

实了 Johnson^[7] 提出的二次斜蒸 SiO 可以获得小倾角的结果。

五、结 论

磁衡消法通过测量液晶盒的电容来确定倾角。电容所反映的是液晶盒中液晶指向矢的积分效果。因此,如果基片上指向矢取向各点有差异时,磁衡消法测得的倾角只是一个平均值。只有基片上液晶指向矢取向一致时,磁衡消法才能最真实地反映排列的效果。

另外,磁衡消法测量倾角的精度与液晶的介电各向异性有关,同时与倾角的大小也有关。越是接近沿面排列或垂面排列的状态,测量误差也越大。一般倾角大约在 5° 到 75° 之间可

以得到小于 1° 的误差。

在电桥线路问题中曾得到陆瑶海的协助,赵静安对电桥的改进提出了有益的意见,谨此致谢。

参 考 文 献

- [1] G. Baur, V. Wittwer, *Phys. Lett.*, 56A(1976), 142.
- [2] T. J. Scheffer, J. Nehring, *J. Appl. Phys.*, 48 (1977), 1783.
- [3] W. A. Crossland, J. H. Morrissey, *J. Phys. D*, 9 (1976), 2001.
- [4] P. G. de Gennes, *Physics of Liquid Crystal*, Clarendon Press, Oxford, (1974).
- [5] S. Chandrasekhar, *Liquid Crystal*, Cambridge University Press, (1977), 120.
- [6] S. Shimoda, H. Mada, S. Kobayashi, *Jap. J. Appl. Phys.*, 17(1978), 1359.
- [7] M. Johnson, *IEEE Trans. Electron Devices*, ED24 (1977), 805.

几种铁基非晶带的磁畴观察及单纯外应力对畴结构影响的研究

童莉泰 周增均 王桂芝

(北京大学物理系)

1982年1月13日收到

一、引 言

近年来国内外对非晶磁性材料的磁畴结构的研究做了不少工作^[1,2,3,4]。实验结果指出,由急冷淬火制备的非晶磁性材料虽然不存在磁晶各向异性,但用 Kerr 效应和 Bitter 粉纹技术都能很好地观察到两大类型的畴结构^[5,6,7,8],一般认为这是由材料内部的应力造成的。由于畴结构对应力非常敏感,因此非晶带中畴的形式主要取决于制备过程中所受到的应力方式^[9]。

由应力造成的等效各向异性可表示为

$$E_e = -\frac{3}{2} \sum_{i=1}^3 \sigma_i r_i$$

σ_i 是带上所受到的主应力, r_i 是磁化强度矢量相对于主应力轴的方向余弦,根据此式算出各种非晶材料的等效各向异性常数 K_e 可达 10^3 — 10^4 erg/cm³^[9,10],按照铁磁学理论,当 $K_e > 10^3$ erg/cm³ 时就可以用 Bitter 技术清楚地观察到材料表面上的磁畴结构^[11],因此用 Bitter 技术来研究非晶材料中的畴结构以及应力对畴结构的影响,是比较简单而实用的。我们用粉纹技术观察了铁基非晶薄带自由面上的畴结构,并且让薄带退火,消除内应力,再外加单纯的张应力 ($\sigma > 0$) 和压应力 ($\sigma < 0$),观察此时的畴结构形态,估计其应力的大小,分析了单纯外应力对畴结构的影响。说明淬态非晶材料的应力分布状况。

二、实验结果和讨论

1. 我们用 Bitter 粉纹技术观察了 $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_4$, $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{38}\text{Mo}_4\text{B}_{18}$, $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{B}_{20}$, $\text{Fe}_{75}\text{Cr}_5\text{P}_{15}\text{C}_7$, $\text{Fe}_{80}\text{B}_{15}\text{Si}_4\text{C}_1$, $\text{Co}_{75}\text{Fe}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$, $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_9\text{B}_{20}\text{V}_2$ 七种单辊法制备的非晶带表面畴结构, 此时的带没有经过热处理, 其成份、带宽、带厚和磁畴形态见表 1 和图 1.

观察磁畴时, 在带的较光亮的自由面上不需作表面抛光处理, 可用石油醚和乙醇清洗后直接进行观察, 对接触轧辊的较暗的一面, 则要

仔细抛光后才能看到清晰的磁畴图形.

上述七种材料只有对 $\lambda \sim 10^{-6}$ 的铁基样品用粉纹法才能看到畴, 而对 $\lambda \sim 10^{-7}$ 的钴基样品则与退火消除了应力的铁基样品类似, 看不到畴结构, 但有人用 Kerr 磁光效应在这两种情况下都观察到了平行的 180° 壁宽畴^[5,12], 这可能是因为材料的 $K_{1\sigma}$ 太小, 此时畴壁较宽, 壁上散磁场梯度小, 无法聚集胶液中的磁性颗粒.

从图 1 和表 1 可以看出, 我们所观察的淬态 Fe 基非晶样品大致有两种类型的畴结构, 即宽的 180° 壁平行畴和窄的迷宫畴小块, 见图 1(b). 常常是宽畴环绕小块窄畴见图 1(f), 带

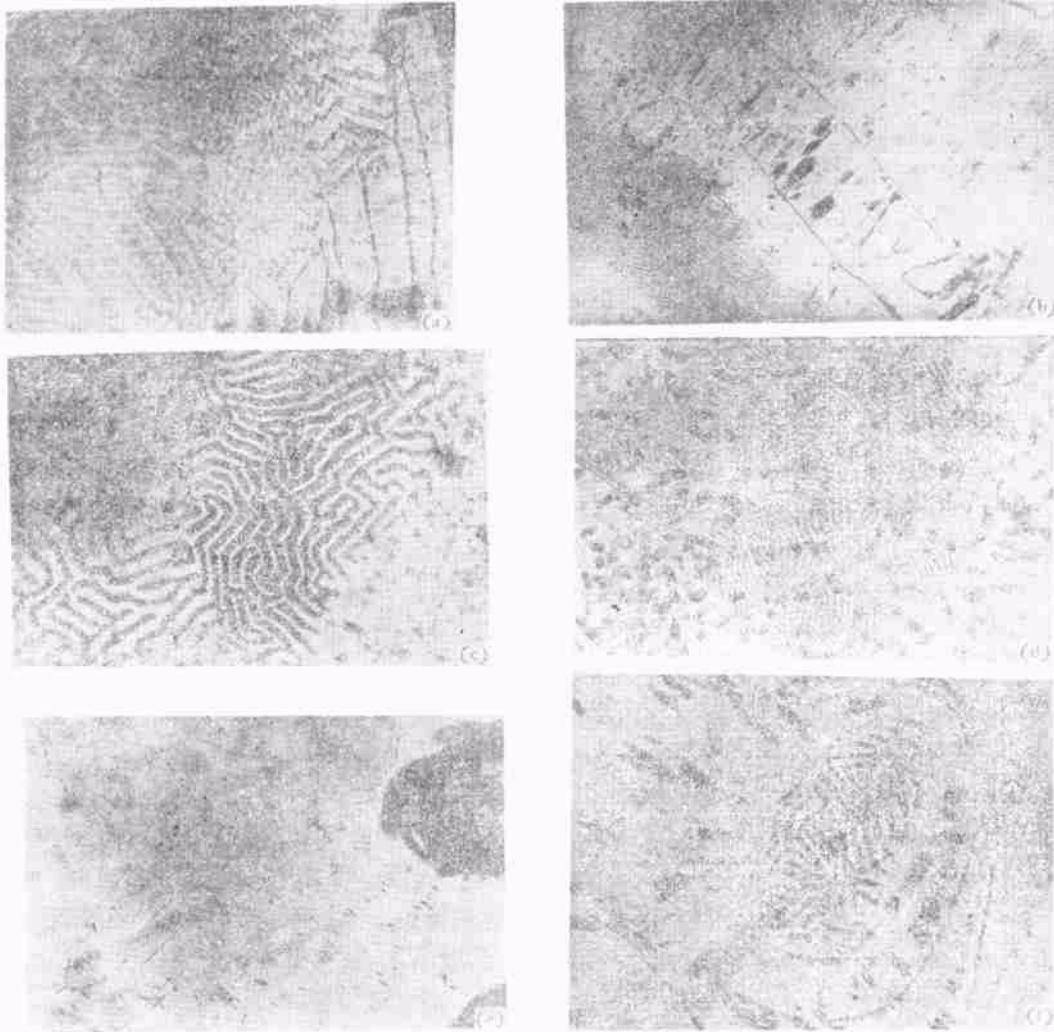


图 1 淬态非晶带表面畴结构

(a) $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_4$ 的平行畴与迷宫畴; (b) $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{38}\text{Mo}_4\text{B}_{18}$ 的平行畴与迷宫畴; (c) $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_4$ 的迷宫畴; (d) $\text{Fe}_{75}\text{Cr}_5\text{P}_{15}\text{C}_7$ 的迷宫畴; (e) $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{15}\text{B}_4\text{C}_1$ 的辐射状畴; (f) 平行畴环绕迷宫畴

表 1

成 份	厚 度 (μm)	带 宽 (mm)	磁 畴 类 型	带的来源
$\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_6$	21	23	大片迷宫畴, 接近带边边缘处是 180° 壁平行畴	北京钢铁研究总院
$\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{30}\text{Mo}_4\text{B}_{18}$	32	15	小片分散的迷宫畴被 180° 壁平行畴环绕	北京钢铁研究总院
$\text{Fe}_7\text{Cr}_3\text{P}_{13}\text{C}_7$	30	18	小片分散的迷宫畴被 180° 壁平行畴环绕	北京钢铁研究总院
$\text{Fe}_{80}\text{B}_{15}\text{Si}_4\text{C}_1$	41	5	小片分散的迷宫畴和以一点为中心呈辐射状的平行畴	北京钢铁研究总院
$\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{B}_{20}$	22	11	呈“V”字形规则排列的迷宫畴	引进带
$\text{Co}_7\text{Fe}_3\text{Si}_{10}\text{B}_{13}$	36	50	—	引进带
$\text{Co}_{66}\text{Fe}_2\text{Si}_9\text{B}_{20}\text{V}_2$	44	3.8	—	北京钢铁研究总院

边常有一些垂直轧向的平行畴, 见图 1(a), 材料不同只使迷宫畴的细节有些变化, 畴的基本类型不变, 见图 1(c), 1(d). 我们认为不同类型的畴的出现主要与淬火时形成合金的冷却条件有关, 若带上各点开始冷却的时间和速度不同, 冷却时某一部分只受到平面张应力 ($\sigma_x > 0$, 或 $\sigma_y > 0$) 的作用, 设有垂直带面的分量 ($\sigma_z = 0$). 对 $\lambda > 0$ 的材料, 有 $\lambda\sigma > 0$, 则磁矩躺在带面内, 出现平行的 180° 壁宽畴. 当另一区域的冷却过程是从周围开始逐渐冷凝到中间, 这部分就受到一个压缩的力, $\sigma < 0$ 则 $\lambda\sigma < 0$, 造成垂直带面的易磁化方向, 这时为了降低退磁能, 会出现封闭的细畴结构即迷宫畴, 因此由于急冷时各部份的应力不同, 造成带面上各点既有张应力形成的平行畴和辐射状畴 [图 1(b) 和 1(e)], 又有压应力形成的迷宫畴. 由图 1 可以看出, 不同成分的材料中两种类型的畴的比例和分布形式都有差别, 其中迷宫畴的形式也不尽相同, 有的像指纹 [图 1(b) 和 1(f)], 有的像网纹或交叉斜纹 [图 1(a) 和 1(d)], 这种差别的造成除了应力的复杂作用外, 还可能与材料的物理化学性质有关. 为了分析应力对非晶态材料畴结构的影响, 我们做了如下实验:

用差热分析法定出各种材料的晶化温度, 并在晶化温度以下进行热处理. 为了消除在制

备过程中造成的内应力, 将样品在真空中进行退火. 我们试了七种退火温度: $100^\circ\text{C}/2\text{hr}$, $300^\circ\text{C}/2\text{hr}$, $320^\circ\text{C}/2\text{hr}$, $340^\circ\text{C}/2\text{hr}$, $360^\circ\text{C}/2\text{hr}$ 及 $240^\circ\text{C}/16\text{hr}$, $240^\circ\text{C}/18\text{hr}$, 只有在 $340^\circ\text{C}/2\text{hr}$ 和 $240^\circ\text{C}/18\text{hr}$ 下退火后, 用粉纹法才基本上看不到明显的畴结构图形, 仅在样品的边缘处还能看到一些分散模糊的指纹畴小块. $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_6$ 在稍高于其晶化温度 (如 360°C) 的条件下退火两个小时后, 整个带面上完全看不到畴结构, 此时用背射电子衍射检查, 可看到明显的衍射环, 说明材料已完全晶化.

2. 将五种铁基非晶合金带分别做成长度为 5 厘米的样品, 沿垂直或平行于带轴方向将带卷成筒状, 分别置于直径为 1.5cm 的玻璃管内, 在 $340/2\text{hr}$ 和 $240^\circ\text{C}/18\text{hr}$ 条件下真空退火并随炉冷却后, 样品的曲率半径基本不变, 此时应力已基本释放^[13], $\sigma \sim 0$, K_{10} 很小, 用粉纹法已看不到磁畴结构. 将这些退火后释放了应力的非晶合金带拉直. 当把弯曲带拉直时, 凹面受到弹性张应力的作用 ($\sigma > 0$), 而凸面则受到弹性压应力 ($\sigma < 0$), 此时弹性应力的大小, 根据虎克定律计算, 约为 $10\text{kg}/\text{mm}^2$ 左右. 我们所用的样品均为 $\lambda > 0$ 的材料, 因此加单纯压应力时, $\lambda\sigma < 0$, 易轴应垂直于带面, 在明场显微镜下观察, 看到迷宫畴, 为使图形清晰, 加一

个垂直于带面的外磁场 H_{\perp} ($H_{\perp} \approx 240\text{e}$), 则可清楚看到整个带面布满指纹状迷宫畴, 几乎无其他形式的畴结构. 随着外场增加, 图形变得更加清晰, 畴变宽; 磁场反向时, 畴图中原来亮的部分变暗, 原来暗的部分则变亮, 故外场不影响畴的形式, 其结构仅由所加的弹性外应力决定. 压应力使易轴垂直于带平面, 形成迷宫畴(图 2).

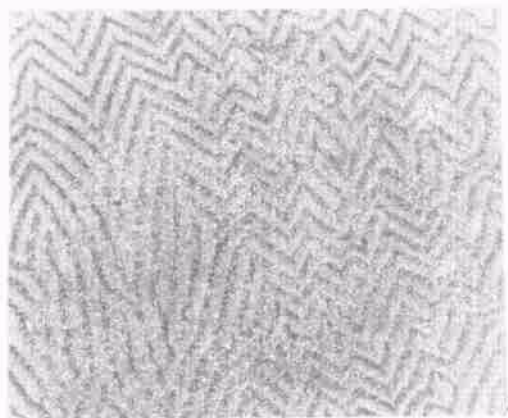


图 2 压应力畴

加弹性张应力时, $\lambda\sigma > 0$, 此时磁矩应平行于张力轴, 出现 180° 壁的平行宽畴, 为使图更清晰, 仍加 $H_{\perp} = 240\text{e}$ 的磁场, 用暗场和明场显微镜观察, 在带面上可看到平行于张应力轴的尖劈形磁畴(图 3), 在 H_{\perp} 的作用下, 尖劈作平行于张应力轴的不可逆跳跃式移动, 反复磁化一周后在原处再现相同的畴图, 所加外场也不影响基本的畴结构. 弹性张应力主要造成



图 3 张应力畴

平行于张应力轴的 180° 壁的平行宽畴, 但在整个带面上应力分布并不均匀, 磁矩相互有倾斜, 畴壁交叉, 出现了尖劈的形状.

实验证明, 对 $\lambda > 0$ 的非晶合金材料, 虽然成份不同, 当受到单纯的弹性张应力或压应力作用时, 均得到与应力相应的畴结构, 这说明弹性应力的作用是影响非晶材料内部畴结构和磁性能的主要因素, 这在实际应用中是一个经常遇到而值得注意的问题.

以上结果说明, 各种成份的非晶带都具有几类大致相似的畴结构形式, 对于不同成份的材料, 各类畴所占的比例和分布都有差别, 例如观察到 $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{30}\text{Mo}_4\text{B}_{18}$ 的大量的畴是小片迷宫畴被平行宽畴环绕, 而 $\text{Fe}_{80}\text{B}_{15}\text{Si}_4\text{C}_1$ 上则较多的是辐射状畴, 但对于同一成份材料, 由于不完全相同的工艺条件(如不同单位生产的带材), 也有不同的畴结构形式, 这说明畴的形成不仅与材料本身的物理化学性质有关, 更重要的是与形成过程中的冷却速度和方式有关, 即与形成时的内应力性质有关. 我们将不同成份的材料退火, 在消除了内应力以后, 可以看到, 只要外加的应力形式相同, 就会得到相同类型的畴结构, 这有力地说明非晶材料的畴结构明显地由应力决定, 反之畴的形式也反映了材料内部的应力状况.

非晶带可以通过热处理后由调节外应力的形式来改变和控制磁畴的形式, 从而控制材料的性能, 但经过退火处理的样品, 即使在远低于晶化温度(如 $100^\circ\text{C}/2\text{hr}$) 下处理, 样品都会变得很脆, 使加工受到很大限制, 影响实际使用, 这是需要进一步研究和解决的问题.

实验样品主要由北京钢铁研究总院非晶组及上海有色金属研究院庄有德和大连钢厂的同志提供. 戴道生、林肇华、王新林同志和我们进行了有益的讨论, 在此表示感谢.

参 考 文 献

- [1] Joseph J. Becker, AIP Conf. Proc, (21st Annual conference-philadelphia), Vol. 29, (1975), 204.
- [2] E. M. Gyorgy, AIP Conf. Proc, (21st Annual Conference-philadelphia), Vol. 29, (1975), 198.

- [3] C. Craham et al., *J. Magn Magn, Mat*, 15-18 (1980), 1325.
- [4] C. Aroca et al., *J. Magn. Magn. Mat.*, 15-18 (1980), 1379.
- [5] H. Kromuller, *J. Magn. Magn. Mat*, 6(1977), 61.
- [6] Y. Obi et al., *Japan. J. Appl. phys*, 15(1976), 611.
- [7] H. Kromuller et al., *J. Magn Magn Mat*, 13 (1979), 53.
- [8] S. Tsukahara et al., *IEEE Trans Mag.*, MAG-14 (1978), 1022.
- [9] J. D. Livingston, *phys stat. Sol. (a)*, 56(1979), 637.
- [10] M. Tkahashi, et al., *Japan. J. Appl. phys*, 16 (1977), 521.
- [11] R. Carey and E. D. Isass, *Magnetic Domain and Techniques for their observation*, (1966), English University Press. p. 60.
- [12] A. Hubert, *J. Magn. Magn. Mat*, 6(1977), 38.
- [13] F. E. Lubersky and J. L. Walter, *Materials Science and Engineering*, 35(1978), 255.

实验技术

场离子显微镜 (FIM) 实验技术介绍

陆 华 (中国科学院物理所)

场离子显微镜的实验技术是随着超高真空技术的发展而不断完善的。E. W. Müller^[1] 早期使用的实验装置是结构十分简单的密封式全玻璃系统,真空度为 10^{-6} Torr, 而且是离子直接成像,因此像的亮度和清晰度都较差。目前国际上已有的场离子显微镜装置如本刊^[2]曾介绍过的那样,其真空室除观察窗、真空规及冷指外,全由不锈钢加工制成。真空系统由扩散泵、离子泵、升华泵、吸附泵或涡轮分子泵等组成。真空室经烘烤后,真空度可达 10^{-10} Torr。样品尖端与荧光屏之间采用了沟道板像增强装置^[3],使离子转换成电子并倍增,然后打到荧光屏上,使得到的场离子像既稳定又清晰、明亮。

样品的制备

场离子显微镜的样品是针尖状的,其曲率半径要求小于 1000 \AA ,通常是采用电解腐蚀的方法制得的。图 1 是样品制备装置的示意图。将直径为 $0.1-0.2\text{mm}$ 的细丝状金属样品置于相应的电解腐蚀溶液中,加上直流或交流电压,经缓慢的“电解研磨”后,可获得非常尖锐的针尖状样品(尖端曲率半径可达 $100-300 \text{ \AA}$)。以 W 为例,所用惰性溶液为 CCl_4 ,电解溶液为 $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}:\text{KOH} (8:2:1)$,加 $2-5\text{V}$ 交流电压。电解腐蚀的过程可由长焦距显微镜进行监测。如果液体不透明,则可在腐蚀过程中随时取出,用一般显微镜检查。最终制得的针尖样

品均需通过扫描电镜观察其尖端部分的表面形貌,并估算出曲率半径的大致范围。有关各种电解腐蚀溶液及操作条件,可参考文献[4]。

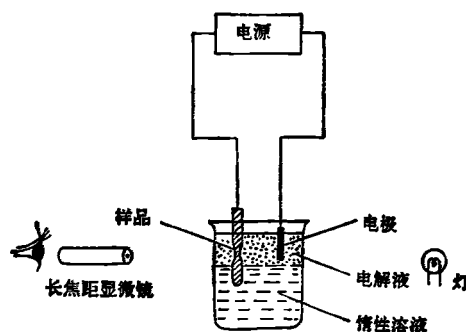


图 1 场离子显微镜样品制备装置图

样品的清洁处理

电解腐蚀后的样品,需装架在便于冷却的特殊样品支座(电极)上。为此,先将针尖样品通过超声点焊,焊接在由高熔点金属 W 或 Mo 丝制成的样品支撑环上,然后将焊有样品的支撑环小心地装架于支座电极上并使其紧固。由于经电解腐蚀后的样品的表面往往有各种杂质的沾污,而且表面粗糙不平,对称性也较差,这种未经“清洁”处理的样品会给实验结果的解释带来麻烦。因此,必须对它作进一步的“清洁”处理。处理的办法是将装架后的样品置于真空室(镜体)内,在高真空中进行短时间的加热处理,