Micromag AGM 簡易マニュアル

富山大学システム 対応 [2020.8.4]

* 使用上の注意事項

- ・静電気による事故を防ぐために、プローブを取りつけるヘッド部に触れる前には、必ず他の部分(電磁石の台座など)に触れ静電気を逃がしてください。静電気によりヘッド部内のアンプが故障することがあります。
- ・測定に使用するプローブは非常に壊れやすいので、細心の注意を払って使用してください。
- ・使用の際に気づいたことは必ず連絡してください。

Micromag 2900 の測定は以下の手順で行います。

- 1. 始動
- 2. 標準試料による測定システムの較正

Dia/paramagnetic adjustment 後に Calibration の実施

- 3. 測定
- 4. 停止

必要に応じて以下を行う(手順は後記)

*Noise Measurement

*Transducer Probe の洗浄

[必要なもの]

サンプル固定台, ピンセット, 真空グリス (白色ワセリン), つまようじ, イソプロピルアルコール, キムワイプ, 標準試料 Y I G (Yttrium Iron Garnet): 80.48 E-6 Am² (#0049, 2.916mg)

- [1] 始動
 - (1) 冷却水循環器を室外に出す。
 - (2) 冷却水循環器の配電盤のスイッチ(配電盤右) ON冷却水循環器の電源 ON
 - (3) 電磁石電源の配電盤のスイッチ(配電盤中央) ON
 - (4) パソコンを起動する。
 画面上のショートカット「Micromag AGM」で測定プログラムを起動させる。
 画面の表示に従って、以下を行う
 - (5) コントローラ Power ON
 - (6) 電磁石電源 Power ON
 - (7) 画面上の [Continue]をクリックする。 測定用ソフトが立ち上がり、メイン画面が表示される。
 - (8) メイン画面上の左ウインドウ内の「Applied field」の数字部をクリックする。
 - (9) 表示された画面内の「magnetic power supply」が「off」になっている箇所をクリックする。 表示が「on」に変わり、電磁石電源から「カチッ」と音がする。これで電磁石電源が稼働する。

測定装置のウォーミングアップのために、この状態で15分程まつ。

- [2] 標準試料による測定システムの較正
- 1) Transducer Probe への標準試料の設置
 - (1) ケースから慎重に Transducer Probe を取りだし、サンプル固定台に静かに載せる。
 - (2) つまようじで sample carrier に真空グリスを薄くぬる(白色ワセリンでも良い)。
 - (3) イソプロピルアルコール(普通のアルコールで良い)できれいにしたピンセットで試料を sample carrier に載せる。
 - (4) つまようじで上からそっと試料を押し sample carrier に付ける。

- 2) Micropositioner への取付
 - (1) 両手の指先で電磁石の台座を触る(重要:静電気を除去するため)。
 - (2) 注意しながら、Transducer Probe をサンプル固定台から持ち上げる。
 - (3) Transducer Probe のピンと Isolation stage の穴との位置関係を確かめてから、Transducer Probe を Isolation stag の下面に静かに奥までしっかり差し込む。
 - (4) Probeの試料面が手前を向いていることを確認。
 - (5) Isolation stage lockup key を静かに引く。
 - (6) Isolation stage がフリーになることで生じるギャップが均等に約 1mm 開いているように,上部の4つの spring adjuster で調節する。
- 3) 測定位置への設定
 - (1) Top mounting arm を右手親指で下からしっかり支え, 左手で Z-axis locking arm を下げる。
 - (2) 試料が gradient coil の中央にくるまで、その位置で Z-axis locking arm をあげ固定する。
 - (3) X-, Y-, Z-axis adjuster で試料が gradient coil の中央にくるように再調整する。
- 4) 標準試料の測定
 - (1) Autotune の実行
 - メイン画面の「Autofunctions」をクリックする。
 - 「Autofunctions」画面で、Autotuneのパラメータを以下のように設定する。
 Autotune Field: 200 mT
 - Lower limit of search: 100Hz [デフォルト値につき変更不要]
 - Upper limit of search: 1000Hz [デフォルト値につき変更不要]
 - 「Initial autotune」をクリックする。終了し結果が出たら、[Continue]
 - 「Increment autotune」をクリックする。終了し結果が出たら、[Continue]
 - 「Autofunctions」画面を閉じて、メイン画面に戻る。
 - (2) Optimize の実行
 - メイン画面左側の「Applied field」の数字部分をクリックする。
 - field 設定画面上で Optimize の際の field 値を入力する。
 標準試料を使用しているときは、Optimize のための field は 200 m T とする。
 そのために、[0.2]とタイプして [ENTER]。これで field がかかった状態となる。
 - field 設定画面を閉じ、メイン画面に戻る。
 - [Tools]- [Optimize] を選択する。Optimize 画面が現れる。レンジを ±10% にする。
 - Micropositioner の X-, Y-, Z-axis adjuster をゆっくり、スムーズに動かして、 output signal が、X軸:最小、Y軸:最大、Z軸:最大 になるように調整する。プローブの先端が電磁石のポールピースにあたらないように注視しながら行う。
 - 調整できたら、Optimize 画面を閉じて、メイン画面に戻る。
 - (3) Autotune の再実行
 - 「Autofunctions」から「Increment autotune」のみを行う。「Increment autotune」をクリックする。
 終了し結果が出たら、[Continue]
 - 「Autofunctions」 画面を閉じて、メイン画面に戻る。
 - (4) 標準試料の測定
 - [Measurements]-[Direct measurements vs. field]-[Hysteresis loop]を選択。
 - Applied field maximum: 500 mT Applied field increment: 4 mT Averaging time: 100 ms [デフォルト値につき変更不要] Pause at maximum field: 1.0s [デフォルト値につき変更不要] Averages: 1 [デフォルト値につき変更不要] 「Include hysteresis loop」にチェック(レ)

[Sweep mode: sweep mode-automatic, Pause after field increment-300ms・デフォルト]

- [Execute] をクリックして,測定開始。
- 測定終了後,測定表示画面から,[Tools]-[Dia/paramagnetic adjustment]-[automatic]を選択する。
 デフォルト値の「70」(70%)が表示されていることを確かめてから[OK]をクリック。
- 測定表示画面から、[Tools]-[Calibrate]を選択する。
 「80.48 E-6」と入力し、[OK]をクリック。
 グラフに表示された Ms の値が「80.48 µ Am²」となっていることを確認する。
 これにより標準試料によるシステムの較正結果は有効となり、保存される。
- 測定表示画面を閉じ、メイン画面に戻る。

機器状態の確認のためには、標準試料による校正時の以下の値を記録しておくと良い。

- ・メイン画面の左側ウィンドウに表示されている
 [Probe Resonant Frequency], [Probe Q], [Probe factor]の値
- ・メイン画面の右側ウィンドウに表示されている [Phase]の値
- [3] 標準試料の取外し
 - (1) Isolation stage を静かに支え, Isolation stage lockup key を静かに押し込み、固定する。
 - (2) 両肘をコンソール上に置き, 手首を電磁石におしつけ, 片手で Transducer Probe を持ち, 片手で Transducer Probe と Isolation stage との接続部を握る。
 - (3) 握った手の親指で Isolation stage を押すようにして Transducer Probe を静かに少しずつ引き抜く。プローブをこじたり、回したりしないこと。
 - (4) 引き抜いたら Probe をサンプル固定台に静かに置く。
 - (5) つまようじでそっと sample carrier 上の試料をずらす。十分にずらすこと。
 - (6) イソプロピルアルコールできれいにしたピンセットで試料を sample carrier から取り除き, 試料ケースに戻す。
- [4] 測定
 - (1) 測定試料のプローブへの設置
 - 標準試料と同じ要領で行う。[2]-1)を参照
 - 作業に使う用具類はイソプロピルアルコールでその都度拭くようにする。
 - (2) プローブの取付け
 - 両手の指先で電磁石の台座を触る。
 - 注意しながら, Transducer Probe をサンプル固定台から持ち上げる。
 - Transducer Probe のピンと Isolation stage の穴との位置関係を確かめてから, Transducer Probe を Isolation stagの下面に静かに奥までしっかり差し込む。
 - Probeの試料面が手前を向いていることを確認。
 - Isolation stage lockup key を静かに引く。
 - Isolation stag がフリーになることで生じるギャップが均等に約1mm 開いているように, 上部の4つの spring adjuster で調節する。
 - (3) 測定位置への設定
 - Top mounting arm を右手親指で下からしっかり支え, 左手で Z-axis locking arm を下げる。
 - 試料が gradient coil の中央にくるまで下げて、その位置で Z-axis locking arm をあげ固定する。
 - X-, Y-, Z-axis adjuster で試料が gradient coil の中央にくるように再調整する。
 - (4) Autotune の実行
 - メイン画面の「Autofunctions」をクリックする。
 - 「Autofunctions」 画面で Autotune Field を設定する。通常は, 500 mT。
 - 「Initial autotune」をクリックする。終了し結果が出たら, [Continue]

- 「Increment autotune」をクリックする。終了し結果が出たら, [Continue]
- 「Autofunctions」画面を閉じて、メイン画面に戻る。
- (5) Optimize の実行
 - メイン画面の「Applied field」の数字部分をクリックしする。
 - field 設定画面上で Optimize の際の field 値を入力する。
 Autotune Field と同じ値を入力する。通常は、500 mT。
 - field 設定画面を閉じ、メイン画面に戻る。
 - [Tools]- [Optimize] を選択する。Optimize 画面が現れる。レンジを ±10% または ±20% にする。
 - MicropositionerのX-, Y-, Z-axis adjuster をゆっくり、スムーズに動かして、 output signal が、X軸:最小、Y軸:最大、Z軸:最大になるように調整する。 必ず、プローブの先端がポールピースにあたらないか注視しながら行う。
 - 調整できたら、Optimize 画面を閉じて、メイン画面に戻る。

(6) Autotune の再実行

「Autofunctions」から「Increment autotune」のみを行う。終了し結果が出たら、[Continue]

「Autofunctions」画面を閉じて、メイン画面に戻る。

- その際に確認すべきこと:
- *メイン画面の右側ウィンドウに表示されている [Phase]の値:通常 -80~-90 deg. (-70 ~ -110 が許容範囲) [Phase]の値は記録しておいた方が良い(測定の良し悪しの判断基準となる)
- *メイン画面の右側ウィンドウ [Probe Resonant Frequency], [Probe Q] の値 通常の値と大きく変わらないこと。

```
(7) 測定
```

- Day-plot 用のパラメータ(Ms, Mr, Hc, Hcr)を求める測定
- ヒステリシス・ループ: Ms, Mr, Hc の測定
 - メイン画面から[Measurements]-[Direct measurements vs. field]-[Hysteresis loop]を選択する。
 - 「Direct measurements」 画面で,
 - [Applied field maximum]を設定。通常は、1.0T。
 - [Applied field increment] (測定ポイント間隔)を設定。通常は,2mT。
 - [Averaging time]100 ms[デフォルト値につき変更不要][Pause at maximum filed]1.0 s[デフォルト値につき変更不要]
 - [Average] 1 [デフォルト値につき変更不要]
 - 「Include hysteresis loop」にチェック(レ)

[Sweep mode: sweep mode-Continuous, Pause after field increment-300ms・デフォルト]

• [Execute]をクリックして、測定開始。

```
測定中の停止には,測定表示画面の上左隅の [Abort] をクリックする。
```

測定時に「OVERLOAD」がでたら、Sensitivity を下げる。それでもだめなら、Gradient を下げる。 グラフがスケールアウトすることがあるが「OVERLOAD」がでない限りは測定されていて、データも保存さ れている。(測定後、表示のフルスケールを変更することで、グラフに表示され、確認できる) Resolution はフルスケール(Sensitivity)の 0.005%。60%のオーバーレンジが許容されている。 Signal-Noise ratio を改善するには、[Averaging time] を変える(デフォルト値:100ms)。

- 測定終了後,測定データが表示される。
 - 一般的な手順:
 - * Slope correction: [Tools]-[Dia/paramagnetic adjustment]-[automatic] 通常, デフォルト値 70 (70%) を用いる。
 - ※ 必要に応じ、[View]で表示されるメニューから、グラフの軸のスケール等変更する。
 自分のノートに記録: Ms, Mr, Hc, Slope correction 値(Slope correction 後の値を用いること)
 ヒステリシス・ループの対称性が悪い場合には、

[Tools]-[Asymmetry (ho	rizontal)], [Tools]	-[Asymmetry (vertical)]	
で、非対称性の修正を行う	2		
* Slope correction 後のデー	* Slope correction 後のデータの保存:[file]-[Save file] (保存場所,ファイル名を設定)		
保存されるデータには、Slope correction 前(測定時)と Slope correction 後のデータの両方			
Ms, Mr, Hc, Slope correction 値も保存されている。			
(カンマ区切りのテキストファイル)			
* 必要に応じて、Slope corr	ection 後のグラフ(のプリント:[file]-[Print]	
[参考]			
ヒステリシス・ループが閉じな	ふかった場合,		
(a) autotune をやり直す(繰)返す)。Autotune	e と Optimize をやり直す(繰り返す)。	
(b) 原因として測定中に試料の位置がずれてしまったことも考えられるので,試料をつけ直す。			
その際は、多めにグリスを	こつけ、試料をしっ	かりとくっつける。	
● Hcr の測定			
• メイン画面において, [Sensit	ivity]の値をヒスラ	テレシ・スループで求めた Mr 値に基づいて,変更する。	
• メイン画面から[Measuremer	ts]-[Remanence ı	measurements]-[Remanence curve]を選択する。	
• 「Remanence curve」画面で,測定条件を以下のように設定する。			
Sequence : Linear		[デフォルト値につき変更不要]	
initial field: 0.0 T		[デフォルト値につき変更不要]	
final field: 通常,100mT(Mr カーブがX軸を切ればよい)			
Field increment: 通常	,2 mT		
Saturating field (DCD) :	通常,1.0T		
Pause at saturation : 1	S	[デフォルト値につき変更不要]	
Averaging time:1s		[デフォルト値につき変更不要]	
Pause at applied field :	1s	[デフォルト値につき変更不要]	
Pause at zero field :	ls	[デフォルト値につき変更不要]	
Slew rate to applied fiel	d:1.0 T/s	[デフォルト値につき変更不要]	
「DC demagnetization remanence」のみをチェック(レ)する。			
• [Execute] をクリックし,測]定開始。		
(Mr カーブがX軸を切った時点で「Abort」をクリックし,測定を停止することができる)			
• 測定終了後,プロット画面下に表示されるメニューを選択する。			
* [file]-[Save file]:データの)保存		
* 表示された Hcr を記録。			
* 必要ならば, グラフのプリ	ント:[file]-[Print]]	
• 測定表示画面を閉じて、メイン画面に戻る。			
[参考]			
Ms に対して Mr が非常に小さ	い場合、ヒステリシ	シス・ループの際に設定された Sensitivity を変更し,感度を	
よくした方がノイズを少なくできる。そのためには,ヒステリシス・ループで求められた Mr から Sensitivity			
を判断し,測定前に,メイン画面において,[Sensitivity] の値を変更しておく。			
(参考)			
● S-ratio を求めるための測定			
• メイン画面から[Measurements]- [Remanence measurements]-[Remanence curve]を選択する。			

• 「Remanence curve」画面で,

Sequence: Linear initial field: 0.0 T [デフォルト値につき変更不要] final field: 1.0 T Field increment: 100 mT

Saturating field (DCD): 1.0 T 「DC demagnetization remanence」をチェック(レ)する。 [Execute] をクリックし、測定開始。 • 測定終了後、プロット画面下に表示されるメニューを選択する。 [file]-[Save file]: データの保存 H = 0 mT, 1.0 T の値より Mrs を求め、100 mT, 300 mT の Mr の値から, S-ratio (S-0.3, S-0.1)を計算 する。 ■ IRM の獲得実験と DC 消磁 • メイン画面から[Measurements]- [Remanence measurements]-[Remanence curve]を選択する。 「Remanence curve」画面で, Sequence: Nonlinear (logarithmic) initial field: 0.001T (または、0.0001T) final field : 1.0 T Number of Point: 62 (0.001-1.0T 測定で、最初と最後の点に加えて対数軸スケールで各区間 20 点) (0.0001-1.0T 測定で、最初と最後の点に加えて対数軸スケールで各区間 15 点) Saturating field (DCD): 1.0 T Averaging time: 1s (または、100ms) 「Demagnetization before measuring」をチェック(レ)する。 *IRM の獲得実験前に残留磁化を可能な限り小さくするために、 直流磁場の極性と強さを変化させて消磁する。 Commence demagnetizing at: 500 mT Exit demagnetizing at: 0.0 T Field decrement (% of field): 3.00 % 「isothermal remanent magnetization」をチェック(レ)する。 「DC demagnetization remanence」をチェック(レ)する。 [Execute] をクリックし, 測定開始。 測定終了後、プロット画面下に表示されるメニューを選択する。 [file]-[Save file]: データの保存 (8) 測定試料の取り外し [3]-(1),(2), [4]を参照

- Top mounting arm を右手親指で下からしっかり支え, 左手で Z-axis locking arm を下げる。
- そのまま静かにステージを止まるところまで上げ、そこで固定する。
- Isolation stage を静かに支え, Isolation stage lockup key を静かに押し込み, 固定する。
- ・ 両肘をコンソール上に置き,手首を電磁石におしつけ,片手で Transducer Probe を持ち,片手で Transducer
 Probe と Isolation stage との接続部を握る。
- 握った手の親指で Isolation stage を押すようにして Transducer Probe を静かに少しずつ引き抜く。プロー ブをこじたり、回したりしないこと。
- 引き抜いたら Probe をサンプル固定台に静かに置く。
- つまようじでそっと sample carrier 上の試料をずらす。十分にずらすこと。
- イソプロピルアルコールできれいにしたピンセットで試料を sample carrier から取り除く。

- [5] 測定終了・停止
- 1) データの回収

各自のデータは、CD-R に書き込んで持ち帰る(USB は使用不可)

- 2) AGM の停止
 - (1) 電磁石電源 Power OFF
 - (2) コントローラ Power OFF
 - (3) 測定ソフト 停止 電磁石を完全に冷ますために、この状態で15分程放置する。その間にデータ回収、片付け等を行う。

OFF

- (4) 測定データを回収した後、Windows のシャットダウン(PC 停止)。
- (5) 電磁石電源の配電盤のスイッチ OFF
- (6) 冷却水循環器の電源
- (7) 冷却水循環器の配電盤のスイッチ OFF
- (8) 冷却水循環器を室内に入れる。
- ◆ Noise Measurement
- 通常、標準試料の測定後、または各自の試料の測定後に行う。
- ① 試料(標準試料)がついた Transducer Probe が差し込んであり、Z 軸ステージが上にある状態で行う。
- ② Isolation stage の lockup-key を解除する。
- ③ Measure noise (moment) の実行
 - メイン画面の左側ウィンドウで
 - 「Gradient」を、1 にする。
 - 「Sensitivity」を、1nAm² にする。
 - 「Averaging time」が、100 ms であることを確認する。
 - メイン画面から[Tools]-[Measure noise (moment)]を選択し実行する。
 - 測定後, Mean と Standard deviation が計算され表示される。
 - 測定表示画面を閉じる。
- ④ Measure noise (field) の実行
 - メイン画面の左側ウィンドウで「Applied field」に「0.0」と入力し、ENTER (AGM manual では 3.0)。 これにより磁場のスケールが±3mT になる。
 - メイン画面から[Tools]-[Measure noise (field)]を選択し実行する。
 - 測定後, Mean と Standard deviation が計算され表示される。
- ◆ sample carrier の洗浄
 - 超音波洗浄器にイソプロピルアルコールを入れたビーカーを入れる。
 - イソプロピルアルコール中に sample carrier 部を浸す。
 浸すのは Extension の 5mm までにとどめる。
 数秒でよい(1, 2, 3と数える程度)
 - sample carrier は汚さないように、ぶつけないように気を付けること-