

Micromag AGM 簡易マニュアル

System software 2013-03-06 for Windows 7 対応

*使用上の注意事項

- ・ 使用に際しては、このマニュアルに従ってください。
- ・ LOG NOTE には機器の使用状況を把握するために必要事項を記入してください。また、使用の際に気づいたことなどを記入してください。
- ・ 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。

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
標準試料の Ms の値 (Dia/paramagnetic adjustment 後) → LOG NOTE に記入
Calibration の実施
Asynmetry-Horizontal (field), Vertical (saturation magnetization) の実施 → LOG NOTE に記入
Probe Resonant Frequency, Probe Q, Probe factor, Phase の値 → LOG NOTE に記入
3. Noise Measurement の実行
実行結果 (Standard deviation, Mean) → LOG NOTE に記入
4. 測定
5. 標準試料の再測定
標準試料の Ms の値 (Dia/paramagnetic adjustment) → LOG NOTE に記入
6. 停止
7. 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) : 76.4 E-6 Am^2

[$27.6 \pm 0.1 \text{ Am}^2/\text{kg}$ in 5000 Oe (398 kA/m) at 298 K, 2.767 E-6 kg]

[1] 始動

1) 始動の前に

電磁石電源の前面パネルのスイッチ類が以下のようになっていることを確認する。

- | | |
|------------------|--------|
| • Power ON/OFF | OFF |
| • Run/Stop | Stop |
| • Normal/Reverse | Normal |
| • Local/Remote | Local |
| • Volts/Amps | Amps |
| • Coarse, Fine | 中央位置 |

2) 始動

- (1) 冷却水ポンプのスイッチを入れて、冷却水を流す。
- (2) 配電盤内のブレーカー ON
- (3) カバーをとる
- (4) テーブルタップのスイッチ ON
- (5) パソコンを起動する。WINDOWS 7 (英語版) が起動する。
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。

- | | | |
|------------------|--------|----|
| (6) コントローラ | Power | ON |
| (7) 電磁石電源 | Power | ON |
| (8) Run/Stop | Run | |
| (9) Local/Remote | Remote | |

測定装置のウォーミングアップのために、この状態で 30 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) プラスチックケースから慎重に 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
- (3) 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 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。
- (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認してから、Transducer Probe を Isolation stage 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の 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 $\pm 10\%$ 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
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。
- グラフに表示された Ms の値を記録する。 → LOG NOTE
- 測定表示画面から、[Tools]-[Calibrate]を選択する。「76.4 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「76.40 μAm^2 」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。
- 測定表示画面から、[Tools]-[Asymmetry (horizontal)]を選択する。
表示された画面内の磁場の値 (符号付き) を記録する。 → LOG NOTE
「no」をクリックして、その画面を閉じる。
- 測定表示画面から、[Tools]-[Asymmetry (vertical)]-[of saturation]を選択する。
表示された画面内の磁化の値 (符号付き) を記録する。 → LOG NOTE
「no」をクリックして、その画面を閉じる。
- 測定表示画面を閉じ、メイン画面に戻る。
- Probe factor value 等の確認
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] の値を記録する。 → LOG NOTE
メイン画面の右側ウィンドウに表示されている [Phase]の値を記録する。 → LOG NOTE

[3] Noise Measurement の実行

- 両手の指先で電磁石の台座を触る。
- 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 をロックせずに Noise Measurement をおこなう。
- 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、1 nAm² 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 → LOG NOTE に記入
 - 測定表示画面を閉じる。
- 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 $\pm 3\text{mT}$ 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 → LOG NOTE に記入
- 測定表示画面を閉じる。

[4] 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。

[5] 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認してから、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、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 m T。
 - 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 $\pm 10\%$ または $\pm 20\%$ 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。

(7) 測定

Day-plot 用のパラメータ (Ms, Mr, Hc, Hcr) を求める測定について記す。

● 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、1.0 T。最大磁場は、1.2 T。
[Applied field increment] (測定ポイント間隔) を設定。通常は、2 mT。
[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-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、データも保存されている。

(測定後、表示のフルスケールは変更できる)

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、プロット画面に表示されるメニューを選択する。

[file]-[Save file]：データの保存

[file]-[Print]：グラフのプリント

[Description]：グラフ内に書き込まれる。データとして保存される。

[View]：グラフ表示に関する変更

[Tools]-[Dia/paramagnetic adjustment]-[automatic]：通常、デフォルト値 70 (70%) を用いる。

これにより、計算され表示された Ms, Mr, Hc, また Slope correction 値などを用いる。

[Tools]-[Asymmetry (horizontal)], [Tools]-[Asymmetry (vertical)]

ヒステリシス・ループの対称性が悪い場合に行う。

一般的な手順：

- * データの保存：[file]-[Save file] (保存場所、ファイル名を設定)
- * Slope correction：[Tools]-[Dia/paramagnetic adjustment]-[automatic] (70%)
ヒステリシス・ループの対称性が悪い場合には、Asymmetry (horizontal)や Asymmetry (vertical)をする。
- * Ms, Mr, Hc, Slope correction 値を記録
- * 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)
- * Slope correction 後のグラフのプリント：[file]-[Print]
- 測定表示画面を閉じて、メイン画面に戻る。

[参考]

ヒステリシス・ループが閉じなかった場合、

(a) autotune をやり直す (繰り返す)。Autotune 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、[Sensitivity] の値をヒステリシス・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[Measurements]-[Remanence 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 : 1 s [デフォルト値につき変更不要]

Pause at applied field : [デフォルト値につき変更不要]

Pause at zero field : [デフォルト値につき変更不要]

Slew rate to applied field : 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 (し) 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、
 - 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) : 1.0T「DC demagnetization remanence」をチェック (し) 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。
- 測定表示画面を閉じて、メイン画面に戻る。

(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。

[6] 測定終了

1) 標準試料の再測定を行う。

- Autotune, Optimize の際の作用磁場は、200mT とする。
- ヒステシス測定時の [Applied field maximum] を 500 mT, [Field increment] を 4 mT とする。
- 測定後, [Dia/paramagnetic adjustment] を実行する (automatic, 70%)。
- Ms の値を記録する。→ LOG NOTE

2) Micromag の停止

- | | |
|------------------|-----------|
| (1) Local/Remote | Local |
| (2) Run/Stop | Stop |
| (3) 電磁石電源 | Power OFF |
| (4) コントローラ | Power OFF |
| (5) 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。

- | | |
|------------------------------|-----|
| (6) 測定データを回収した後, Windows の停止 | |
| (7) テーブルタップのスイッチ | OFF |
| (8) カバーをかぶせる | |
| (9) 配電盤内のブレーカー | OFF |
| (10) 冷却水を止める | |

[7] sample carrier の洗浄

洗浄は 1 日 1 回を目安に行う。

- 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–