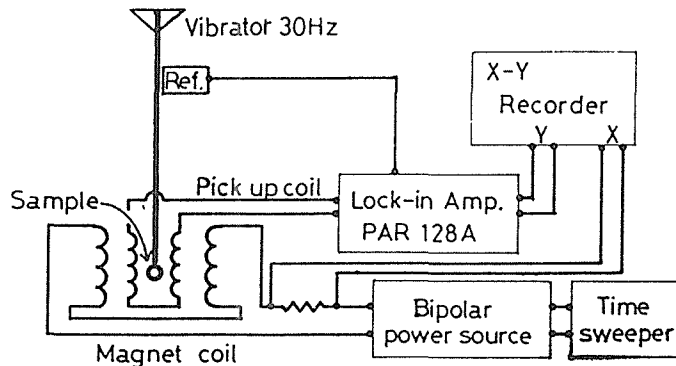


図1 V. S. M. の回路構成

加振器と試料とはコネクタを通してベイクライト丸棒でつながっており、加振器からの振動は一定周波数・一定振幅で試料を振動させる。試料は、磁界中に置かれており、磁界の大きさに応じて磁化しているとすると、試料が振動することによって近くに置かれた検出コイルには磁化の値に比例した振幅を持つ交流電圧が発生する。検出部では信号を Lock-in 検出をすることで振幅に比例した直流電圧を得る事が出来る。この磁化に比例した電圧を X-Y レコーダーの Y 軸に記録する。一方、磁界の大きさは、制御電流に比例するので、駆動回路中に挿入された抵抗両端の電圧を磁界に比例する電圧として X-Y レコーダーの X 軸に与えている。Time-Sweeper を用いて磁界を1ループ分変化させることで、磁化の変化が自動的に X-Y レコーダー上にヒステリシスループとして記録される。

以下、試作した VSM の各ブロック別に設計のポイントを含めて説明することにする。

2-1 試料加振部

加振方法としては、①スピーカー型¹⁾ ②モーター・カム型⁵⁾ のいずれかを使用するのが一般的である。①はフィードバック制御により振動の周波数及び振幅を一定にする必要があるが、不必要な振動の発生が無く測定系全体として振動を低く押さえたい場合に適する。裏を返すと、大振幅化による高出力化を図りたい場合には適さないと言える。一方②は、機構が簡単であり、①の様なフィードバック回路が不用である。また、トルクの大きなモーターを使うことで大振幅化が可能で高出力化に適する。但し、回転運動を往復運動に変換するために不用な振動が発生し、後で述べるように加振部本体の振動を検出コイルに伝えないようにする対策が必要になる。今回の試作には、構造が簡単である②のモーター・カム型を選んだ。

図2に加振器の構造を示す。図に示すように、モーターの回転軸から振動の振幅分だけずれた位置を回転中心とするようにクランクの片端をベアリングを介して固定する。クランクのもう一方の端は、往復運動をするピストンロッドに同じ様にベアリングを介して固定する。これによりモーターの回転運動をピストンの往復運動に変えることができる。加

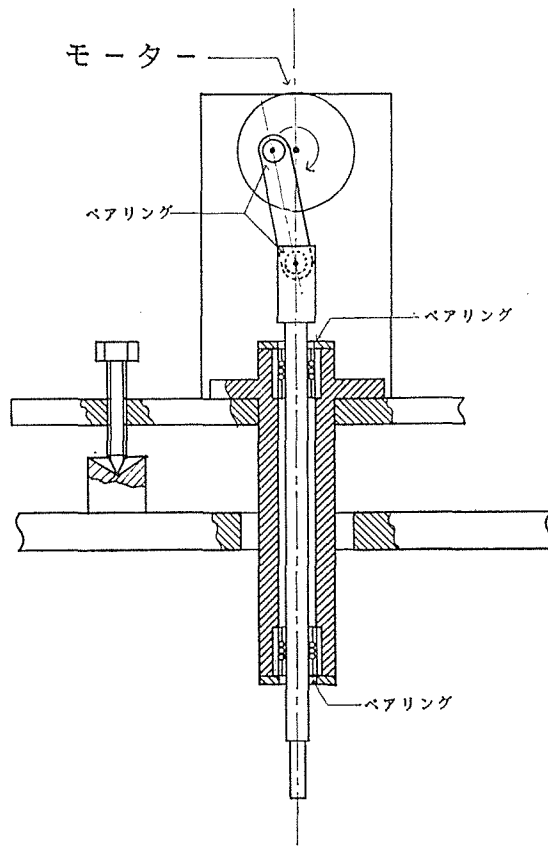


図2 加振部全体図 X-Z 平面
 加振周波数：30Hz，振幅：1 mm，周波数安定性：0.103%，
 使用モーター：Induction motor (1650 rpm)

振部に求められる条件は、振動の振幅と周波数を厳密に一定にし、かつできるだけ正確な波形で単振動させることである。加振周波数が高いほど誘起電圧の振幅は大きくなり検出が容易になるが、機械的な問題及び試料の回りの導体に発生する渦電流による擾乱が問題となるので、20~200Hzの範囲内で選ぶのが一般的である⁴⁾。今回使用したモーターは、オリエンタルモーター製のインダクションモーターである。振動周波数は、モーターの回転数で一義的に決まり、30Hzとなった。振幅は1mmとした。

加振器は、加振ステージをボルト3本によって支持する3点支持とした。ボルトの先端は、滑らかに回転できるように鋭角に加工してあり、このボルトを回すことで試料の位置を微調節できる。

Lock-in Amp. の Reference (以下 Ref. と略す) 信号は、加振器に取り付けた周波数検出器で検出する。周波数の検出方法としては、様々な方法が試みられており、永久磁石とピックアップコイルの組合せ¹⁾、固定電極と振動電極とを向かい合わせたコンデンサー型³⁾などの報告例があるが、何れもフィードバック用の振幅及び周波数の両者の検出を狙っており十分に増幅しなければそのまま Ref. として使えず、回路構成が複雑になってしまう。今回は、振動の周波数のみを検出できれば良いのでシンプルな構造でかつ十分な出力電圧が得られる光センサーを用いることにした。光センサーとしては、発光ダイオードとフォトトランジスターが向かい合った構造のフォトインタラプターを使用した。1V_{P-P}の出力を取り出せるのでそのまま Lock-in Amp. の Ref. 信号として使用できる。

2-2 信号検出部

信号検出部は、検出コイルと Lock-in Amp. から構成されている。検出コイルは、図3に示すように4個のコイルを **i** 型²⁾⁶⁾ に配置した。1つのコイルは最大巻径 30mm、巻数 21,000 回のもので、図中の矢印が示すように上下逆向きに、向かい向うコイルは同じ向きになるように配置し、全てのコイルを直列に接続してある。これによって一定勾配の外来ノイズに対しては各コイルの出力を打ち消す方向に、検出信号に対しては足し合わせる方向に接続されることになる。検出コイルの

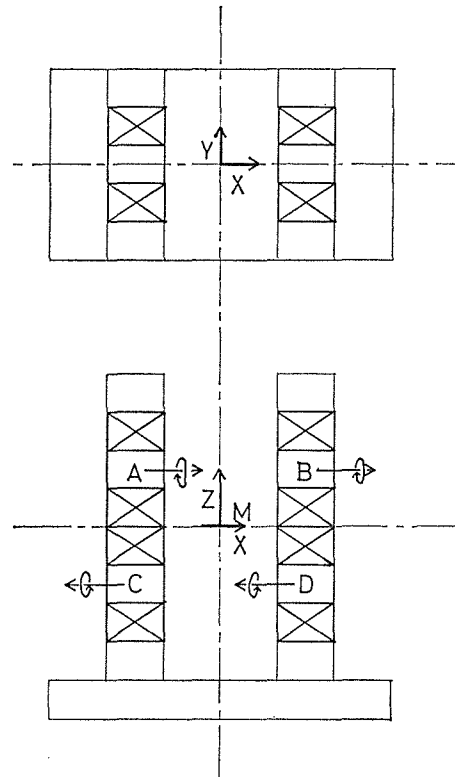


図3 信号検出コイル配置図

総直流抵抗：39K Ω 、コイル巻数：
21000ターン/個、コイル間隔 d ：20
mm

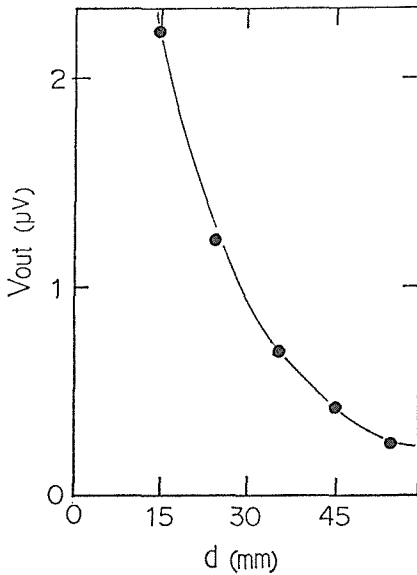


図4 磁気モーメント $1 \times 10^{-3} \text{emu}$ 当りの出力電圧
 V_{out} : 検出コイルへ誘起される電圧, d : 検出コイル間距離

総抵抗は $39\text{K}\Omega$ となった。図4に、試料の磁気モーメント $1 \times 10^{-3} \text{emu}$ 当りに換算した検出コイルの出力電圧をコイルギャップ d の関数として示した。Lock-in Amp. の実用感度を $1\mu\text{V}$ とするとピックアップコイルには $1\mu\text{V}/10^{-3} \text{emu}$ 程度の検出感度が必要である。従ってグラフより $1.5 \mu\text{V}/10^{-3} \text{emu}$ 強の感度が期待される $d = 20\text{mm}$ をコイルギャップとして選び、Helmholtz コイルに固定した。

2-3 磁界印加部

現有 VSM では磁界印加用に電磁石を使用しており、鉄芯の残留磁化のために零磁界付近での磁界の制御性が著しく悪い。この零磁界付近での磁界の制御性を上げることが本研究のポイントである。本 VSM は軟磁性専用ということを考えると大きな磁界は必要ではなく、磁界の制御性を考え空

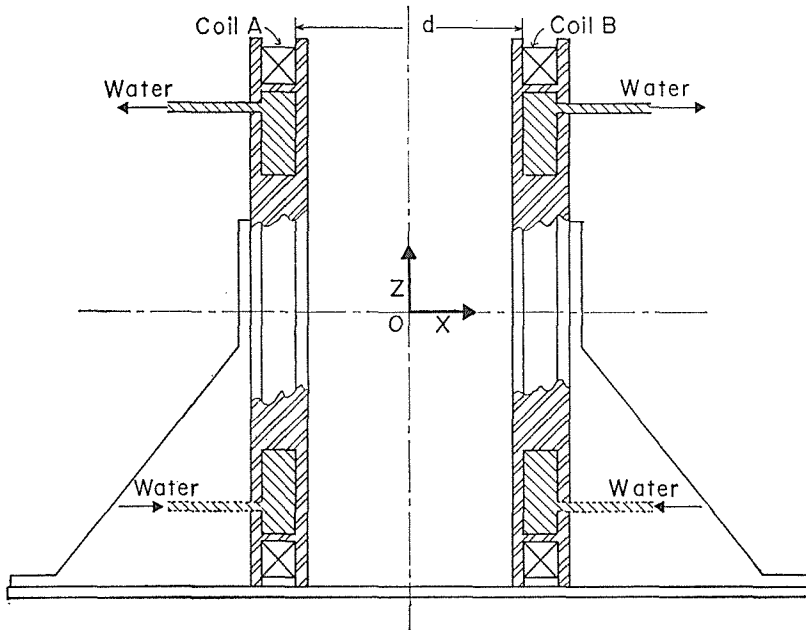


図5 磁界印加部 (Helmholtz coil) X-Z 平面
 コイル間隔: 100mm, コイル半径: 100mm,
 コイル巻数: 223ターン/個, 最大電流: 5 A,
 最大発生磁界: 90Oe

芯型コイルを用いた。これにより零磁界付近での磁界の大きさは、制御電流に比例する。均一磁界を得るために、磁界印加部として Helmholtz コイル (図 5) を用いた。

A. 設 計

検出部の配置に余裕を与えるためコイル間距離は 10cm (従ってコイルの半径 10cm) とした。Helmholtz コイルの中心部での磁界の強さは次式で与えられる。

$$H = 0.716 \times \frac{N \times I_H}{a}$$

ここで、 H は中心点 O での発生磁界、 N はコイルの巻数、 I_H はコイルに流れる電流、 a はコイルの半径である。

いまコイルに流す電流 I_H を最大 5A としたとき、中心 O で最大 100Oe の磁界を得るためには、上式よりコイルの巻数は 223 ターン / 個となる。 I_H が 3A 以上大きくなるとコイルのジュール熱により発熱量が増加する。これによりコイル抵抗が増加し安定した磁界が得られないばかりか、コイルの巻枠を壊す恐れがあるので、コイルの内側に水を流し冷却を行った。

B. 磁界印加部の特性

以下に磁界印加部の特性を示す。図 6 (a) (b) にコイルに流す電流 I_H に対する中心点 O に発生する磁界強度 H の I_H - H 特性を示す。(a) は、最大電流 5A、(b) は、最大電流 1.3A の時の I_H - H 特性である。いずれも I_H と H は比例関係にあることが確認された。図 7 に X 軸線上での磁界分布を示す。両側のコイルを同じ巻数としたとき、X 軸線上の磁界に傾きが現れた。これは、同じ巻数であるにもかかわらず、巻き方の差によって、左右のバランスが崩れたものと思われる。そのためコイル A の巻数を変えて $I_H=1A$ のとき中心点 O について対称な磁界分布となるよう調整した。さらに試料周辺 (X 軸に関して ± 5 mm, Z 軸に関して ± 7 mm の平面内) についての磁界分布を詳しく測定した。その結果、中心点 O の磁界に対して $I_H=1A$ では最大 $\pm 0.0837\%$ 、 $I_H=4A$ では -0.284% 程度のバラツ

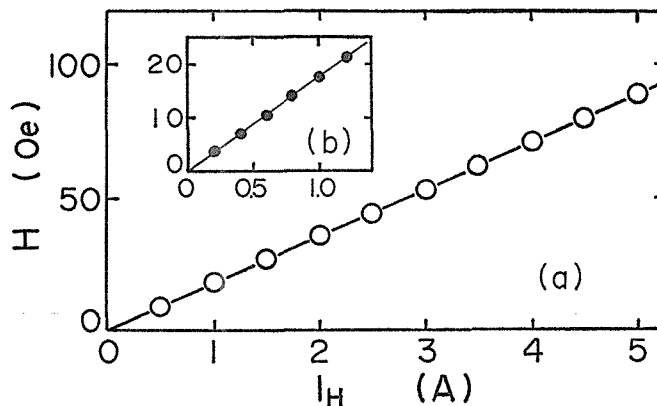


図 6 中心 O における電流—磁界特性
(a) : $I_H \leq 5A$, (b) : $I_H \leq 1.3A$

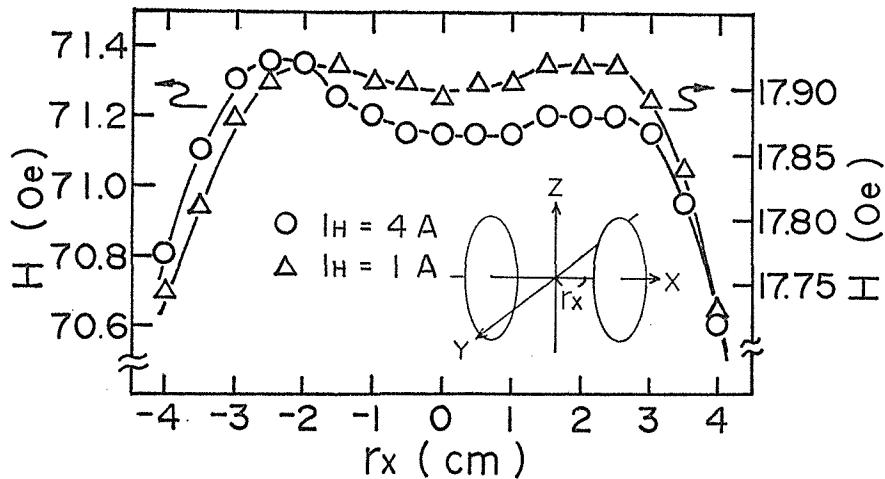


図7 X軸線上における磁界分布
○: $I_H = 4$ A, △: $I_H = 1$ A

キとなった。

C. 電源

磁化測定一周期分(磁界 $0 \rightarrow +H_{\max} \rightarrow 0 \rightarrow -H_{\max} \rightarrow 0 \rightarrow +H_{\max}$)を自動的に行うために、Helmholtz コイルへ流す電流をバイポーラ電源に三角波を入力することで制御した。磁界変動に伴う雑音を減らすため、特に磁化の測定感度を高くした場合雑音を低くおさえるためには、測定器の時定数を長くとる必要がある。その場合、磁界のスweep速度を十分に遅くすることが要求される。

バイポーラ電源としては、高砂社製バイポーラ電源 BWA 35-15 を使用し、制御用に、三角波 5/4 周期分を発生させる Time-Sweeper (以下 Sweeper と略す) を設計・製作した。

D. Sweeper の設計と製作

Sweeper は①三角波発振部②制御部③電源部から成っている。以下に Sweeper の回路図と基本動作を説明する。

① 三角波発振部

図8に示すように積分回路とシュミット回路の組合せで構成されている。図9にそのタイムチャートを示す。 V_A は積分回路の出力、 V_B はシュミット回路の出力である。シュミット回路は 0 V を中心として $\pm V_0$ の方形波を発振する。シュミット回路の出力 V_B を積分回路に入力すると、抵抗 R_0 を通して直線的に電荷が C_0 に蓄められ、出力 V_A には電荷に比例した電圧、つまり、時間的に比例して変化する電圧が発生する。Sweep速度は R_0 を変えることによって制御される。 C_0 をショートしているリレー、シュミット回路への強制 -12 V 入力リレーが共にオフ状態の時は Sweeper の動作状態である。

② 制御部

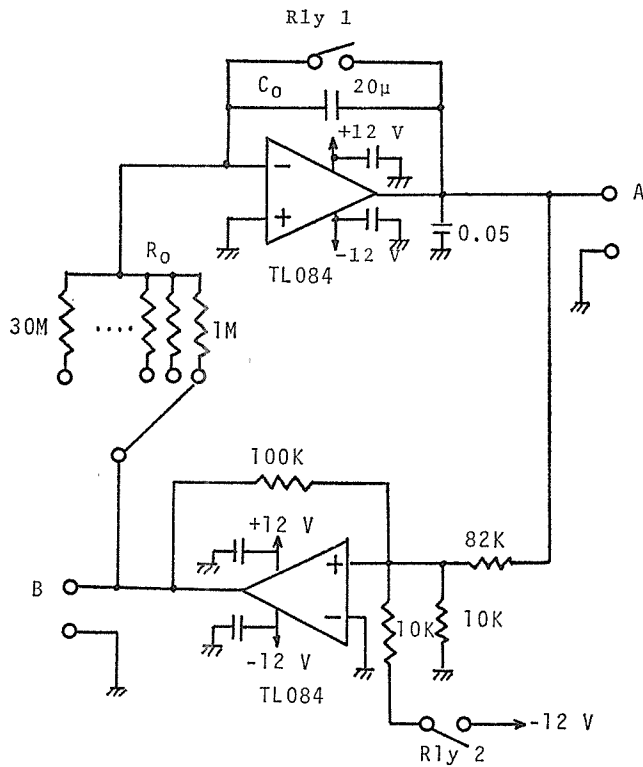


図8 三角波発振部回路図

図9のタイムチャートに示すように、B点での立ち上がり信号を2回検出した後発振を止めるように制御するには、2段の2進カウンタが必要である。また電源投入時のリセットおよび発振の中断を行うためには2進カウンタまたはラッチが必要である。今回使用したBCDカウンタSN7490は2進カウンタと5進カウンタを独立して持っておりIC1個で要求を満たすことができる。さらにR₀とR₀の2種類のリセット入力を持つためにR₀を使った発振の中断が可能である。

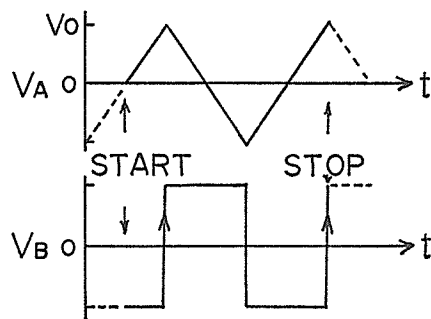


図9 タイムチャート
 V_A: 積分回路の出力Aの電圧,
 V_B: シュミット回路の出力Bの電圧

図10に回路図を示す。制御部は電源投入時の初期化(リセット)と、三角波を5/4周期だけ発生させる制御を行う。リセット状態ではリレー Rly1, Rly2 が作動し、それぞれ積

分コンデンサのショートとシュミット回路への強制的な負電圧入力を行う。START SW (プッシュスイッチ) を押すことで約 1 msec 幅の立ち上がりパルスが SN 7490 の R₀ 端子に入力され、全ての出力端子が 0 にリセットされ、Rly 1 及び Rly 2 がオフとなり発振が始まる。三角波発振部の B 点からの信号は、ボルテージフォロワーを通った後トランジスターにより TTL レベルに変換される。信号は、NAND ゲートを通った後 7490 の B に入力される。NAND を通った事で論理が逆転しているので立ち下りの信号に変わり、2 回カウントしたところで Q_c 出力がセットされ Rly 1, Rly 2 を動作させ、電源投入時と同じリセット状態に戻る。Rly 3 は発振中に作動し、動作確認の為にパイロットランプの点灯と X-Y レコーダーのペンのリモートコントロールを行う。

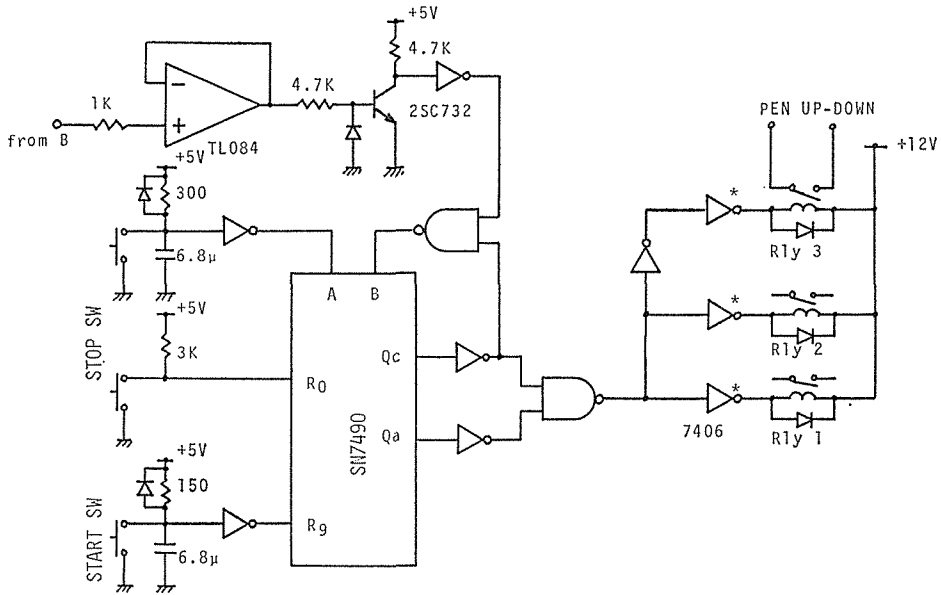


図10 制御部回路図

表1 R₀ に対する磁界走引時間

E. 電源の特性
Sweeper の最大振幅は 9 V、バイポーラ電源の最大増幅度が 7 倍であることから 2 つを組合せることで最大電流は約 4.5 A となり、発生できる最大磁界は、約 90 Oe と当初の設計値より小さくなった。走引時間は、R₀ を変えることで表 1 に示すように 1 分 23 秒から 40 分 38 秒まで幅広く変化させることができる。

| R ₀ (MΩ) | Time (min) |
|---------------------|------------|
| 1 | 1 : 23 |
| 2 | 2 : 43 |
| 3 | 4 : 05 |
| 5 | 7 : 03 |
| 8 | 11 : 40 |
| 10 | 13 : 36 |
| 20 | 25 : 00 |
| 30 | 40 : 38 |

3. 結 果

試料をつけない状態での測定系全体の雑音はできるだけ小さくすることが望ましい。雑音の成分としては装置の振動によるもの、電気的なもの、加振器の安定性等が考えられる。図11 (a) は装置を組み立てた当初の雑音対策を特に行っていないときの装置雑音である。雑音の成分としては、グラフの傾きとして現れる磁界に比例する成分と、Y軸方向に細かく振動する成分の2種類に分けることができる。前者は加振器からの振動、後者は加振周波数のふらつきに原因があることが分かった。以下にそれぞれの雑音対策を示す。

3-1 振動による雑音

加振器から発生した不要な振動が検出部に伝わり検出コイルと Helmholtz コイルの相対振動を引き起こすと、検出コイルには、印加磁界に比例した磁束変化が起こり、磁界に比例する誘起電圧が発生する。従って対策としては、加振器からの振動をできる限り押さえ、両コイルの相対運動を無くすことである。前者の方法として、加振器の架台と検出部の架台を別にし、各々に防振ゴムを敷いた。また、共振周波数を下げるために、両架台に鉄ブロック等のウェイトを乗せ、見かけの質量を大きくした。後者の方法としては、両コイルが互いに動かないようにしっかりと固定した。この結果、磁界に比例する成分をほぼ取り除くことができた。

3-2 加振周波数変動による雑音

加振周波数の変動はモーターの負荷が軽過ぎるために振動による僅かな負荷の変動が変動率としては大きくなってしまいうことに起因する。これについては、アルミ合金製のフライホールを付けることで改善された。その結果、周波数の変動率は、0.103%から0.057%に改善され、雑音は1/5程度に減少した。

図11 (b) は、上記2種類の雑音対策を行った後の装置雑音を示したもので、大幅に改善されていることが分かる。

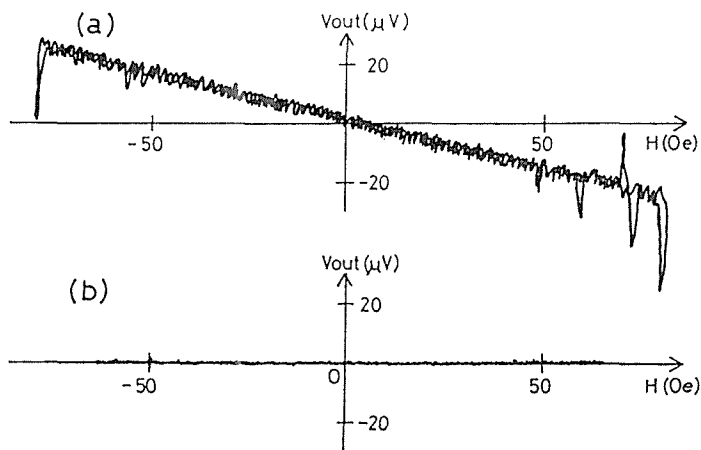


図11 装置雑音
(a) 雑音対策前 (b) 対策後

3-3 装置性能および測定例

今回試作した VSM の全景を写真 1 に示す。表 2 は、今回試作した VSM と現有の VSM (東英工業社製 P-1S) の性能を比較したものである。磁界の分解能 (X-Y レコーダー上での実用感度) は試作機の方が 2 桁弱向上しており、軟磁性材料の測定に適していることが分かる。磁化測定の感度 (1 emu 当りの増幅後の出力電圧) 及び分解能 (S/N=1 を測定限界として定義) は現有機とほぼ同程度の性能を得ており、基本要件を満足することができた。図 12 に代表的な測定例を示す。測定した試料は、5 mm×5 mm 角、厚さ 1900 Å の Fe-Ni 薄膜である。測定結果より、この試料の保磁力は、1.85 Oe であることが分かる。

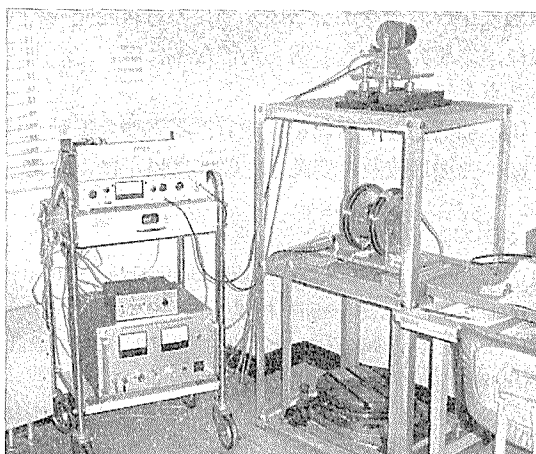


写真 1 V. S. M. 全景

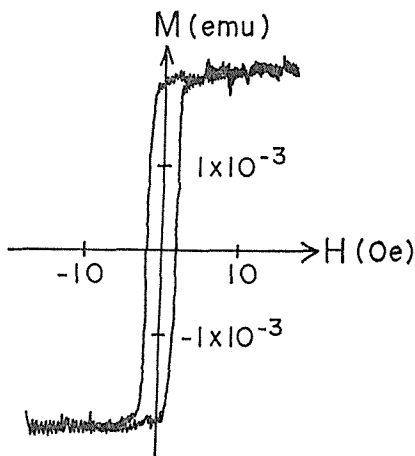


図 12 測定結果
5 mm×5 mm 角、膜厚 1900 Å の Fe-Ni 薄膜試料、Lock-in Amp. の感度：100 μV、時定数：0.3 秒

4. あとがき

軟磁性薄膜専用の VSM としては、弱磁界での磁界分解能と磁化の検出感度の両者を高める必要がある。今回試作した VSM では磁界分解能は既存のものより 2 桁弱向上、磁化の検出感度はほぼ同程度の性能を得ており、既存 VSM に今回の試作機を加えることで、硬磁性用及び

表 2 V. S. M. の仕様及び現有機との比較

| | 本 V. S. M. | 現有 V. S. M. |
|-------|---------------------------|---------------------------|
| 磁界分解能 | 0.74 Oe/cm | 50 Oe/cm |
| 磁化感度 | 29.8 V/emu | 25 V/emu |
| 磁化分解能 | 0.33×10^{-3} emu | 0.20×10^{-3} emu |

軟磁性用の両装置がそろい、今後の材料開発への大きな戦力となることが期待される。最後に、本研究を通して明らかになった試作する上でのポイントの内、特に重要だと思われる2点を示す。

- (1) 加振部と検出部を分離し、不必要な振動を検出部に伝えない。
- (2) 加振周波数の変動率を0.05%以下に安定化する。

参 考 文 献

- 1) S. Foner : Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer ; Rev. Sci. Instr. **30**, pp. 548~557 (1959).
- 2) 松本光功, 柴岩哲二 : 試料振動型磁力計の基本設計 ; 信州大学工学部紀要, 第62号 pp. 11~20 (1987).
- 3) 大林康二 : フォーナー型磁気測定装置 ; 固体物理, **5**, pp. 466~470 (1970).
- 4) 近角聡信編集 : 磁気, pp. 199~200, 共立出版 (1978).
- 5) P. J. Flanders and W. D. Doyle : Motor Driven Magnetometer for Thin Magnetic Films ; Rev. Sci. Instr. **33**, pp. 691~693 (1962).
- 6) G. J. Bowden : Detection Coil Systems for Vibrating Sample Magnetometers ; J. Phys. **E5**, pp. 1115~1119 (1972).