

在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪 测量软磁材料的矫顽力*

缪培贤^{1)†} 王涛²⁾ 史彦超¹⁾ 高存绪²⁾ 蔡志伟¹⁾
柴国志²⁾ 陈大勇¹⁾ 王建波²⁾

1) (兰州空间技术物理研究所, 真空技术与物理重点实验室, 兰州 730000)

2) (兰州大学, 磁学与磁性材料教育部重点实验室, 兰州 730000)

(2022 年 8 月 12 日收到; 2022 年 8 月 27 日收到修改稿)

报道了在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁材料矫顽力的实验装置和方法. 磁屏蔽筒中的本底磁场、磁化线圈和软磁样品在铷泡空间位置产生的磁场均平行于磁屏蔽筒的轴线方向; 扫描磁化线圈中的电流实现软磁样品的磁化和退磁, 用抽运-检测型铷原子磁力仪分别在磁化线圈中有样品和无样品的条件下测量铷泡空间位置处的磁场; 在相等电流值条件下, 用有样品测得的磁场值减去无样品测得的磁场值, 获得软磁样品在铷泡空间位置产生的磁场, 用软磁样品在铷泡位置处产生磁场为零来判定其磁化强度由饱和值减小到零的条件, 用磁滞回线计算出样品的平均矫顽力. 采用本文提出的测量装置和方法测量带状坡莫合金软磁样品的矫顽力, 10 次测量的平均值为 40.63 A/m, 矫顽力测量再现性以相对标准偏差表示为 0.16%, 该方法具有无零点漂移、复现性好、测量速度快、原位测量等优点.

关键词: 原子磁力仪, 抽运-检测, 软磁材料, 矫顽力

PACS: 42.60.-v, 07.55.Ge, 42.62.-b, 75.50.-y

DOI: 10.7498/aps.71.20221618

1 引言

软磁材料具有矫顽力小的基本特征^[1], 小尺寸或微量的软磁样品矫顽力的测量需高精度地控制实验装置的剩余磁场, 以及高精度地测量微弱磁场, 目前在应用研究中存在重大挑战. 在磁性材料测量领域, 目前广泛使用的精密磁强计有超导量子干涉器件 (superconducting quantum interference device, SQUID) 磁强计、振动样品磁强计 (vibrating sample magnetometer, VSM)、交变梯度磁强计 (alternating gradient magnetometer)、提拉样品磁强计 (extracting sample magnetometer)、磁

光克尔效应 (magneto-optical Kerr effect, MOKE) 磁强计等^[2], 其中 SQUID 磁强计在磁化强度测量方面灵敏度最高 (高出 VSM 两个数量级), 可靠性和重复性好, 在微量样品或弱磁化强度样品测量领域有着很强的优越性^[2]. 然而, SQUID 难以获得微弱的背景磁场, 在超导磁体电流为零时, 由于磁通冻结, 剩余磁场可达几百万纳特, 而且循环测量时剩余磁场不是固定值, 采用 SQUID 测量软磁材料矫顽力时可能造成很多测量错误^[3], 例如 SQUID 测量软磁材料矫顽力时可能会测量出不符合热力学第二定律的反向磁滞回线^[4], 因此 SQUID 在低场测量时必须注意保持剩余磁场在 200000 nT 以下, 必要时使用超低场装置, 使剩余磁场达到

* 甘肃省重点研发计划 (批准号: 20YF3GA001) 和国家自然科学基金 (批准号: 12104198) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: miaopeixian@163.com

5000 nT^[3]. 目前工业上采用抛移测量方法来测量软磁材料的矫顽力^[5], 该方法对样品形状和尺寸有特殊要求, 若测量符合标准规定, 矫顽力的测量结果再现性以相对标准偏差表示为 3%, 复现性的进一步提升受限于检流计的灵敏度. 工业上也可采用开磁路测量软磁材料的矫顽力^[6], 对内禀矫顽力小于 40 A/m 或大于 40 A/m 的软磁材料, 测量复现性分别小于等于 5% 或 2%, 复现性的进一步提升受限于探测线圈、霍尔探头或磁通门的探测精度. 例如国际上广泛售卖的意大利 LE 公司所产的 Coercimeter-03 和日本理研公司所产的 HC-1000A 矫顽力测试仪专门用于测量软磁材料的磁特性, 它们的测量方法满足 IEC 60404-7 国际标准. 在闭合磁路中可使用环样或磁导计测量软磁材料的直流磁性能^[7], 例如软磁合金带可卷绕成圆环形铁芯, 带材厚度为 0.1 mm 的 1J85 坡莫合金铁芯的矫顽力一般为 1.6 A/m^[8]. 非标软磁样品的矫顽力也可用 MOKE 磁强计测量^[9], 但这种实验方法仅适用于薄膜样品, 不适用于其他非薄膜样品. 如何实现对小尺寸或微量软磁样品、及不规则软磁样品矫顽力更高精度、更高复现性的测量是基础研究和工业生产中都关注的技术问题.

近年来原子磁力仪技术蓬勃发展, 性能优异的原子磁力仪测磁灵敏度已达到 fT/Hz^{1/2} 量级^[10–12], 与 SQUID 测磁灵敏度相当. 磁屏蔽筒内的剩余磁场可低于 100 nT, 原子磁力仪可在弱磁场环境中对磁性材料的静态磁特性进行精密测量, 而且无需复杂的低温系统, 维护成本大大降低, 原子磁力仪

技术已应用于磁性颗粒探测^[13–17]、超顺磁纳米磁性颗粒的磁特性测量^[18]等领域. 相比于磁通门、霍尔探头等磁强计, 原子磁力仪具有无零点漂移的特点, 有潜力提高磁性材料磁特性测量的复现性. 本文在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁 1J85 坡莫合金带样品的矫顽力, 并与 SQUID 测量结果和开磁路霍尔探头测量结果对比, 验证了利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁材料矫顽力的优越性, 分析了该样品矫顽力与闭合磁路中 1J85 软磁合金带环样测量结果差别较大的原因.

2 实验装置和测量方法

在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁材料矫顽力的实验装置如图 1 所示, 该装置由抽运-检测型铷原子磁力仪、本底磁场产生组件、软磁样品磁化和退磁组件, 以及计算机中的测量软件 4 部分组成. 本文采用的抽运-检测型铷原子磁力仪具有量程宽、灵敏度高、测量速度快、开环测量范围宽、闭环锁频能力强的优点^[19,20], 而且还能测量出电流源输出电流的噪声^[20–22], 其量程为 100–100000 nT, 磁场分辨率为 0.1 pT, 在磁屏蔽筒中 500 nT 背景磁场下灵敏度达到 0.2 pT/Hz^{1/2}, 在开环状态下可测量与本底磁场偏离 10000 nT 的磁场突变^[19,20], 能够在软磁样品被磁化和退磁的过程中快速读取铷泡位置处的准确磁场值, 使用的抽运-检测型原子磁力仪工作的物理基础可参考文献^[19, 23, 24]. 抽运-检测型原子磁力仪工作时,

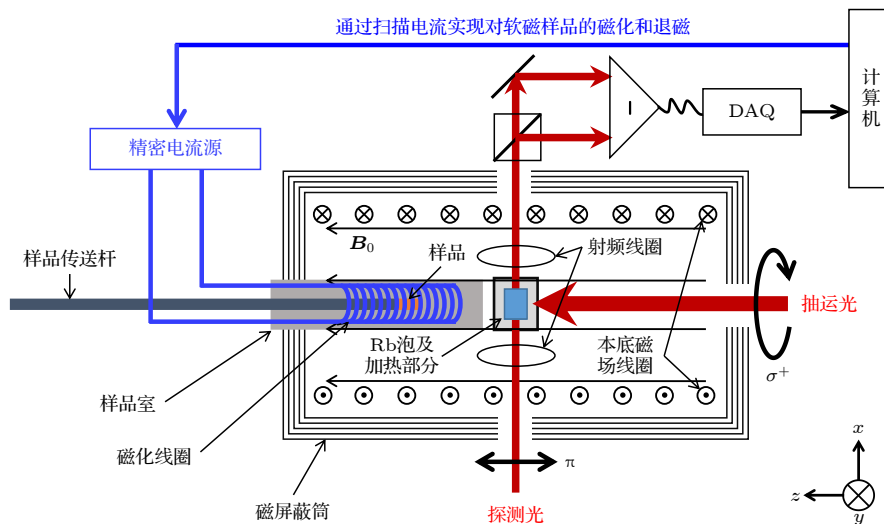


图 1 测量软磁样品矫顽力的实验装置示意图

Fig. 1. Schematic diagram of experimental device for measuring the coercivity of soft magnetic sample.

Labview 程序在每一个原子磁力仪工作周期内能够获得拉莫尔进动频率和外磁场数值, 将前一个工作周期中获得的拉莫尔进动频率设定为下一个工作周期中信号源的输出频率, 即实现了跟踪式锁频, 这种工作模式可被称为闭环模式. 开环模式是信号源始终输出固定的频率, 本文中该频率等于本底磁场对应的拉莫尔进动频率. 由于抽运-检测型原子磁力仪将光抽运过程、射频场作用过程和自由弛豫信号的采集过程在时序上分开^[19,20], 因此射频场频率不等于拉莫尔进动频率时抽运-检测型原子磁力仪也能输出正确的磁场值, 例如参考文献^[19]中专门基于理论和实验讨论了射频场频率与拉莫尔进动频率失谐时对自由弛豫信号振幅的影响, 当信号源输出频率固定为 70 kHz(对应 10000 nT)、复现磁场从 100 nT 扫描至 20000 nT 时, 抽运-检测型铷原子磁力仪始终输出正确的磁场值. 即使较大的磁场条件下抽运-检测型原子磁力仪不能正常工作, 开环模式也能确保本底磁场附近抽运-检测型原子磁力仪可以正常工作. 图 1 中仅列出抽运-检测型铷原子磁力仪的射频磁场线圈、铷泡加热模块和铷泡 3 个组件, 它们被放置在磁屏蔽筒中. 本底磁场产生组件由磁屏蔽筒和本底磁场线圈组成, 用于在磁屏蔽筒内产生轴向均匀稳定的本底弱磁场, 图 1 中圆偏振的抽运光束平行于本底磁场方向, 线偏振的探测光束垂直于本底磁场方向. 软磁样品磁化和退磁组件由样品室、软磁样品、磁化线圈、精密电流源和样品传送杆组成; 样品室和磁化线圈置于磁屏蔽筒内, 样品室置于磁化线圈的磁场均匀区, 样品传送杆用于将软磁样品放置在磁化线圈的正中心, 测量时磁化线圈、样品室和软磁样品的相对位置固定不变; 用精密电流源连续地、台阶式地向磁化线圈输入正向或反向的电流, 磁化线圈中心产生的均匀磁场用于实现对软磁样品的磁化和退磁. 计算机中的测量软件有两个功能: 第一是通过扫描精密电流源的输出电流来实现对软磁样品的磁化和退磁, 第二是利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁样品磁化和退磁过程中铷泡位置处的磁场. 图 1 中样品传送杆、软磁样品和铷泡都处在磁屏蔽筒的轴线上, 该轴线与磁化线圈和本底磁场线圈的轴线重合.

具体测量时, 首先根据抽运-检测型铷原子磁力仪测量的磁场值调节通入本底磁场线圈的电流大小, 使本底磁场在 200—20000 nT 范围内, 本文

中本底磁场设定为 500 nT; 同时设定磁化线圈中心位置与铷泡的间距, 该间距一般大于或等于 10 cm, 本文中设定为 20 cm. 其次, 计算机控制精密电流源以设定步长连续地由正向最大电流减小到负向最大电流, 然后再从负向最大电流增大到正向最大电流, 在此过程中用抽运-检测型铷原子磁力仪分别在磁化线圈中有样品和无样品的条件下测量铷泡空间位置处的磁场, 并在电流值相等时用有样品测得的磁场值减去无样品测得的磁场值, 获得扫描磁场时软磁样品在铷泡空间位置产生的磁场. 最后, 以横坐标为通入磁化线圈的连续电流、纵坐标为软磁样品在铷泡空间位置产生的磁场作图, 回线中纵坐标磁场值为零时对应的横坐标正向电流和负向电流分别为 I_{c+} 和 I_{c-} , 磁化线圈通入 I_{c+} 和 I_{c-} 电流时产生的磁场强度为 $H_{c+} = CI_{c+}/\mu_0$ 和 $H_{c-} = CI_{c-}/\mu_0$, 其中 C 为磁化线圈的线圈系数, μ_0 为真空磁导率, 则软磁样品矫顽力的取值为 $(H_{c+}-H_{c-})/2$, 回线偏置的取值为 $(H_{c+}+H_{c-})/2$. 如果上述步骤无法获得 H_{c+} 和 H_{c-} , 则调整本底磁场值, 并调整样品室与铷泡的间距, 重复上述步骤, 直至测量出软磁样品的矫顽力. 精密电流源输出的磁化电流持续时间在 2—20 s 之间, 当软磁样品被充分磁化或退磁后, 抽运-检测型铷原子磁力仪测量对应磁化电流条件下铷泡位置处的磁场. 图 1 中采用的铷泡为 $\Phi 25 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ 的圆柱型气室, 气室中充有 100 Torr (1 Torr = $1.33322 \times 10^2 \text{ Pa}$) 的氮气缓冲气体, 采用交流无磁加热使铷泡工作在 100 °C. 五层磁屏蔽筒内部尺寸为 $\Phi 500 \text{ mm} \times 700 \text{ mm}$, 本底磁场线圈和磁化线圈都用 6.5 位的安捷伦 B2912A 精密电流源供电. 图 1 中磁化线圈螺线管的长度为 100 mm, 绕制在直径为 14 mm 的玻璃管上, 线圈系数为 7.3574 mT/A, 该值由 Lakeshore 421 型高斯计标定.

3 实验结果分析与讨论

为了验证在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁样品矫顽力的正确性和优越性, 后文分别用 SQUID 和国家 (国际) 标准 GB/T 13888—2009/IEC 60404-7: 1982 所述的开磁路方法测量相同软磁样品的矫顽力, 对 3 种测量结果进行对比和分析.

3.1 SQUID 测量软磁样品的矫顽力

实验测量的软磁样品为由宽 20 mm、长 100 mm、厚 0.1 mm 的带状 1J85 坡莫合金沿长边卷绕成直径小于 10 mm、长度为 20 mm 的圆筒状样品, 本文选用这种卷绕的圆筒状坡莫合金带样品考虑了以下两点: 第一, 圆筒状样品方便用 SQUID 测量; 第二, 在开磁路测量磁性材料矫顽力的方法^[6]中要求试样应具有长直的形状, 以使自退磁场不致影响其磁化至饱和, 可认为卷绕的圆筒状坡莫合金带样品勉强符合该条件, 因为带状样品的面内退磁场很小, 容易磁化至饱和, 而面外退磁场很大, 较难磁化至饱和, 卷绕后的圆筒状坡莫合金带样品其易磁化轴沿着圆筒的轴线方向. 卷绕前的坡莫合金带如图 2(a) 所示, 室温条件下 SQUID 测量的圆筒状样品的磁滞回线如图 2(b) 所示, SQUID 输出的数据文件中磁场强度的单位是 Oe, 其等效于 SI 国际单位中的 A/m, 换算关系为 $1000 \text{ A/m} = 4\pi \text{ Oe}$, 则软磁样品的矫顽力约为 42.15 A/m, 回线偏置为 229.74 A/m. 磁滞回线的偏置远大于样品矫顽力的原因是 SQUID 的超导磁体中由磁通冻结导致的电流为零时剩余磁场不为零.

3.2 在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁样品的矫顽力

在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁样品矫顽力时, 由于软磁样品被磁化或退磁过程中当磁化线圈中电流较大时铷泡位置处的磁场过大, 远超过抽运-检测型铷原子磁力仪的量程,

因此实验中抽运-检测型铷原子磁力仪在开环模式下工作. 图 1 中向射频线圈输入的正弦信号的频率等于本底磁场对应的拉莫尔进动频率, 本底磁场设定为 500 nT, 磁化线圈中心位置与铷泡的间距设定为 20 cm. 软磁样品在磁化或退磁过程中每个电流保持 5 s, 前 4.5 s 实现样品的磁化或退磁, 在后 0.5 s 时间内完成对应电流条件下磁场的测量. 在样品室中无样品的条件下, 用计算机控制精密电流源的连续扫描过程: 以步长 0.03 A 从 1 A 扫描至 0.01 A, 以步长 0.5 mA 从 0.01 A 扫描至 -0.01 A, 以步长 0.03 A 从 -0.01 A 扫描至 -1 A, 以步长 0.03 A 从 -1 A 扫描至 -0.01 A, 以步长 0.5 mA 从 -0.01 A 扫描至 0.01 A, 以步长 0.03 A 从 0.01 A 扫描至 1 A, 循环测量 1 次, 在此过程中抽运-检测型铷原子磁力仪测量并记录本底磁场和磁化线圈在铷泡空间位置产生磁场的矢量叠加磁场的模值, 测量结果见图 3(a) 中无样品的情况, 测量的回线基本重合, 偏差小于 0.1 nT. 磁化线圈的线圈系数为 7.3574 mT/A, 可用表达式 $H = CI/\mu_0$ 将磁化电流换算成磁化线圈内产生的磁场强度, 当磁化线圈中的电流为 1 A 时, 线圈中的磁场强度约为 5.9 kA/m, 该值与图 2(b) 中 SQUID 施加的最大磁场强度相当. 用样品传送杆将软磁样品置于磁化线圈的正中心, 再次执行上述相同的扫描测量过程, 循环测量 10 次, 抽运-检测型铷原子磁力仪测量并记录本底磁场、磁化线圈和软磁样品在铷泡空间位置产生磁场的矢量叠加磁场的模值, 测量结果见图 3(a) 中有样品的情况. 每个循环中相等电流下用有样品对

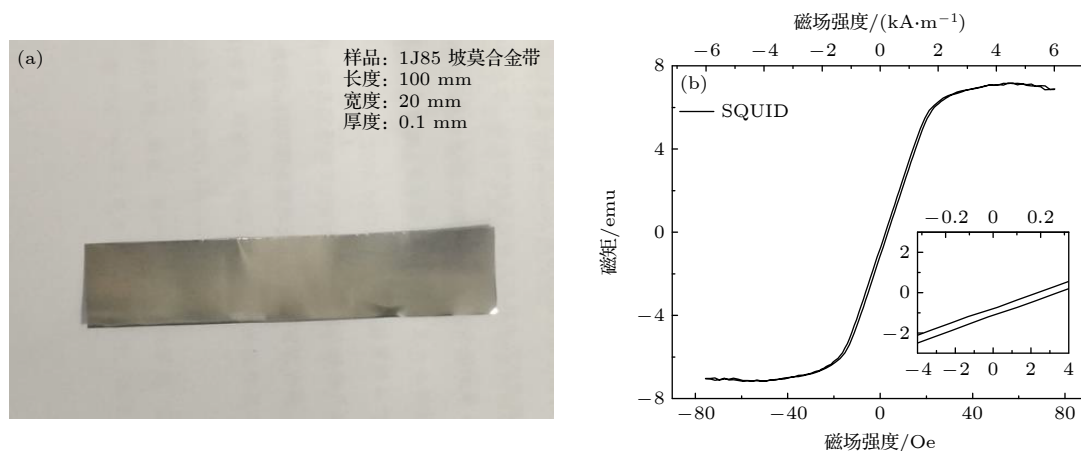


图 2 软磁样品及其磁滞回线 (a) 坡莫合金带; (b) 用 SQUID 测量的磁滞回线

Fig. 2. Soft magnetic sample and its hysteresis loop: (a) Permalloy ribbon; (b) hysteresis loop measured by superconducting quantum interference device.

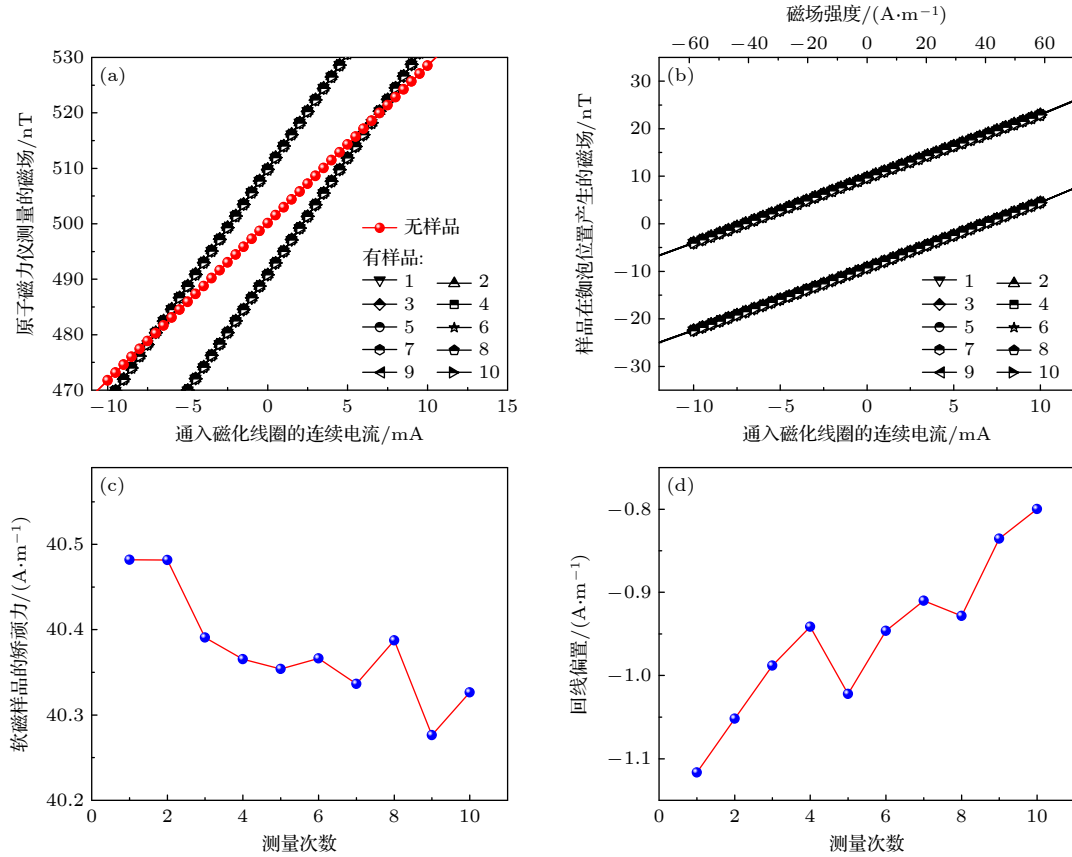


图 3 在开磁路中利用抽运-检测型原子磁力仪测量软磁样品的矫顽力的实验结果 (a) 用抽运-检测型原子磁力仪测量的数据曲线; (b) 软磁样品的磁滞回线; (c) 软磁样品的矫顽力; (d) 磁滞回线的偏置

Fig. 3. Experimental results of measuring the coercivity of a soft magnetic sample in an open magnetic circuit by a pump-probe atomic magnetometer: (a) Curves measured by the pump-probe atomic magnetometer; (b) hysteresis loops of the soft magnetic sample; (c) coercivity of the soft magnetic sample; (d) bias of the hysteresis loop.

应的磁场值减去无样品对应的磁场值, 得到循环测量过程中软磁样品在铷泡空间位置产生的一系列磁场值, 以横坐标为通入磁化线圈的连续电流、纵坐标为软磁样品在铷泡空间位置产生的磁场作图, 得到的软磁样品磁滞回线如图 3(b) 所示. 每次回线中横坐标正半轴或负半轴对应纵坐标磁场值接近零的 5 个数据点进行线性拟合, 对应的横坐标正向电流和负向电流分别为 I_{c+} 和 I_{c-} ; 磁化线圈通入 I_{c+} 和 I_{c-} 电流时产生的磁场强度为 $H_{c+} = CI_{c+}/\mu_0$ 和 $H_{c-} = CI_{c-}/\mu_0$, 软磁样品矫顽力取值为 $(H_{c+} - H_{c-})/2$, 10 次矫顽力计算结果如图 3(c) 所示, 10 次测量的平均值为 40.632 A/m, 与 SQUID 测量得到的矫顽力 42.15 A/m 偏差 3.7%, 测量结果再现性以相对标准偏差表示为 0.16%; 回线偏置为 $(H_{c+} + H_{c-})/2$, 10 次回线偏置如图 3(d) 所示, 平均值为 -0.95 A/m, 远小于图 2(b) 中 SQUID 测量的回线偏置, 而且由于原子磁力仪没有零点漂移, 图 3(d) 中回线偏置的漂移仅有 0.3 A/m. 需要说明的是,

目前测量装置样品室没有恒温设计, 上述测量过程在室温条件下完成, 由于磁化线圈发热导致样品温度升高, 矫顽力减小. 若将来实验装置设计了恒温样品室, 预计矫顽力测量值的再现性会有进一步的提高. 图 3(d) 中回线偏置的漂移可能与本底磁场的漂移有关, 由于磁化和退磁软磁样品的过程中, 磁化线圈产生的磁场会影响磁屏蔽筒的磁化状态, 磁屏蔽筒内本底磁场的缓慢漂移会导致图 3(d) 中回线偏置的漂移.

3.3 在开磁路方法中利用霍尔探头测量软磁样品的矫顽力

工业上用开磁路测量软磁材料的矫顽力时可选用差分探头^[6], 对内禀矫顽力小于 40 A/m 或大于 40 A/m 的软磁材料, 测量复现性分别小于等于 5% 或 2%. 本文选用单个霍尔探头测量软磁样品的磁场畸变, Lakeshore 421 型高斯计霍尔探头的测量分辨率为 0.0001 mT, 开磁路方法测量装置

如图 4(a) 所示. 采用计算机控制 6.5 位精密电流源连续地、台阶式地输出电流来磁化或退磁软磁样品, 其中每个磁化电流持续时间为 5 s, 在尾部 0.5 s 内采用霍尔探头测量样品漏磁; 6.5 位精密电流源向磁化线圈输入的电流以 0.01 A 的步长从 0.8 A 逐渐减小至 -0.8 A, 然后再从 -0.8 A 逐渐增大至 0.8 A, 循环测量 10 次. 图 4(a) 中线圈的长度为 100 mm, 也绕制在直径为 14 mm 的玻璃管上, 但线圈匝数是图 1 中磁化线圈匝数的两倍, 线圈系数为 14.7470 mT/A, 该值由 Lakeshore 421 型高斯计标定. 可用表达式 $H = CI/\mu_0$ 将磁化电流换算成磁化线圈内产生的磁场强度, 当磁化线圈中的电流为 0.8 A 时, 线圈中的磁场强度约为 9.4 kA/m, 该值超过图 2(b) 中 SQUID 施加的最大磁场强度; 当软磁样品的磁化强度接近零时, 霍尔探头测得的漏磁也接近零值, 用开磁路方法测量的磁滞回线如图 4(b) 所示. 将图 4(b) 中横坐标正半轴或负半轴对应纵坐标磁场值接近零的 5 个数据点进行线性拟合, 10 次矫顽力计算结果见图 4(c), 10 次循环测

量的平均矫顽力为 38.64 A/m, 测量再现性以相对标准偏差表示为 3.53%, 该值与开磁路测量磁性材料矫顽力的方法^[6] (GB/T 13888—2009/IEC 60404-7: 1982) 中所述的复现性相符; 10 次回线偏置计算结果见图 4(d), 回线偏置的平均值为 -52.88 A/m. 由于霍尔探头存在零点漂移的问题, 实际上每次测量之前都应当校准, 而图 4(b) 中连续测量 10 个循环时零点漂移的效果会累加, 导致图 4(d) 中回线偏置漂移了 20 A/m, 远大于图 3(d) 中回线偏置的漂移 0.3 A/m.

3.4 三种测量方法的对比

图 2—图 4 分别显示了用 SQUID、抽运-检测型铷原子磁力仪和霍尔探头测量相同坡莫合金带样品矫顽力的实验结果, 通过分析磁滞回线得到平均矫顽力分别为 42.15 A/m, 40.632 A/m 和 38.64 A/m, 回线偏置的平均值为 229.74 A/m, -0.95 A/m 和 -52.88 A/m. 测量图 2(b)、图 3(a) 和图 4(b) 中的一条实验曲线分别耗时 9639 s, 1144 s 和 1630 s,

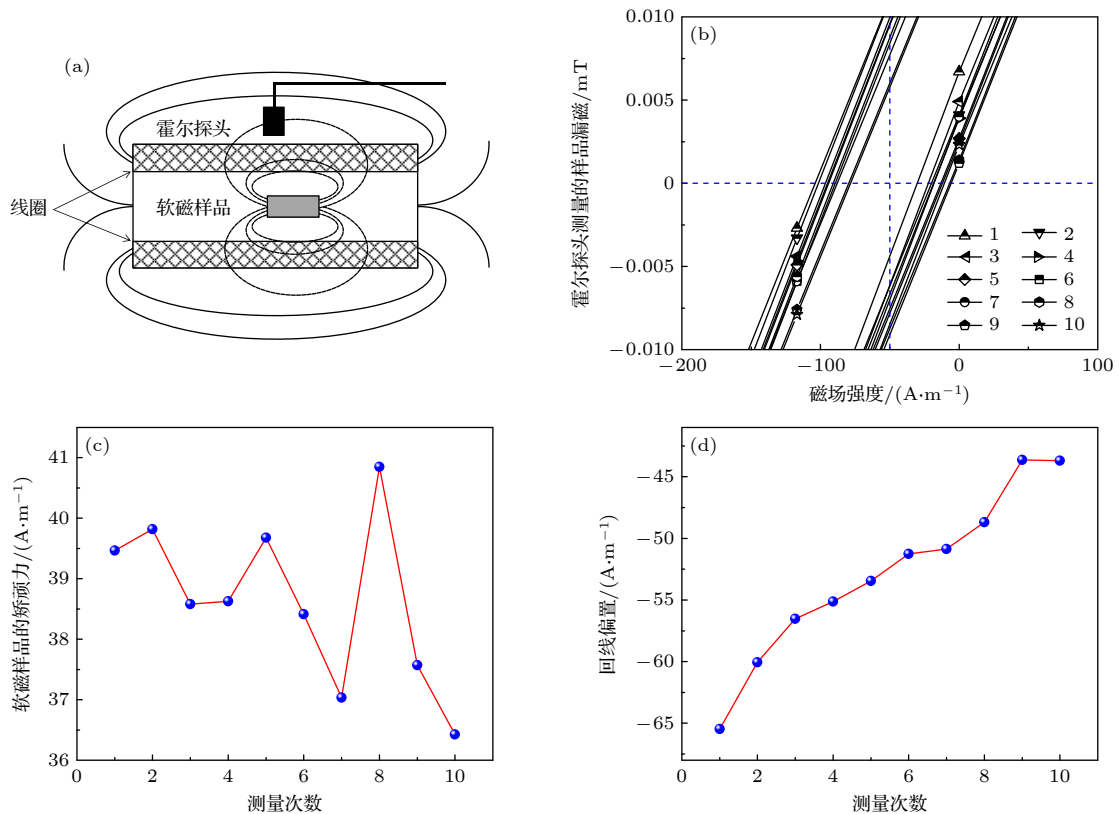


图 4 在开磁路中利用霍尔探头测量软磁样品矫顽力的实验结果 (a) 测量装置示意图; (b) 用霍尔探头测量的磁滞回线; (c) 软磁样品的矫顽力; (d) 磁滞回线的偏置

Fig. 4. Experimental results of measuring the coercivity of a soft magnetic sample in an open magnetic circuit by a Hall probe: (a) Schematic diagram of experimental device; (b) hysteresis loops measured by the Hall probe; (c) coercivity of the soft magnetic sample; (d) bias of the hysteresis loop.

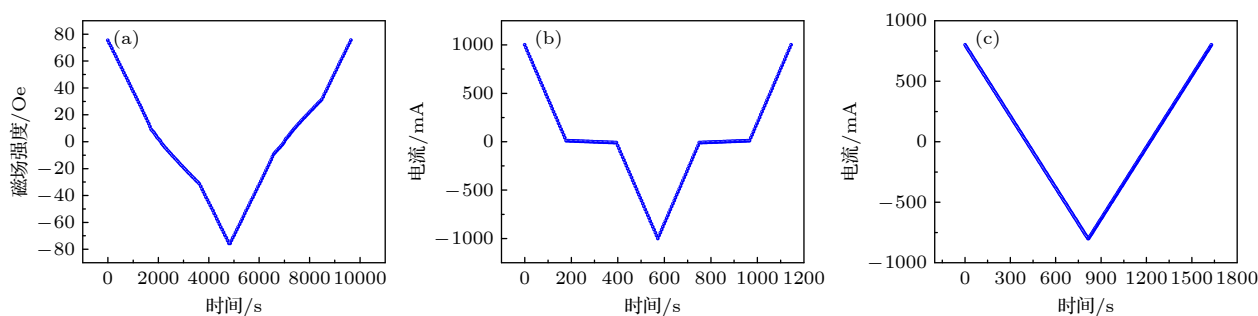


图 5 3 种磁强计分别测量软磁样品矫顽力时的磁场扫描过程 (a) SQUID; (b) 抽运-检测型原子磁力仪; (c) 霍尔探头

Fig. 5. Magnetic field scanning process when three kinds of magnetometers measure the coercivity of soft magnetic sample respectively: (a) Superconducting quantum interference device; (b) pump-probe atomic magnetometer; (c) Hall probe.

曲线中的数据量分别为 192 个、213 个、322 个, 其中 SQUID 每测一个数据耗时约 50 s, 而用抽运-检测型原子磁力仪和霍尔探头每测一个数据耗时约 5 s, 3 种磁强计测量矫顽力时的磁场扫描过程如图 5 所示. 由于采用 SQUID 测量一条磁滞回线耗时较长, 重复测量的成本较高, 而且没有可参考的国家标准或行业标准来对比讨论 SQUID 重复测量软磁材料矫顽力的复现性, 因此本文用 SQUID 仅测量了 1 条实验曲线, 而采用抽运-检测型铷原子磁力仪和霍尔探头分别测量了 10 条实验曲线. SQUID 采用超导磁体磁化或退磁软磁样品, 相比其他两种方法的优点是可加较大的饱和磁场, 缺点是测量速度慢、剩余磁场大, 可能造成测量错误, 另外 SQUID 测量样品磁矩时需移动样品, 要求样品磁矩对振动不敏感; 现有开磁路测量软磁材料矫顽力的优点是装置简单、成本较低、测量速度快, 缺点是这种方法若选用霍尔探头或磁通门会存在零点漂移的问题, 且饱和磁场很难达到特斯拉量级; 由于抽运-检测型铷原子磁力仪测量的磁场值可溯源至拉莫尔进动效应自然基准, 准确度较高, 而且其测量磁场的分辨率 0.1 pT 远远优于 Lakeshore 421 型高斯计霍尔探头的测量分辨率 100 nT, 因此在开磁路中使用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁材料矫顽力的优点是测量精度高、无零点漂移、复现性好、测量速度快、原位测量, 缺点是饱和磁场不能过大, 若显著影响磁屏蔽筒的磁化状态将引入较大的测量误差. 若将图 1 中的磁屏蔽筒替换成磁屏蔽室, 增大磁化线圈与磁屏蔽材料之间的距离, 当增大饱和磁场后对磁屏蔽室的影响较弱, 不但能显著减小测量误差, 还能用于更多磁性材料矫顽力的测量. 在引言中指出, 软磁合金带可卷绕成圆环形铁芯, 带材厚度为 0.1 mm 的 1J85 坡莫合金铁芯的

矫顽力用闭合磁路测量时一般为 1.6 A/m^[8], 该值与本文圆筒状 1J85 坡莫合金带样品用开磁路测得的矫顽力差距较大, 但是本文用 3 种矫顽力测量方法都测得了相近的矫顽力值, 本文实验结果是可信的. 实际上, 软磁样品是否退火、退火过程中是否施加磁场或应力, 以及样品内部是否存在应力都会显著影响软磁样品的矫顽力. 例如, 东南大学李东辉的硕士论文^[25]中指出: 拉应力热处理可以改善样品的磁畴结构, 调整磁畴有序度, 该硕士论文中 Fe_{66.65}Co₁₆Si₂B₁₄Cu_{1.35} 合金带样品施加拉应力和不施加拉应力在 270 °C 热处理 20 min 后, 利用日本理研公司所产的直流 B-H 仪测得无拉应力热处理条件下样品的矫顽力为 46.3 A/m, 而经过 4 N 的拉应力热处理条件下样品的矫顽力为 2.6 A/m. 因此, 本文用 3 种方法测量卷绕的圆筒状 1J85 坡莫合金带样品, 得到其矫顽力约为 40 A/m, 该值大于 1.6 A/m 的结论是可接受的.

4 结 论

本文提出了在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁材料矫顽力的实验装置和方法. 采用本文提出的测量方法测量卷绕的软磁 1J85 坡莫合金带样品的矫顽力, 10 次测量的平均值为 40.63 A/m, 与 SQUID 测得的矫顽力 42.15 A/m 偏差 3.7%, 测量结果再现性以相对标准偏差表示为 0.16%; 在开磁路中利用霍尔探头测得的平均矫顽力为 38.64 A/m, 测量再现性以相对标准偏差表示为 3.53%; 测试结果表明, 在开磁路测量方法中用抽运-检测型原子磁力仪测量相同软磁样品的矫顽力的再现性比用霍尔探头提高一个数量级. 在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁材

料矫顽力的方法具有无零点漂移、复现性好、测量速度快、原位测量等优点, 下一步可通过实验将样品在钕泡位置处产生的磁场与样品本身的磁矩关联起来, 当样品室配套可改变温度的恒温系统时, 抽运-检测型铷原子磁力仪有望测量软磁材料在低场条件下的各种磁特性曲线, 相关实验装置在弱磁测量领域具有广泛的应用前景.

参考文献

- [1] He J, Zhao D L 2015 *Metal. Funct. Mater.* **22** 1 (in Chinese) [何峻, 赵栋梁 2015 金属功能材料 **22** 1]
- [2] Chen H Y 2000 *Modern Instruments* **6** 5 (in Chinese) [陈海英 2000 现代仪器 **6** 5]
- [3] Zhang Y, Gao Z X, Gao J, Cao L Z 2003 *Modern Instruments* **9** 36 (in Chinese) [张焱, 高政祥, 高进 曹立志 2003 现代仪器 **9** 36]
- [4] Yu H Y 2014 *Acta Phys. Sin.* **63** 047502 (in Chinese) [于红云 2014 物理学报 **63** 047502]
- [5] GB/T 3656—2008 *Method of Coercivity Measurement for Magnetically Soft Materials by Pull out Procedure* p3 (in Chinese) [GB/T 3656—2008 软磁材料矫顽力的抛移测量方法 第3页]
- [6] GB/T 13888—2009/IEC 60404-7—1982 *Method of Measurement of the Coercivity of Magnetic Materials in an Open Magnetic Circuit* pp2—4 (in Chinese) [GB/T 13888—2009/IEC 60404-7—1982 在开磁路中测量磁性材料矫顽力的方法 第2—4页]
- [7] GB/T 13012—2008/IEC 60404-4—2000 *Methods of Measurement of d. c. Magnetic Properties of Magnetically Soft Materials* pp1—18 (in Chinese) [GB/T 13012—2008/IEC 60404-4—2000 软磁材料直流磁性能的测量方法 第1—18页]
- [8] YB/T 5251—2013 *Magnetic Cores Wound with Soft Magnetic Alloy Strips* p7 (in Chinese) [YB/T 5251—2013 软磁合金带卷绕环形铁芯 第7页]
- [9] Wang C M, Zhao Z J, Ruan J Z, Li H, Shen G T 2016 *Phys. Experiment.* **36** 13 (in Chinese) [王春梅, 赵振杰, 阮建中, 李赫, 沈国土 2016 物理实验 **36** 13]
- [10] Allred J C, Lyman R N, Kornack T W, Romalis M V 2002 *Phys. Rev. Lett.* **89** 130801
- [11] Kominis I K, Kornack T W, Allred J C, Romalis M V 2003 *Nature* **422** 596
- [12] Dang H B, Maloof A C, Romalis M V 2010 *Appl. Phys. Lett.* **97** 151110
- [13] Master D, Pandey S, Ring H, Ledbetter M P, Knappe S, Kitching J, Budker D 2011 *Rev. Sci. Instrum.* **82** 086112
- [14] Xu S, Donaldson M H, Pines A, Rochester S M, Budker D, Yashchuk V V 2006 *Appl. Phys. Lett.* **89** 224105
- [15] Xu S, Yashchuk V V, Donaldson M H, Rochester S M, Budker D, Pines A 2006 *Proc. Natl. Acad. Sci. USA* **103** 12668
- [16] Johnson C, Adolphi N L, Butler K L, Lovato D M, Larson R, Schwindt P D D, Flynn E R 2012 *J. Magn. Magn. Mater.* **324** 2613
- [17] Kim Y J, Savukov I, Huang J H, Nath P 2017 *Appl. Phys. Lett.* **110** 043702
- [18] Colombo S, Lebedev V, Grujic Z D, Dolgovskiy V, Weis A 2016 *Int. J. Mag. Part. Imag.* **2** 1604001
- [19] Miao P X, Zheng W Q, Yang S Y, Wu B, Cheng B, Tu J H, Ke H L, Yang W, Wang J, Cui J Z, Lin Q 2019 *J. Opt. Soc. Am. B* **36** 819
- [20] Miao P X, Yang S Y, Wang J X, Lian J Q, Tu J H, Yang W, Cui J Z 2017 *Acta Phys. Sin.* **66** 160701 (in Chinese) [缪培贤, 杨世宇, 王剑祥, 廉吉庆, 涂建辉, 杨炜, 崔敬忠 2017 物理学报 **66** 160701]
- [21] Miao P X, Yang S Y, Cui J Z, Liu Z D 2020 *Vac. Cryogen.* **26** 494 (in Chinese) [缪培贤, 杨世宇, 崔敬忠, 刘志栋 2020 真空与低温 **26** 494]
- [22] Chen D Y, Miao P X, Shi Y C, Cui J Z, Liu Z D, Chen J, Wang K 2022 *Acta Phys. Sin.* **71** 024202 (in Chinese) [陈大勇, 缪培贤, 史彦超, 崔敬忠, 刘志栋, 陈江, 王宽 2022 物理学报 **71** 024202]
- [23] Yang B, Miao P X, Shi Y C, Feng H, Zhang J H, Cui J Z, Liu Z D 2020 *Chin. J. Lasers* **47** 1012001 (in Chinese) [杨宝, 缪培贤, 史彦超, 冯浩, 张金海, 崔敬忠, 刘志栋 2020 中国激光 **47** 1012001]
- [24] Miao P X 2022 *Vac. Cryogen.* **28** 592 (in Chinese) [缪培贤 2022 真空与低温 **28** 592]
- [25] Li D H 2020 *M. S. Thesis* (Nanjing: Southeast University) (in Chinese) [李东辉 2020 硕士学位论文 (南京: 东南大学)]

Measurement of coercivity of soft magnetic materials in open magnetic circuit by pump-probe rubidium atomic magnetometer*

Miao Pei-Xian^{1)†} Wang Tao²⁾ Shi Yan-Chao¹⁾ Gao Cun-Xu²⁾
Cai Zhi-Wei¹⁾ Chai Guo-Zhi²⁾ Chen Da-Yong¹⁾ Wang Jian-Bo²⁾

1) (*Science and Technology on Vacuum Technology and Physics Laboratory,
Lanzhou Institute of Physics, Lanzhou 730000, China*)

2) (*Key Laboratory for Magnetism and Magnetic Materials of the Ministry of
Education, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China*)

(Received 12 August 2022; revised manuscript received 27 August 2022)

Abstract

We report an experimental device and method of measuring the coercivity of soft magnetic material in an open magnetic circuit by using a pump-probe rubidium atomic magnetometer. The experimental device consists of a background magnetic field generation module, a pump-probe atomic magnetometer, a soft magnetic material magnetization and demagnetization module, and a software in a computer. The uniform background magnetic field ranging from 200 nT to 20000 nT along the z -axis at the rubidium bubble's position is generated by a current carrying coil which is placed in a five-layer magnetic shielding cylinder. The saturation magnetization and demagnetization of soft magnetic material are realized by the soft magnetic sample magnetization and demagnetization module, respectively, which consists of a sample chamber, a soft magnetic sample, a magnetizing coil, a precision current source and a sample transfer rod. The sample chamber is placed in the magnetic field uniform area of the magnetizing coil which is placed in the magnetic shielding cylinder, and the sample transfer rod is used to transfer the soft magnetic sample into the center of the magnetizing coil. Both the rubidium bubble and the soft magnetic sample are placed on the z -axis of the magnetic shielding cylinder, and their distance is greater than or equal to 10 cm. The axis of the magnetizing coil coincides with the axis of the magnetic shielding cylinder, which ensures that the background magnetic field, the magnetic field generated by the magnetizing coil, and the magnetic field generated by the soft magnetic sample at the rubidium bubble's position are all parallel to the axis direction of the magnetic shielding cylinder. The software in the computer realizes the magnetization and demagnetization of the soft magnetic sample by controlling the current output by the precision current source to the magnetizing coil, and also controls the pump-probe atomic magnetometer to measure the magnetic field at the rubidium bubble's position. When the soft magnetic sample is magnetized or demagnetized in cycles, the magnetic field generated by the soft magnetic sample at the rubidium bubble's position is obtained by subtracting the magnetic field value measured in advance when the sample is not placed in the sample chamber from the magnetic field value measured at same current value when the sample is placed in the sample chamber. Note that the sample does not move during the hysteresis loop measurement. When the magnetization of the soft magnetic sample decreases from the saturation value to zero, the magnetic field generated by the soft magnetic sample at the rubidium bubble's position is zero, and the

* Project supported by the Key R&D Program of Gansu Province of China (Grant No. 20YF3GA001) and the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 12104198).

† Corresponding author. E-mail: miaopeixian@163.com

average coercivity of the sample can be calculated from the hysteresis loop.

We use a superconducting quantum interference device (SQUID), a pump-detection rubidium atomic magnetometer and a Hall probe to measure the coercivity of the same permalloy strip sample, the average coercivities are 42.15 A/m, 40.632 A/m and 38.64 A/m, the biases of the hysteresis loops are 229.74 A/m, -0.95 A/m and -52.88 A/m, and the times of each measurement cycle are 9639 s, 1144 s, and 1630 s, respectively. The reproducibility of ten repeated measurements by using the pump-probe atomic magnetometer, expressed as relative standard deviation, is 0.16%, which is an order of magnitude higher than the counterparts from the methods described in China's national standards GB/T 3656-2008 and GB/T 13888-2009. The accumulated drift of the biases of ten hysteresis loops measured by the pump-probe atomic magnetometer is 0.3 A/m. Based on the above experimental results, the coercivity measurement method by using the pump-probe atomic magnetometer has the advantages of no zero-point drift, good repeatability, fast measurement speed, and *in-situ* measurement, and has the potential applications in the basic research field and industrial field of magnetism.

Keywords: atomic magnetometer, pump-probe, soft magnetic material, coercivity

PACS: 42.60.-v, 07.55.Ge, 42.62.-b, 75.50.-y

DOI: [10.7498/aps.71.20221618](https://doi.org/10.7498/aps.71.20221618)



在开磁路中利用抽运-检测型铷原子磁力仪测量软磁材料的矫顽力

缪培贤 王涛 史彦超 高存绪 蔡志伟 柴国志 陈大勇 王建波

Measurement of coercivity of soft magnetic materials in open magnetic circuit by pump-probe rubidium atomic magnetometer

Miao Pei-Xian Wang Tao Shi Yan-Chao Gao Cun-Xu Cai Zhi-Wei Chai Guo-Zhi Chen Da-Yong Wang Jian-Bo

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 71, 244206 (2022) DOI: 10.7498/aps.71.20221618

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.71.20221618>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

抽运-检测型原子磁力仪对电流源噪声的测量

Measurement of noise of current source by pump-probe atomic magnetometer

物理学报. 2022, 71(2): 024202 <https://doi.org/10.7498/aps.71.20211122>

铷-氙气室原子磁力仪系统磁场测量能力的标定

Calibration of magnetic field measurement capability of rubidium-xenon vapor cell atomic magnetometer

物理学报. 2019, 68(16): 160701 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190868>

稀土永磁体及复合磁体反磁化过程和矫顽力

Magnetization reversal and coercivity in rare-earth permanent magnets and composite magnets

物理学报. 2019, 68(17): 177501 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190364>

利用Pr₇₀Cu₃₀晶界扩散改善烧结钕铁硼废料矫顽力的研究

Coercivity enhancement of waste Nd-Fe-B magnets by Pr₇₀Cu₃₀ grain boundary diffusion process

物理学报. 2018, 67(6): 067502 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20172551>

一种具有“1111”型结构的新型稀磁半导体(La_{1-x}Sr_x)(Zn_{1-x}Mn_x)SbO

(La_{1-x}Sr_x)(Zn_{1-x}Mn_x)SbO: A novel 1111-type diluted magnetic semiconductor

物理学报. 2021, 70(10): 107501 <https://doi.org/10.7498/aps.70.20201966>

晶界添加PrCu合金对(Pr, Nd, Dy)_{32.2}Co₁₃Cu_{0.4}Fe_{bal}B_{0.98}M_{1.05}磁体磁性能与微观组织的影响

Effect of Pr₈₀Cu₂₀ grain boundary addition on microstructure and magnetic properties of (Pr, Nd, Dy)_{32.2}Co₁₃Cu_{0.4}Fe_{bal}B_{0.98}M_{1.05} magnet

物理学报. 2022, 71(16): 167502 <https://doi.org/10.7498/aps.71.20220406>