

# Research of Loop Shift Behavior in Soft Magnetic Amorphous Ribbons

Lei Zhou<sup>1,2\*</sup>, Jun He<sup>2</sup>, Xiaojun Yu<sup>1</sup>, Bo Li<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Beijing Airport Advanced Materials Industrial Base, AT&M, Beijing

<sup>2</sup>Central Iron & Steel Research Institute, Beijing

Email: zl940865@163.com

Received: Aug. 11<sup>th</sup>, 2017; accepted: Aug. 24<sup>th</sup>, 2017; published: Aug. 31<sup>st</sup>, 2017

---

## Abstract

In this dissertation, the formations of displaced loops behavior were obtained by studying series of Co-based and Fe-based amorphous ribbons. And the relevant factors including induced magnetic anisotropy, magnetic domain and torque were investigated. Further, the main origin of loop shift of ribbons was clearly explained. Finally, we also tried to find a way, by which the shift field can be modulated.

---

## Keywords

Field Annealing, Asymmetrical Loop, Crystalline Phase, Amorphous Ribbon, Magnetic Training, Unidirectional Anisotropy

---

# 软磁非晶薄带磁滞回线偏移行为研究

周 磊<sup>1,2\*</sup>, 何 峻<sup>2</sup>, 喻晓军<sup>1</sup>, 李 波<sup>2</sup>

<sup>1</sup>安泰科技股份有限公司空港新材料产业园, 北京

<sup>2</sup>钢铁研究总院, 北京

Email: zl940865@163.com

收稿日期: 2017年8月11日; 录用日期: 2017年8月24日; 发布日期: 2017年8月31日

---

## 摘要

本文通过观测钴基、铁基非晶薄带的非对称磁滞回线现象, 摸清了产生该现象的基本条件, 在深入研究了与此现象密切相关的各向异性、局域磁矩和磁畴的变化的基础上; 阐明了这种非晶薄带的回线偏移行

<sup>\*</sup>通讯作者。

为的基本机制；最后还尝试研究了一种有效调控偏移场的技术方法。

## 关键词

热磁退火，回线偏移行为，微晶相，非晶带，磁锻炼，单向各向异性

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 前言

1956 年，Meiklejohn 和 Bean 首次在 Co/CoO 微粒中发现了交换偏置效应[1]。Co/CoO 体系在低温磁化过程中，其磁滞回线呈现明显的非对称特性，这种现象被称为交换偏置现象。早期研究普遍认为，交换偏置现象往往伴随着铁磁/反铁磁体系中界面交换各向异性的产生[2]-[7]，而且不仅局限于反铁磁氧化物包裹的铁磁颗粒体系，包括铁磁/反铁磁界面的微小颗粒[8]、反铁磁单晶上的铁磁性膜[9] [10]、异质材料[11] [12]以及各类多层耦合薄膜材料[13] [14] [15]中都观察到不同程度的交换偏置行为。

回线偏移行为并不是 FM/AFM 体系所独有的现象，早在 1978 年 Osamu Kohmoto [16] 就曾报道了软磁非晶薄带中磁滞回线偏移现象。与铁磁/反铁磁体系交换偏置研究现状相比较，利用溶体快淬方法得到的非晶软磁合金薄带中出现的回线偏移现象较少有人关注。日本学者于 70 年代末在高温热处理后的近零磁滞伸缩 CoFeSiB 薄带中发现了不同程度的回线偏移现象[17]，在经高温纵向磁场退火后，磁滞回线与横轴的两个交点(矫顽力)都偏到原点的同侧[18]。进一步研究发现，虽然导致偏移的热处理横跨晶化温度以下的广阔温区，但是这种回线偏移现象的出现存在很大程度的不确定性和不可重复性，同样成分的合金锭材，不同批次、不同设备甩制的快淬薄带并不都展露出回线偏移现象。这一似乎无因可查或者说不可预测的实验现象并没有引起学者们的太多重视。

我国科研工作者在上世纪 80 年代早期也观测到这一奇异磁化行为。1983 年，陈笃行等[19]研究了 CoFeNiSiB 非晶带材的回线偏置行为，并进行了一些消除回线偏移办法的探索。1997 年，陈文智等[20]对非晶带材中磁滞回线的偏移现象进行了研究后认为：在钴基、铁镍基非晶合金及铁基超微晶合金中均已发现了磁滞回线的平移现象，认为是第二相或偏聚区析出造成了磁滞回线变形现象。钢铁研究总院不单单在 Co 基非晶薄带中多次观察到磁滞回线的不对称性，而且，在纳米晶化的 FeCuNbSiB 薄带中也发现了明显的回线偏移现象[21]，但研究人员仍感到探寻快淬薄带忽有忽无的回线偏移现象困难较大，其理论机制更是模糊不清。一些学者曾认为薄带表面的氧化层可能是造成回线偏移的因素之一，但借用 Meiklejohn 和 Bean 的铁磁/反铁磁交换偏置模型对软磁薄带的回线偏移进行解释，并不尽人意。因此软磁合金的磁滞回线偏移行为和铁磁/反铁磁交换偏置体系相比具有明显的不同之处，其理论机制和技术特点还亟待解决。例如，单相溶体中出现回线偏置现象的可能性，不同技术处理条件下合金薄带局域成分不均匀性的确定、薄带局域的自旋配置情况与回线偏移现象的关系，以及如何利用现有技术有效控制磁滞回线的偏移等等。这些问题的研究对探求和发现软磁合金薄带的不对称磁滞回线现象的规律性、了解这种现象产生的根本缘由等非常重要。近年来，随着 GMR 效应的发现和深入开展具有该效应材料的研究，非晶带材的这种非对称磁滞现象会不会也存在更广阔的应用前景？这引起了不少学者的兴趣[22]-[27]。

## 2. 实验方法

用单辊快淬法制备名义成分为  $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$ 、 $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  和  $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{15}\text{Si}_5\text{B}_{15}$ ，宽度约 10 mm、厚度为 25~35  $\mu\text{m}$  非晶薄带。将非晶薄带绕制成内径为 20 mm、外径为 31 mm 的环形样品，并放置在管式热处理炉内进行处理，热处理温度  $T_a$  在 623~833 K 范围内，热处理时间为 0.5 h~6 h，退火处理在空气或氢气中进行，热处理过程中施加磁场。退火样品在自制的弹道式静态磁滞回线仪上进行静态磁滞回线测量。使用荷兰飞利浦公司的 APD-10 型 XRD (铜靶) 来探测在非晶带材中可能的晶相。采用 JEM-2100KX 高分辨电镜(HRTEM)更深入的观测了非晶薄带的微观特征和微晶相的情况。采用 Veeco 公司的IIIa 型的扫描探针显微镜(SPM)观测样品 Z 方向磁信号。SPM 探针针尖镀了一层 CoCr 合金，扫描的范围为  $2 \times 2 \mu\text{m}$ ,  $3 \times 3 \mu\text{m}$ ,  $6 \times 6 \mu\text{m}$ ,  $10 \times 10 \mu\text{m}$ ,  $30 \times 30 \mu\text{m}$  等。采用转矩仪/物性测量设备 PPMS 用来扫描具有不同回线特征的样品的磁矩曲线；待测的样品被剪裁为 2~3 mm 的方形小片，并放置在转矩仪样品仓内；当测量磁矩曲线时，随着样品转动 360°，外加磁场的方向始终保持在样品平面内。最后，采用交流纵向磁锻炼(ALMT)方法调制钴基非晶薄带交偏移场的大小，施加的交流磁场的频率为 50 Hz，其大小为 0.1 到 11 kA/m。

## 3. 结果与讨论

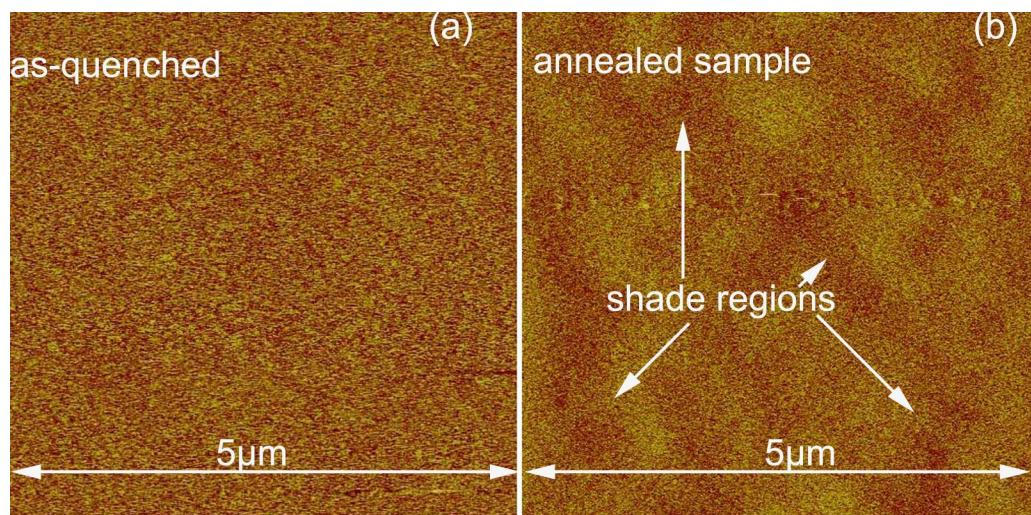
### 3.1. $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$ 薄带磁滞回线偏移行为研究

我们前期研究成果表明，经纵场热处理  $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$  非晶薄带的磁滞回线发生了明显的偏移[28]；XRD 扫描结果初步断定在退火非晶基体上生长的结晶相为：立方晶 CoSi 和 fcc Co；高分辨电镜观测的结果支持从上述 XRD 图谱所的结果。即，可以确认了在退火态的非晶基体的局域区域有 fcc Co 和立方晶 CoSi 相生成，这些结晶相离散地分布在非晶基体上，其晶粒尺寸在纳米量级。随后，我们利用 SPM 来观测具有回线偏移行为薄带的磁矩局域配置状况，以便我们更好的理解这种回线偏移行为的基本机制和根源。在室温条件下，观测了淬态样品和经 733 K 保温 4 小时并施加 800 A/m 的纵向磁场的退火样品的表面磁畴配置情况。SPM 扫描的样品表面磁畴如图 1 所示。对于淬态样品，从图 1(a)可以清晰的看出扫描的结果没有明显的磁畴图案，这意味着在 Z 方向的磁信号的缺失。可是，退火态的样品的表面磁畴扫描却有明显的、可分辨的阴影区域，如图 1(b)中箭头所标示的地方。很显然，退火样品在其表面具有明显的 Z 方向的磁信号。

由于那些局域的结晶相，如面心钴等的磁性要比母体的非晶相硬很多。通常情况下，当样品经受无纵向磁场退火处理时，这些析出相的磁矩是沿着他们各自的易磁化方向。因而，总的净磁距基本上等于零。可是，一旦样品的退火处理过程中施加了纵向磁场，为了达到能量最小，这些局域结晶相的磁矩的方向将转动一个小角度以追随外加磁场的方向。在这种情况下，原本随机、杂散的局域杂散场受到约束后将在某个方向产生一个不可忽视的磁矩。当薄带样品在外加磁场作用下磁化时，这些源自结晶相的、具有一定取向的磁矩将阻碍或限制在这些区域内磁畴的运动。扫描探针显微镜扫描的结果证实，具有回线偏移行为的退火态非晶薄带沿着垂直于薄带表面的方向具有可观测的磁信号。

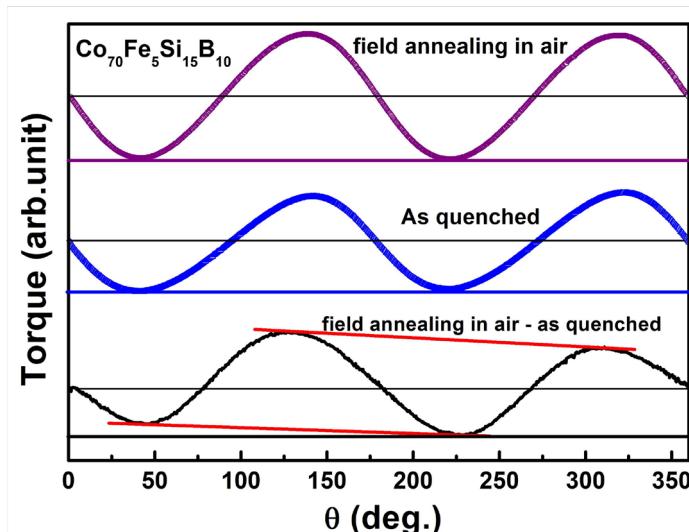
### 3.2. $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ 非晶薄带的回线偏移行为的研究

热磁处理  $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  样品磁滞回线也会发生明显偏移，微结构分析也表明这些退火样品中生成了磁性较硬的结晶相[29]。磁畴观测的结果显示偏置型非晶薄带有垂直于面的各向异性存在。但磁畴观测并不能获取这种磁感生各向异性特性的更多信息，尤其是它随热处理操作的变化。因此，深入研究外加转动磁场对薄带磁矩变化的影响，可以更好的理解各向异性变化。如图 2 所示，上面曲线是具有非对称磁



**Figure 1.** Surface configuration of magnetic domains of  $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$  for (a) as-quenched samples and (b) sample annealed at 733 K. The scan size is about  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$

**图 1.**  $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$  表面磁畴配置; (a) 淬态样品; (b) 经 733 K 退火的样品; 扫描尺寸为:  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$



**Figure 2.** Magnetic torque curves for  $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  ribbons. The top curve stands for the ribbons annealed in air at 800 A/m longitudinal field. The middle one reflects the torque change of asquenched amorphous ribbons. The bottom one is subtraction operation of other two curves

**图 2.**  $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  薄带的磁矩曲线. 上面的曲线对应于 800 A/m 纵场退火样品; 中间反映的是淬态样品; 底部曲线是上述两个曲线相减的结果

滞回线现象的非晶薄带磁矩随外加转动场的变化曲线; 中间曲线则是没有回线偏移行为淬态薄带的测试结果。上面曲线减去中间曲线的结果就得到了图 2 最下面曲线。从最下面曲线来看, 在具有回线偏移的样品内  $\sin\Phi^2$  (单轴各向异性) 和  $\sin\Phi$  组分同时并存。众所周知, 一个纯粹的单轴各向异性在  $360^\circ$  的扫描范围内有两个相同的最小值。而我们的退火样品在剔除了占据绝大部分的非晶基体单轴各向异性的贡献外, 转矩曲线具有明显不相等的两个极小值。这说明此时在非晶基体内, 不仅有单轴各向异性, 也同时

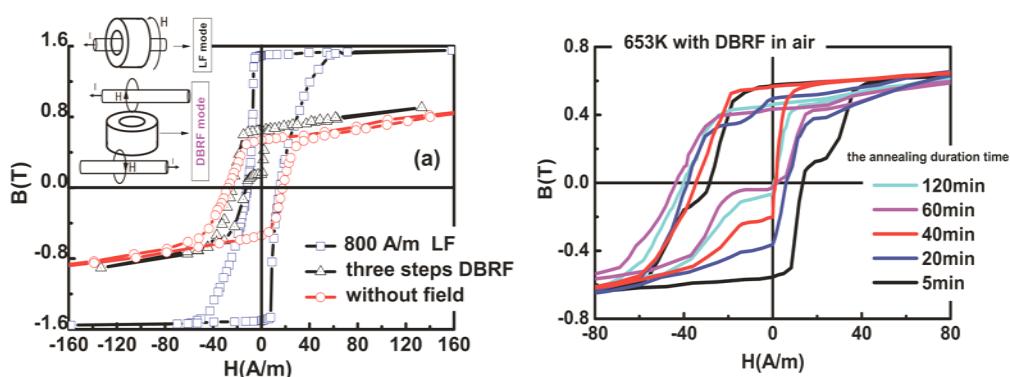
具有了单向各向异性。同样地, 对  $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$  样品也进行了磁转矩测量, 也得到了同样的结果。 $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  非晶薄带非对称磁滞回线研究表明: 在偏置型非晶薄带各向异性从单轴向单向特征的转变, 这种感生单向各向异性和回线偏移现象是密不可分的。

### 3.3. $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{15}\text{Si}_5\text{B}_{15}$ 非晶薄带回线偏移行为研究

和钴基非晶薄带相比较, 仅有少量研究聚焦于铁基非晶带材的这方面性能。实际上, 如果铁基非晶薄带具备了磁滞回线偏移的行为, 其在市场应用的竞争中将具有更大的竞争优势和更广阔的用武之地。和前面研究的钴基非晶薄带不同, 纵向磁场退火处理不能使铁基样品的磁滞回线发生偏移; 只有双偏圆形场(简称 DBRF, 如图 3 插图所示)热磁退火样品的磁滞回线呈现非对称特性, 而且具有明显的步进磁化 [30]。磁滞回线步进磁化暗示着可能有些磁性较硬的第二相已经出现在退火后的非晶基体上, 并且这种析出相和非晶基体的磁性有差异。值得注意的是, 随着退火时间的延长, 步进磁化明显变宽, 如图 3(b)所示, 这进一步证实了磁历史对于退火薄带磁化的影响; 但如果进一步增加保温温度, 这种变化趋势将不会加剧; 从保温时间上看, 保温时间为 40, 60, 120 和 300 分钟时回线偏移量和步进磁化台阶的宽度差异不大, 因而我们选取 40 分钟作为后续研究的保温时间。另一方面, 当保温温度提高到 703 K 时, 上述非对称特性和步进磁化完全消失了。

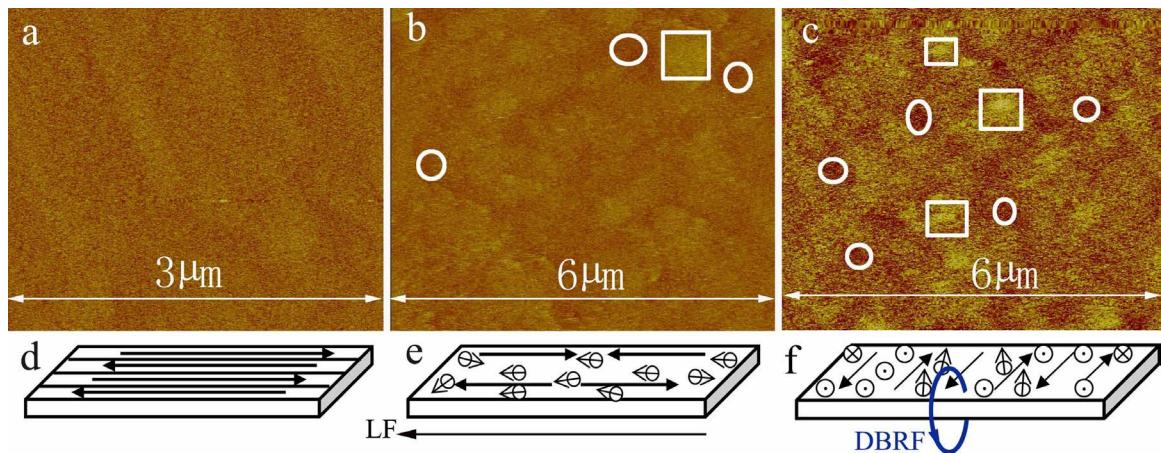
随后我们在微结构分析中发现, 退火样品中已有铁的硼化物生成。热磁退火处理期间, 在外加磁场的作用下, 这些磁性较硬的结晶相磁畴将从随机取向变为具有一定的取向。为了更好的理解热磁处理对非晶薄带磁化的影响, 淬态和退火态样品的 SPM 图像如图 4 所示。淬态样品 SPM 图像没有发现任何可分辨的磁信号, 这表明在 Z 方向没有检测到磁信号, 如图 4(a)所示。可是, 热磁退火样品的测试结果显示在 Z 方向已有了可探测的磁信号。图 4(b)是经过纵向磁场退火处理样品的磁畴图像。尽管这些磁信号仍有一点模糊不清, 但在用方形和圆形标示出来的区域已经可以看到具有明暗相间的、对比度差异很大的图像。一旦对样品进行了 DBRF 退火处理, 那些点状的微区将变的更加清晰和显著, 如图 4(c)所示。清晰的磁畴图像暗示着磁场退火处理促进局域非晶内各向异性的产生; 比较来说, DBRF 操作带来的影响远强于纵场退火处理。

事实上, 在非晶薄带内磁畴的演化可通过如图 4(d), 图 4(e)和图 4(f)所示的、简单的示意图来进行解



**Figure 3.** Hysteresis loops for  $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{15}\text{Si}_5\text{B}_{15}$  ribbons annealed at different heat treatment techniques. (a) Collection for samples annealed at 653 K for 20 min without field, with 800 A/m LF, and 80 A/m three steps DBRF, respectively. The inset of (a) is the schematic diagrams of the configuration about LF and DBRF. (b) Samples annealed at 653 K with DBRF in air. The annealing time is kept in the range of 5 to 120 min.

**图 3.**  $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{15}\text{Si}_5\text{B}_{15}$  非晶薄带经不同热磁处理后的磁滞回线; (a) 对应于经 653 K 保温 20 分钟, 分别伴随无磁场、800 A/m 纵向场和 80 A/mDBRF 的样品。(b) 是样品经 653 K 保温 5~120 min, 在环境气氛下施加 DBRF 退火后样品的磁滞回线



**Figure 4.** Surface configurations of magnetic domains for (a) as-quenched sample, (b) sample annealed at 653 K for 20 min with 800 A/m LF, and (c) sample annealed with 80 A/m three steps DBRF. (d)-(f) schematic diagrams of a-c SPM images, respectively

**图4.** 不同样品表面磁畴图案; (a) 淬态样品; (b) 经 653 K 保温 20 分钟, 施加 800 A/m 的纵磁场的退火处理后的样品; (c) 经 80 A/m 的三步 DBRF 退火处理的样品。(d) (e)和(f)分别是上述(a) (b)和(c)的 SPM 图像的示意图

释。因为 SPM 图像主要展示垂直于薄带面的磁畴配置情况; 而面内 180°磁畴的方向保持在样品面内, 如图 4(d)所示, 所以 SPM 图像无法展示这些面内磁畴的分布和特征。一旦在局域区域有磁性结晶相形成, 在外加磁场作用下这些区域的磁畴将不同于其之前的分布。如果样品没有任何磁历史, 这些微区磁畴磁矩的朝向将是随机的。如果热处理操作过程中伴随着外加磁场, 这些微区的磁畴将倾向于被束缚在磁场的方向上, 在那些磁性较硬的微晶相所处的磁畴及其邻近的微区这种倾向性尤其显著, 即使退火处理结束后, 这些取向性磁矩不会因为外加场的消失而消失; 在无场状态下, 在特定方向有一微小的净磁矩。如图 4(e)所示, 纵向磁场退火处理更易把局域磁矩的方向拖拽到面内方向, 就如 SPM 图 4(b)中的点状微区磁畴图案是很弱的。而 DBRF 热磁退火处理中外加磁场方向的不同, 会导致磁畴磁矩取向会追随外加磁场方向, 如图 4(f)所示。因此, DBRF 退火处理对于非晶软磁薄带内磁畴的影响不同于纵场退火处理带来的影响, 就如图 4(c)所示的那样, DBRF 对它们的影响影响是如此的强烈以至于在 SPM 扫描中可以轻易的探测到垂直于面的磁信号。毫无疑问, 这种由磁历史感生的局域各向异性能够对非晶薄带的磁化特性有一个显著的影响。但必须指出, 这种磁历史引起的各向异性是否是薄带回线偏移行为的主要因素要依赖于在样品内存在的各向异性的性质和特征。随后, PPMS 测量的转矩曲线证实偏置型非晶薄带兼具单轴和单向各向异性[30]。

双偏圆形磁场退火处理  $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{15}\text{Si}_5\text{B}_{15}$  的磁滞回线会发生明显偏移, 而且带有步进磁化台阶。双偏圆形场退火处理是一条促进铁基非晶薄带产生回线偏移行为的有效途径, 适宜的多台阶操作会使回线偏移的效果更显著。微结构分析结果显示, 退火后, 在非晶基体中已生长了  $\text{FeB}$ 、 $\text{Fe}_2\text{B}$ 、 $\text{Fe}_3\text{B}$  和  $\text{Fe}_{3.5}\text{B}$  等铁硼化合物。SPM 扫描结果证实在热磁处理过程中, 不同形式热磁处理, 在非晶薄带中形成的磁畴特征明显不同。双偏圆形场退火样品的磁畴图案显示此类样品已具有较强的垂直于样品面的各向异性。特定的热磁操作和其间在非晶基体上生长的铁硼化合物是造成样品的磁滞回线偏移行为的主要因素。

### 3.4. 磁锻炼对 $\text{Co}_{58}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$ 非晶薄带回线偏移行为的调制

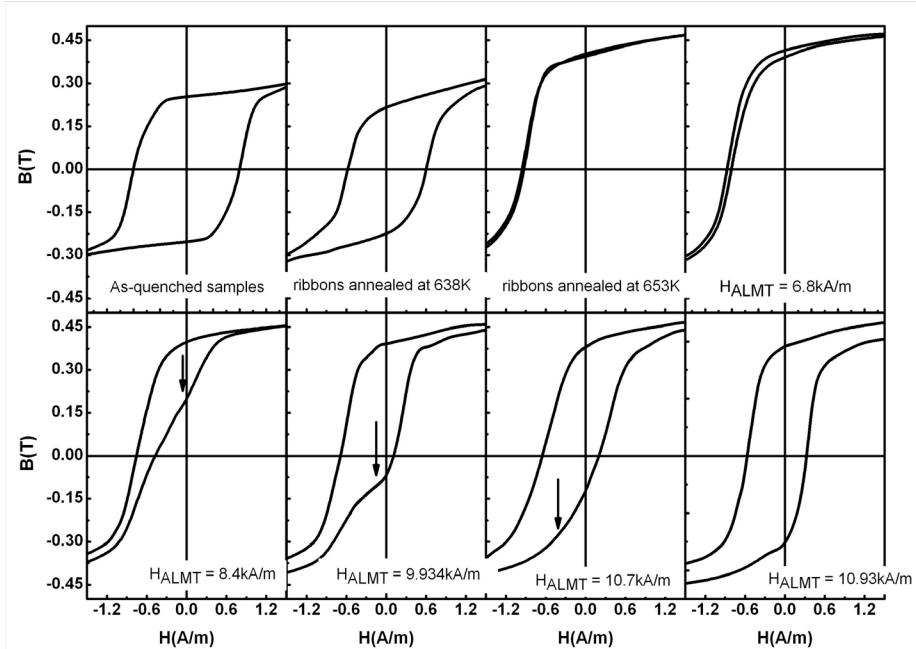
在已报道的非晶薄带磁滞回线偏移行为研究中, 很少提及它的稳定性或可调控性。仅有极少文献提及过和我们所采用的磁锻炼方法类似手段来改变非晶薄带的回线偏移行为[19]。磁锻炼的简要步骤如下: 先将铜线均匀的缠绕在环形品上, 铜线的终端和交流电源连接。接通电源, 交流电流经铜线, 在铜线内

产生一感生交流磁场，该磁场的方向沿着非晶薄带的轴向。可通过改变铜线的缠绕匝数或交流电流的大小来控制产生的交流纵向磁场的大小。通过这种磁锻炼方法，可以观测到非晶薄带中磁滞回线的偏移行为会明显降低。但是文献中磁锻炼操作的效果并不显著，因而，更深入地研究这种有趣效应的特征不仅是必须的，也是今后工业潜在应用必然的要求。我们选择偏移效果比较显著的  $\text{Co}_{58}\text{Fe}_{5}\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{16}$  非晶薄带作为研究对象，通过系列磁锻炼操作来弄清楚交流纵磁锻炼对磁滞回线偏移行为的影响。在样品经受不同的磁锻炼后在室温条件下测量磁滞回线，从而获取其回线偏移行为的变化趋势及相关磁特性的变化特征。随后，采用了扫描磁畴等技术手段来探测经受不同磁锻炼操作后样品表面磁畴配置的变化。

根据实验中获得的磁滞回线测试结果，依次画出淬态、退火态和经受了系列磁锻炼操作样品磁滞回线的中心区域的放大图，如图 5 所示。从图中可以明显看出，适宜温度下纵向磁场退火处理的影响是如此强烈，它促使非晶薄带的磁滞回线产生明显的、大的回线偏移—整个回线完全偏移到坐标系的一侧。而与之比较，淬态样品没有回线偏移，温度较低的纵场退火样品的回线偏移也不很明显。我们锁定偏移较大的样品并进行磁锻炼，随着磁锻炼操作逐步进行，可以看到磁滞回线慢慢的回复到对称形状。而且，随着锻炼场的增加，这种趋势更明显。

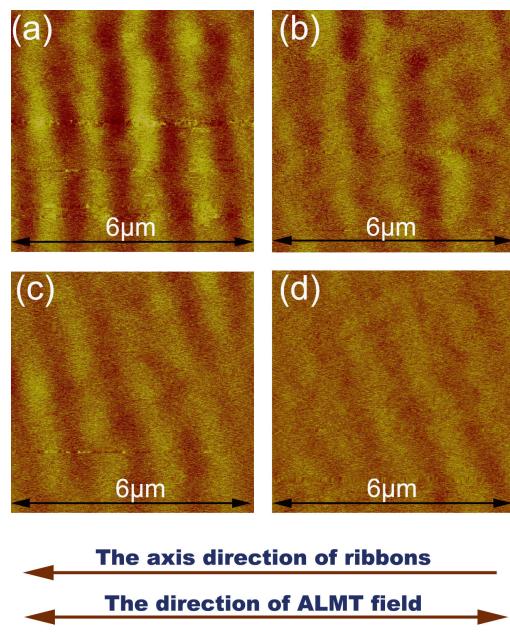
随着交流纵向磁锻炼场的增加，磁滞回线沿着磁场的轴向缓缓从负方向向正方向移动，并且最终回复到准对称特征上来。而且，在这个过程中，可以看到样品的矫顽场也发生了明显的改变。此外，在这些变化过程中，可以看到在回线上出现了磁化台阶，如图中箭头所标示的位置，这表明材料中不同磁性相共存和并且它们的磁矩之间有相互作用。这种磁滞回线偏移现象不仅可以通过技术手段诱导其奇异磁特征的展现，而且通过特定的磁锻炼方法，我们也可以调控回线偏移的大小，甚至基本消除这种回线偏移特征。

事实上，这种磁锻炼效应有可能带来样品局域结构的重排，这种变化可通过先进的磁畴扫描技术加以确认。因此，我们可以通过对非晶薄带表面局域磁畴的扫描来获取一个磁畴配置变化的直观认识，进一步理解这种磁锻炼所带来的调制效应。在退火样品经过每一次磁锻炼操作后，剪裁下一部分作为研究其磁畴变化的试样。图 6 展示了四幅微米量级的 SPM 磁畴图案。从图 6(a)不难看出，经过  $0.1 \text{ kA/m}$  的



**Figure 5.** Hysteresis loops of as-quenched, annealed, and magnetically trained ribbons in different ALMT fields

**图 5.** 淬态、退火态和经不同磁锻炼操作的样品的磁滞回线的中心放大图



**Figure 6.** Surface magnetic domain images for the samples with asymmetrical loops after they are trained in ALMT fields of (a) 0.1 kA/m, (b) 9.9 kA/m, (c) 10.7 kA/m, and (d) 11 kA/m, respectively. The scan size is about  $6 \mu\text{m} \times 6 \mu\text{m}$

**图 6.** 具有非对称磁滞回线的样品经过不同的 ALMT 场锻炼后表面磁畴图像，各图所对应 ALMT 场分别为：(a) 0.1 kA/m；(b) 9.9 kA/m；(c) 10.7 kA/m 和 (d) 11 kA/m；扫描尺寸大约为  $6 \mu\text{m} \times 6 \mu\text{m}$

ALMT 场磁锻炼操作后，样品具有明显的条纹畴图案，这表明在 Z 方向有强烈的磁信号存在。通过适宜的纵场退火处理，在样品中可感生出明显的法向磁信号，这也反映了在结晶相的周围出现了局域的杂散场。这些法向磁信号应该对非晶薄带中的回线偏移行为负责。当 ALMT 场进一步增加，这种法向磁信号将变的越来越弱，SPM 扫描的图片也变的朦胧模糊，如图 6(c)~图 6(d) 所示。这也证实了磁锻炼操作中，ALMT 场会拖拽磁性较硬结晶相的磁矩朝向 ALMT 场方向。在 ALMT 场较小时，这种拖拽效果并不很明显，不足以对 Z 方向的磁信号造成太多改变。一旦磁锻炼场大于触发值(例如，针对我们所研究的样品，该值大约为 6.8~8 kA/m)，表面磁畴的配置将发生可观的变化。这种变化反应在磁滞回线上是直观的、显著的。根据能量最低原理，磁滞回线的形状将从非对称形态逐步向对称态回复；期间矫顽场逐步增大。SPM 图像测试结果强烈的支持我们的观点——即经过不同的 ALMT 场锻炼后，磁畴和局域微结构的重新配置是导致非晶薄带磁特性发生变化的主要原因之一。此外，我们所进行的交流纵向磁锻炼操作可有效的调制钴基非晶带已形成的偏移场的大小，这种操作甚至能绝大部分消除退火非晶薄带磁滞回线的非对称特性。

总之，采用类似铁磁/反铁磁体系的磁锻炼手段 - 多次测量磁滞回线 - 非晶薄带回线偏移行为并没有发生明显变化。我们采用的交流纵向磁场锻炼方法，可以有效调制非晶薄带样品磁滞回线偏移场大小。在实验中，可明显观测到经过交流纵向磁锻炼操作样品的磁滞回线从非对称向准对称形状转变。随着交流纵向磁锻炼场的增加，偏移回线沿着外加磁场方向从负场区向零点移动，越过零点，进入正场区，最终恢复了准对称形状。磁锻炼操作中，交流纵向磁锻炼场存在一个明显的临界值，该临界值和薄带内的

局域磁钉扎有关；当交流纵向磁锻炼场小于该值时，矫顽场和偏移场均在很小范围内波动；当交流纵向磁锻炼场大于该值时，偏移场随交流纵向磁锻炼场的增加而明显降低，矫顽场则随之增加。这种磁锻炼方法是一条有效调制钴基非晶薄带回线偏移行为的途径，对于具有回线偏移行为的非晶薄带的潜在应用意义重大。

#### 4. 结论

采用快淬法制备了钴基、铁基非晶薄带，并对这些非晶薄带进行了多系列热处理操作，并对样品进行了微结构分析、磁滞回线测试、磁畴扫描、磁矩测量。适宜热磁处理非晶薄带的静态磁滞回线均会发生偏移。具有回线偏移行为的退火软磁薄带中均生长了适当的晶化相。在外加磁场的驱使下，这些结晶相的磁矩会向外磁场方向转动一个倾角。热磁处理过程中，在非晶基体上无规生长的磁性较硬晶化相的磁矩在外加磁场的作用下会有一定的取向；磁化过程中，晶化相的磁矩会阻碍主磁距的运动。这种阻碍作用在表面磁畴观测中的体现是偏置型非晶薄带具有垂直于样品面的磁信号。来自磁转矩曲线的证据证实这种阻碍作用会使样品原本只有单轴各向异性变成兼具单轴各向异性和单向各向异性。单向各向异性促使非晶薄带的磁滞回线发生了显著偏移。交流纵向磁锻炼方法可有效的调制软磁非晶薄带的偏移场。磁锻炼操作中，交流纵向磁锻炼场存在一个明显的临界值。当交流纵向磁锻炼场小于该值时，偏移场会明显降低；而矫顽场则随交流纵向磁锻炼场的增加而增加。这种磁锻炼调控手段对偏置型非晶薄带的实用化很有帮助。

虽然采用的交流纵场磁锻炼操作可有效调控偏置型非晶薄带偏移场，但是存在锻炼和测量过程周期长，耗时多以及对样品已有磁特性的破坏等缺点。后续应采用和样品纵向夹角不同的、多波形直流脉冲磁场来进行磁锻炼操作，从而克服已采用的磁锻炼操作的不足。偏置型非晶薄带要想在实际微电子领域占据一席之地，其强度、韧性、可加工性、耐腐蚀性和使用形态等也都是需要通过系统研究来确定。

#### 参考文献 (References)

- [1] Meiklejohn, W.P. and Bean, C.P. (1956) New Magnetic Anisotropy. *Physics Review*, **102**, 1413-1414. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.102.1413>
- [2] Meiklejohn, W.H. and Bean, C.P. (1957) New Magnetic Anisotropy. *Physics Review*, **105**, 904-913. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.105.904>
- [3] Bean, C.P. (1959) Structure and Properties of Thin Films. Wiley, New York, 331.
- [4] Berkowitz, A.E. and Kentaro, T. (1999) Exchange Anisotropy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **200**, 552-570. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(99\)00453-9](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(99)00453-9)
- [5] Baruth, A., Keavney, D.J., Burton, J.D., et al. (2006) Origin of the Interlayer Exchange Coupling in [CoPt]NiO[CoPt] Multilayers Studied with XAS, XMCD, and Micromagnetic Modeling. *Physics Review B*, **74**, Article ID: 054419. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.74.054419>
- [6] Polisetty, S. (2009) Exchange Bias Training Effect in Magnetically Coupled Bilayers. Doctor's Thesis, University of Nebraska, Lincoln.
- [7] March, N.H., Lambin, P. and Herman, F. (1984) Cooperative Magnetic Properties in Single-and Two-Phase 3d Metallic Alloys Relevant to Exchange and Magnetocrystalline Anisotropy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **44**, 1-19. [https://doi.org/10.1016/0304-8853\(84\)90043-X](https://doi.org/10.1016/0304-8853(84)90043-X)
- [8] Yelon, A., Francombe, M.H. and Hoffman, R.W. (1971) Physics of Thin Films. Academic Press, New York, 205.
- [9] Moran, T.J., Gallego, J.M. and Schuller, I.K. (1995) Increased Exchange Anisotropy Due to Disorder at Permalloy/CoO Interfaces. *Journal of Applied Physics*, **78**, 1887. <https://doi.org/10.1063/1.360225>
- [10] Berkowitz, A.E. and Greiner, J.H. (1965) Static Response Characteristics for a Carbon Bolometer. *Journal of Applied Physics*, **36**, 3330. <https://doi.org/10.1063/1.1702976>
- [11] Wohlfarth, E.P. (1959) Hard Magnetic Materials. *Advances in Physics*, **8**, 87-224. <https://doi.org/10.1080/00018735900101178>

- [12] Schmid, H. (1960) Contribution to the Exchange Phenomena between Ferromagnetics and Antiferromagnetics. *Cobalt*, **6**, 1-7.
- [13] Fukamichi, K. (1997) AF Properties. *Journal of the Magnetics Society of Japan*, **21**, 1062.
- [14] Takahashi, M., Yanai, A., Taguchi, S., et al. (1980) A Study of Exchange Anisotropy in Co-CoO Evaporated Thin Films. *Japanese Journal of Applied Physics*, **19**, 1093-1106. <https://doi.org/10.1143/JJAP.19.1093>
- [15] Jungblut, R., Coehoorn, R., Johnson, M.T., et al. (1994) Orientational Dependence of the Exchange Biasing in Molecular-Beam-Epitaxy-Grown Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> Bilayers. *Journal of Applied Physics*, **75**, 6659. <https://doi.org/10.1063/1.356888>
- [16] Kohmoto, O., Yamaguchi, N., Ohya, K., et al. (1978) Change of the Magnetic Property in Some Amorphous Alloys by Low Temperature Annealing. *Japanese Journal of Applied Physics*, **17**, 257-258. <https://doi.org/10.1143/JJAP.17.257>
- [17] Takahashi, M., Miyazaki, T. and Watanabe, A. (1979) The Change in Static Magnetic Properties with Isothermal Annealing in Amorphous Ferromagnetic Alloys. *The Journal of the Japan Institute of Metals*, **43**, 339-347. [https://doi.org/10.2320/jinstmet1952.43.4\\_339](https://doi.org/10.2320/jinstmet1952.43.4_339)
- [18] Ohta, K., Matsuyama, T., Kajiura, M., et al. (1980) Disaccommodation of Magnetic Permeability and Induced Anisotropy in Amorphous Fe-Co Alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **19**, 165-167. [https://doi.org/10.1016/0304-8853\(80\)90584-3](https://doi.org/10.1016/0304-8853(80)90584-3)
- [19] 陈笃行, 潘孝硕. 近零磁伸非晶环样磁滞回线的偏移和消除方法[J]. 金属学报, 1983, 19(3): 16-22.
- [20] 陈文智. 非晶合金磁滞回线的非对称现象[J]. 金属功能材料, 1997(4): 155-158.
- [21] 李志华, 陈文智, 张国祥. 铁基超微晶合金磁滞回线偏移的研究[J]. 金属功能材料, 1994(2): 14-18.
- [22] Luděk, K., Michal, M., Kamil, P., et al. (2005) Asymmetric Giant Magnetoimpedance in Stress-Field Annealed Co-FeBSi Amorphous Ribbons. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **290-291**, 1131-1133. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2004.11.474>
- [23] Duque, J.G.S., De Araújo, A.E.P. and Knobel, M. (2006) Asymmetric Impedance in Field-Annealed Co-Based Amorphous Wires and Its Bias Field Dependence. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **299**, 419-424. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2005.05.001>
- [24] Kraus, L., Malátek, M., Yoon, S.S., et al. (2006) Asymmetric Giant Magnetoimpedance in Twisted CoFeCrSiB Amorphous Ribbons. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **304**, 214-217. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2006.02.124>
- [25] Park, D.G., Moon, E.J., Rheem, Y.W., et al. (2003) The GMI Profiles of Surface-Removed Amorphous Ribbon. *Physica B: Condensed Matter*, **327**, 357-359. [https://doi.org/10.1016/S0921-4526\(02\)01740-4](https://doi.org/10.1016/S0921-4526(02)01740-4)
- [26] Kim, C.G., Kim, J.B., Yoon, S.S., et al. (2001) Temperature Dependence of Asymmetric GMI Profile. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **226-230**, 700-703. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(00\)01141-0](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(00)01141-0)
- [27] Shalyguina, E.E., Komarova, M.A., Molokanov, V.V., et al. (2003) Near-Surface Magnetic Properties and Giant Magnetoimpedance of Co-Based Amorphous Ribbons. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **258-259**, 174-176. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(02\)01037-5](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(02)01037-5)
- [28] Zhou, L., He, J., Li, X., et al. (2009) Exchange Bias Behaviour of Amorphous CoFeNiSiB Ribbons. *Journal of Physics D: Applied Physics*, **42**, Article ID: 195001. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/42/19/195001>
- [29] He, J., Zhou, L., Zhao, D.L., et al. (2009) Hysteresis Loop Shift Behavior of CoFeSiB Amorphous Ribbons. *Journal of Materials Research*, **24**, 1607-1610. <https://doi.org/10.1557/jmr.2009.0185>
- [30] Zhou, L., He, J., Li, X., Li, B. and Zhao, D.L. (2010) The Influence of the Magnetic History on the Magnetizing Process of Fe-Based Amorphous Ribbons. *Journal of Materials Research*, **25**, 1728-1732. <https://doi.org/10.1557/JMR.2010.0222>

期刊投稿者将享受如下服务：

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: [cmp@hanspub.org](mailto:cmp@hanspub.org)