

磁気測定で使用する 校正用 Ni の飽和磁化値の変遷

日本ボンド磁性材料協会
副会長 有泉豊徳



理科年表は、元素周期表・単体の密度・常磁性体及び反磁性体の磁化率・主要な強磁性体のキュリー温度と磁化などを調べるのによく使用しています。今回は強磁性元素である Ni の磁化値の変遷についてお話し致します。2019/11/20 発行 国立天文台編 理科年表の Ni 飽和磁化は、23°C換算で 0.61663(T)です。1989/11/30 発行 理科年表の Ni 飽和磁化は 23°C換算で 0.60741(T)です。(表4 参照) 30 年間で +1.518% 増加しました。Ni の飽和磁化を使用する VSM 振動試料型磁力計の装置精度は±1% なので、VSM 校正用 Ni の 1.518%増加は NG です。IEC 60556 & JIS C 2501-1989 の Ni 飽和磁化は、23°Cで 0.61022(T)です。JIS C 2501-2019 の飽和磁化は、0.61022(T)で 30 年間 変化ありません(下表3 参照)。磁気測定で採用するなら IEC 60556 & JIS C 2501 の 0.61022(T) の変化しない値が好ましい訳です。国立天文台編 理科年表の Ni 飽和磁化値 1.518%増加の理由は国立天文台に問い合わせる予定です。これを機に、1973 年(47 年前) JIS C 2561 記載(表2 参照)の 0.6158(T) から 2019 年までの Ni 飽和磁化値の変遷を表にして、前述 JIS C 2501 の 0.6102(T)を基準とした差異率(%)を表1~表4の各項に表記しました。差異率結果は表1の P. H. Emmited の +2.45%除けば、概ね±1% の範囲内に収まります。(各表の右端セル縦列の差異率項を参照下さい。)

<<Ni 飽和磁化値の変遷 一覧表 (1973~2019) >>

2020/08/30 資料 (文責) 東英工業(株) 磁性部 有泉

東英実測 Ni 温度係数 = -0.051 (%/°C)		任意の測定温度での Ms (T)					23°Cで規格化値した Ms (T)			
							23 (°C)			
出典 (Page)	執筆者 (文献)	σ (emu/g)	温度 (°C)	Ms (kA/m)	Ms (G)	Ms (T)	Ms (kA/m)	Ms (G)	Ms (T)	対基準値 差異率 (%)
JIS C 2501-1989 (p.13)	R.M.Bozorth ⁽¹⁾	54.39	15	484.1	6083.4	0.6083	482.1	6058.6	0.6059	-0.72
JIS C 2501-1989 (p.13)	P.H.Emmited ⁽²⁾	55.50	25	497.0	6245.5	0.6245	497.5	6251.9	0.6252	2.45
JIS C 2501-1989 (p.13)	G.Aubert ⁽³⁾	55.01	20	490.8	6167.6	0.6168	490.0	6158.1	0.6158	0.92
注1 (JIS C 2501-1998 の表1の各項記載は JIS C 2561からの引用)				Ave.=	6165.5	0.6165	489.9	6156.2	0.6156	0.88
表2										
JIS C 2561: 1973~1981	Ni の磁化値は、1982年改訂で削除された。			490.8	6167.6	0.6168	490.0	6158.1	0.6158	0.92
注2 (JIS C 2561は1992年に廃止され、JIS C 2506-2: 2006 に置き換えられた。)										
表3										
JIS C 2501-1989 (p.13)	IEC 60556		23	485.6	6102.2	0.6102	485.6	6102.2	0.6102	基準値
JIS C 2501-1998 (p.14)	IEC 60556		23	485.6	6102.2	0.6102	485.6	6102.2	0.6102	基準値
JIS C 2501-2019 (p.14)	IEC 60556: 2006		23	485.6	6102.2	0.6102	485.6	6102.2	0.6102	基準値
注3 (JIS C 2501 1989, 1998, 2019 及び IEC60556-2016には、Ni 純度 99.995%, 密度は8.90Mg/m ³ と記載されている。)										
表4										
出典 (Page)	執筆者 (文献)	σ (emu/g)	温度 (°C)	Ms (kA/m)	Ms (G)	Ms (T)	Ms (kA/m)	Ms (G)	Ms (T)	
理科年表-1989 (p.539)	国立天文台	54.39	20	484.1	6083.4	0.6083	483.4	6074.1	0.6074	-0.46
理科年表-2020 (p.444)	国立天文台	55.07	24.85	490.2	6160.0	0.6160	490.7	6165.8	0.6166	1.04

- 補足:**
- ① 東英工業製 VSM 取説では理科年表1989 の σ_s (Ms) 値 6074.1(G)を推奨しているが、JIS C 2501-1989 記載の σ_s (Ms) 値 6102.2(G) で VSM を運用する事も多い。
 - ② 23°C換算の温度係数は東英試験結果 -0.051% /°C を用いている。
 - ③ 理科年表-2020 の Ni 温度計算 298k - 273.15k = 24.85°C
 - ④ 密度の小さい試料での補正は、 $Ms = 485.6 * \text{試料密度} / 8.90$ (kA/m) (JIS C 2501-1989 (p.13))

出典・文献

- JIS C 2561: フェラト磁心の材質性能試験方法
 IEC 60556: Measuring methods for properties of gyromagnetic materials intended for application at microwave frequencies
 JIS C 2501: 永久磁石試験方法
 文献 (1) "Ferromagnetism," P. 270 (D.Van Nostrand Company, Inc, Princeton, N.J., 1951)
 文献 (2) Catalysis IV, p. 377 (1959)
 文献 (3) J. Appl. Phys. Vol. 39, No. 2, p. 508 (1968)

<<Ni 飽和磁化値の変遷 一覧表から言える事>>

IEC 60556 & JIS C 2501-1989~2019 記載の Ni 飽和磁化値 0.61022(T) at 23°C は、種々(表 1, 2, 4 参照) 存在する飽和磁化値の中心近くにある値と言えますので、例えば A 社は表 3_JIS C 2501 の 0.61022(T) で校正し、B, C, D 社は表 1, 2, 4 の飽和磁化値で VSM を校正していても、A 社の校正は他社から見て ±1% の校正值範囲内にあります。これは Ni 校正後に測定した実試料の Mr, Jr, Br 及び (BH)max 値比較にも Ni 校正值は影響します。

JABM 会員に於かれましては磁性粉 及び極小試料測定も多いので、VSM 使用時の Ni 校正值は JIS C 2501 記載の Ni 飽和磁化値 0.61022(T) at 23°C の使用を推奨いたします。

<<Ni の飽和磁化値(Tesla)を採取 校正する磁界値(A/m)は?>>

Ni の飽和磁化とよく言われていますが、実は印加磁界を増すと Ni の磁化も僅かですが増加します。

この僅かな磁化の増加も VSM の磁化校正では誤差要因なので、Ni に印加する磁界も統一した方が良い訳です。

VSM では 397.9kA/m(5k0e) 又は 795.8kA/m(10k0e) の磁界を 23°C の Ni に印加して、J 値 が 0.61022(T) となる様に調整します。ただし、5k0e に対し 10k0e の磁化値は、反磁界のない TRF 装置で φ10, ℓ 10mm Ni の東英工業試験値では 0.18~0.24% 僅かに増加します。因みに、純度 99.999% の Ni を校正証明書付きで販売する NIST(National Institute of Standards and Technology) USA では H=5k0e 時の磁化値で校正証明書を発行しています。

VSM の校正は 397.9kA/m(5k0e) の印加磁界で行う事を推奨いたします。

<<純度 99.99% 以上の Ni 購入先? と JIS 磁化値との差異率(%)は?>>

① NIST : (National Institute of Standards and Technology) USA 純度 99.999% の Ni を販売している。

Ni 試料形状は、球 φ2.383mm と Disk φ6 t0.127mm 近傍の 2 種類のみ。

NIST Data Sheet: 球 及び Disk は同様に磁化値=0.6135(T) JIS 値比較 +0.538% の評価 : ±1%以内で **Good!!**

② フルウチ科学 : スパッタ装置のターゲット材として 純度 99.99% の Ni を販売している。

Ni 試料形状は任意だがターゲット材としての販売なので、加工精度は ±0.2mm 程度。

10 試料を東英 TRF 装置で測定した平均値 = 0.611525(T) JIS 値比較 +0.124% の評価 : ±1%以内で **Good!!**

③ インターネット通販にて 6 個 購入した 99.99% と称する某国のブロックから切出した 4mm Cube Ni 試料。

6 試料を東英 TRF 装置で測定した平均値 = 0.589305(T) の JIS 値比較 -3.428% の評価 : ±1%以上で **NG!!**

<<Ni の磁化値を求められる装置は?>>

前項の②, ③で使用した TRF は JIS C 2501-2019 に準拠した装置で、相互誘導器 (ISO-9001 トレサビリティ体系下での校正精度 0.1%) を積分回路内に持っているので、校正に Ni 試料を使用する必要はありません。

故に、VSM で使用する Ni の磁化値の測定試験が可能です。東英 TRF の「自記磁束計」という呼称は、JIS C 2501 の記述では、8 Page 図 3 の測定回路に記述されています。

<<Ni の温度係数の算出方法は?>>

東英製 温度可変型 VSM にて 1989 年に、Ni 球, 純度 99.99%, 重量 9.95mg を、磁界 5k0e, 15°C, 54.39emu/g で校正した後、Ni 試料を -10°C ~ +40°C の範囲で温度可変して、VSM の Range = 0.5emu にて磁化値の変化を測定した結果、東英社内では 99.99% Ni の温度係数を -0.051%/°C (at -10°C ~ +40°C) と定めた。

VSM の磁化校正值は 表 1 R. M. Bozorth(飽和磁化:54.39emu/g at 15°C) の値を用いた。

Ni の温度係数 -0.051%/°C は、Ni 飽和磁化値の変遷 一覧中、表 1, 2, 4 の磁化値 (任意温度での測定値) を 23.0 °C に規格化するのに用いています。

<<まとめ>> VSM 使用者間の Ni 磁化校正差異を極小にする 3 箇条。(④, ⑤, ⑥)

④ IEC 60556 & JIS C 2501-1989~2019 記載の Ni 飽和磁化値 0.61022(T) at 23°C を使用する。

VSM の校正は 397.9kA/m(5k0e) の印加磁界で行う。

⑤ VSM の校正に使用する Ni は、出所の明確な物を使用し、自記磁束計(TRF 装置)で 397.9kA/m(5k0e) の印加磁界で磁化値を測定試験して使用する。

⑥ VSM での Ni 校正時は Ni 温度 23°C で行う。異なる温度では温度係数を用いて磁化値を変更して校正する。