

中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0591.1—2020

物性测量系统方法通则 第 1 部分：直流磁性测试

General rules for the measurement of the physical property system—
Part 1: DC magnetic properties

2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 测试方法原理	4
5 测试环境要求	5
6 仪器	5
7 测试样品	6
8 测试步骤	6
9 结果报告	8
10 安全注意事项	8
参考文献	9





前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

JY/T 0591《物性测量系统方法通则》分为以下部分：

- 第 1 部分：直流磁性测试；
- 第 2 部分：交流磁性测试；
- 第 3 部分：电输运测试；
- 第 4 部分：热输运测试；
- ……

本部分为 JY/T 0591 的第 1 部分。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位：北京科技大学、上海交通大学、上海科技大学、浙江大学。

本标准主要起草人：乔祎、邹志强、王立锦、冯春木。





物性测量系统方法通则

第 1 部分：直流磁性测试

1 范围

本部分规定了各种类型物性测量系统中直流磁性测试的测试方法原理、测试环境要求、仪器、测试样品、测试步骤、结果报告和安全注意事项等。

本部分适用于各种类型物性测量系统中的直流磁性测试。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2900.60—2002 电工术语 电磁学
GB/T 9637—2001 电工术语 磁学材料与元件

3 术语和定义

GB/T 2900.60—2002 和 GB/T 9637—2001 界定的下列术语和定义适用于本部分。

3.1

磁偶极子 magnetic dipole

一个实体,它在距离充分大于本身几何尺寸的一切点处产生的磁通密度都和一个有向平面电流回路所产生的相同。

[GB/T 2900.60—2002,定义 121.11.47]

3.2

基本磁偶极子 elementary magnetic dipole

有向平面电流回路具有原子或分子尺寸的磁偶极子。

[GB/T 2900.60—2002,定义 121.11.48]

3.3

磁矩 magnetic moment

m , 矢量。对于某一区域内的物质, m 等于包含在该区域内所有基本磁偶极子磁矩的矢量和:

$$m = \int_V M dV \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——物质的磁矩;

M ——磁化强度;

V ——区域体积。

[GB/T 2900.60—2002,定义 121.11.50]

3.4

磁化强度 magnetization

M , 矢量。在准无限小体积 V 区域内的给定点上, M 等于该区域内包含物质的磁矩 m 除以体积 V :

$$M = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

M ——磁化强度;

m ——物质的磁矩;

V ——准无限小体积。

[GB/T 2900.60—2002,定义 121.11.52]

3.5

磁极化强度 magnetic polarization

J , 矢量。磁极化强度 J 等于磁化强度 M 与磁常数 μ_0 之乘积:

$$J = \mu_0 M \dots\dots\dots(3)$$

式中:

J ——磁极化强度;

μ_0 ——磁常数;

M ——磁化强度。

[GB/T 2900.60—2002,定义 121.11.54]

3.6

磁通密度 magnetic flux density(磁感应强度 magnetic induction)

B , 矢量。矢量场量 B 作用在具有速度 v 的带电粒子上的力 F 等于矢量积 $v \times B$ 与粒子电荷 Q 的乘积:

$$F = Qv \times B \dots\dots\dots(4)$$

式中:

F ——作用在带电粒子上的力;

Q ——粒子电荷;

v ——带电粒子速度;

B ——磁通密度(磁感应强度)。

[GB/T 2900.60—2002,定义 121.11.19]

3.7

磁场强度 magnetic field strength; magnetizing field strength

H , 矢量。在给定点, H 等于磁通密度 B 除以磁常数 μ_0 并减去磁化强度 M :

$$H = \frac{B}{\mu_0} - M \dots\dots\dots(5)$$

式中:

H ——磁场强度;

B ——磁通密度;

μ_0 ——磁常数;

M ——磁化强度。

[GB/T 2900.60—2002,定义 121.11.56]

3.8

磁导率 permeability

μ , 标量或张量。在介质中该量与磁场强度 H 之积等于磁通密度 B :

$$B = \mu H \dots\dots\dots(6)$$

式中:

B ——磁通密度;

μ ——磁导率；
 H ——磁场强度。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.28]

3.9

磁化率 magnetic susceptibility

χ , 标量或张量。该量与磁常数 μ_0 和磁场强度 H 之积等于磁极化强度 J ：

$$J = \mu_0 \chi H \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

χ ——磁化率；
 J ——磁极化强度；
 μ_0 ——磁常数；
 H ——磁场强度。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.37]

3.10

磁化曲线 magnetizing curve

表示物质的磁通密度、磁极化强度或磁化强度作为磁场强度的函数的曲线。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.58]

3.11

磁饱和 magnetic saturation

铁磁性物质或亚铁磁性物质处于磁极化强度或磁化强度不随磁场强度的增加而显著增大的状态。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.59]

3.12

饱和磁化强度 saturation magnetization

M_s , 在给定温度下给定物质所能达到的磁化强度最大值。

[GB/T 9637—2001, 定义 221-01-04]

3.13

磁滞 magnetic hysteresis

在铁磁性或亚铁磁性物质中, 磁通密度或磁化强度随磁场强度的变化而发生的且与其变化率无关的不完全可逆的变化。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.60]

3.14

磁滞回线 (magnetic) hysteresis loop

当磁场强度周期性变化时, 表示铁磁性物质或亚铁磁性物质磁滞现象的闭合磁化曲线。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.61]

3.15

矫顽磁场强度 coercive field strength

使一磁性物质的磁通密度或磁极化强度和磁化强度降为零所需施加的磁场强度。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.68]

3.16

矫顽力 coercivity

通过单调降低外加磁场强度, 物质的磁通密度或磁极化强度和磁化强度从磁饱和状态值降为零时, 物质中的矫顽磁场强度。

注：应当说明降为零的参数, 并使用相应的符号： H_{cB} 、 H_{cJ} 和 H_{cM} 分别表示与磁通密度、磁极化强度和磁化强度对应

的矫顽力。这里, $H_{cJ} = H_{cM}$ 。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.69]

3.17

居里温度 Curie temperature

T_c , 磁状态转变的一个温度。低于此温度, 物质表现出铁磁性或亚铁磁性, 而高于此温度, 则表现出顺磁性。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.51]

3.18

奈尔温度 Neel temperature

T_N , 磁状态转变的一个温度。低于此温度, 物质表现出反铁磁性, 而高于此温度, 则表现出顺磁性。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.52]

3.19

自退磁场强度 self-demagnetization field strength

磁体中与磁化强度反向的无旋磁场强度。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.62]

3.20

退磁因数 demagnetization factor

对于均匀磁化的物体, 自退磁场强度与磁化强度之比。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.63]

3.21

剩余磁化强度 remanent magnetization

M_r , 在没有自退磁场强度的情况下, 外加磁场强度减小到零时, 物质中剩余的磁化强度。

[GB/T 2900.60—2002, 定义 121.12.66]

4 测试方法原理

4.1 直流磁性测试原理

物性测量系统 (Physical Property Measurement System, 简称 PPMS) 直流磁性能测试主要依赖于系统中的提拉样品磁强计 (Extracting Sample Magnetometer, 简称 ESM) 或振动样品磁强计 (Vibrating Sample Magnetometer, 简称 VSM) 组件, 它们通过电磁感应准确测量样品的磁矩 m , 由比较法求得材料的磁性参数。

尺寸较小的样品在均匀磁场中被磁化后可近似为一个磁矩为 m 的磁偶极子, 当样品在磁场中运动时, 探测线圈感应这磁偶极子场的变化, 得到感应电动势 ϵ 。

当其他条件都固定时, 使用标准样品进行标定后, 采用比较法, 通过直接测量感应电动势的大小得出被测样品的磁矩:

$$m_{\text{样品}} = m_{\text{标样}} \times \frac{\epsilon_{\text{样品}}}{\epsilon_{\text{标样}}} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- $m_{\text{样品}}$ —— 样品的磁矩;
- $m_{\text{标样}}$ —— 标样的磁矩;
- $\epsilon_{\text{样品}}$ —— 样品的感应电动势;
- $\epsilon_{\text{标样}}$ —— 标样的感应电动势。

4.2 基本功能

直流磁性能测试组件可以测量材料的饱和磁化强度 M_s 、剩余磁化强度 M_r 、矫顽力 H_c 、居里温度 T_c 、奈尔温度 T_N 等磁性参数。

5 测试环境要求

5.1 环境温度: $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 相对湿度: $\leq 75\%$ 。

5.3 电源电压: 单相电源为 $220\text{ V}\pm 22\text{ V}$, $50\text{ Hz}\pm 0.5\text{ Hz}$, 三相电源则为 $380\text{ V}\pm 38\text{ V}$, $50\text{ Hz}\pm 0.5\text{ Hz}$ 。

6 仪器

6.1 仪器组成

6.1.1 温度控制系统

物性测量系统 PPMS 通过精确连续控制液氮流量和线绕加热器来实现快速精准的温度控制。系统样品仓内有多个温度测试计,用以监控样品仓内的温度梯度分布,同时控制液氮流量,夹层真空度和线绕加热器,使得系统能够快速精确的控制样品所在区域内的温度变化,并能实现样品温度无限长时间的稳定。

6.1.2 磁场控制系统

磁场控制系统通过对浸泡在液氮里的超导磁体励磁获得磁场,磁场强度可以由超导磁体的电流乘以磁体常数计算获得。

6.1.3 直流磁性测量系统

6.1.3.1 提拉样品磁强计 ESM

提拉样品磁强计 ESM 通过准确测量样品的磁矩 m ,用比较法求得材料的 M_s 、 M_r 、 H_c 、 T_c 和 T_N 等磁性参数。尺寸较小的样品在均匀磁场中被磁化后可近似为一个磁矩为 m 的磁偶极子,在超导体中有上下两个串联反绕几何因子相同的探测线圈,当步进电机拉动样品杆,使样品在两个探测线圈之间运动时,探测线圈两端的感应电动势对运动时间的积分与样品磁矩成正比。通过与标准样品比较,从而可以得到样品的磁矩数值。

6.1.3.2 振动样品磁强计 VSM

振动样品磁强计 VSM 通过准确测量样品的磁矩 m ,用比较法求得材料的 M_s 、 M_r 、 H_c 、 T_c 、 T_N 等磁性参数。尺寸较小的样品在均匀磁场中被磁化后可近似为一个磁矩为 m 的磁偶极子,当样品在磁场中作固定频率的小振幅振动时,依照法拉第电磁感应规律,样品外的探测线圈因此产生相同频率的电压信号。通过锁相技术,锁相放大器将其他频率(包括直流)滤掉,而只将该频率信号放大并检测出来。此交流信号的振幅,对应于样品的磁矩大小。通过与标准样品比较,从而可以得到样品的磁矩数值。

6.2 检定或校准

仪器在投入使用前,包括用于测量环境条件等辅助测量的仪器,应采用检定或校准等方式以确认其是否满足测试的要求。仪器及辅助测量的仪器在投入使用后,应有计划地实施检定或校准,以确认其是否满足测试的要求。检定或校准应按有关检定规程、校准规范或校准方法进行。

7 测试样品

7.1 样品的性状

7.1.1 液体样品

用无磁材料进行封装并使得样品形状接近直径为 2 mm 的球形。

7.1.2 固体样品

7.1.2.1 粉末样品

用无磁材料进行封装并使得样品形状接近直径为 2 mm 的球形。

7.1.2.2 薄膜样品

尺寸小于 4 mm×4 mm,薄膜平行叠加,厚度小于 0.5 mm,用无磁材料包裹。

7.1.2.3 片状样品

尺寸小于 4 mm×4 mm,厚度小于 0.5 mm。

7.1.2.4 块状样品

尺寸小于 2 mm 的不规则块状固体。

7.1.2.5 柱状样品

Φ3 mm×3 mm 柱状固体。

7.1.2.6 立方体样品

3 mm×3 mm×3 mm 立方体状固体。

7.2 样品的称量

样品应用检定分度值不低于 0.1 mg 的天平称量。

8 测试步骤

8.1 前期准备工作

8.1.1 仪器的准备

在实验开始前应检查氦气有无异常消耗,确保氦气使用正常无泄漏并且余量充足,避免超导磁体失超危险。按照仪器说明书的要求,设置系统温度为 300 K,磁场强度为零并安置 ESM 或 VSM 系统;首先退激活原来状态;然后放置 ESM 或 VSM 线圈,压紧;放置引导杆,安装马达;连接连线:包括 ESM 或 VSM 探测线,马达驱动接线,打开 ESM 或 VSM 控制器,检查线路并确定线路正确;从主菜单激活 ESM 或 VSM。

8.1.2 标样与定标方式的确定

8.1.2.1 Ni 标样材料纯度

Ni 标样材料纯度:≥99.99%。

8.1.2.2 Ni 球定标

标样:直径不大于 3 mm 的 Ni 球;

适用样品范围:液体、薄膜、粉末、尺寸小于 2 mm 块状固体、厚度小于 0.5 mm 的薄片状固体。

8.1.2.3 Ni 柱定标

标样: $\varphi 3\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 的 Ni 柱;

适用样品范围: $\varphi 3\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 柱状固体。

8.1.2.4 Ni 立方体定标

标样: $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 的 Ni 立方体;

适用样品范围: $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 立方体状固体。

8.2 实施步骤

8.2.1 开机

按照仪器操作说明书规定的开机程序进行。

8.2.2 标样磁性中心的确定

将 Ni 标样放入系统,对标样施加低值磁场,磁场强度 $\leq 0.02\text{ T}$;移动标样,在竖直方向(平行于磁场方向)寻找磁矩最大值,在水平方向(垂直于磁场方向)寻找磁矩最小值,两者交汇点对应的位置即为磁性中心;确定标样磁性中心后,选择振荡模式降低磁场强度至零。

8.2.3 定标

对标样施加磁场,磁场强度为 0.5 T ,记录磁矩值,选择振荡模式降低磁场强度至零;重复操作 5 次,取 5 次记录磁矩的平均值为定标值;根据理论值对定标值进行修正。

8.2.4 样品的放置

根据样品的性状,将做好前期准备的样品粘接固定在样品槽的中心位置。

8.2.5 系统状态的检查

取放样品杆前,应确认系统温度在 $295\text{ K} \sim 305\text{ K}$ 之间,系统内气压在 101 kPa 左右,系统磁场强度设置为零。

8.2.6 样品杆的放置

将样品杆垂直放入样品腔,盖好顶盖。

8.2.7 参数的设置

选择数据存储名称和存储路径;根据样品性状输入样品质量、密度或体积等样品参数。

8.2.8 样品磁性中心的确定

依据标样磁性中心的确定方法,确定样品的磁性中心。

8.2.9 腔压的调节

将样品腔内气压降至净化(Purged)状态,此时气压应在 500 Pa~700 Pa 之间。

8.2.10 程序的设置

选择需要检测的项目,包括磁滞回线、磁化曲线、直流退磁曲线和热磁曲线等;设置检测所需的外场、温度范围、磁场加载速度、加载模式、结束模式、数据点间隔或数目、重复测试次数以及升降温速率等;并可设置程序结束时的设备状态参数如磁场为零、温度为 300 K;保存程序。

8.2.11 测试运行

运行程序,系统自动测量。设置数据结果表达,在数据选择(Data Selection)中,选择 X、Y 轴坐标对应的参数和单位,实时输出测量结果。

8.2.12 测试结束

测量结束后,保存结果,此时的气压值应仍在 500 Pa~700 Pa 之间。将系统状态恢复至换样状态,即系统温度在 295 K~305 K 之间,系统内气压必须在 101 kPa 左右。

8.2.13 关机

按照仪器操作说明书规定的关机程序进行,平时应处在待机状态。

9 结果报告

9.1 基本信息

至少应包括:委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、检测方法(标准)、检测人和检测日期等。

9.2 测试结果

测试结果以测量曲线和测量数据的形式提供,根据进行检测的项目,提供磁滞回线、磁化曲线、直流退磁曲线等曲线和磁场强度、饱和磁化强度、剩余磁化强度、矫顽力、磁导率等数据;同时应提供标样描述、退磁修正描述、磁场范围和温度范围等信息。

10 安全注意事项

10.1 使用高压钢瓶应遵守相应安全规范。

10.2 真空泵从样品室抽出的气体应排到室外。

10.3 使用氦气时应保持室内通风良好,避免失氧危险。

10.4 应注意观察样品腔液氮面高度,使超导磁体浸泡在液氮中,避免超导磁体失超危险。

10.5 测试前应对试样的性质有所了解,防止检测时直接接触有毒样品,避免酸性、腐蚀性样品直接上机检测,对仪器造成损害。

10.6 注意易磁化物品(如金属工具、手表等)不得接近磁体。

10.7 人体中有金属部件(如金属支架、骨骼等)的人员不得进行操作。

参 考 文 献

- [1] GB/T 13012—2008 软磁材料直流磁性能的测量方法
 - [2] GB/T 13888—2009 在开磁路中测量磁性材料矫顽力的方法
 - [3] GB/Z 26082—2010 纳米材料直流磁化率(磁矩)测量方法
-

