

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60556

Première édition
First edition
1982-01

**Méthodes de mesure des propriétés des
matériaux gyromagnétiques destinés aux
applications hyperfréquences**

**Measuring methods for properties of
gyromagnetic materials intended for
application at microwave frequencies**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 60556: 1982

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement
(Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International (VEI)*.

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates
(On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary (IEV)*.

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

60556

Première édition
First edition
1982-01

**Méthodes de mesure des propriétés des
matériaux gyromagnétiques destinés aux
applications hyperfréquences**

**Measuring methods for properties of
gyromagnetic materials intended for
application at microwave frequencies**

© IEC 1982 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX XA
PRICE CODE

*Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue*

SOMMAIRE

	Pages
PRÉAMBULE	4
PRÉFACE	4

SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

Articles

1. Domaine d'application	6
2. Définitions	6

SECTION DEUX — MÉTHODES DE MESURE

3. Aimantation à saturation M_s	6
4. Aimantation (à une intensité de champ spécifiée) M_H	28
5. Largeur de raie de résonance gyromagnétique ΔH et facteur de Landé effectif g_{eff} (général)	42
6. Largeur de raie de résonance gyromagnétique ΔH_{10} et facteur de Landé effectif g_{10} (à 10 GHz)	54
7. Largeur de raie de résonance d'ondes de spin ΔH_k	62
8. Largeur de raie effective ΔH_{eff}	74
9. Permittivité complexe ϵ_r	86
10. Densité apparente ρ_{app}	96

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
PREFACE	5

SECTION ONE — GENERAL

Clause

1. Scope	7
2. Definitions	7

SECTION TWO — MEASURING METHODS

3. Saturation magnetization M_s	7
4. Magnetization (at specified field strength) M_H	29
5. Gyromagnetic resonance linewidth ΔH and effective Landé factor g_{eff} (general)	43
6. Gyromagnetic resonance linewidth ΔH_{10} and effective Landé factor g_{10} (at 10 GHz)	55
7. Spin-wave resonance linewidth ΔH_x	63
8. Effective linewidth ΔH_{eff}	75
9. Complex permittivity ϵ_r	87
10. Apparent density ρ_{app}	97

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MÉTHODES DE MESURE DES PROPRIÉTÉS DES MATÉRIAUX GYROMAGNÉTIQUES DESTINÉS AUX APPLICATIONS HYPERFRÉQUENCES

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Comité d'Etudes N° 51 de la CEI: Composants magnétiques et ferrites.

Un premier projet pour les articles 4, 6, 9 et 10 fut discuté lors des réunions tenues à Londres en 1968, à Washington en 1970, à Leningrad en 1971 et à Zurich en 1974. A la suite de cette dernière réunion, un projet, document 51(Bureau Central)164, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en avril 1975.

Des modifications, document 51(Bureau Central)201, furent soumises à l'approbation des Comités nationaux selon la Procédure des Deux Mois en août 1977.

Les Comités nationaux des pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication des articles 4, 6, 9 et 10:

Afrique du Sud (République d')	Espagne	Roumanie
Allemagne	Etats-Unis d'Amérique	Royaume-Uni
Autriche	France	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Canada	Japon	Turquie
Danemark	Pologne	Union des Républiques
Egypte	Portugal	Socialistes Soviétiques

Un premier projet pour les articles 3, 5, 7 et 8 fut discuté lors des réunions tenues à Zurich en 1974, à La Haye en 1975 et à Budapest en 1977. A la suite de cette dernière réunion, un projet, document 51(Bureau Central)204, fut soumis à l'approbation des Comités nationaux suivant la Règle des Six Mois en novembre 1977.

Les Comités nationaux des pays suivants se sont prononcés explicitement en faveur de la publication des articles 3, 5, 7 et 8:

Belgique	Etats-Unis d'Amérique	Royaume-Uni
Brésil	France	Suède
Canada	Hongrie	Suisse
Danemark	Italie	Turquie
Egypte	Japon	Union des Républiques
Espagne	Pologne	Socialistes Soviétiques

Autres publications de la CEI citées dans la présente norme:

- Publications n°s 50(901): Vocabulaire Electrotechnique International (V.E.I.), Chapitre 901: Magnétisme.
 153-2: Guides d'ondes métalliques creux, Deuxième partie: Spécifications particulières pour les guides d'ondes rectangulaires normaux.
 205: Calcul des paramètres effectifs des pièces ferromagnétiques.
 392: Directives pour l'établissement des spécifications relatives aux ferrites pour hyperfréquences.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

MEASURING METHODS FOR PROPERTIES OF GYROMAGNETIC MATERIALS INTENDED FOR APPLICATION AT MICROWAVE FREQUENCIES

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by IEC Technical Committee No. 51: Magnetic Components and Ferrite Materials.

A first draft containing proposals for Clauses 4, 6, 9 and 10 was discussed at meetings held in London in 1968, in Washington in 1970, in Leningrad in 1971 and in Zurich in 1974. As a result of this latter meeting, a draft, Document 51(Central Office)164, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in April 1975.

Amendments, Document 51(Central Office)201, were submitted to the National Committees for approval under the Two Months' Procedure in August 1977.

The National Committees of the following countries voted explicitly in favour of publication of Clauses 4, 6, 9 and 10:

Austria	Italy	Sweden
Belgium	Japan	Switzerland
Canada	Poland	Turkey
Denmark	Portugal	Union of Soviet
Egypt	Romania	Socialist Republics
France	South Africa (Republic of)	United Kingdom
Germany	Spain	United States of America

A first draft containing proposals for Clauses 3, 5, 7 and 8 was discussed at meetings held in Zurich in 1974, in The Hague in 1975 and in Budapest in 1977. As a result of this latter meeting, a draft, Document 51(Central Office)204, was submitted to the National Committees for approval under the Six Months' Rule in November 1977.

The following countries voted explicitly in favour of publication of Clauses 3, 5, 7 and 8:

Belgium	Hungary	Switzerland
Brazil	Italy	Turkey
Canada	Japan	Union of Soviet
Denmark	Poland	Socialist Republics
Egypt	Spain	United Kingdom
France	Sweden	United States of America

Other IEC publications quoted in this standard:

- Publications Nos. 50(901): International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), Chapter 901: Magnetism.
 153-2: Hollow Metallic Waveguides, Part 2: Relevant Specifications for Ordinary Rectangular Waveguides.
 205: Calculation of the Effective Parameters of Magnetic Piece Parts.
 392: Guide for the Drafting of Specifications for Microwave Ferrites.

MÉTHODES DE MESURE DES PROPRIÉTÉS DES MATÉRIAUX GYROMAGNÉTIQUES DESTINÉS AUX APPLICATIONS HYPERFRÉQUENCES

SECTION UN — GÉNÉRALITÉS

1. Domaine d'application

La présente norme décrit des méthodes de mesure des propriétés utilisées pour spécifier les ferrites hyperfréquences polycristallines conformément à la Publication 392 de la CEI: Directives pour l'établissement des spécifications relatives aux ferrites pour hyperfréquences, et pour un usage général dans la technologie des ferrites. Ces méthodes de mesure sont destinées à l'étude des matériaux généralement dénommés ferrites, pour application aux hyperfréquences.

Les monocristaux et les films minces sortent, d'une manière générale, du domaine d'application de cette norme.

Notes 1. — Dans le cadre de cette spécification, les mots « ferrite » et « hyperfréquence » sont pris dans un sens large:

- par « ferrites » sont entendus non seulement les composés chimiques magnétodiélectriques ayant une structure spinelle cristalline mais aussi les matériaux ayant des structures grenat ou hexagonale;
- la région « hyperfréquence » est considérée comme étant celle des longueurs d'onde comprises entre 1 m et 1 mm, approximativement, l'intérêt principal étant centré sur la région de 0,3 m à 10 mm.

2. — Des exemples de composants employant les ferrites hyperfréquences sont les dispositifs non réciproques tels que circulateurs, isolateurs et déphaseurs non réciproques. Ils constituent le champ principal d'application, mais ces matériaux peuvent aussi être utilisés dans des dispositifs réciproques, modulateurs et déphaseurs (réciproques). D'autres applications comprennent les filtres gyromagnétiques, les limiteurs et des dispositifs plus spéciaux, tels que les amplificateurs paramétriques.

Cette norme sera utilisée conjointement avec la Publication 392 de la CEI.

Note. — Les références données dans le texte correspondent aux bibliographies figurant à la fin des articles 3, 7, 8, 9 et 10.

2. Définitions

Pour les définitions des termes généraux utilisés dans cette norme, référence sera faite à la Publication 50(901) de la CEI. Vocabulaire Electrotechnique International (V.E.I.), chapitre 901: Magnétisme.

SECTION DEUX — MÉTHODES DE MESURE

3. Aimantation à saturation M_s

3.1 Introduction

L'aimantation à saturation est un paramètre caractéristique des matériaux ferrites. Il est largement utilisé dans les calculs théoriques, par exemple dans la détermination des composantes de la perméabilité tensorielle (voir Publication 50(901) de la CEI, 901-03-02). Dans diverses applications hyperfréquences, l'aimantation à saturation détermine la limite inférieure de fréquence du dispositif, due essentiellement à l'apparition des pertes dénommées aux champs faibles quand le matériau est non saturé.

MEASURING METHODS FOR PROPERTIES OF GYROMAGNETIC MATERIALS INTENDED FOR APPLICATION AT MICROWAVE FREQUENCIES

SECTION ONE — GENERAL

1. Scope

This standard describes methods of measuring the properties used to specify polycrystalline microwave ferrites in accordance with IEC Publication 392: Guide for the Drafting of Specifications for Microwave Ferrites, and for general use in ferrite technology. These measuring methods are intended for the investigation of materials, generally referred to as ferrites, for application at microwave frequencies.

Single crystals and thin films generally fall outside the scope of this standard.

Notes 1. — For the purpose of this standard, the words “ferrite” and “microwave” are used in a broad sense:

- by “ferrites” are meant not only magneto-dielectric chemical components having a spinel crystal structure, but also materials with garnet and hexagonal structures,
 - the “microwave” region is taken to include wavelengths approximately between 1 m and 1 mm, the main interest being concentrated on the region 0.3 m to 10 mm.
2. — Examples of components employing microwave ferrites are non-reciprocal devices such as circulators, isolators and non-reciprocal phase shifters. These constitute the major field of application, but the materials may be used in reciprocal devices as well, for example, modulators and (reciprocal) phase shifters. Other applications include gyromagnetic filters, limiters and more sophisticated devices, such as parametric amplifiers.

This standard should be read in conjunction with IEC Publication 392.

Note. — The references given in the text correspond to the bibliographies placed at the end of Clauses 3, 7, 8, 9 and 10.

2. Definitions

For the definitions of general terms used in this standard reference should be made to IEC Publication 50(901): International Electrotechnical Vocabulary (I.E.V.), Chapter 901: Magnetism.

SECTION TWO — MEASURING METHODS

3. Saturation magnetization M_s

3.1 Introduction

Saturation magnetization is a characteristic parameter of ferrite materials. It is widely used in theoretical calculations, for instance in computation of tensor permeability components (see IEC Publication 50(901), 901-03-02). In a variety of microwave applications, saturation magnetization determines the lower frequency limit of the device, mainly due to the occurrence of so-called low-field loss when the material is unsaturated.

3.2 Objet

Donner deux techniques similaires pour mesurer l'aimantation à saturation. Il s'agit de la méthode de la bobine vibrante (VCM) et de la méthode de l'échantillon vibrant (VSM).

La méthode de la bobine vibrante (réf. [1]* et [2]) présente les avantages d'un montage plus aisé de l'échantillon et d'une disposition mécanique plus simple lorsque sont demandées des mesures dans un domaine étendu de températures, en particulier aux basses températures.

La méthode de l'échantillon vibrant est plus précise pour un degré égal d'élaboration de l'appareillage électronique.

Dans les deux cas le matériel nécessaire est très similaire et les méthodes d'étalonnage sont identiques. Les mêmes échantillons d'essais peuvent être employés dans chaque technique.

3.3 Théorie

Quand une sphère de matériau magnétique isotrope est placée dans un champ magnétique uniforme, la sphère devient uniformément aimantée dans une direction parallèle au champ appliqué. La sphère produit alors son propre champ magnétique externe équivalent à celui d'un dipôle magnétique ramené au centre de la sphère et orienté parallèlement à la direction d'aimantation.

Si une petite bobine de détection (en pratique, une paire enroulée en opposition) oscille avec une faible amplitude à proximité de la sphère échantillon et dans une direction à angle droit du champ appliqué, une tension e_s est induite dans la bobine, proportionnellement au taux de variation du flux φ_s dû à l'échantillon placé à la position moyenne de la bobine x_0 dont la valeur est donnée par:

$$e_s = -N \cdot \left(\frac{d\varphi_s}{dx} \right)_{x_0} \cdot \frac{dx}{dt} \quad (1)$$

où N est le nombre de tours de la bobine.

Le mouvement de la bobine, dans la direction x , est donné par:

$$x = x_0 + \delta \sin \omega t \quad (2)$$

où:

x = déplacement au temps t

ω = pulsation

δ = amplitude de la vibration

Si l'échantillon inconnu est remplacé par un échantillon étalon d'aimantation à saturation connue M_c et de volume V_c , induisant une tension e_c , l'aimantation de l'échantillon M_s peut être trouvée par comparaison:

$$\frac{M_s}{M_c} = \frac{e_s}{e_c} \cdot \frac{V_c}{V_s} \quad (3)$$

Si les tensions induites e_s et e_c donnent naissance à des lectures E_s et E_c dans l'appareillage, alors:

$$M_s = M_c \cdot \frac{E_s}{E_c} \cdot \frac{d_c^3}{d_s^3} \quad (4)$$

où:

d_s et d_c = diamètres respectifs des sphères échantillon et étalon

Des équations identiques s'appliquent au cas VSM, lorsque l'échantillon vibre tandis que la bobine reste fixe.

* Pour les références de cet article, voir le paragraphe 3.12, page 28.

3.2 Object

To give two similar techniques for measuring saturation magnetization. These are the vibrating coil method (VCM) and vibrating sample method (VSM).

The vibrating coil method (ref. [1]* and [2]) has the advantages of easier sample mounting and simpler mechanical arrangement when measurements over a range of temperatures are required, particularly at low temperatures.

The vibrating sample method is more accurate, given a similar degree of elaboration in electronic apparatus.

The equipment needed in both cases is very similar and the calibration methods are identical. The same test samples can be used for either technique.

3.3 Theory

When a sphere of isotropic magnetic material is placed in a uniform magnetic field, the sphere becomes uniformly magnetized in the direction parallel to the applied field. The sphere now produces its own external magnetic field, equivalent to that of a magnetic dipole at the centre of the sphere and orientated parallel to the direction of magnetization.

If a small detection coil (in practice a pair wound in opposition) is now vibrated at small amplitude, close to the sample sphere and in a direction at right angles to the applied field, a voltage e_s will be induced in the coil, proportional to the rate of change of flux ϕ_s due to the sample at the mean coil position x_0 , whose value is given by:

$$e_s = -N \cdot \left(\frac{d\phi_s}{dx} \right)_{x_0} \cdot \frac{dx}{dt} \quad (1)$$

where N is the number of turns on the coil.

The motion of the coil, in the x -direction, is given by:

$$x = x_0 + \delta \sin \omega t \quad (2)$$

where:

x = displacement at time t

ω = angular frequency

δ = vibration amplitude

If the unknown sample is now replaced by a calibrating sample of known saturation magnetization M_c and volume V_c , inducing a voltage e_c , the magnetization of the sample M_s may be found by comparison:

$$\frac{M_s}{M_c} = \frac{e_s}{e_c} \cdot \frac{V_c}{V_s} \quad (3)$$

If the induced voltages e_s and e_c give rise to readings E_s and E_c from the apparatus, then:

$$M_s = M_c \cdot \frac{E_s}{E_c} \cdot \frac{d_c^3}{d_s^3} \quad (4)$$

where:

d_s and d_c = diameters of the sample and calibrating spheres, respectively

Identical equations apply in the VSM case, when the sample is vibrated while the coil remains stationary.

* For references of this clause, see Sub-clause 3.12, page 29.

3.4 Echantillon d'essai

Pour que l'assimilation à un dipôle soit valable, l'échantillon d'essai doit être une sphère dont le défaut de sphéricité ne dépasse pas 0,5%. Le défaut de sphéricité en pourcentage est défini par:

$$\left(\frac{\text{diamètre max.} - \text{diamètre min.}}{\text{diamètre min.}} \right) \times 100 \quad (5)$$

Pour la plupart des matériaux ferrites, un diamètre d'environ 2,5 mm convient. S'il est inférieur à 1 mm, un rapport signal/bruit raisonnable est difficile à obtenir, en particulier lorsque M_s est peu élevé. Des sphères de diamètre supérieur à 4 mm sont moins faciles à usiner et il devient moins aisé de maintenir un champ uniforme dans le volume de la sphère.

Il est permis d'utiliser des échantillons autres que sphériques à condition que la tension induite reste une fonction linéaire de l'aimantation dans les limites de la précision requise, et que l'échantillon étalon ait des dimensions identiques aux échantillons à mesurer.

3.5 Appareillage de mesure pour la méthode de la bobine vibrante (VCM)

3.5.1 Disposition des bobines de détection et de l'échantillon

Un diagramme schématique de la disposition des bobines de détection et de l'échantillon est donné à la figure 1. La figure 2, page 12, indique les directions du champ appliqué et du champ de l'échantillon.

L'échantillon est monté de façon rigide entre les pièces polaires d'un électro-aimant, de telle façon que sa position par rapport aux bobines de détection soit reproductible à $\pm 0,1$ mm en toutes directions. Toutes les parties du support d'échantillon doivent être faites en matériaux non magnétiques.

Les bobines de détection forment une paire identique enroulée en série-opposition. Elles sont attachées au vibreur par un bras rigide non magnétique et placées le plus près possible de l'échantillon. Leurs axes sont normalement parallèles à la direction de vibration, mais d'autres configurations sont acceptables.

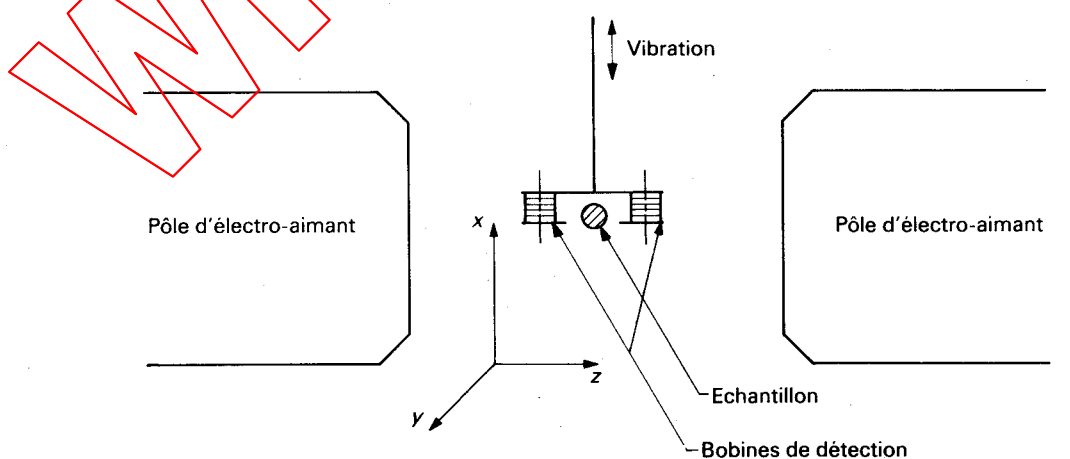


FIG. 1. — Méthode de la bobine vibrante — Disposition de l'échantillon et des bobines.

3.4 Test sample

For the dipole assumption to be valid, the test sample shall be a sphere, whose deviation from roundness is not more than 0.5%. The percentage deviation from roundness is defined as:

$$\left(\frac{\text{max. diameter} - \text{min. diameter}}{\text{min. diameter}} \right) \times 100 \quad (5)$$

For most ferrite materials, a diameter of about 2.5 mm is suitable. If it is less than 1 mm, a reasonable signal-to-noise ratio will be difficult to achieve, particularly when M_s is low. Spheres larger than about 4 mm are less convenient to make and it is not so easy to maintain a uniform applied field over the volume of the sphere.

It may be permissible to use other than spherical samples, provided that the induced voltage can be shown to be a linear function of the magnetization to within the accuracy required, and that the calibration sample has identical dimensions to the samples to be measured.

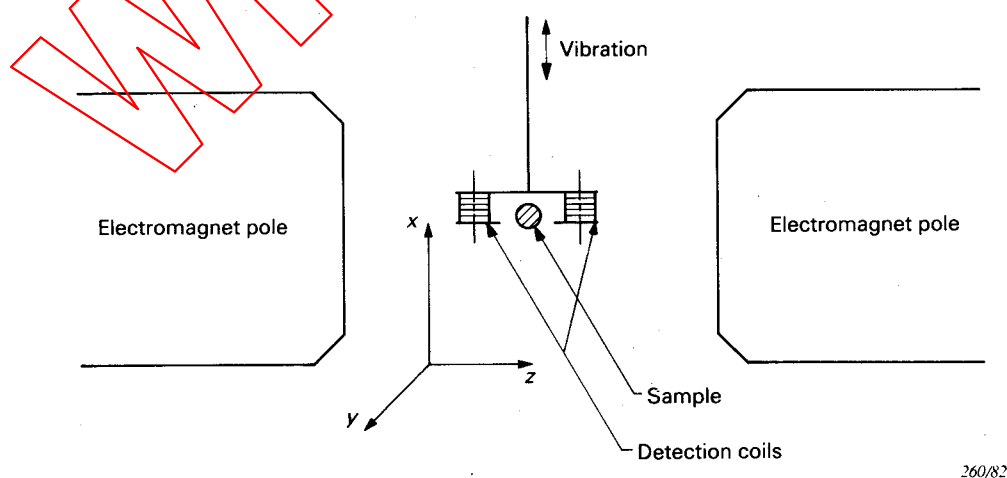
3.5 Measuring apparatus for the vibrating coil method (VCM)

3.5.1 Arrangement of detection coils and sample

A schematic diagram of the arrangement of the detection coils and the sample is shown in Figure 1. Figure 2, page 13, indicates the directions of the applied and sample fields.

The sample is rigidly mounted between the pole pieces of an electromagnet, in such a way that its position relative to the detection coils is reproducible to ± 0.1 mm in any direction. All parts of the sample holder shall be made of non-magnetic material.

The detection coils are an identical pair wound in series opposition. They are attached to the vibrator by a rigid, non-magnetic arm and are located as close to the sample as practicable. Their axes are normally parallel to the direction of vibration, but other configurations are acceptable.



260/82

FIG. 1. — Vibrating coil method — Sample and coils arrangement.

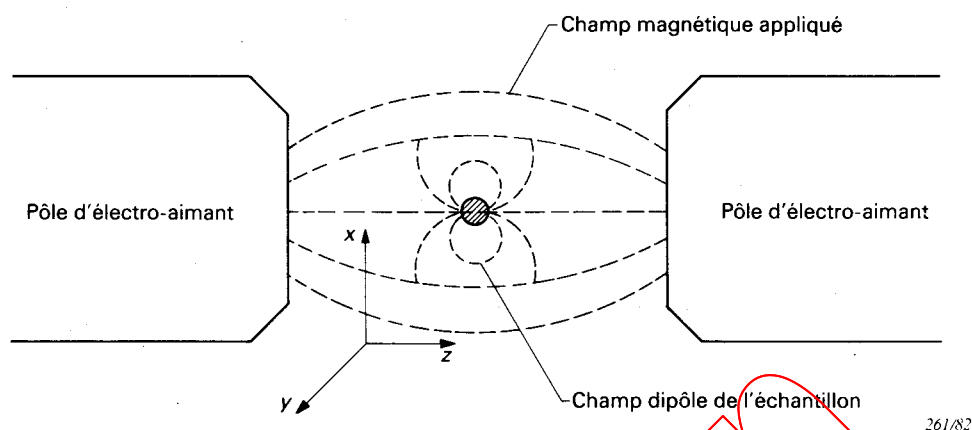


FIG. 2. — Configuration du champ magnétique.

La direction de vibration (la direction x) est à 90° de l'axe z de l'électro-aimant (Figure 1, page 10), c'est-à-dire perpendiculaire à la direction du champ magnétostatique, et l'amplitude doit être de l'ordre de 0,05 mm à 0,5 mm. La fréquence n'est pas critique, mais se situe normalement entre 20 Hz et 200 Hz, quoique des fréquences hors de ce domaine soient acceptables. Le mouvement des bobines dans les directions y et z doit être limité au moyen d'un montage approprié à moins de 1% de celui existant dans la direction x . Des moyens de stabiliser l'amplitude de la vibration à l'aide d'une boucle de régulation peuvent être incorporés si besoin est.

3.5.2 Electro-aimant

Le champ magnétostatique doit être capable de saturer pleinement un spécimen sphérique du matériau à mesurer. Pour la plupart des ferrites hyperfréquences, un champ de 300 kAm^{-1} est adéquat, mais pour les ferrites hexagonales à base de baryum, des champs allant jusqu'à 500 kAm^{-1} peuvent être nécessaires. Le courant fourni à l'électro-aimant doit être apte à maintenir le champ stable à 0,5%.

A la position moyenne des bobines de détection, le champ transversal ne doit pas être supérieur à 1% du champ longitudinal (H_z).

Comme l'uniformité du champ dépend de son intensité, les mesures doivent toujours être faites au champ appliqué pour lequel l'étalonnage et la remise à zéro (voir le paragraphe 3.8) ont été effectués.

3.5.3 Elimination des effets du champ appliqué

Si le champ appliqué était totalement uniforme et n'avait pas de composantes radiales et que la direction de vibration était exactement à angle droit du champ appliqué, la théorie du paragraphe 3.3 pourrait être appliquée directement à la disposition expérimentale de la figure 1.

Cependant, comme l'indique la figure 2, le champ appliqué n'est pas uniforme, sa direction et sa grandeur varient de point en point. De plus, il est impossible de fabriquer une paire de bobines de détection identiques. L'angle de vibration diffère de 90° et un mouvement résiduel dans les directions y et z est toujours présent.

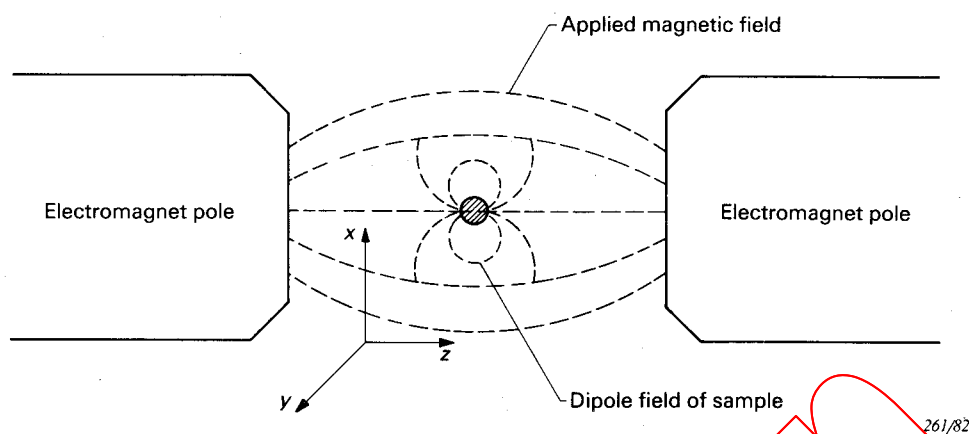


FIG. 2. — Magnetic field configuration.

The direction of vibration (the x-direction) is at 90° to the z-axis of the electromagnet (Figure 1, page 11), i.e. perpendicular to the magnetostatic field direction, and the amplitude shall be of the order of 0.05 mm to 0.5 mm. The frequency is not critical, but would normally be between 20 Hz and 200 Hz, although frequencies outside that range are acceptable. Motion of the coils in the z- and y- directions shall be limited by means of suitable mounting to not more than 1% of that in the x-direction. Some means of stabilizing the vibration amplitude by use of a feedback loop may be incorporated if required.

3.5.2 The electromagnet

The magnetostatic field shall be capable of fully saturating a spherical specimen of the material to be measured. For most microwave ferrites, a field of 300 kAm^{-1} will be adequate, but for the hexagonal, barium-based ferrites, a field up to 500 kAm^{-1} may be needed. The current supply to the electromagnet shall be such as to maintain the field stable to 0.5%.

At the mean position of the detection coils, the transverse field shall be not more than 1% of the longitudinal field (H_z).

Since the uniformity of the field is dependent on the field-strength, measurements shall always be made at the applied field at which calibration and zero-setting (see Sub-clause 3.8) have been carried out.

3.5.3 Elimination of applied field effects

If the applied field were wholly uniform and had no radial components, while the direction of vibration was exactly at right angles to the applied field, the theory of Sub-clause 3.3 could be applied directly to the experimental arrangement of Figure 1.

However, as indicated in Figure 2, the applied field is not uniform, and its direction and magnitude vary from point to point. Moreover, it is impracticable to make an identical pair of detection coils. The angle of vibration will deviate from 90° and some residual motion in the y- and z-directions will always be present.

Des tensions sont donc induites dans les bobines par l'inhomogénéité du champ appliqué. L'effet de H_z est considérablement diminué en enroulant les bobines en opposition, de sorte que les tensions dues à H_z tendent à s'annuler, tandis que celles qui sont dues au champ dipôle de l'échantillon s'ajoutent.

Cependant, une annulation complète ne peut en général être obtenue avec une seule paire de bobines. Il faut donc utiliser une seconde paire de bobines, les bobines de compensation. Celles-ci sont montées sur les mêmes supports que les bobines d'échantillon mais sont enroulées en série, de sorte que les tensions induites par H_z s'ajoutent. Une tension de compensation est ainsi obtenue qui peut être réglée en amplitude et en phase pour annuler la tension produite dans les bobines d'échantillon par H_z .

L'effet de H_x est plus difficile à éliminer puisque les tensions induites dans les bobines d'échantillon s'ajoutent de la même façon que celles qui sont dues au champ dipôle. Cependant, en général, la variation de H_x avec x est différente de celle du champ dipôle de l'échantillon. Les deux signaux diffèrent donc en phase et peuvent être distingués au moyen d'un détecteur de phase sensible.

3.5.4 Appareillage électronique

Un diagramme schématique de l'appareillage de mesure est donné à la figure 3, page 16. Le vibreur est entraîné par un oscillateur à basse fréquence (9), qui peut être accordable, et un amplificateur de puissance. L'amplitude de sortie de l'oscillateur et le gain de l'amplificateur de puissance doivent être suffisamment stables pour fournir au vibreur un entraînement constant à moins de $\pm 0,3\%$, après échauffement. Si ce n'est pas possible, des moyens de stabiliser l'amplitude de la vibration doivent être mis en œuvre. La fréquence de l'oscillateur doit être stable à $0,05\%$ après échauffement.

On équilibre la sortie des bobines de compensation (1(c)) par celle des bobines d'échantillon (1(s)) au moyen de l'amplificateur différentiel (4), en utilisant l'atténuateur variable (2) et le déphaseur (3). Le déphaseur doit être pleinement variable sur 360° et sa résolution doit atteindre au moins $\pm 0,1^\circ$. Ni le déphaseur ni l'atténuateur n'ont besoin d'être étalonnés.

L'amplificateur différentiel doit avoir un niveau de bruit assez faible aux fréquences basses pour permettre une remise à zéro précise. Les impératifs exacts dépendront de la conception des bobines et des autres éléments. Un contrôle de gain variable peut être incorporé.

Le filtre passe-bas (5) doit réduire tous les harmoniques d'au moins 20 dB par rapport à la fréquence fondamentale.

L'amplificateur sélectif qui est accordé à la fréquence de l'oscillateur doit avoir une bande de l'ordre de 1% et doit être accordable si l'oscillateur ne l'est pas.

Le détecteur de phase sensible (7) doit avoir une résolution meilleure que 3° et le canal de référence ou le canal signal doit être variable en phase sur 360° . La phase doit être indépendante de l'amplitude de l'entrée à chacun des canaux.

L'instrument de mesure (8) peut être du type analogique ou numérique. Quand les mesures doivent être effectuées dans un domaine de températures, un enregistreur X-Y peut être substitué à l'instrument de mesure, un axe enregistrant une fonction linéaire de l'aimantation et l'autre une fonction linéaire de la température. Les deux axes doivent être étalonnés à la précision requise. Le dispositif de mesure de température, normalement un thermocouple, doit être en contact thermique étroit avec l'échantillon lui-même.

Tous les instruments électroniques doivent avoir une stabilité de température adéquate pour assurer la précision requise dans le domaine des températures ambiantes rencontrées habituellement.

Voltages will therefore be induced in the coils by the inhomogeneity of the applied field. The effect of H_z is considerably lessened by winding the coils in opposition, so that voltages due to H_z tend to cancel out whereas those due to the sample dipole field will add up.

However, complete cancellation cannot in general be achieved with one pair of coils alone. Therefore, a second pair of coils, the compensating coils, is used. These are mounted on the same formers as the sample coils, but are wound in series, so that the voltages induced by H_z are additive. A compensating voltage can then be obtained, which may be adjusted in amplitude and phase to balance out the voltage induced in the sample coils by H_z .

The effect of H_x is more difficult to eliminate because the voltages induced in the sample coils will be added in the same way as those due to the dipole field. However, in general, the variation of H_x with x will be different from that of the sample dipole field. The two signals will therefore differ in phase and may be distinguished by means of a phase sensitive detector.

3.5.4 *Electronic instrumentation*

A schematic diagram of the measuring apparatus is shown in Figure 3, page 17. The vibrator is driven by a low-frequency oscillator (9), which may be tunable, and a power amplifier. The amplitude of the oscillator output and the gain of the power amplifier shall be sufficiently stable to provide a constant drive to the vibrator to within $\pm 0.3\%$, after warm-up. If this is not possible, some means of stabilizing the vibration amplitude shall be provided. The oscillator frequency shall be stable to 0.05% after warm-up.

The output from the compensating coils (1(c)) is balanced against that of the sample coils (1(s)) by means of the difference amplifier (4), using the variable attenuator (2) and phase shifter (3). The phase shifter shall be fully variable over 360° and its resolution shall be at least $\pm 0.1^\circ$. Neither the phase shifter nor the attenuator needs to be calibrated.

The difference amplifier shall have a low enough noise level at low frequencies to allow precise zero setting. The exact requirements will depend on the design of the coils and other equipment. A variable gain control may be incorporated.

The low-pass filter (5) shall reduce all harmonics by at least 20 dB with respect to the fundamental frequency.

The selective amplifier, which is tuned to the oscillator frequency, shall have a bandwidth of the order of 1% and shall be tunable if the oscillator is not tunable.

The phase-sensitive detector (7) shall have a resolution better than 3° and either the reference or signal channel shall be variable over 360° in phase. The phase setting shall be independent of the amplitude of the input to either channel.

The meter (8) may be an analogue or digital type. When measurements are to be made over a range of temperatures, an X-Y recorder may be substituted for the meter, one axis to record a linear function of magnetization, the other a linear function of temperature. Both axes shall be calibrated to the accuracy required. The temperature measuring device, normally a thermocouple, shall be in close thermal contact with the sample itself.

All the electronic instruments shall have adequate temperature stability to ensure the required accuracy over the range of ambient temperatures to be met in use.

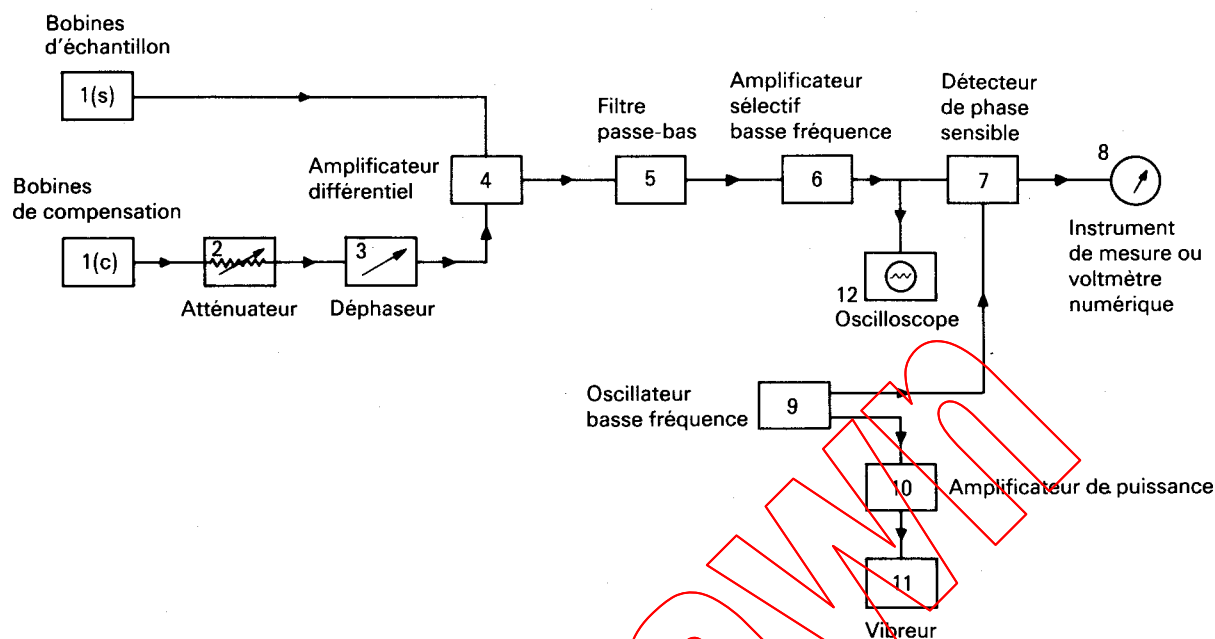


FIG. 3. — Appareillage de mesure (VCM).

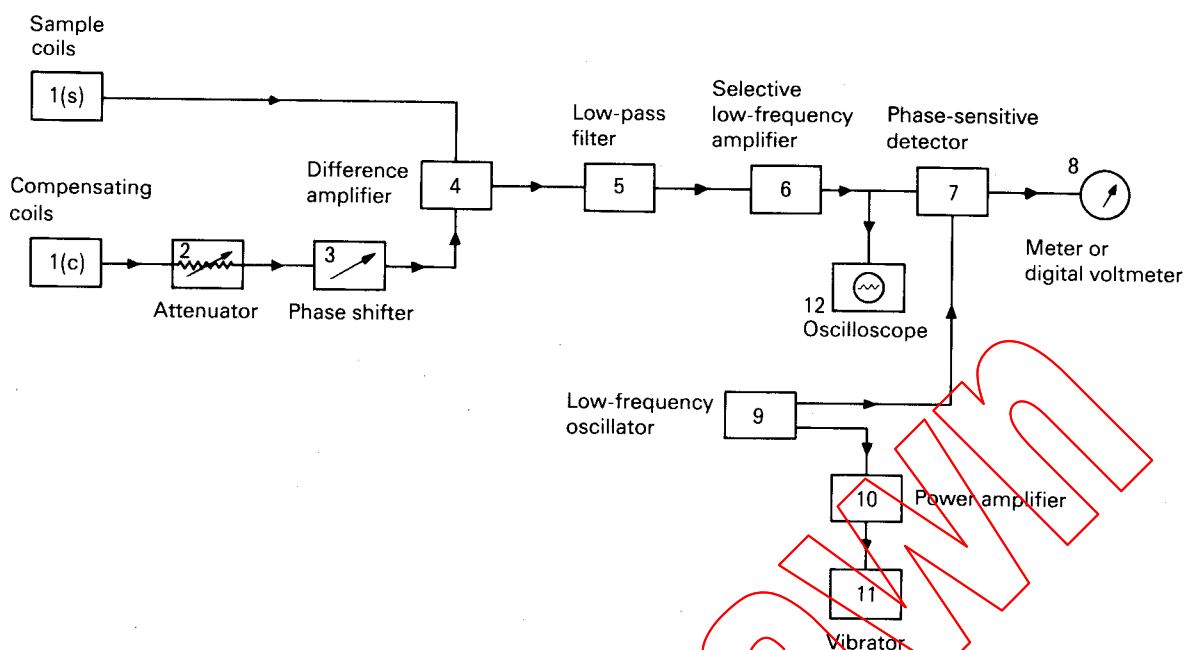
3.6 Appareillage de mesure pour la méthode de l'échantillon vibrant (VSM)

3.6.1 Disposition des bobines de détection et de l'échantillon

Dans le cas de l'échantillon vibrant, les bobines de détection (figure 4, page 18) sont montées de façon rigide entre les pièces polaires de l'électro-aimant, mais de telle façon que l'on puisse faire souvent de petits ajustements. Normalement, leurs axes sont à angle droit du champ appliqué et parallèles à la direction de vibration, mais d'autres configurations (réf. [5]) sont acceptables. La position moyenne de l'échantillon est sur l'axe de l'électro-aimant; elle est normalement symétrique par rapport aux bobines de détection. Sa position doit être reproductible à $\pm 0,1$ mm. Il est rigidement monté sur un bras vibrant non magnétique attaché à un vibreur et est aussi près des bobines de détection que possible.

La direction de vibration (la direction x) est à 90° de l'axe z de l'électro-aimant (figure 4), c'est-à-dire perpendiculaire à la direction du champ magnétostatique, et l'amplitude doit être de l'ordre de 0,05 mm à 0,5 mm. La fréquence n'est pas critique mais se situe normalement entre 20 Hz et 200 Hz, quoique des fréquences hors de ce domaine soient acceptables. Le mouvement de l'échantillon dans les directions z et y doit être limité au moyen d'un montage approprié à moins de 1% de celui existant dans la direction x . Des moyens de stabiliser l'amplitude de la vibration à l'aide d'une boucle de régulation peuvent être incorporés si nécessaire.

Un petit aimant permanent est attaché au bras vibrant, assez loin de l'électro-aimant pour ne pas être affecté par celui-ci. Deux petites bobines sont montées rigidement de chaque côté de cet aimant pour détecter son champ. Une petite bobine parcourue par un courant continu ajusté avec précision peut être employée à la place de l'aimant.



262/82

FIG. 3. — Measuring apparatus (VCM).

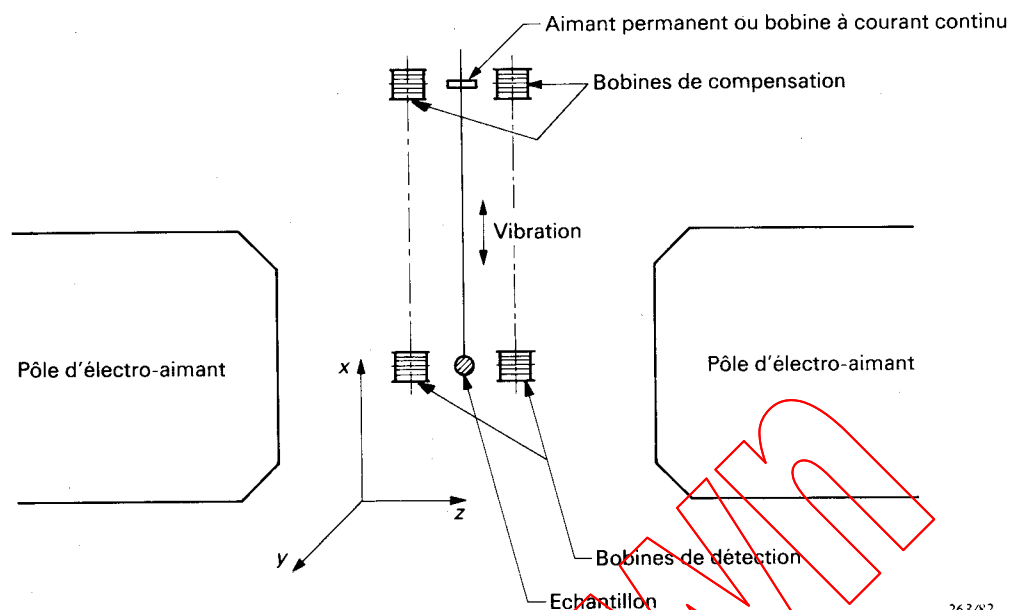
3.6 Measuring apparatus for the vibrating sample method (VSM)

3.6.1 Arrangement of detection coils and sample

In the vibrating sample case, the detection coils (Figure 4, page 19) are rigidly mounted between the pole-pieces of the electromagnet, but in such a way that frequent small adjustments are possible. Normally, their axes are at right angles to the applied field and parallel to the direction of vibration, but other configurations (ref. [5]) are acceptable. The mean sample position is on the axis of the electromagnet, normally located symmetrically with respect to the detection coils. Its position shall be reproducible to ± 0.1 mm. It is rigidly mounted on a non-magnetic vibrating arm, attached to a vibrator, and is as close to the detection coils as practicable.

The direction of vibration (the x -direction) is at 90° to the z -axis of the electromagnet (Figure 4), i.e. perpendicular to the magnetostatic field direction, and the amplitude shall be of the order of 0.05 mm to 0.5 mm. The frequency is not critical, but would normally be between 20 Hz and 200 Hz, although frequencies outside that range are acceptable. Motion of the sample in the z - and y -directions shall be limited by means of a suitable mounting to not more than 1% of that in the x -direction. Some means of stabilizing the vibration amplitude by use of a feedback loop may be incorporated if necessary.

A small permanent magnet is attached to the vibrating arm, far enough away from the electromagnet to be unaffected by it. Two small coils are mounted rigidly on either side of this magnet to detect its field. A small coil carrying a precisely controlled direct current may be used instead of the magnet.



263/82

FIG. 4. — Méthode de l'échantillon vibrant — Disposition de l'échantillon et des bobines.

3.6.2 Electro-aimant

Aucune précaution n'a besoin d'être prise pour contrecarrer la courbure et la non-uniformité du champ appliqué pourvu qu'une uniformité d'environ 3% soit conservée dans le volume de l'échantillon. Un champ radial allant jusqu'à 1% du champ longitudinal est autorisé.

Le champ magnétostatique doit être capable de saturer pleinement un spécimen sphérique du matériau à mesurer. Pour la plupart des ferrites hyperfréquences, un champ de 300 kAm^{-1} est adéquat, mais pour les ferrites hexagonales à base de baryum, un champ allant jusqu'à 500 kAm^{-1} peut être nécessaire. Le courant fourni doit maintenir le champ stable à environ 0,5%.

3.6.3 Appareillage électronique

Un diagramme schématique de l'appareillage électronique est donné à la figure 5, page 20. La disposition la plus simple utilise seulement les éléments 1 à 8 et permet d'effectuer des mesures point par point à des températures fixées. Le diviseur de potentiel étalonné (3) est employé pour équilibrer la tension induite dans les bobines de compensation par celles qui sont dans les bobines d'échantillon. Le point zéro est observé au moyen de l'oscilloscope (5). L'aimantation est calculée à partir de la lecture du diviseur de potentiel.

Inversement, l'équilibrage au zéro peut être fait avec le support d'échantillon vide en position. Le signal de déséquilibre apparaissant lors de l'introduction d'un échantillon est alors proportionnel à l'aimantation. Ce signal peut être lu directement sur l'instrument de mesure (5) ou sur l'oscilloscope. Pour tracer une courbe continue de M_s en fonction de la température, un enregistreur X-Y peut être substitué à l'oscilloscope. Une plus grande sensibilité et une meilleure stabilité peuvent être obtenues par l'utilisation d'un détecteur de phase sensible (9) pour détecter le signal, qui peut être alors observé à l'aide d'un instrument de mesure ou d'un enregistreur.

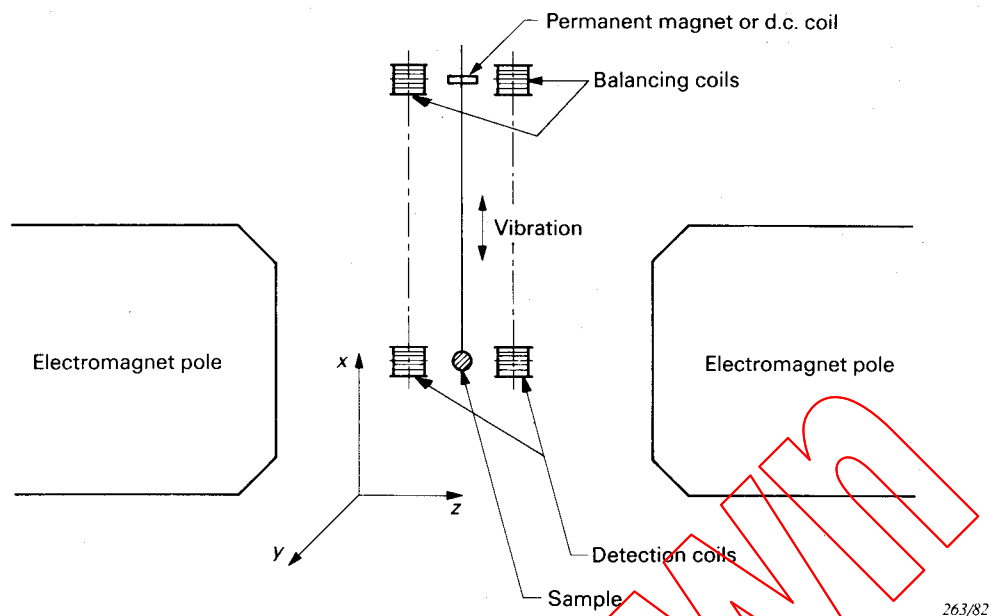


FIG. 4. — Vibrating sample method — Sample and coil arrangement.

3.6.2 The electromagnet

No precautions need be taken to counteract curvature and non-uniformity of applied field, provided that a uniformity of about 3% over the volume of the sample is maintained. A radial field of up to 1% of the longitudinal field is permissible.

The magnetostatic field shall be capable of fully saturating a spherical specimen of the material to be measured. For most microwave ferrites, a field of 300 kAm^{-1} will be adequate, but for the hexagonal, barium-based ferrites a field up to 500 kAm^{-1} may be needed. The current supply shall maintain the field stable to about 0.5%.

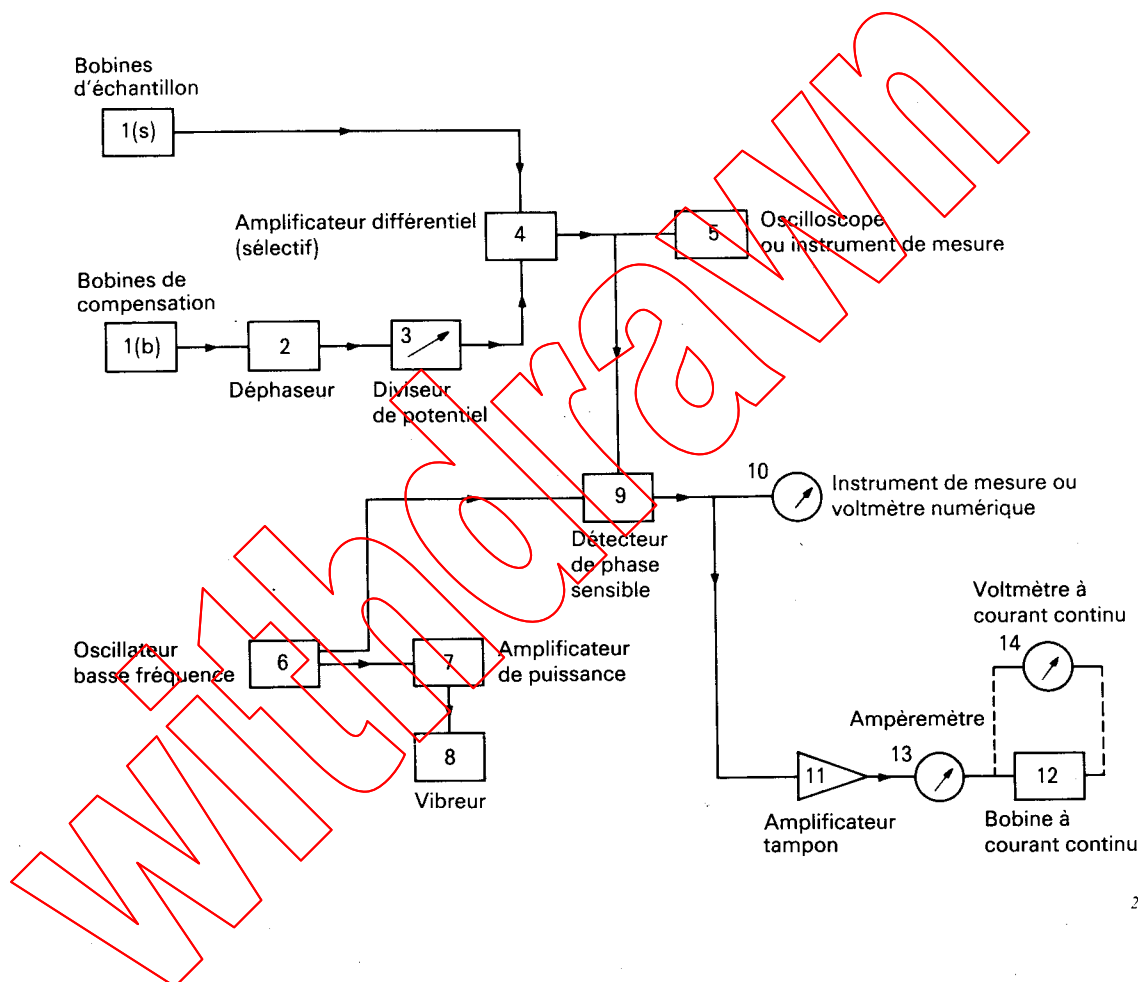
3.6.3 Electronic instrumentation

A schematic diagram of the electronic instrumentation is shown in Figure 5, page 21. The simplest arrangement uses only Items 1 to 8, and allows point-by-point measurements to be made at fixed temperatures. The calibrated potential divider (3) is used to balance the voltage induced in the balancing coils against that in the sample coils. The null point is observed by means of the oscilloscope (5). Magnetization is calculated from the potential divider setting.

Alternatively, the null balance may be made with the empty sample holder in position. The out-of-balance signal on insertion of a sample is then proportional to magnetization. This signal may be read directly from the meter (5) or oscilloscope. For continuous plotting of M_s as a function of temperature, an X-Y-recorder may be substituted for the oscilloscope. Greater sensitivity and better stability may be obtained by use of a phase sensitive detector (9) to detect the signal, which may then be observed by means of a meter or recorder.

Si une bobine à courant continu (12) est utilisée à la place d'un aimant permanent pour obtenir la tension d'équilibrage, l'équilibrage automatique au zéro peut être réalisé en connectant la sortie de ce détecteur de phase sensible à la bobine à courant continu. Le courant dans la bobine est alors directement proportionnel à l'aimantation.

Le courant de la bobine peut être mesuré à l'aide d'un ampèremètre à courant continu en série avec elle ou par un voltmètre à grande résistance en parallèle avec la bobine. Dans le second cas, les variations de la résistance de la bobine dues aux changements de température doivent être compatibles avec le degré de précision nécessaire pour M_s .



264/82

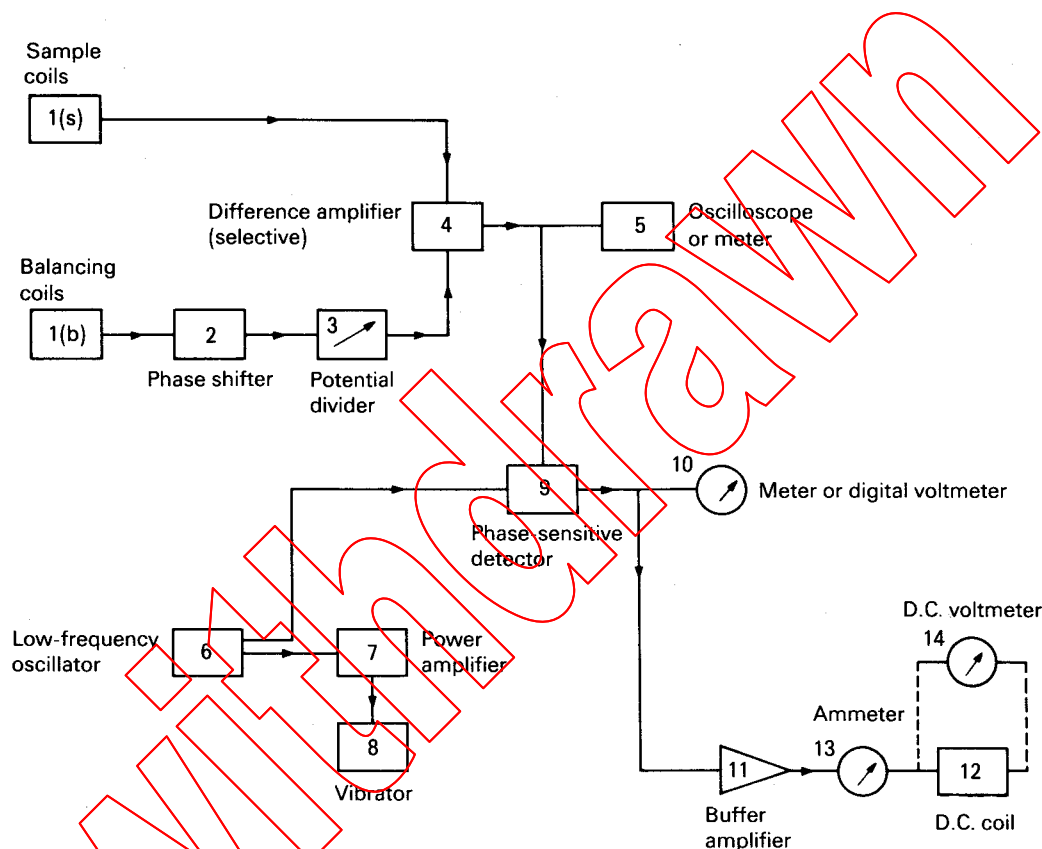
FIG. 5. — Appareillage de mesure (VSM).

Le vibreur est entraîné par un oscillateur à basse fréquence qui peut être accordable et par un amplificateur de puissance. L'amplitude de sortie de l'oscillateur et le gain de l'amplificateur de puissance doivent être suffisamment stables pour maintenir l'entraînement du vibreur à un niveau constant à moins de 0,3% après échauffement. Si ce n'est pas possible, des moyens de stabiliser l'amplitude de vibration doivent être mis en œuvre. La fréquence de l'oscillateur doit être stable à 0,05% après échauffement.

Le diviseur de potentiel doit être à variation continue avec une résolution de 0,01% ou mieux et doit être étalonné à la précision requise.

If a d.c. coil (12) is used instead of a permanent magnet to obtain the balancing voltage, automatic null balancing may be achieved by feeding the output of this phase sensitive detector to the d.c. coil. The current in the coil is then directly proportional to magnetization.

The coil current may be measured by means of a d.c. ammeter in series with it, or by a high-resistance voltmeter in parallel with the coil. In the second case, variations in coil resistance due to temperature changes shall be compatible with the degree of accuracy required in M_s .



264/82

FIG. 5. — Measuring apparatus (VSM).

The vibrator is driven by a low-frequency oscillator, which may be tunable, and a power amplifier. The amplitude of the oscillator output and the gain of the power amplifier shall be sufficiently stable to maintain the drive to the vibrator at a constant level, to within 0.3% after warm-up. If this is not possible, some means of stabilizing the vibration amplitude shall be provided. The oscillator frequency shall be stable to within 0.05% after warm-up.

The potential divider shall be continuously variable with a resolution of 0.01% or better and shall be calibrated to the accuracy required.

L'amplificateur différentiel doit avoir un niveau de bruit suffisamment bas et doit comprendre un amplificateur sélectif incorporé ou séparé avec une bande de l'ordre de 3% accordée sur la fréquence de l'oscillateur. L'étage sélectif doit être accordable si l'oscillateur ne l'est pas.

Les prescriptions pour le détecteur de phase ne sont pas rigoureuses. Une résolution de 10° est adéquate. La valeur de la phase doit être indépendante de l'amplitude de l'entrée sur chaque canal.

Les instruments de mesure peuvent être du type analogique ou numérique. Quand les mesures doivent être effectuées dans un domaine de températures, un enregistreur X-Y peut être substitué à l'instrument de mesure, avec un axe fonction linéaire de l'aimantation, et l'autre fonction linéaire de la température. Tous deux doivent être étalonnés avec la précision requise. Le dispositif de mesure de la température, normalement un thermocouple, doit être en contact thermique étroit avec l'échantillon lui-même.

Tout le matériel électronique doit avoir une stabilité de température adéquate pour conserver la précision requise dans le domaine des températures ambiantes rencontrées habituellement.

3.7 Etalonnage

Les méthodes d'étalonnage suivantes sont également applicables à chacune des méthodes de la bobine vibrante ou de l'échantillon vibrant.

3.7.1 Méthode de comparaison

Cette méthode nécessite un échantillon étalon dont l'aimantation à saturation est connue avec précision. Le matériau le plus usuel comme étalon est le nickel pur, mais d'autres matériaux peuvent être utilisés si leur aimantation à saturation est connue avec suffisamment de précision.

L'échantillon étalon doit être une sphère (si les échantillons à mesurer sont des sphères) et avoir un diamètre analogue. (Si des échantillons autres que des sphères doivent être mesurés, les échantillons étalons doivent avoir des dimensions identiques.) La sphère étalon doit avoir un défaut de sphéricité inférieur à 0,5% et son diamètre moyen doit être connu à moins de 0,1%. Les sphères étalons métalliques doivent être recuites avant usage.

La densité du matériau à utiliser comme étalon doit d'abord être déterminée. La valeur généralement acceptée pour l'aimantation à saturation d'un nickel pur à 99,995% avec une densité de $8,90 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, est $485,6 \text{ kAm}^{-1}$ à 23 °C. Pour des matériaux moins denses:

$$M_s = \frac{485,6 \times \text{densité}}{8,90} \quad (\text{kAm}^{-1}) \quad (6)$$

Cependant, la valeur réelle pour un échantillon spécifique peut différer de celle-ci jusqu'à 1% (réf. [3]), suivant la pureté, l'état de contrainte, le champ appliqué ou la température ambiante. La précision de la méthode de comparaison est donc limitée.

3.7.2 Méthode de la « pente »

Cette méthode est fondée sur l'observation selon laquelle la tension induite dans les bobines de détection par un spécimen sphérique est directement proportionnelle au champ appliqué sur la partie la plus basse de la courbe d'aimantation (réf. [4]). De plus, la constante de proportionnalité est indépendante de la perméabilité pourvu que cette dernière soit suffisamment élevée.

The difference amplifier shall have a sufficiently low noise level and shall incorporate, or be followed by, a selective amplifier with a bandwidth of the order of 3%, tuned to the oscillator frequency. The selective stage shall be tunable if the oscillator is not tunable.

The requirements for the phase-sensitive detector are not stringent. A resolution of 10° is adequate. The phase setting shall be independent of the amplitude of the input to either channel.

The meters may be analogue or digital types. When measurements are to be made over a range of temperatures, an X-Y-recorder may be substituted for the meter, one axis to be a linear function of magnetization, the other a linear function of temperature. Both shall be calibrated to the accuracy required. The temperature measuring device, normally a thermocouple, shall be in close thermal contact with the sample itself.

All the electronic equipment shall have adequate temperature stability to maintain the required accuracy over the range of ambient temperatures generally encountered in use.

3.7 Calibration

The following calibration methods are equally applicable to either the vibrating coil or the vibrating sample methods.

3.7.1 Comparison method

This method calls for a standard sample whose saturation magnetization is accurately known. The most usual material for the standard is pure nickel, but other materials may be used if their saturation magnetization is known accurately enough.

The calibration sample shall be a sphere (if the samples to be measured are spheres) and be of a similar order of size. (If samples other than spheres have to be measured, calibration samples with identical dimensions shall be used.) The calibration sphere shall show a deviation from roundness of not more than 0.5% and its mean diameter shall be known to within 0.1%. Standard metallic spheres shall be fully annealed before use.

The density of the material to be used as a standard shall first be determined. The generally accepted value for the saturation magnetization of 99.995% pure nickel with a density of $8.90 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, is $485.6 \text{ kA} \cdot \text{m}^{-1}$ at 23°C . For less dense material:

$$M_s = \frac{485.6 \times \text{density}}{8.90} \quad (\text{kA} \cdot \text{m}^{-1}) \quad (6)$$

However, the actual value for a specific sample may differ from this by as much as 1% (ref. [3]), depending on purity, state of strain, applied field, or ambient temperature. The accuracy of the comparison method is therefore limited.

3.7.2 "Slope" method

This method is based on the observation that the voltage induced in the detection coils by a spherical specimen is directly proportional to the applied field over the lower region of the magnetization curve (ref. [4]). Furthermore, the constant of proportionality is independent of the permeability, provided that the latter is sufficiently high.

Suivant le paragraphe 3.3, la lecture du voltmètre E_x , pour un échantillon x , peut s'écrire:

$$E_x = k \cdot M_x \cdot d_x^3 \quad (7)$$

où:

M_x = aimantation de l'échantillon à une valeur (basse) du champ magnétostatique appliqué H_0

d_x = diamètre de l'échantillon

k = constante

Dans la région en dessous de la saturation, la relation (linéaire) entre M_x et H_0 est donnée par les équations suivantes:

$$M_x = (\mu_x - 1) H_i \quad (8)$$

$$H_i = H_0 - N \cdot M_x \quad (9)$$

où:

H_i = champ magnétostatique à l'intérieur de l'échantillon

μ_x = perméabilité relative de l'échantillon

N = facteur démagnétisant qui est égal à un tiers pour une sphère parfaite

L'élimination de H_i entre les équations (8) et (9) donne:

$$H_0 = \left(\frac{1}{\mu_x - 1} + N \right) M_x \quad (10)$$

L'élimination de M_x entre (7) et (10) donne:

$$E_x = k \cdot \frac{H_0}{\frac{1}{\mu_x - 1} + N} \cdot d_x^3 \quad (11)$$

La partie linéaire de la courbe de E_x en fonction de H_0 a une pente qui, selon l'équation (11), est égale à:

$$\frac{\Delta E_x}{\Delta H_0} = \frac{k \cdot d_x^3}{\frac{1}{\mu_x - 1} + N} \quad (12)$$

Si μ_x est suffisamment élevé, par exemple 2 000, le premier terme au dénominateur peut être négligé devant N , et le paramètre k peut s'exprimer comme:

$$k = \frac{\frac{\Delta E_x}{\Delta H_0}}{3 \cdot d_x^3} \quad (13)$$

avec une erreur de 0,15%.

Un défaut de sphéricité de 0,25% conduit à une erreur maximale sur N de 0,25% (réf. [3]).

La valeur de k ainsi obtenue, en utilisant un échantillon étalon à haute perméabilité, peut être introduite dans l'équation (7) pour être ensuite appliquée à l'échantillon inconnu à saturation. L'aimantation à saturation de l'échantillon inconnu M_{su} est, à 0,4% près, donnée par:

$$M_{su} = \frac{E_{su}}{k \cdot d_u^3} = E_{su} \cdot \frac{3d_c^3}{\frac{\Delta E_c}{\Delta H_0} \cdot d_u^3} \quad (14)$$

où:

E_{su} = lecture du voltmètre pour l'échantillon inconnu saturé. Les indices c et u se réfèrent respectivement à l'échantillon étalon et à l'échantillon inconnu

Cette méthode ne requiert pas d'échantillon étalon absolu.

According to Sub-clause 3.3, the voltmeter reading E_x , for any sample x , can be written:

$$E_x = k \cdot M_x \cdot d_x^3 \quad (7)$$

where:

M_x = magnetization of the sample at a (low) value of applied magnetostatic field strength H_0

d_x = sample diameter

k = constant

In the region below saturation, the (linear) relationship between M_x and H_0 is given by the following equations:

$$M_x = (\mu_x - 1) H_i \quad (8)$$

$$H_i = H_0 - N \cdot M_x \quad (9)$$

where:

H_i = magnetostatic field strength inside the sample

μ_x = relative permeability of the sample

N = demagnetization factor which is equal to one-third for a perfect sphere

Elimination of H_i between equations (8) and (9) yields:

$$H_0 = \left(\frac{1}{\mu_x - 1} + N \right) M_x \quad (10)$$

Elimination of M_x between equations (7) and (10) yields:

$$E_x = k \cdot \frac{H_0}{\frac{1}{\mu_x - 1} + N} \cdot d_x^3 \quad (11)$$

The linear part of the graph of E_x as a function of H_0 has a slope which, according to equation (11), is equal to:

$$\frac{\Delta E_x}{\Delta H_0} = \frac{k \cdot d_x^3}{\frac{1}{\mu_x - 1} + N} \quad (12)$$

If μ_x is sufficiently high, e.g. 2 000, the first term in the denominator can be neglected in comparison with N , and the parameter k can be expressed as:

$$k = \frac{\frac{\Delta E_x}{\Delta H_0}}{3 \cdot d_x^3} \quad (13)$$

to within an error of 0.15%.

A deviation from roundness of 0.25% leads to a maximum error in N of 0.25% (ref. [3]).

The value of k thus obtained, using a high-permeability calibration sample, can be inserted into equation (7) which is subsequently applied to the unknown sample, at saturation. The saturation magnetization of the unknown sample M_{su} is, to within 0.4%, given by:

$$M_{su} = \frac{E_{su}}{k \cdot d_u^3} = E_{su} \cdot \frac{3d_c^3}{\frac{\Delta E_c}{\Delta H_0} \cdot d_u^3} \quad (14)$$

where:

E_{su} = voltmeter reading for the saturated unknown sample and subscripts c and u refer to the calibration sample and unknown sample, respectively

This method does not require an absolute calibration standard.

3.8 Procédure de mesure

3.8.1 Remise à zéro — Méthode de la bobine vibrante

Le courant de l'électro-aimant est établi avec le support d'échantillon vide entre les pôles. Les bobines de détection sont mises en vibration. L'atténuateur et le déphaseur sont réglés pour obtenir un signal de sortie minimal de l'amplificateur sélectif, d'après l'observation sur l'oscilloscope.

Le champ appliqué est alors modifié et les valeurs de l'atténuation et du déphasage sont contrôlées. Si elles ont changé de façon significative, la position des bobines est ajustée et la remise à zéro effectuée jusqu'à ce qu'une position soit trouvée pour laquelle la remise à zéro soit suffisamment indépendante du champ appliqué dans le domaine intéressant.

Un échantillon étalon est placé sur le support et le détecteur de phase réglé jusqu'à ce qu'une indication maximale soit obtenue sur le voltmètre.

3.8.2 Remise à zéro — Méthode de l'échantillon vibrant

Les bobines de compensation sont d'abord rendues aussi insensibles que possible à la position exacte de l'aimant de référence (ou de la bobine à courant continu). En l'absence de tout signal venant des bobines de détection, les bobines de compensation sont tournées autour de l'axe x de façon à obtenir le signal de sortie maximal. Elles sont alors réglées dans la direction z pour une sortie minimale, dans la direction y pour une sortie maximale et dans la direction x pour une sortie maximale (si les bobines sont courtes) ou minimale (si elles sont longues). La sortie est ainsi indépendante de petits changements dans la position de l'aimant.

Les bobines de compensation sont alors fermement fixées en position et les réglages ci-dessus ne sont normalement pas répétés.

Un échantillon est placé dans le support et des réglages similaires sont effectués pour les bobines d'échantillon en l'absence de signal provenant des bobines de compensation.

3.8.3 Mesure

Tout le matériel électronique doit être mis sous tension au moins 30 min avant de commencer les mesures pour lui permettre de se stabiliser à la température ambiante. La lecture du zéro est contrôlée avec le support d'échantillon vide et l'appareillage est réglé si nécessaire.

Un échantillon étalon est placé dans le support et la lecture contrôlée pour s'assurer que tout est correct pour ce spécimen particulier à la température ambiante.

Le diamètre de l'échantillon sphérique est mesuré en effectuant au moins cinq mesures séparées au micromètre ou au microscope. Le défaut de sphéricité est calculé suivant l'équation (5).

L'échantillon est fixé dans le support et le champ appliqué, établi à la valeur désirée.

Dans le cas V.S.M., le diviseur de potentiel est réglé pour obtenir une lecture nulle sur l'oscilloscope ou, si le zéro a été obtenu, avec le support d'échantillon vide, la lecture de l'instrument de mesure est notée. Si on utilise un équilibrage à zéro automatique avec une bobine à courant continu, on note le courant des bobines.

Dans le cas V.C.M., on note la lecture de l'instrument de mesure.

La température de l'échantillon est aussi observée. Si des mesures doivent être effectuées sur un domaine de températures, la température est établie à la plus basse valeur à utiliser, en laissant suffisamment de temps pour que l'enceinte thermique se stabilise, puis élevée à une vitesse ne dépassant pas 3 °C/min, jusqu'à ce que le domaine total de températures intéressant ait été couvert.

3.8 *Measuring procedure*

3.8.1 *Zero setting — Vibrating coil method*

The electromagnet current is switched on, with the empty sample holder between the poles. The detection coils are allowed to vibrate. The attenuator and phase shifter are adjusted to obtain a minimum output from the selective amplifier, as observed on the oscilloscope.

The applied field is then altered and the attenuator and phase shifter settings checked. If these have changed significantly, the location of the coils is adjusted and the zero re-set, until a position is found at which the zero setting is sufficiently independent of applied field over the range of interest.

A calibration sample is placed in the holder and the phase sensitive detector adjusted until a maximum reading is obtained on the voltmeter.

3.8.2 *Zero setting — Vibrating sample method*

The balancing coils are first made as insensitive as possible to the exact position of the reference magnet (or d.c. coil). In the absence of any signal from the detection coils, the balancing coils are rotated about the *x*-axis for maximum output. They are then adjusted in the *z*-direction for minimum output, in the *y*-direction for maximum output and the *x*-direction for a maximum (if the coils are short) or minimum (if they are long). The output is now independent of small changes in the position of the magnet.

The balancing coils are then firmly fixed in position and the above adjustments are not normally repeated.

A sample is placed in the holder and similar adjustments carried out for the sample coil in the absence of a signal from the balancing coils.

3.8.3 *Measurement*

All the electronic equipment shall be switched on at least 30 min before starting measurements, to allow it to stabilize at the ambient temperature. The zero reading is checked with the sample holder empty and the apparatus adjusted if necessary.

A calibration sample is placed in the holder and the reading checked to ensure that it is correct for that particular specimen at the ambient temperature.

The diameter of the spherical sample is measured making at least five separate micrometer or microscope measurements. The deviation from roundness is calculated according to equation (5).

The sample is fixed in the holder and the applied field set to the required value.

In the V.S.M. case, the potential divider setting is adjusted to obtain a null reading on the oscilloscope or, alternatively, if the null has been obtained for the empty sample holder, the meter reading is noted. If automatic null balancing with a d.c. coil is being used, the coil current is observed.

In the V.C.M. case, the meter reading is noted.

The temperature of the sample is also observed. If measurements are to be made over a range of temperatures, the temperature is set to the lowest value to be used, allowing enough time for the environmental chamber to stabilize, and then increased at not more than 3 °C/min until the whole temperature range of interest has been covered.

3.9 Calcul

Les valeurs lues sont converties en valeurs d'aimantation en utilisant les équations (4) ou (14), suivant que la méthode d'étalonnage employée est celle qui est décrite au paragraphe 3.7.1 ou au paragraphe 3.7.2.

3.10 Précision

La précision des méthodes VCM ou VSM dépend de la méthode d'étalonnage. Si on utilise la méthode de comparaison, une erreur systématique allant jusqu'à 1 % peut s'introduire à cause de l'incertitude sur l'aimantation de l'échantillon étalon. La méthode de la pente est un peu meilleure puisque la valeur absolue de M_c n'est pas nécessaire. Dans ce cas, l'erreur due à l'incertitude de l'étalonnage peut être maintenue inférieure à 0,5 %.

L'erreur relative pour VCM est typiquement $\pm 3\%$.

L'erreur relative pour VSM est typiquement $\pm 1,5\%$.

Ces erreurs relatives dépendent de la valeur M_s et sont plus grandes pour des valeurs faibles de l'aimantation à saturation.

3.11 Présentation des données

Les valeurs M_s obtenues par l'une ou l'autre méthode doivent être indiquées comme suit:

Aimantation à saturation à une température de θ °C = M kAm⁻¹ $\pm$ erreur estimée, où le nombre M est donné à trois chiffres significatifs.

Si M_s a été mesuré en fonction de la température, la courbe réelle doit être donnée avec une estimation de la précision à la fois sur M_s et sur les mesures de température.

Le rapport doit aussi contenir l'identification complète de l'échantillon.

3.12 Références

- [1] D. O. Smith: *Rev. Sci. Instr.*, **27**, 261, 1956.
- [2] K. Dwight, N. Ményuk et D. O. Smith: *J. Appl. Phys.*, **29**, 491, 1958.
- [3] W. E. Case et R. D. Harrington: *J. Res. NBS.*, **70C**, 255, 1966.
- [4] N. Frederick: *Proc. IRE.*, **49**, 1499, 1961.
- [5] S. Foner: *Rev. Sci. Instr.*, **30**, 548, 1959.

4. Aimantation (à une intensité de champ spécifiée) M_H

4.1 Introduction

Pour le calcul théorique des composantes de la perméabilité tensorielle, il est nécessaire de connaître l'aimantation à saturation du matériau (voir Publication 50(901) de la CEI). Cependant, en général, le matériau ferrite dans un composant hyperfréquence n'est pas complètement saturé.

Par exemple, dans les dispositifs récemment développés dits « en mode rémanent », la ferrite est dans un état de rémanence. Il a donc été recherché une méthode par laquelle on peut obtenir une information plus générale sur les propriétés de cycles d'hystérésis d'un matériau. L'applicabilité de cette méthode est quelque peu limitée par le fait que le spécimen d'essai doit être un tore, ou au moins qu'il doit former un circuit magnétique fermé qui peut être assimilé, avec une précision suffisante, à un tore équivalent.

3.9 Calculation

The readings are converted into values of magnetization, using either equation (4) or (14) according to whether the calibration method was as described in Sub-clause 3.7.1 or 3.7.2.

3.10 Accuracy

The accuracy of either VCM or VSM depends on the method of calibration. If the comparison method is used, a systematic error of up to 1% may be introduced because of uncertainty in the magnetization of the calibration sample. The slope method is somewhat better because the absolute value of M_c is not needed. In that case, the error due to uncertainty in the calibration may be kept to less than 0.5%.

The relative error for the VCM is typically $\pm 3\%$.

The relative error for the VSM is typically $\pm 1.5\%$.

The relative errors depend on the value of M_s , being greater for low values of saturation magnetization.

3.11 Data presentation

Values of M_s obtained by either method shall be quoted as follows:

Saturation magnetization at a temperature of $\theta^\circ\text{C} = M \text{ kAm}^{-1} \pm \text{estimated error}$, where the number M is given to three significant figures.

If M_s has been plotted as a function of temperature, the actual curve shall be given together with an estimate of the accuracy of both M_s and temperature measurements.

The report shall also include the unique identity of the sample.

3.12 References

- [1] D. O. Smith: *Rev. Sci. Instr.*, **27**, 261, 1956.
- [2] K. Dwight, N. Menyuk and D. O. Smith: *J. Appl. Phys.*, **29**, 491, 1958.
- [3] W. E. Case and R. D. Harrington: *J. Res. NBS.*, **70C**, 255, 1966.
- [4] N. Frederick: *Proc. IRE.*, **49**, 1499, 1961.
- [5] S. Foner: *Rev. Sci. Instr.*, **30**, 548, 1959.

4. Magnetization (at specified field strength) M_H

4.1 Introduction

For theoretical computations of tensor permeability components, knowledge of the saturation magnetization of the material is necessary (see IEC Publication 50(901)). However, in general, the ferrite material in a microwave component is not completely saturated.

For example, in the recently developed so-called latching devices, the ferrite is in a state of remanence. Therefore, a method has been sought whereby more general information on the hysteresis loop properties of a material can be obtained. The applicability of this method is somewhat limited by the fact that the test specimen has to be a toroid, or at least a closed magnetic circuit that can, with sufficient accuracy, be expressed in terms of an equivalent toroid.

4.2 Objet

La méthode de mesure décrite a été avant tout mise au point en vue de mesurer l'aimantation. Cependant, elle permet aussi la mesure simultanée d'un certain nombre d'autres propriétés magnétiques, par exemple l'aimantation rémanente et la coercitivité quand le matériau est soumis à un champ magnétique périodique. Le « rapport de rectangularité », M_r/M_H , du matériau peut être calculé et le cycle d'hystérésis peut être affiché continuellement sur un oscilloscope pendant les mesures. Ce dernier fait permet de contrôler qualitativement la sensibilité du matériau aux efforts mécaniques.

En plaçant le spécimen d'essai dans une enceinte d'essai programmée en température, toutes les quantités peuvent être obtenues en fonction de la température. Pour un domaine de températures balayé suffisant, la température de Curie et, pour certains matériaux, la température de compensation peuvent être déterminées.

4.3 Théorie

Dans un tore de ferrite, la relation suivante existe entre l'induction magnétique B , l'aimantation M et l'intensité du champ H :

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (15)$$

où:

μ_0 = constante magnétique

Si le rapport du diamètre extérieur au diamètre intérieur du tore est voisin de l'unité, toutes les valeurs de champ peuvent raisonnablement être supposées constantes dans la section transversale du tore.

Si H varie périodiquement et symétriquement et que B est mesuré simultanément et inscrit en fonction de H dans un système de coordonnées cartésien, on obtient un cycle $B(H)$ dynamique (figure 6a). Cette courbe peut être transformée en un cycle $M(H)$ en soustrayant de B une quantité égale à $\mu_0 H$ et en divisant par μ_0 (figure 6b). Si la variation de H est suffisamment grande, la hauteur de la courbe devient indépendante de tout accroissement ultérieur de H et égale à l'aimantation à saturation M_s . Dans ce cas, les intersections du cycle avec l'axe des H correspondent à la coercitivité cyclique H'_{CJ} .

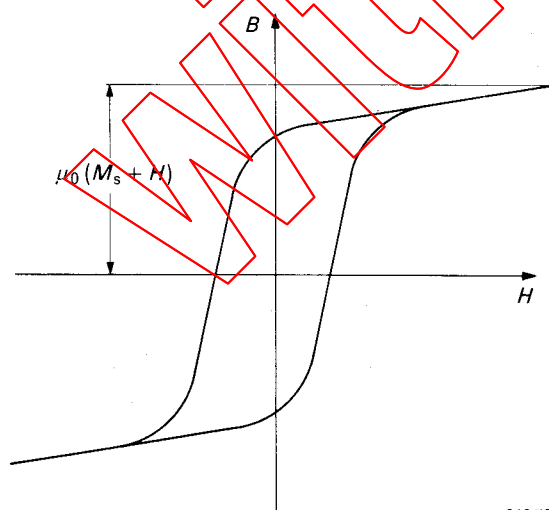


Figure 6a

265/82

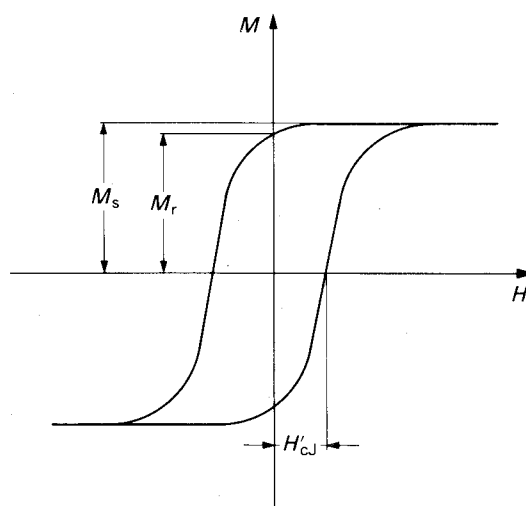


Figure 6b

266/82

FIG. 6. — Courbes d'hystérésis pour un matériau magnétique — 6a: courbe $B(H)$ — 6b: courbe $M(H)$.

4.2 Object

The measuring method to be described has been developed primarily in order to measure magnetization. However, it also permits simultaneous measurement of a number of other magnetic properties, for instance remanent magnetization and coercivity when the material is in a cyclic magnetic condition. The "squareness ratio", M_r/M_H , of the material may be calculated, and the hysteresis loop can be continuously displayed on an oscilloscope during measurements. The latter fact enables the sensitivity of the material to mechanical stress to be checked qualitatively.

By placing the test specimen in a programmed temperature test chamber all quantities can be obtained as functions of temperature. By allowing for a sufficient temperature sweep range, the Curie temperature and, for certain materials, the compensation temperature may be determined.

4.3 Theory

In a ferrite toroid, the following relation between flux density B , magnetization M and field strength H is valid:

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (15)$$

where:

μ_0 = the magnetic constant

If the ratio of outer to inner diameter of the toroid is close to unity, all the field quantities can be assumed to be reasonably constant over the toroid cross-section.

If H is varied periodically and symmetrically and B is measured simultaneously and plotted as a function of H in a Cartesian co-ordinate system, a dynamic $B(H)$ loop is obtained (Figure 6a). This curve can be changed into an $M(H)$ loop by subtracting from B a quantity equal to $\mu_0 H$ and dividing by μ_0 (Figure 6b). If the variation in H is sufficiently large, the height of the curve becomes independent of any further increase in H and equal to M_s . In this case, the intercepts of the loop with the H -axis correspond to the cyclic coercivity H'_{cJ} .

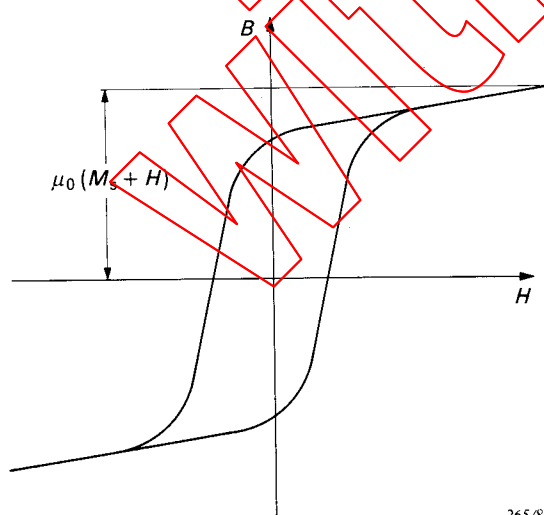


Figure 6a

265/82

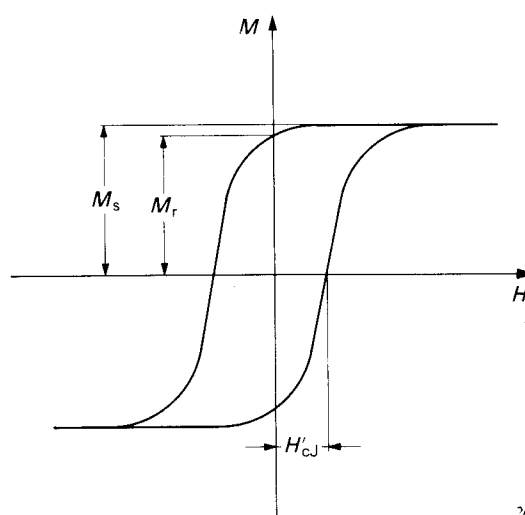


Figure 6b

266/82

FIG. 6. — Hysteresis curves for a magnetic material — 6a: $B(H)$ curve — 6b: $M(H)$ curve.