

The Longitudinally Driven Giant Magneto-Impedance Effect of $\text{Fe}_{76}\text{Si}_{7.6}\text{B}_{9.5}\text{P}_5\text{C}_{1.9}$ Films

Guang Chu, Yunzhang Fang, Xingwei He, Yun Ma, Wenzhong Li

College of Mathematics, Physics and Information Engineering, Zhejiang Normal University, Jinhua
Email: audy915@163.com

Received: Jan. 14th, 2013; revised: Jan. 16th, 2013; accepted: Feb. 5th, 2013

Abstract: $\text{Fe}_{76}\text{Si}_{7.6}\text{B}_{9.5}\text{P}_5\text{C}_{1.9}$ single-layer films were prepared by magnetron sputtering. An HP4294A impedance analyzer was used to measure the curves of longitudinally driven giant magneto-impedance. Films with 3.0 μm thickness were annealed under different temperatures. The results showed that at a driven frequency of 190 kHz for the samples annealed at 250°C, the maximum giant magneto-impedance effect of the samples with thickness of 3.0 μm is 157.32%. And the sensitivity of it is 1.55%/(A·m⁻¹).

Keywords: Giant Magneto-Impedance Effect; Film; Longitudinally Driven; Sensitivity

$\text{Fe}_{76}\text{Si}_{7.6}\text{B}_{9.5}\text{P}_5\text{C}_{1.9}$ 薄膜的纵向驱动巨磁阻抗效应

褚 光, 方允樟, 何兴伟, 马 云, 李文忠

浙江师范大学数理与信息工程学院, 金华
Email: audy915@163.com

收稿日期: 2013年1月14日; 修回日期: 2013年1月16日; 录用日期: 2013年2月5日

摘要: 采用磁控溅射方法制备了单层 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_{7.6}\text{B}_{9.5}\text{P}_5\text{C}_{1.9}$ 薄膜, 利用 HP4294A 型阻抗分析仪测量了经过不同温度退火 3.0 μm 厚的 FeSiBPC 薄膜的纵向驱动巨磁阻抗效应。实验结果表明: 经 250°C 退火的薄膜样品在 190 kHz 驱动频率下的最大巨磁阻抗比为 157.32%, 外场灵敏度为 1.55%/(A·m⁻¹)。

关键词: 巨磁阻抗效应; 薄膜; 纵向驱动; 灵敏度

1. 引言

自日本学者 Mohri 等人^[1]首次在 CoFeSiB 非晶丝中观察到了巨磁阻抗效应(giant magneto-impedance, 简写为 GMI)即材料的交流阻抗随着外加直流磁场的改变而发生变化的特性以来。由于其具有高灵敏度、响应快、非接触^[2]稳定性好等特点, 受到了研究者的广泛关注。近年来, 对 GMI 效应的研究在很多方面都有了较大的突破。在材料方面, 从最初的 Co 基合金发展到以 FeCuNbSiB^[3]为代表的 Fe 基合金材料^[4,5]; 在结构方面, 也从单一结构的非晶丝^[1]、薄带^[6]、单层薄膜^[7]发展到了复合结构的薄带^[8]、玻璃包裹丝^[9]、

三明治薄膜^[10]等。然而对于单一结构材料 GMI 效应的研究基本上都是集中在传统的横向驱动模式上, 对采用纵向驱动模式^[11]的报道却很少见, 本文选用具有 1.44 T 相当高的饱和磁化场和 1.2 A/m 低的矫顽力的 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_{7.6}\text{B}_{9.5}\text{P}_5\text{C}_{1.9}$ 合金材料^[5], 利用射频磁控溅射法制备 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_{7.6}\text{B}_{9.5}\text{P}_5\text{C}_{1.9}$ 薄膜, 通过不同温度的热处理, 研究了该组分薄膜的纵向驱动 GMI 效应。

2. 实验

采用射频溅射法制备 FeSiBPC 非晶态薄膜。靶材的组分为 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_{7.6}\text{B}_{9.5}\text{P}_5\text{C}_{1.9}$ 。衬底为 Si(100), 在其表面射频溅射一层 1.8 μm 厚的 SiO_2 。衬底依次在丙酮、

无水乙醇、去离子水中用超声波清洗，每次 10 min，经 N₂ 吹干后，放入沉积室中。制备过程中，靶材和基片均用水冷，溅射真空室的本底真空为 5×10^{-4} Pa，制备 SiO₂ 薄膜时，Ar 工作气压为 1.0 Pa，溅射功率为 120 W，相应的溅射速率为 0.26 nm/s；制备 FeSiBPC 薄膜时，Ar 工作气压为 0.8 Pa，溅射功率为 150 W，相应的溅射速率为 0.28 nm/s。

通过台阶仪的测量得到 SiO₂ 和 FeSiBPC 薄膜厚度分别为 1.8 μm 和 3.0 μm，所有样品的长度和宽度分别为 24 mm 和 1.2 mm。将制备态样品放入 N₂ 氛围中分别在 200°C, 250°C, 300°C, 350°C, 400°C, 450°C 退火 1 h 后，自然冷却至室温。采用 XRD(Cu-K α) 进行了制备态和热处理后样品的晶体结构分析，均没有发现明显的晶化，如图 1 所示，样品仍处于非晶态。

GMI 的测量采用纵向驱动模式，将样品置入驱动线圈(直径 d = 1.5 mm，由直径为 0.1 mm 的漆包线绕制 100 匝而成)内组成一个等效阻抗元件，如图 2 所示^[12]，测量频率范围为 40 Hz~2 MHz，交流驱动电流为 10 mA 的，由与地磁场垂直的一对直径为 200 mm 的 Helmholtz 线圈提供外加直流磁场，该磁场在测量时沿样品长轴方向。阻抗的变化定义为：

$$\frac{\Delta Z}{Z} = \frac{Z_{H_{\text{ex}}} - Z_{H_{\text{max}}}}{Z_{H_{\text{max}}}} \times 100\% \quad (1)$$

式(1)中， $Z_{H_{\text{ex}}}$ 和 $Z_{H_{\text{max}}}$ 分别表示在某个外磁场和最大外磁场时所对应的阻抗值。

巨磁阻抗的灵敏度定义为

$$\xi = \frac{(\Delta Z/Z)_{\text{max}}}{\Delta H} \times 100\% \quad (2)$$

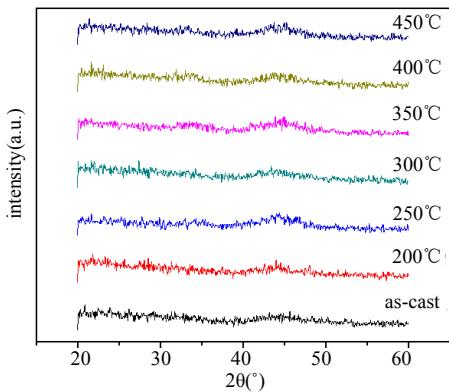


Figure 1. XRD curve for as-cast and annealed samples at different temperature

图 1. 样品铸态及不同温度退火的 XRD 曲线

式(2)中， $(\Delta Z/Z)_{\text{max}}$ 为最大巨磁阻抗比， ΔH 为巨磁阻抗比曲线的半高宽。

3. 结果与讨论

图 3 为 3.0 μm 厚 FeSiBPC 薄膜铸态和不同温度退火后的纵向驱动巨磁阻抗比随驱动电流频率的变化。可以看出经过热处理的样品巨磁阻抗比随着频率的增加先增大后减小，其中退火温度为 250°C 的样品在频率为 190 kHz 时达到最大值 157.32%，由此可见，在纵向驱动模式下，FeSiBPC 薄膜即使在低频条件下也可以获得显著的巨磁阻抗效应。

图 4 为 3.0 μm 厚 FeSiBPC 薄膜的最大巨磁阻抗比随不同温度退火的变化。可见，铸态样品没有表现出显著的巨磁阻抗比，这是由于射频溅射沉积的铸态薄膜时，一般具有较多的缺陷，软磁性能差，需要热处理的方法来改善薄膜的软磁性能；当退火温度高于

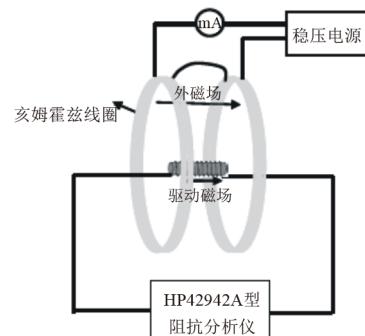


Figure 2. Schematic illustration of GMI measuring method under the longitudinal driven

图 2. 纵向驱动巨磁阻抗效应测量系统示意图

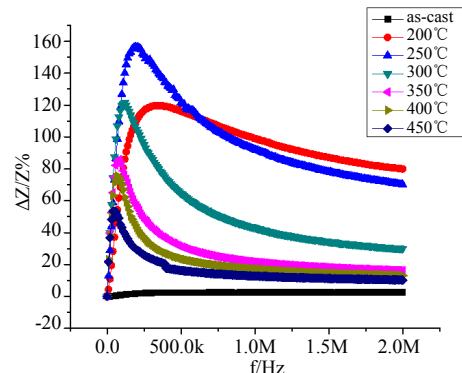


Figure 3. GMI ratio with the frequency change for FeSiBPC thin film of 3.0 μm thickness as-cast and annealed under different temperature

图 3. 3.0 μm 厚 FeSiBPC 薄膜铸态和不同温度退火后的巨磁阻抗比随频率的变化

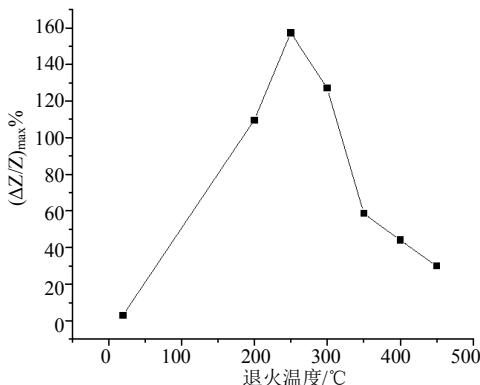


Figure 4. The maximum GMI ratio with annealed under different temperature for FeSiBPC thin film of 3.0 μm thickness
图4. 3.0 μm 厚 FeSiBPC 薄膜的最大巨磁阻抗比随不同温度退火的变化

200°C后，样品均能表现出显著的巨磁阻抗比，说明热处理能够促使缺陷运动，减少组织缺陷，消除样品制备时产生的残余内应力，改善薄膜的软磁性能^[13]；退火温度为250°C时($f = 190$ kHz)可以获得最佳的巨磁阻抗效应。

图5给出了3.0 μm 厚FeSiBPC薄膜在频率为190 kHz时的巨磁阻抗比随外场的变化。可以看出FeSiBPC薄膜的巨磁阻抗比随外磁场的增加而减小，并呈单峰状；最大巨磁阻抗比随退火温度的升高是先增加后减小，在250°C时达到一个最大值，其灵敏度可以达到 $1.55\%/(A \cdot m^{-1})$ ；还发现铸态和退火后样品的巨磁阻抗比曲线均具有非对称特性，即非对称巨磁阻抗(AMGI)效应^[14-16]。

图6为3.0 μm 厚FeSiBPC薄膜的巨磁阻抗曲线的半高宽和灵敏度与退火温度的关系。可以看出巨磁阻抗曲线的半高宽由200°C时的 $150.56\text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ ，逐渐减小到300°C时的 $61.63\text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ ，但是到350°C时的 $70.09\text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ ，出现了小的提升，随后在400°C的 $58.73\text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ 以及450°C的 $60.35\text{ A} \cdot \text{m}^{-1}$ 呈现出“波浪形”的减小的趋势。这些现象说明了退火可能有利于纵向易磁化结构的增加。原因是由于薄膜在溅射沉积时基片水冷，衬底Si片紧贴在基片上，溅射上来的FeSiBPC合金原子具有高温、高能量，在溅射的过程中快速固化，导致了过剩的能量没有释放。因此，退火有利于这种剩余能量的释放，然后聚集引起了纵向各项异性。对于外场灵敏度，在退火温度200°C时为 $0.72\%/(A \cdot m^{-1})$ ，随着退火温度的升高，表现出先增大后减小的趋势，其中在300°C退火时有最大值出现为 $2.06\%/(A \cdot m^{-1})$ 。

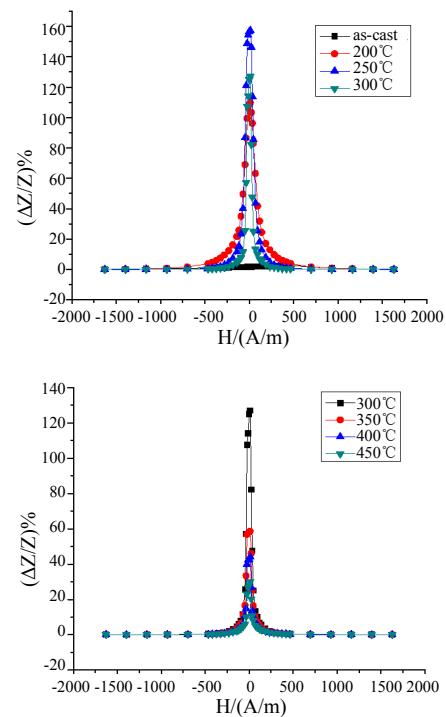


Figure 5. GMI ratio curve for FeSiBPC thin film of 3.0 μm thickness at annealed under different temperature (frequency: 190 kHz)
图5. 不同温度退火3.0 μm 厚 FeSiBPC 薄膜的巨磁阻抗曲线(频率: 190 kHz)

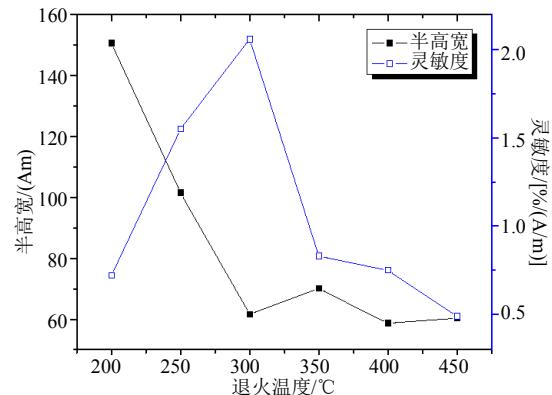


Figure 6. GMI ratio curve half width and sensitivity with the thin film thickness change for FeSiBPC thin film of 3.0 μm thickness (frequency: 190 kHz)
图6. 3.0 μm 厚 FeSiBPC 薄膜的巨磁阻抗曲线的半高宽和灵敏度与厚度的关系(频率: 190 kHz)

4. 结论

1) 本文通过用射频磁控溅射法制得了3.0 μm 厚FeSiBPC薄膜，采用纵向驱动模式，薄膜样品退火温度高于200°C后，均能显示出明显的GMI效应，最佳退火温度为250°C。

2) 随着薄膜样品退火温度的增加，其GMI曲线

的半高宽逐渐减小，灵敏度曲线则是先增加后减小，在样品退火温度为300℃时，达到最大为2.06%/(A·m⁻¹)。

5. 致谢

感谢国家自然科学基金项目(11079029)的资助。

参考文献 (References)

- [1] K. Mohri, T. Kohzawa, K. Kawashima, et al. Magneto-inductive effect in amorphous wires. *IEEE Transactions on Magnetics*, 1992, 28(5): 3150-3152.
- [2] Z. C. Wang, F. F. Gong, X. L. Yang, et al. Longitudinally driven giant magnetoimpedance effect in stress-annealed Fe-based nanocrystalline ribbons. *Journal of Applied Physics*, 2000, 87(9): 4819-4821.
- [3] Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi. New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure. *Journal of Applied Physics*, 1998, 64(10): 6044-6046.
- [4] Z. H. Gan, H. Y. Yi, et al. Preparation of bulk amorphous Fe-Ni-P-B-Ga alloys from industrial raw materials. *Scripta Materialia*, 2003, 48(11): 1543-1547.
- [5] C. Chang, T. Kubota, et al. Synthesis of ferromagnetic Fe-based bulk glassy alloys in the Fe-Si-B-P-C system. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, 473(1-2): 368-372.
- [6] M. L. Sartorelli, M. Knobel and J. Schoenmaker. Giant magneto-impedance and its relaxation in Co-Fe-Si-B amorphous ribbons. *Applied Physics Letters*, 1997, 75(15): 2208-2210.
- [7] S. Q. Xiao, Y. H. Liu, L. Zhang, et al. Magneto-impedance in amorphous FeCuNbSiB films. *Chinese Physics Letters*, 1998, 15(10): 748-749.
- [8] F. Amalou, M. A. Gijs. Giant magnetoimpedance in trilayer structures of patterned magnetic amorphous ribbons. *Applied Physics Letters*, 2002, 81(9): 1654-1656.
- [9] V. Zhukova, M. Ipatov, et al. GMI effect in ultra-thin glass-coated co-rich amorphous wires. *Sensors and Actuators B*, 2007, 126(1): 232-234.
- [10] L. V. Panina, K. Mohri and T. Uchiyama. Giant magneto-impedance (GMI) in amorphous wire, single layer and sandwich film. *Physica A*, 1997, 241(1-2): 429-438.
- [11] 杨介信, 杨燮龙, 陈国等. 一种新型的纵向驱动巨磁阻抗效应[J]. 科学通报, 1998, 43(10): 1051-1053.
- [12] 何理, 郑金菊, 金林枫等. 基于Fe基合金薄带巨磁阻抗效应的新型磁敏传感器[J]. 磁性材料与器件, 2009, 40(6): 40-43.
- [13] R. L. Sommer, C. L. Chien. Longitudinal and transverse magneto-impedance in amorphous Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ films. *Applied Physics Letters*, 1995, 67(22): 3346-3348.
- [14] T. Kitoh, K. Mohri and T. Uchiyama. Asymmetrical magneto-impedance effect in twisted amorphous wires for sensitive magnetic sensors. *IEEE Transactions on Magnetics*, 1995, 31(6): 3137-3139.
- [15] C. G. Kim, J. Jang, D. Y. Kim and S. S. Yoon. Analysis of asymmetric giant magneto impedance in field-annealed co-based amorphous ribbon. *Applied Physics Letters*, 1999, 75(2114): 2114-2116.
- [16] R. B. da Silva, A. D. C. Viegas, et al. High frequency magnetoimpedance in Ni₈₁Fe₁₉/Fe₅₀Mn₅₀ exchange biased multilayer. *Applied Physics Letters*, 2009, 94(4): Article ID: 042501.