実験報告書

題目

B2. 材料の磁気特性の評価

実 験 実 施 日 (西暦) 2025 年 4月 29日

提 出 日 (西暦) 2025年 5月 4日

(再提出日 (西暦) 年 月 日)

報告書作成者

学籍番号 8223036 氏名 栗山淳

共同実験者

学籍番号 氏名 小山天河 8223043 学籍番号 氏名 松山航 8223096 学籍番号 8223004 氏名 天野怜 氏名 学籍番号 南茂結衣 8223078 学籍番号 氏名

東京理科大学先進工学部マテリアル創成工学科

実験指導者記入欄				
提	出	日	/	署名
再提	再提出指定日			
再想	是 出	月	/	署名

チェックリスト

- ☑「結論」が的確にまとめられているか。
- ☑「結論」の長さは適切か。日本語に誤りがないか(論旨,文法,単語)。
- ☑「結論」と「実験結果」の整合性がとれているか。
- ☑「結論」を導くために必要十分かつ適切な「実験結果」の表現が過不足なくされているか。
- ☑「実験結果」はわかりやすく、見やすく、正確に表現されているか。
- ☑ グラフの軸、表の項目、グラフや表のタイトルに漏れはないか、適切か。
- ☑ 有効数字は適切か。単位が漏れていないか。
- ☑ (写真を用いる場合) 写真の明るさやコントラストは適切か。
- ☑「実験結果」を得るために必要な「方法」が過不足なく表現されているか。
- ☑「目的」が明記されているか。「目的」と「結論」の整合性がとれているか。日本語が適切か。
- ☑「なぜこの目的で実験をしたか」が「背景」に的確に表現されているか。日本語が 適切か。
- ☑ 必要に応じて適切に参考文献の引用情報が記述されているか。

参考文献:議論の裏付けを与えるものであるから,実験題目に関係がある文献を偏りがないようにできる限り引用する。文献の表記方法を参考として下記に記述しておく。

- 1) 著者名,書籍名,発行所,ページ,発行年
- 2) 著者名,雑誌名,巻,号,ページ,発行年
- ☑ 全体としてわかりやすいか。
- ☑「背景」が1ページを超えていないか。
- ✓「実験方法」が1ページを超えていないか。
- □「結論」が100字程度で記されているか。

1. 背景

我々の生活には、目に見えないところで磁石が多く使われており、その役割は日常生活から産 業・医療・情報技術まで多岐にわたっている。たとえば、発電機は磁石とコイルの相互作用を利 用して電気を生み出す装置であり、エネルギー供給の根幹を支えている。また、モーターも同様 に磁石と電流の相互作用により回転運動を生み出し、自動車、家電製品、産業機械など多くの分 野で活躍している。さらに、スピーカーは磁石の力でコイルを振動させ、音として出力すること で音響機器としての機能を果たす。加えて、磁石は医療や情報分野にも広く応用されている。例 えば、自動車には磁気センサが組み込まれており、速度の検出や位置情報の制御、ABS の動作な どを担っている。医療分野では、磁石の性質を利用した MRI(磁気共鳴画像診断装置)が体内の 断層画像を非侵襲的に得るために不可欠な装置として用いられている。また、ハードディスクや 磁気カードなど、情報を記録・保存するメモリ材料としても磁性材料は重要な役割を果たしてい る。このように磁石は、我々の生活に深く寄り添い、その快適さと利便性を支えている。しかし、 それ以上に注目すべきは、磁気の性質に関する研究開発が現代においても盛んに行われており、 その応用の可能性がますます広がっているという点である。例えば、より強力な磁石を開発して モーターや発電機の効率を高める研究、高感度な磁気センサを開発して人体から発せられる微弱 な磁場を検出し、早期の病気発見につなげる研究、あるいは強い磁場によって物質を分離し、環 境浄化や資源リサイクルに活用する研究など、磁性の研究は社会的課題の解決にも直結している ⑴。一方で、磁石の性質である「磁気」は、単なる実用性にとどまらず、物理学や材料科学の観点 からも非常に重要な現象である。磁気とは、物質に外部磁場をかけたときに、その物質がどのよ うに反応するかを示す性質であり、「磁性」として分類される。この磁性にはいくつかの種類があ り、代表的なものとして強磁性、常磁性、反磁性が挙げられる。

強磁性体は、いわゆる"磁石になる"物質である。鉄(Fe)、コバルト(Co)、ニッケル(Ni)な どがその代表例であり、ネオジム磁石などの高性能磁石もこれに含まれる。これらはハードディ スクや電気自動車のモーター、永久磁石として日常的に使用されている。一方、常磁性体は外部 磁場によってわずかに引き寄せられる性質を持つが、その効果は弱く、磁場を取り除くと磁化は すぐに消失する。アルミニウム(Al)やマンガン(Mn)、一部の遷移金属化合物がこれに該当す る。反磁性体は、逆に外部磁場に対して反発する性質を持ち、銅(Cu)やビスマス(Bi)などが その例である。さらに、強磁性体はその磁化の残りやすさや制御のしやすさに応じて、軟磁性体 と硬磁性体に分類される。軟磁性体は、主に電磁石やトランスのコアなどの用途に用いられる。 これに対して、硬磁性体は永久磁石としての用途に適している。モーターやスピーカー、センサ 部品などに幅広く使用されている。②これらの磁性の違いは、物質を構成する原子内の電子配置 やスピンの向き、原子同士の相互作用によって決定される。こうした磁性を評価するためには、 物質に外部磁場を加え、そこで発生する磁化(磁気モーメント)を測定する方法が用いられる。 その代表的な装置が振動試料型磁力計 (VSM) である。VSM では、試料を振動させながら外部磁 場を印加し、その際に生じる誘導電圧を測定することで、試料の磁化を高感度に検出する。得ら れた磁化と磁場の関係からは、ヒステリシス曲線と呼ばれるグラフが得られ、そこから保磁力や 残留磁化など、磁性材料の特徴的なパラメータを読み取ることができる。

今回の実験では、さまざまな材料が持つ磁性の違いを実際に観察・測定し、その違いがどのよう に発現するかを理解することを目的とする。

2. 原理

2-1. VSM の測定原理(3)

VSM (振動試料型磁力計) は、試料を磁場中で上下に振動させ、そのときに生じる誘導起電力から磁化 (M) を測定する装置である。振動する磁性試料が生じる磁束の変化を検出コイルで捉え、磁化の大きさとして出力する。これにより、磁場に対する磁化の変化を連続的に測定でき、ヒステリシス曲線の取得が可能となる。

2-2. XRD の測定原理(4)

XRD(X線回折)は、物質に入射した X線が結晶面で回折し、干渉によって特定の方向に強い回折強度が生じる現象を利用した測定法である。ブラッグの法則($2d\sin\theta=n\lambda$)に従って、X線の波長と回折角から結晶面間隔 dを求めることができる。

2-3. 磁性体(2)

物質が磁界の中に置かれた時に起こる磁気的な変化を磁性と言い、どんな物質も何らかの磁性を示す。磁性を持つ物質のことを磁性体と言う。磁性体には反磁性体、常磁性体、強磁性体などの種類がある。

反磁性体は外部から磁場を加えた時,外部磁場と反対向きに極めて弱い磁場を帯びる物質のことであり,外部磁場をゼロにすると磁場はなくなる。

常磁性体は外部から強い磁場を加えると、磁気を弱く帯びる物質のことであり、外部磁場をゼロ にすると磁気はなくなる。

強磁性体は外部から磁場を加えた時強い磁場を帯びる物質であり、外部磁場をゼロにしても強い磁気が残る。さらに、強磁性体には外部磁場を取り除いても磁化が残り、さらに反対の磁場をかけた時の保磁力(2-4 参照)がとても大きい硬磁性材料と磁場が加わると磁化されやすく、磁場を取り去ると元に戻りやすく、保磁力が小さい軟磁性材料がある。

2-4. ヒステリシス曲線(5)

磁性体に対して磁場を正負に変化させながら磁化を測定すると、磁束密度が磁場に対して遅れて変化し、磁束密度・磁場 (B-H) 曲線にループが形成される。これをヒステリシス曲線と呼び、飽和磁化 (Ms)、残留磁化 (Mr)、保磁力 (Hc) などの磁気特性が得られる。

この曲線から、次の3つの磁気特性を読み取ることができる:

- 飽和磁化 (Ms):磁化が最大に達したときの値
- 残留磁化 (Mr):外部磁場をゼロに戻したときに残る磁化
- 保磁力 (Hc):磁化をゼロにするのに必要な逆方向

以下の図 2.4.1 にはヒステリシス曲線を示している。ヒステリシス曲線から飽和磁化, 残留磁化, 保磁力を求めることができる。

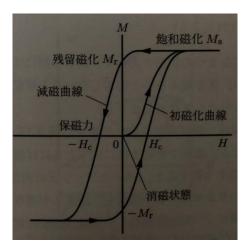


図 2.4.1 ヒステリシス曲線の形状

2-5. 共沈法(6)

共沈法は、複数の金属イオンを同時に沈殿させる湿式合成法である。金属塩水溶液にアルカリ (水酸化ナトリウムやアンモニア水)を加えることで、金属水酸化物として沈殿させる。異なる 金属イオンが一緒に沈殿することで、均一な前駆体を得ることができる。ただし、沈殿速度や溶解度が異なるため、迅速な pH 調整が重要である。

3. 方法

3-1. Fe, Ni, Cu, 等方性ネオジム磁石の VSM 測定について

2mm角に切り出された各金属試料(Fe, Ni, Cu)および等方性ネオジム磁石について、VSM を用いて磁化測定を行った。各試料は試料ホルダーに固定し、最大印加磁場(H) $\pm 20,000\,Oe$ の範囲で磁場を印加し、磁化(M)および磁束密度(B)を測定した。測定により得られた磁化曲線(ヒステリシスループ)から、飽和磁化(Ms)、残留磁化(Mr)、保磁力(Hc)を算出し,文献値と比較した。測定時には反磁界補正は行わなかった。

3-2. 様々な組成比の Ni-Cu 合金の VSM 測定について

Ni-Cu 合金試料(Ni、Ni-Cu20%、Ni-Cu40%、Ni-Cu60%、Ni-Cu80%、Cu)について、それ ぞれ VSM を用いて磁化測定を実施した。各試料は同様にホルダーに固定し、最大 $\pm 20,000$ Oe の 磁場で測定を行った。得られた磁化曲線から飽和磁化を求め、Cu 濃度と飽和磁化の関係をグラフ 化した。この測定時も反磁界補正は行わなかった。

3-3. ニッケルフェライト粉末の作製と VSM 測定と XRD 測定について

ニッケルフェライト (NiFe₂O₄) 粉末は、硝酸鉄 (Fe(NO₃)₃) および硝酸ニッケル (Ni(NO₃)₂) の混合水溶液に、NaOH 水溶液またはアンモニア水を加えて共沈させることで合成した。沈殿は pH10 以上で形成され、濾過・洗浄後に乾燥させ、 400° Cで仮焼成した。その後、一部を 1200° Cで 本焼成し、Sample 1、Sample 2 の 2 種類の粉末試料を得た。

各粉末について、VSM により磁化曲線を測定し、飽和磁化、残留磁化、保磁力を評価した。XRD 測定には Cu 管球($40\,kV$ 、 $15\,mA$)を用い、得られた回折パターンから試料の結晶構造を同じく XRD で測定した $NiFe_2O_4$ および Fe_2O_3 の値と比較した。

4. 結果と考察

4-1. Fe, Ni, Cu, ネオジム磁石の磁性分類

Fe,Ni,Cu,ネオジム磁石について VSM 測定を行い、測定結果をヒステリシス曲線に表した図を以下の図 4.1.1 に示した。

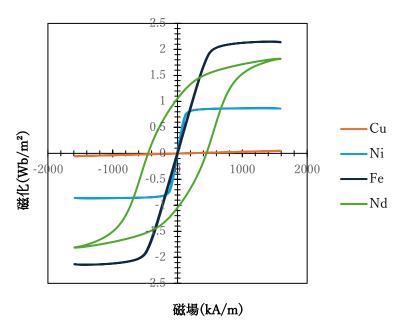


図 4.1.1 Fe,Ni,Cu,ネオジム磁石のヒステリシス曲線

このヒステリシス曲線のより、Cu は磁場の変化による磁化の変化がほとんどないが、その他の 試料は磁場の変化による磁化の変化を強く示していることが分かる。 また、図 4.1.1 のヒステリシス曲線より以下の表 4.1.1 のように Fe,Ni,Cu,ネオジム磁石の各磁性を予想することができる。

表 4.1.1 Fe,Ni,Cu,ネオジム磁石の磁性(7)

Fe	Ni	Cu	ネオジム磁石
強磁性体(軟磁性材料)	強磁性体(軟磁性材料)	常磁性体	強磁性体(硬磁性材料)

この表より Cu のみが常磁性だと実験結果から予想することができる。

Fe,Ni,Cu,ネオジム磁石の磁性を文献で調べてみると Fe,Ni,ネオジム磁石は強磁性体,Cu は反磁性体であることが分かる。 (7)

ここで反磁性体である Cu が実験結果では常磁性体状態のヒステリシス曲線の特徴を示していたのかを考えると次のようなことが考えられた。 VSM 測定を行う際, 各試料はホルダーに入れて測定を行ったため, 実験結果の磁化の値は試料本来の磁化ではなく, ホルダーと試料を含めた磁化の値ではないかと考えた。そこで各実験結果の値からホルダーの磁化の値を引いた値を求め, 試料本来のヒステリシス曲線を調べた。まず, ホルダーのヒステリシス曲線を調べると以下の図4.1.2 になることが分かった。

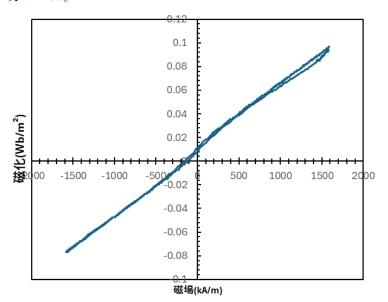


図 4.1.2 ホルダーのヒステリシス曲線

図 4.1.2 よりホルダーの磁性は常磁性体であることが分かる。

このことから Cu の反磁性体の特性がホルダーによって常磁性体側に変化しているのではないかと考察できる。

次に各試料本来のヒステリシス曲線を調べると図 4.1.3 のようになることが分かった。

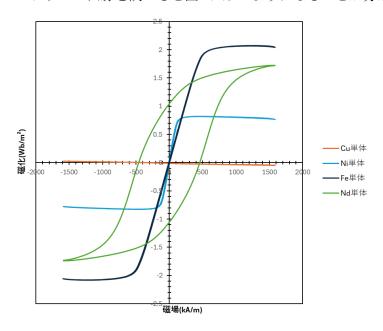


図 4.1.3 Fe,Ni,Cu,ネオジム磁石本来のヒステリシス曲線

この図より Cu は反磁性体であることが分かる。このことより、ホルダーによって本来のヒステリシス曲線と異なる曲線を描いていたことが考えられ、Fe,Ni,ネオジム磁石は強磁性体で Cu は反磁性であることが実験からもわかった。

4-2. Fe,Ni,等方性ネオジム磁石の磁気特性評価

Fe,Ni,ネオジム磁石本来のの飽和磁化と残留磁化、保磁力の測定値を図 4.1.3 に用いてまとめ、表 4.2.1 表した。

	Fe本来	Ni本来	ネオジム磁石本来
飽和磁化	2.071	0.817	1.726
残留磁化	0.0197	0.0379	1.045
保磁力	6.366	6.366	458.362

図 4.2.1 Fe,Ni,Cu,ネオジム磁石本来の飽和磁化,残留磁化,保磁力の値

この表よりネオジム磁石は Fe や Ni に比べて保磁力の値が格段に大きい。これはネオジム磁石が強磁性体の中でも保磁力の大きい硬磁性材料であることを表しており、Fe と Ni が保磁力の小さい軟磁性材料であることを示している。このことは図 4.1.3 を見てもわかり、Fe や Ni は磁場が加わると磁化されやすく、磁場が取り除かれるとすぐに元に戻るが、ネオジム磁石は磁場を取り除いても磁化が残り続ける性質からもわかる。

また、Fe と Ni では残留磁化や保磁力の値はそれほど違いはないが、飽和磁化の値が Fe の方が Ni よりも大きい値を取っていることが分かる。飽和磁化は磁化が最大となるときの値を表し、磁性材料の磁力の限界を示している。磁化とは原子当たりの磁気モーメントの平均となる(8)。鉄とニッケルの電子配置は $[Fe]3d^64s^2$, $[Ni]3d^84s^2$ となり、ニッケルの方が不対電子の数が多いため、磁気モーメントの値は大きくなり、そのため飽和磁化の値も大きくなっていると考えられる。

Fe,Ni,ネオジム磁石の飽和磁化と残留磁化、保磁力の文献値を調べると表 $4.2.2^{(9)}$ のようなことが分かった。(Fe,Ni は残留磁化の文献値がなかったため省略)

FeNiネオジム磁石飽和磁化2.1500.8001.850残留磁化1.05~1.3保磁力0.08090.00120877.5~1356

図 4.2.2 Fe, Ni, Cu, ネオジム磁石本来の飽和磁化, 残留磁化, 保磁力の値(文献値)

図 4.2.1 と図 4.2.2 を比較すると飽和磁化と残留磁化の値はそれぞれ測定値が文献値と近い値になっていることが分かるが、保磁力に関しては測定値が文献値と大きく違うことが分かる。 保磁力が測定値と文献値で大きく異なる理由は測定値を求めた時の測定環境や測定試料の形と文献値を求めた時の測定環境や測定試料の形が異なっていたためだと考えられる。

4-3. Ni-Cu 合金の磁気特性評価

Ni-Cu 合金について VSM 測定を行い, 測定結果をヒステリシス曲線に表した図を図 4.3.1 に示した。

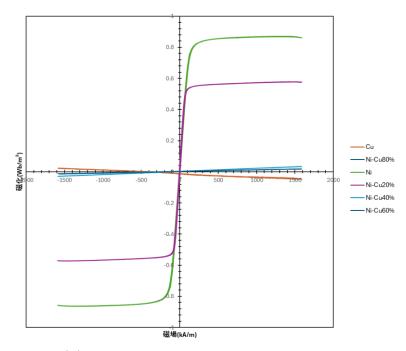


図 4.3.1 Ni-Cu 合金のヒステリシス曲線

個のヒステリシス曲線の図より銅の濃度が高くなるにつれて磁化の大きさが大きくなっていくことが分かる。

また Ni-Cu 合金の Cu 濃度と飽和磁化の関係をグラフに表すと以下の図 4.3.2 のようになる。

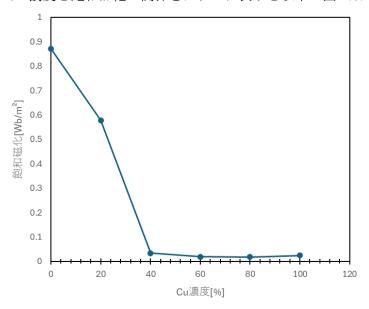


図 4.3.2 Ni-Cu 合金の Cu 濃度と飽和磁化の関係

この図より Ni-Cu 合金において Cu 濃度は減少すると飽和磁化も減少することが分かる。 このような結果になる理由は銅とニッケルの電子配置が原因だと考えた。銅とニッケルの電子配置はそれぞれ[Cu] $3d^{10}$, $4s^{1}$,[Ni] $3d^{8}$, $4s^{2}$ となる。磁化とは原子の当たりの磁気モーメントの平均であり,磁気モーメントは不対電子の数によって変化する。よって不対電子の数が多い,Ni の割合が多い(Cu 濃度が低い)方が磁気モーメントが大きくなり,結果として飽和磁化も大きくなっているのだと考えた。

Ni-Cu40%のときの飽和磁化における測定値と理論値の違いを比較し、以下の表 4.3.1 に表した。まず、Ni-Cu40%時の理論値を計算する。Ni-Cu40%時の磁化の理論値は次のような式で表すことができると考えられる。

$$(Ni - Cu40\%の磁化) = (Ni の磁化) \times 0.6 + (Cu の磁化) \times 0.4$$
 (4.3.1)

この式より Ni-Cu40%の磁化の値を出し、飽和磁化を求め、測定値と比較すると以下のような表 4.3.1 になった。

表 4.3.1 Ni-Cu40%の飽和磁化における理論値と測定値

	測定値	理論値
飽和磁化	0.0484	0.480

この表より理論値と測定値でそれほどの違いがないことが分かる。

このことから合金にしても磁化の値ははそれぞれの成分の磁化に内部濃度の割合をかけた合計(式(4.3.1))で決まることが考えられる。

4-4. ニッケルフェライト粉末の磁気特性評価

Sample1 と Sample2 について VSM 測定を行い, 測定した値から作成したヒステリシス曲線を 図 4.4.1 に示した。

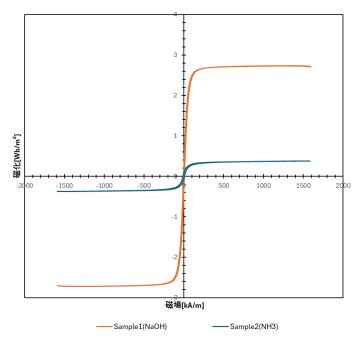


図 4.4.1 Sample1 と Sample2 のヒステリシス曲線

この図より、Sample2 は Sample1 に比べて磁場の変化における磁化の変化が小さいことが分かる。

次に Sample1,Sample2,NiFe $_2$ O $_4$, Fe $_2$ O $_3$ の飽和磁化を調べ以下の表 4.4.1(10)にまとめた。

表 4.4.1 Sample1,Sample2,NiFe2O4,Fe2O3の飽和磁化

	Sample1	Sample2	NiFe ₂ O ₄	Fe ₂ O ₃
飽和磁化	2.734	0.379	0.0301	0.0427

この表より Sample1,Sample2,NiFe2O4,Fe2O3のそれぞれで共通点は見られなかった。

さらに Sample1,Sample2,NiFe $_2$ O $_4$, Fe $_2$ O $_3$ のそれぞれで XRD を行い,その結果から得られた X線回折図を以下の図 4.4.2 にまとめた

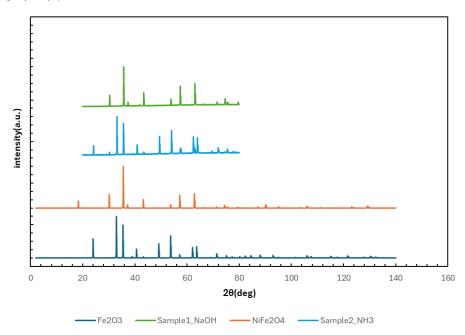


図 4.4.2 Sample1,Sample2,NiFe2O4,Fe2O3のX線回折図

この図より、Sample1 と NiFe $_2$ O $_4$ は強度の値は異なるが形状は似ており、Sample2 と Fe $_2$ O $_3$ でも同様のことが言えることが分かる。

よってブラッグの条件から Sample 1 と NiFe $_2$ O $_4$ と Sample 2 と Fe $_2$ O $_3$ はそれぞれd (結晶格子面間隔)つまり結晶構造が等しいと考えられる。

5. 結論

本実験では、VSM 測定を通じて Fe、Ni、Cu、ネオジム磁石、および Ni-Cu 合金の磁性を比較 することで、強磁性、常磁性、反磁性の違いを明確に評価できた。また、ヒステリシス曲線から 保磁力を把握し、軟磁性体と硬磁性体の区別が可能であった。さらに、合成したニッケルフェライト粉末に対して XRD と VSM 測定を行うことで、結晶構造と磁気特性の関係について理解を得ることができた。

参考文献

- (1)佐藤勝昭, 磁気工学入門―ようこそ, まぐねの国へー, 共立出版株式会社, 1, 2014
- (2) 佐藤勝昭, 磁気工学入門―ようこそ, まぐねの国へー, 共立出版株式会社, 17~19, 2014
- (3) 東陽テクニカ、VSM/AGM の原理・特長と磁性材料の評価、

https://www.toyo.co.jp/material/casestudy/detail/id=7003

- (4)JAIMA 一般社団法人日本分析機器工業会, X線回折装置の原理と応用
- https://www.jaima.or.jp/jp/analytical/basic/xray/xrd/
- (5)山崎耕造,今日からモノ知りシリーズトコトンやさしい磁力の本,日刊工業新聞社,40~41,2019
- (6)一般社団法人粉体工学会, 共沈法, 同時沈殿,

https://www.sptj.jp/powderpedia/words/10517/

- (7)日本物理学会,物理データ辞典,株式会社朝倉書店,351,2006
- (8) 佐藤勝昭, 磁気工学入門―ようこそ, まぐねの国へー, 共立出版株式会社, 12, 2014
- (9) 日本物理学会,物理データ辞典,株式会社朝倉書店,343~344,2006
- (10) 日本物理学会,物理データ辞典,株式会社朝倉書店,347,2006