



中华人民共和国国家标准化指导性技术文件

GB/Z 26082—2010

纳米材料直流磁化率(磁矩)测量方法

Measuring method for DC magnetic susceptibility (magnetic moment)
of nanomaterials

2011-01-10 发布

2011-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本指导性技术文件由中国科学院提出。

本指导性技术文件由全国纳米技术标准化技术委员会纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)归口。

本指导性技术文件起草单位:中国科学院物理研究所国家超导重点实验室。

本指导性技术文件主要起草人:张鹰子、闻海虎。

纳米材料直流磁化率(磁矩)测量方法

1 范围

本指导性技术文件规定了测量纳米材料直流磁化率(磁矩)的术语及定义、样品制备及测量、测量仪器、测量步骤和试验报告等。

本指导性技术文件适用于利用电磁感应定律制造的超导量子干涉器磁强计及振动样品磁强计测量纳米材料的直流磁化率(磁矩)。亚微米尺度范围的材料也可参照本标准执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本指导性技术文件的引用而成为本指导性技术文件的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本指导性技术文件,然而,鼓励根据本指导性技术文件达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本指导性技术文件。

GB/T 19619 纳米材料术语

3 术语及定义

GB/T 19619 确立的以及下列术语定义适用于本指导性技术文件。

3.1

磁矩 magnetic moment

在磁场作用下能发生变化并反过来影响磁场的介质,叫磁介质。对任一磁性物质而言,由电流产生磁矩的最小单位为原子。原子因藉由电子的自旋及环绕着原子核的运动而产生磁矩。磁矩方向可由右手定则确定。其表达式见式(1):

$$\vec{m}_j = \vec{A}_j i \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

\vec{m}_j ——磁矩矢量,单位为安培平方米(A·m²);

\vec{A}_j ——电流*i*所包围之封闭面积矢量,单位为平方米(m²);

i——封闭路径上电流,单位为安培(A)。

依据磁矩在外加磁场作用时的不同表现,通常可以简单将物体区分成下列三类物质:

- a) 抗磁性物质:当在外加磁场作用时,物体本身所产生的磁化方向与外加场相反;
- b) 顺磁性物质:当在外加磁场作用时,物体本身所产生的磁化方向与外加场相同;
- c) 铁磁性物质:当在外加磁场作用时,物体本身所产生极强的磁化且方向与外加场一致。铁磁性物质又分为软磁质和硬磁质。

3.2

磁化强度 magnetization

单位体积的磁化物质内的总磁矩,其表达式见式(2):

$$\vec{M} = \sum_j \vec{m}_j / V \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

\vec{M} ——磁化强度矢量,单位为安培每米(A/m);

V——磁化物质的体积,单位为立方米(m³)。

3.3

磁化率 susceptibility

常用的有三种,分别为体积磁化率、质量磁化率、摩尔磁化率。

3.3.1

体积磁化率 volume susceptibility

单位磁场中的磁化强度,其表达式见式(3):

$$\chi = M/H \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- χ ——体积磁化率,无量纲;
- M ——磁化物质的磁化强度,单位为安培每米(A/m);
- H ——外加磁场强度,单位为安培每米(A/m)。

3.3.2

质量磁化率 mass susceptibility

单位质量与单位磁场中的磁矩,其表达式见式(4):

$$\chi_p = M/(\rho H) = \chi/\rho = m/(\rho V H) \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- χ_p ——磁化物质的质量磁化率,单位为立方米每千克(m³/kg);
- m ——磁化物质的磁矩,单位为安培平方米(A·m²);
- ρ ——磁化物质的质量密度,单位为千克每立方米(kg/m³)。

3.3.3

摩尔磁化率 molar susceptibility

单位摩尔与单位磁场中的磁矩,其表达式见式(5):

$$\chi_{mol} = m M_{mol}/(\rho V H) \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- χ_{mol} ——磁化物质的摩尔磁化率,单位为立方米每摩尔(m³/mol);
- M_{mol} ——磁化物质的摩尔质量,单位为千克每摩尔(kg/mol)。

3.4

电磁感应定律 law of electromagnetic induction

3.4.1

磁通量 magnetic flux

在磁场中,单匝导线回路所圈定的磁通量表达式见式(6):

$$\Phi_j = \int_{A_j} \vec{B} d\vec{A}_j = \int_{A_j} (\mu_0 \vec{H} + \mu_0 \vec{M}) d\vec{A}_j \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- Φ_j ——磁通量,单位为韦伯(Wb);
- A_j ——回路圈定的面积,单位为平方米(m²);
- μ_0 ——真空磁导率($\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ H/m),单位为亨每米(H/m);
- B ——磁感应强度,单位为特斯拉(T)。

3.4.2

感应电动势 induction electromotive force

由于磁通量的变化而产生的电动势。感应电动势与磁通量之间定量关系的描述被称为法拉第电磁感应定律。导体路中感应电动势的大小,与穿过回路的磁通量的变化率成正比。对单匝回路而言,其感应电动势的表达式见式(7):

$$\epsilon_j = - \frac{d\Phi_j}{dt} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ϵ_j —— 感应电动势，单位为伏特(V)；

Φ_j —— 磁通量，单位为韦伯(Wb)。

对 N 匝串连的回路(线圈)而言，其总感应电动势表达式见式(8)：

$$\epsilon = - \sum_{j=1}^N \frac{d\Phi_j}{dt} \quad \dots\dots\dots (8)$$

4 样品制备及测量

4.1 样品制备

利用现有的超导量子干涉器磁强计(SQUID)和振动样品磁强计(VSM)，由于受其测量灵敏度的限制，不可能对单一的纳米级的颗粒进行磁化率测量。因此要把足够数量的纳米颗粒一起封装在磁化率很小的特定胶囊中压紧并密封以便于测量，或把纳米粉末压制成纳米块材用于测量。测量结果与纳米颗粒的平均尺度及相应的胶囊或块材尺度有关。我们可以取一个长径比较大的胶囊封装纳米粉末或压制长径比较大的纳米块，测量中使磁场平行于轴心。纳米材料数量的多少直接影响到测量的准确度。通常，应综合考虑测量仪器的尺度、量程、测量准确度及纳米材料具体数量来进行测量。测量结果是一个宏观量，具有统计平均的意义，并且与纳米颗粒的平均尺度及相应的尺度分布有关。对于纳米线、纳米管、纳米棒、纳米纤维、纳米箔带、纳米晶片、生长在基片上的纳米薄膜等测量应该考虑样品各向异性的影响，如晶体的轴向、磁场方向、退磁因子等。

4.2 样品的磁性测量

对于纳米材料，通常是测量其质量磁化率或摩尔磁化率，这是因为对于大量的纳米颗粒体积磁化率的测量，应该考虑实际测量体积与理想体积的不同所引起的测量误差。测量被测物质的磁矩在给定磁场下随温度的变化，可以用来确定被测物质的属性，如顺磁性、抗磁性、铁磁性、反铁磁性，亚铁磁性与超导电性等，导出磁化率(磁矩)与温度的函数关系。确定各种材料的特征温度，如临界温度、相变温度、居里温度与尼尔温度等。测量被测物质的磁矩在给定温度下随磁场的变化，可以用来确定被测物质的性能参数，如矫顽力、磁滞损耗、磁通钉扎、超导临界磁场、与磁化曲线等。对于测量各种材料的直流磁化率，实际上并非直接测量其直流磁化率，而是直接测量其磁矩。具体的直流磁化率计算是根据其样品的质量、体积、质量密度及相对分子质量计算完成。

4.2.1 样品的磁化率与温度关系

样品可以简单分为抗磁性物质($\chi < 0$)或顺磁性物质($\chi > 0$)，对于给定磁场，测量磁化物质的磁矩与温度关系，经过换算即可获得磁化物质的磁化率与温度的对应关系。

4.2.2 样品的磁滞回线

给定温度，当外磁场循环变化时($0 \rightarrow H \rightarrow 0 \rightarrow -H \rightarrow 0$)，样品的磁感应强度 B 或磁化强度 M 的变化轨迹。

4.2.3 样品的磁弛豫

给定磁场、温度及时间长度，测量样品的磁化性质随时间的变化。

5 测量仪器

测试仪器应定期检测，未经自检或送检的仪器不能作为有效仪器使用。

注：仪器常用单位：1 Gs = 10^{-4} T，1 emu = 10^{-3} A · m²，1 Oe = $10^3/4\pi$ A/m

5.1 磁强计

5.1.1 超导量子干涉器磁强计(SQUID)

超导量子干涉器磁强计是利用约瑟夫森效应制成的器件,是高灵敏度的磁探测器件。样品在磁场中产生的磁矩,通过传输系统的上下运动,使探测线圈中的磁通量产生变化。根据电磁感应定律,探测线圈产生感应电动势,该电动势与磁通量变化率成比例,经放大及线圈耦合形成超导量子干涉器磁强计测得的信号。利用特定公式对一个循环周期(或多循环周期平均成一个循环周期)的信号集合进行数字拟和,即可获得样品的磁矩。超导量子干涉器磁强计的磁矩微分精度为: $\leq 10^{-8}$ emu(在测量范围 0.25 T 以内), $\leq 6 \times 10^{-8}$ emu(在测量范围 7 T 以内)。

5.1.2 振动样品磁强计(VSM)

振动样品磁强计是利用样品在探测线圈内上下作周期性高频振动,使探测线圈中的磁通量产生周期性变化,从而生成感应电动势。该电动势信号与磁矩成比例。振动样品磁强计的微分精度通常比超导量子干涉器磁强计的精度大一个数量级。

5.2 分析天平

所用测量仪器为准确度好于 0.5 %,灵敏度好于 0.1 mg 的电子天平。

5.3 几何尺寸测量仪器

尺寸测量可以用扫描电镜(SEM)、扫描隧道显微镜(STM)、原子力显微镜(AFM)、透射电镜(TEM)等。

6 测量步骤

测量通常是由计算机控制下的仪表进行数据采集。数据由计算机保存。数据文件应包括:文件名、测量时间、样品特性、样品尺寸、测量温度、测量结果等相关测量条件。

测量步骤如下:

- a) 样品封装,封装时注意不要用铁磁性工具操作,不要有任何可能的人为污染。纳米粉应用磁化率低于 10^{-7} emu 的材料进行封装定位,并注意封装的对称性;
- b) 实验室的温度是否满足 $23 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- c) 实验室的湿度是否在 70% 以下;
- d) 检查磁强计剩场:通常利用振荡模式退场后,磁体剩场小于 5 Gs;磁强计的剩场可以利用高斯计来确定或利用标准样品进行曲线比对分析;如果异常,应考虑:
 - 1) 对磁体的屏蔽合金进行退磁;
 - 2) 对磁体进行重置;
- e) 检查样品腔的真空密封状况及样品安装过程是否规范;若有样品腔有漏气或气体吸附现象,会在 40 K~60 K 测量范围内发现顺磁峰(氧峰)。需要排除异常及把样品腔的温度升至室温除气后才能继续测量;
- f) 检查试验磁强计及线路是否有良好电磁环境屏蔽;
- g) 检查磁强计预备待测条件是否完备;
- h) 按仪器操作程序规程安装样品于恰当的测量位置;
- i) 按测量需求编写测量程序;
- j) 检查测量程序;
- k) 确定上述步骤无误后,启动测量;
- l) 测量后,确定测量无误后,书写试验报告。

7 试验报告

试验报告一般应包括以下内容：

- a) 标准编号；
 - b) 委托单位；
 - c) 样品名称、编号、样品形态；
 - d) 测量条件(如测量温度和湿度等)；
 - e) 测量仪器；
 - f) 测量结果；
 - g) 其他必要的试验记录内容；
 - h) 检验者、审核者及检验日期。
-