

超导磁体剩余磁场对软磁材料测试的影响

于红云[†]

(清华大学材料科学与工程研究院, 材料中心实验室, 北京 100084)

(2013年10月15日收到; 2013年11月6日收到修改稿)

超导磁体体积小, 能够获得强磁场, 磁场稳定性、均匀度很高, 因此, 在磁学测量设备中应用很广泛. 美国 Quantum Design 公司的高精度磁学测量系统采用的就是超导磁体, 最高磁场能够达到 7 T. 由于超导磁体材料本身缺陷的钉扎作用, 在磁体退磁后, 磁体内部有剩余磁场, 有时能够大于 30 Oe. 由此产生的磁场误差将导致测试的矫顽力、剩磁等数据不准确, 甚至导致反向的磁滞回线. 设置的磁场初始值不同, 剩余磁场的大小也不同; 初始磁场越大, 剩余磁场越大. 这种剩余磁场效应在软磁材料测试过程中表现得尤为明显, 产生的测试误差不可忽略, 必须进行磁场误差修正才能得到正确的结果. 本文阐明了超导磁体产生剩余磁场的原因、影响因素和规律, 详述了测试软磁材料可能遇到的问题, 并给出解决方法.

关键词: 软磁材料, 磁学性能测量系统, 超导磁体, 磁通钉扎

PACS: 75.50.-y, 85.25.Cp, 84.71.Ba, 74.25.Wx

DOI: 10.7498/aps.63.047502

1 引言

随着低温技术的飞速发展, 超导磁体在材料、物理、化学等领域的应用越来越广泛. 由于超导磁体体积小、容易获得强磁场, 磁场的稳定性、均匀度又很高, 在磁学测量设备中应用很广泛. 美国 Quantum Design 公司的磁学测量设备, 包括物理性能测试系统 (PPMS)、磁学性能测试系统 (SQUID-VSM) 等, 都采用了超导磁体来提供磁场. 虽然超导磁体能够提供较强的磁场, 但是由于超导磁体材料是非理想第二类超导体, 其内部缺陷对磁通线有钉扎作用, 因此, 在磁体从高磁场降为 0 后, 磁体内部会有剩余磁场, 导致实际磁场并不为 0. 剩余磁场使设备报告的磁场值与真实的磁场值之间有一定的误差, 从而导致测试数据不准确^[1]. 用 SQUID-VSM 测试软磁材料时, 这个问题表现得尤为明显, 常常给出一些错误的测试结果, 如矫顽力和剩磁, 甚至反向的磁滞回线. 磁滞回线的面积代表了材料的磁滞损耗, 因此负面积的磁滞回线是不符合热力学第二定律的^[2-7]. 已有的报道已经指出

反向磁滞回线是错误的测试结果, 但是没有给出修正方法^[8]. 除此之外, 剩余磁场还会带来磁滞回线整体偏移等测试错误, 目前还未见报导. 用超导磁体提供磁场的设备来研究软磁材料性能时, 需要特别注意剩余磁场效应, 避免给出错误的测试结果.

2 超导磁体产生剩余磁场的原因

超导磁体材料为非理想的第二类超导体, 工作在混合态时, 磁通量并未完全排出体外, 磁感应线形成圆柱形正常区, 周围是连通的超导区. 材料内部存在晶阵缺陷, 阻碍着磁通线的运动. 当外磁场从零开始增大时, 缺陷的存在对磁通线的穿透造成阻力. 正是由于这种磁通钉扎的作用, 非理想第二类超导体才能提供很大的临界磁场和很强的无阻载流能力, 从而才有实用价值. 当磁场下降时, 缺陷同样阻碍着磁通的排出. 也正是由于这种钉扎力的存在, 即使外磁场下降为 0 时, 仍有磁通线被钉扎在磁体内部, 从而形成超导磁体的剩余磁场.

SQUID-VSM 使用了超导磁体作为磁场的来源, 因此存在剩余磁场效应. 而 SQUID-VSM 本

[†] 通讯作者. E-mail: yuhongyun@mail.tsinghua.edu.cn

身没有测试磁场的传感器, 磁场数据的记录是用磁体线圈中的电流计算得出. 因此, 剩余磁场使 SQUID-VSM 报告的磁场值不等于样品腔内的真实磁场值, 从而产生了磁场误差. 有些条件下, 剩余磁场甚至能够大于 30 Oe. 如此之大的磁场误差, 会给矫顽力很小的软磁材料测试带来不可忽略的影响, 甚至会导致错误的测试结果.

为了解决这个问题, 需要清楚地了解 SQUID-VSM 剩余磁场的影响因素, 尽量减小剩余磁场对测试数据的影响. 如果剩余磁场对测试数据的影响较大, 且无法在测试过程中避免, 则需要后续进行磁场误差修正才能得到正确的结果.

3 SQUID-VSM 剩余磁场的影响因素

首先, 测试了初始磁场为 7 T 时剩余磁场的大小. 用 SQUID-VSM 提供的 Er : YAG 标准样品, 测试其常温磁滞回线. 最大磁场为 7 T, 局部放大 ±1000 Oe 之间的数据, 如图 1 所示. 标准样品 Er : YAG 应该为顺磁性, 因此, 在磁场为 0 时磁矩也应该为 0. 但是, 从图中看出, 磁场从 7 T 下降到 0 时, 磁矩为负值, 说明此时实际磁场值并不为 0, 其方向与初始磁场方向正好相反; 同理, 把磁场从 -7 T 上升到 0 时, 磁矩为正值, 说明此时样品腔内存在一个正向不为 0 的磁场. 本文定义从某一个初始磁场设置到 0 后的真实磁场为这个初始磁场的剩余磁场. 通过标准样品 Er : YAG 磁矩值及其磁化率可以计算出剩余磁场值. 初始磁场为 7 T 时, 剩余磁场为 -32 Oe; 初始磁场为 -7 T 时, 剩余磁场为 34 Oe.

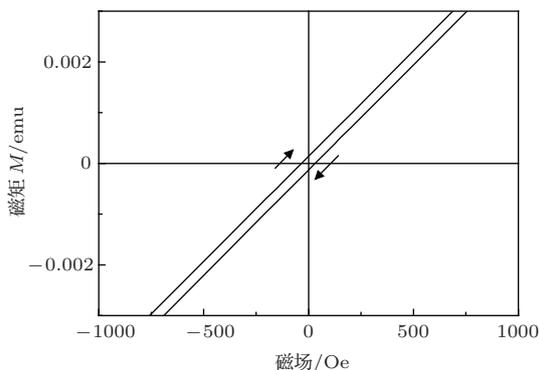


图 1 标准样品 Er:YAG 的常温磁滞回线

其次, 用相同的方法测试了不同初始磁场下的磁滞回线, 得到了不同初始磁场下的剩余磁场值, 其变化规律如图 2 所示. 从图中可看出, 剩余磁场

与设置的初始磁场的大小和方向直接相关. 初始磁场越大, 剩余磁场越大; 剩余磁场方向与初始磁场方向正好相反. 初始磁场在 1 T 以下时, 剩余磁场随着初始磁场的下降迅速减小. 因此, 在测试过程中, 应尽可能减小所加的磁场, 磁场只加到能够使样品饱和磁化即可. 当初始磁场加到 2 T 以上, 剩余磁场均大于 30 Oe. 初始磁场继续增大时, 剩余磁场并未线性增加, 而是变化缓慢. 因此, 在测试过程中, 应根据剩余磁场的变化规律以及样品的特性, 选择合适的磁场进行测试.

另外, 测试了 SQUID-VSM 变场速率对剩余磁场的影响, 结果如表 1 所示. 初始磁场相同, 均为 7 T. 实验结果表明, 不同的变场速率对剩余磁场几乎没有影响. 因此, 减小变场速率并不能减小剩余磁场的大小, 最直接的办法是减小所加的初始磁场.

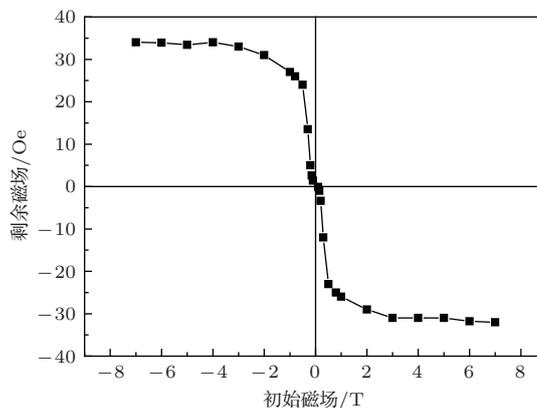


图 2 SQUID-VSM 剩余磁场随不同初始磁场的变化

表 1 不同变场速率条件下的剩余磁场值

降场速率/Oe·s ⁻¹	剩余磁场/Oe
700	31.90
500	31.78
300	31.30
100	32.76
50	31.52
10	31.54

4 剩余磁场的影响及修正磁场误差的方法

当剩余磁场的影响无法在测试过程中避免, 且剩余磁场对测试结果影响较大时, 只能在数据测试完毕之后进行后续处理才能得到正确的结果. 本节

给出剩余磁场对测试数据的影响, 并给出修正磁场误差的方法.

4.1 反向磁滞回线及修正

在测试矫顽力小于剩余磁场的软磁材料时, 由于剩余磁场的影响会得到一条反向的磁滞回线. 实验中, 使用的测试样品为一种矫顽力几乎为0的软铁磁材料(以下都简称为样品). 测试的初始磁场为1 T, 局部放大 ± 1000 Oe之间的数据, 如图3所示. 从图中看出, 磁滞回线的走向是反向的, 所包围的面积为负值, 而这样的磁滞回线是不符合热力学第二定律的.

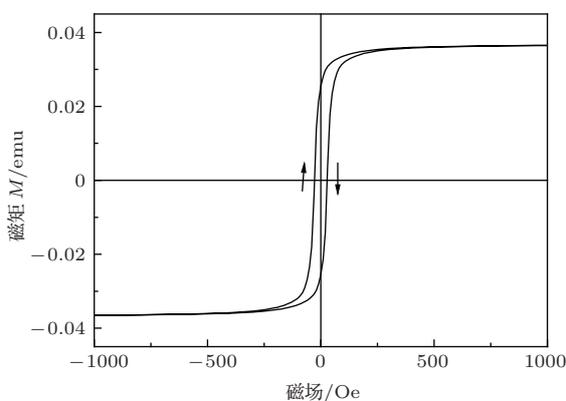


图3 样品的常温磁滞回线(最大磁场为1 T)

为了还原真实的磁滞回线, 测试了相同条件的标准样品Er:YAG, 用其磁化率和磁矩值计算出来的磁场来替代设备报告的磁场, 得到的数据如图4所示. 经过磁场误差修正之后, 磁滞回线不再反向, 矫顽力基本为0.

4.2 磁滞回线整体偏移及修正

当测试场冷却之后的磁滞回线, 且冷却磁场远大于测试磁滞回线的初始磁场时, 会导致磁滞回线整体偏移. 测试过程如图5所示. 在时刻1至时刻2之间, 磁场稳定在2 T, 温度从400 K下降到300 K; 时刻2至时刻3之间, 将磁场降到1000 Oe; 时刻3至时刻7之间, 测试磁滞回线, 最大磁场为1000 Oe. 局部放大 ± 300 Oe之间的磁滞回线数据, 结果如图6所示, 磁滞回线明显整体向右偏移26 Oe左右. 其原因如下: 测试从正最大场下降到负最大场这个过程的曲线时, 虽然数据是从时刻3的1000 Oe开始记录, 但实际上起始磁场为时刻2的2 T; 而从负最大场升到正最大场过程的起始磁

场为时刻5的-1000 Oe. 从图2中看出, 初始磁场不同, 剩余磁场相差很大, 初始磁场为2 T的剩余磁场为-29 Oe, 而初始磁场为1000 Oe的剩余磁场几乎为0. 正、负方向所加的最大磁场不相等, 因此, 在磁场降为0时的剩余磁场不相等, 从而导致磁滞回线的整体偏移, 偏移的多少约等于2 T初始磁场下的剩余磁场大小. 反向磁滞回线的问题上文已经讨论过, 此处不再赘述. 此时, 如果将曲线的整体偏移解释成样品的偏置现象就是错误的结论, 因为曲线的整体偏移是由于剩余磁场导致的测试错误.

经过磁场误差修正后的磁滞回线如图7所示, 从图中看出, 实际磁滞回线并无偏移现象.

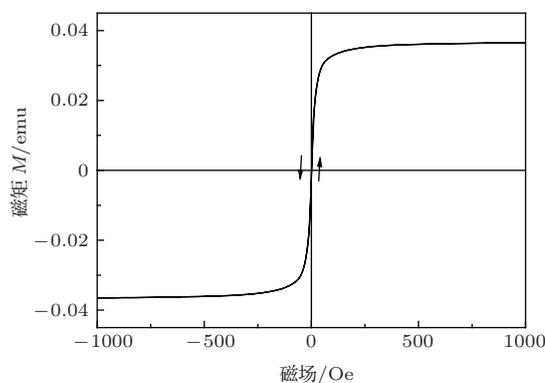


图4 样品的常温磁滞回线(最大磁场为1 T, 磁场误差修正后)

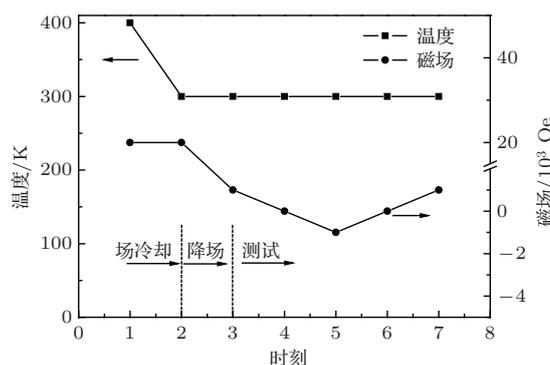


图5 场冷却性能测试过程示意图

另外, 值得特别注意的是剩余磁场对测试材料零场冷却和场冷却性能也有很大影响. 在测试零场冷却性能时, 如果不注意是否有剩余磁场, 很有可能冷却过程中的磁场并不为0, 实际测试的是材料的场冷却性能. 因此, 在零场冷却之前, 应将剩余磁场消除掉再进行冷却测试.

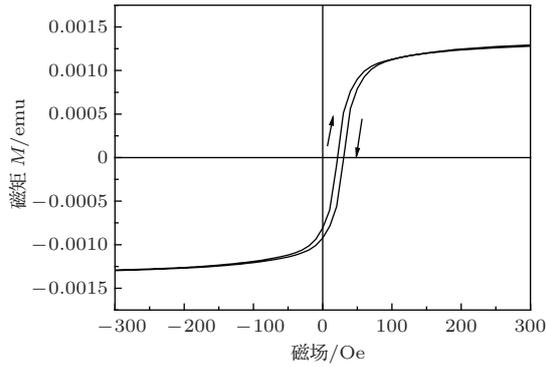


图6 场冷却条件下的样品磁滞回线

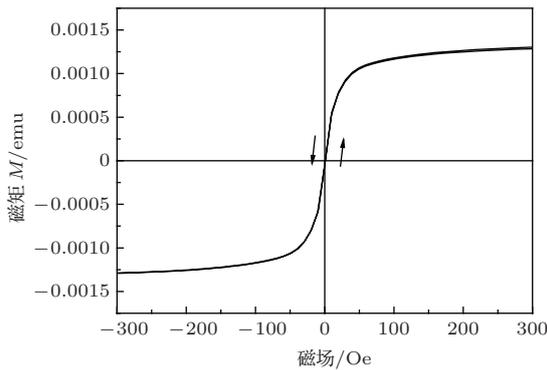


图7 场冷却条件下的样品磁滞回线(磁场误差修正后)

5 结 论

SQUID-VSM的超导磁体所产生的剩余磁场会给测试数据带来不可忽略的误差和影响,在软磁材料测试时甚至会产生错误的测试结果. 剩余磁

场与所加磁场的历史有关,初始磁场越大,剩余磁场越大,与变场速率基本没有关系. 因此,测试过程中需要考虑剩余磁场的规律,选择合适的磁场进行测试. 在剩余磁场的影响下,可能会得到反向的磁滞回线以及磁滞回线的整体偏移. 此时,需要用标准样品的磁矩值和磁化率计算得到真实的磁场来修正剩余磁场误差. 结果证明,这种修正方法有效,修正之后的数据接近真实结果. 因此,在用SQUID-VSM来测试软磁材料时,应当注意剩余磁场的问题,防止产生错误的测试结果进而给出错误的物理解释和结论.

参考文献

- [1] O'Shea M J, Al-Sharif A L 1994 *J. Appl. Phys.* **75** 6673
- [2] Gao C, O'Shea M J 1993 *J. Magn. Magn. Mater.* **127** 181
- [3] dos Santos C A, Rodmacq B 1995 *J. Magn. Magn. Mater.* **147** L250
- [4] Yang J, Kim J, Lee J, Woo S, Kwak J, Hong J, Jung M 2008 *Phys. Rev. B* **78** 094415
- [5] West K G, Nam D N H, Lu J W, Bassim N D, Picard Y N, Stroud R M, Wolf S A 2010 *J. Appl. Phys.* **107** 113915
- [6] Zheng R K, Liu H, Wang Y, Zhang X X 2004 *J. Appl. Phys.* **96** 5370
- [7] Yan X, Xu Y 1996 *J. Appl. Phys.* **79** 6013
- [8] Mastrogiacomo G, Löffler J F, Dilley N R 2008 *Appl. Phys. Lett.* **92** 082501

Effect of superconducting magnet remanence on the soft magnetic material measurements

Yu Hong-Yun[†]

(Center for Testing and Analyzing of Materials, School of Materials Science and Engineering, Tsinghua University,
Beijing 100084, China)

(Received 15 October 2013; revised manuscript received 6 November 2013)

Abstract

The superconducting magnet is used to provide magnetic field in a magnetic property measurement system (SQUID-VSM, Quantum Design), since it can provide high magnetic field up to 7 T. Due to the pinned magnetic flux, there is residual magnetic field as the magnetic field is set to be 0 from high field. There appears an error between the reported field and the real field. Sometimes, the residual magnetic field can be more than 30 Oe. It is so large that it may provide incorrect experiment data, such as H_c , M_r and inverted hysteresis loops. The effect of residual magnetic field on the soft magnetic material measurements should not be neglected. The residual magnetic field is dependent on initial magnetic field. The experimental data must be corrected by measuring the standard sample. In the paper we investigate the origin and the regular pattern of the residual magnetic field. The effects on the measurement results and the correction method are presented.

Keywords: soft magnetic materials, SQUID-VSM, superconducting magnet, flux pinning

PACS: 75.50.-y, 85.25.Cp, 84.71.Ba, 74.25.Wx

DOI: [10.7498/aps.63.047502](https://doi.org/10.7498/aps.63.047502)

[†] Corresponding author. E-mail: yuhongyun@mail.tsinghua.edu.cn