

各向异性磁电阻、巨磁电阻测量 实验报告

张楚珩 (121120173)
南京大学物理学院 南京 210093

2015年12月14日

1 引言

一般磁电阻是指在一定磁场条件下材料电阻率改变的现象。通常讲磁场引起的电阻率变化写成 $\Delta\rho = \rho(H) - \rho(0)$ ，其中 $\rho(H)$ 和 $\rho(0)$ 分别表示在磁场 H 中和无磁场时的电阻率。磁电阻的大小通常表示为

$$MR = \frac{\Delta\rho}{\rho} \times 100\% \quad (1)$$

其中 ρ 可以是 $\rho(H)$ 或 $\rho(0)$ ，MR是magneto-resistivity的缩写。

绝大多数非磁性导体的MR很小，约为 $10^{-5}\%$ ，磁性导体的MR最大为 $3\% \sim 5\%$ ，并且电阻率的变化与磁场方向与导体中电流方向的家教有关，即具有各向异性，称之为各向异性磁电阻（Anisotropy magnetoresistance，简记为AMR）。

1988年，在分子束外延制备的 Fe/Cr 多层膜中发现MR可高达50%。并且在薄膜平面上，磁电阻是各向同性的。人们把这称之为巨磁电阻（giant magnetoresistance，简记GMR）。90年代，人们又在 Fe/Cu ， Fe/Al ， Fe/Ag ， Fe/Au ， Co/Cu ， Co/Ag 和 Co/Au 等纳米多层膜中观察到了显著的巨磁电阻效应。

1992年人们又发现在非互溶合金（如 Fe ， Co 与 Cu ， Ag ， Au 等在平衡态不能形成合金）颗粒膜如 $Co-Ag$ ， $Co-Cu$ 中存在巨磁电阻效应，在液氮温度可达55%，室温可达到20%，并且有各向同性的特点。图1为早期报道的 $Co-Cu$ 颗粒膜磁电阻曲线。

1994年，人们又发现了 $Fe/Al_2O_3/Fe$ 隧道结在4.2K的MR为30%，室温达18%，见图2。之后在其他一些铁磁层/非铁磁层/铁磁层隧道结中也观察到了大的磁电阻效应，人们将此称为隧道结磁电阻（Tunneling magnetoresistance，简记TMR）。现在MR室温达24%的TMR材料已制成，用TMR材料已经制成计算机硬盘读出磁头，其灵敏度比普通MR磁头高10倍，比GMR磁头高数倍。

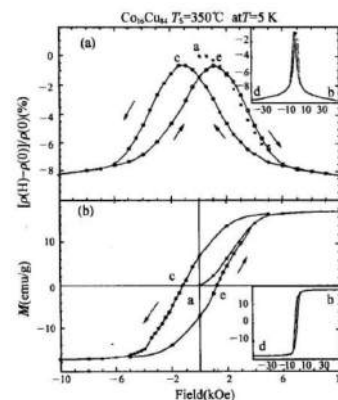


图 1: (a) 早期报道的 $Co-Cu$ 颗粒膜的磁电阻曲线 (b) 早期报道的 $Co-Cu$ 颗粒膜的回线

20世纪90年代后期，人们在掺碱土金属锰氧化物中发现MR可达 $10^3\% \sim 10^6\%$ ，称之为庞磁电阻（Colossal magnetoresistance，简记CMR）。现在锰氧化物CMR材料的磁电阻饱和和磁场较高，降低其饱和场是将其推向应用的重要研究课题。

利用磁电阻效应可以制成计算机硬盘读出磁头；可以制成磁随机存储器（MRAM），还可以制成测量位移、角度、速度、转速等的磁传感器。

磁电阻效应，特别是巨磁电阻效应的理论涉及较多的固体量子知识，CMR等尚未有比较完善的统一理论解释，这里不作介绍。本实验内容中涉及的测量磁电阻也纯粹是技术上的，不作物理细节上的深入划分。

2 实验目的

1. 初步了解磁性合金的AMR，多层膜的GMR、掺碱土金属锰氧化物的CMR。
2. 初步掌握室温磁电阻的测量方法。

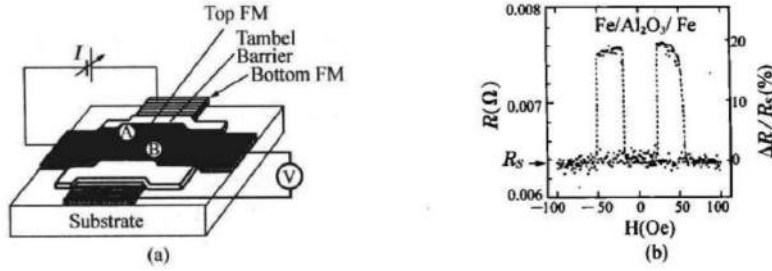


图 2: (a) F/I/F 隧道结示意图; (b) 100nmFe/Al₂O₃/100nmFe隧道结的磁滞电阻

3 实验原理

3.1 各向异性磁电阻

一些磁性金属和合金的AMR与技术磁化相对应, 即从退磁状态到趋于磁饱和的过程相应的电阻变化。外加磁场方向与电流方向的夹角不同, 饱和和磁化时电阻率不一样, 即有各向异性。通常取外磁场方向与电流方向平行和垂直两种情况测量AMR。即有 $\Delta\rho_{//} = \rho_{//} - \rho(0)$ 及 $\Delta\rho_{\perp} = \rho_{\perp} - \rho(0)$, 若退磁状态下磁畴是各向同性分布的, 畴壁散射变化对磁电阻的贡献较小, 将之忽略, 则 $\rho(0)$ 与平均值 $\rho_{avg} = 1/3(\rho_{//} + 2\rho_{\perp})$ 相等。

我们定义AMR为

$$AMR = \frac{\rho_{//} - \rho_{\perp}}{\rho_0} = \frac{\Delta\rho_{//}}{\rho_0} - \frac{\Delta\rho_{\perp}}{\rho_0} \quad (2)$$

如果 $\rho_0 \neq \rho_{avg}$, 则说明该样品在退磁状态下有磁畴结构, 即磁畴分布非完全各向同性。图3是曾用作磁盘读出头和磁场传感器材料的 $Ni_{81}Fe_{19}$ 的磁电阻曲线, 很明显 $\rho_{//} > \rho(0)$, $\rho_{\perp} < \rho(0)$, 各向异性明显。图中的双峰是材料的磁滞引起的。图4是一些铁磁金属与合金薄膜的各向异性磁电阻曲线。

3.2 多层膜的巨磁电阻

巨磁电阻效应首次在Fe/Cr多层膜中发现。图5为这种多层膜的磁电阻曲线。由图可见, Fe/Cr多层膜室温下的MR约为11.3%, 4.2K时约为42.7%。Co/Cu多层膜室温MR可达60%~80%, 远大于AMR, 故称为巨磁电阻, 这种巨磁电阻的特点是:

1. 数值比AMR大得多。
2. 基本上各向同性的。图中高场部分的双线分别对应于 $(MR)_{//}$ 和 $(MR)_{\perp}$, 其差值

为AMR的贡献。该多层膜在300K和4.2K下分别为0.35%和2.1%, 约为其GMR的二十分之一。

3. 多层膜的磁电阻按传统定义 $MR = \rho(H) - \rho(0)/\rho(0) \times 100\%$ 是负值, 恒小于100%。常采用另一种定义

$$GMR = [\rho(0) - \rho(H)]/\rho(H) \times 100\%$$

用此定义数值为正, 且可大于100%。

4. 中子衍射直接证实, 前述多层膜相邻铁磁层的磁化为反铁磁排列, 来源于层间的反铁磁耦合。无外磁场时各层 M_s 反平行排列, 电阻最大, 加外磁场后, 各层 M_s 平行排列, 电阻最小。如图6所示。
5. 除Fe/Cr多层膜外, 人们已在许多系统如Fe/Cu, Fe/Al, Fe/Ag, Fe/Au, Fe/Mo, Co/Cu, Co/Al, Co/Ag, Co/Au, Co/Ru, FeNi/Cu等种观察到不同大小的GMR, 但并不是所有多层膜都有很大的磁电阻, 有的很小, 甚至只观察到AMR, 如Fe/V多层膜。

3.3 掺碱土金属稀土锰氧化物的庞磁电阻

图7是 $Nd_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ 薄膜样品的电阻率、磁电阻随温度变化关系。该样品的 $MR > 10\%$ 。

到目前为止, 对于 $RE_{1-x}T_xMnO_3$, (RE = La, Pr, Nd, Sm; T = Ca, Sr, Ba, Pb), 在 $x = 0.2 \sim 0.5$ 范围都观察到CMR和铁电性。这种CMR的特点是:

1. 数值远大于多层膜的GMR;
2. 各向同性;
3. 负磁电阻性, 即磁场增大, 电阻率降低;

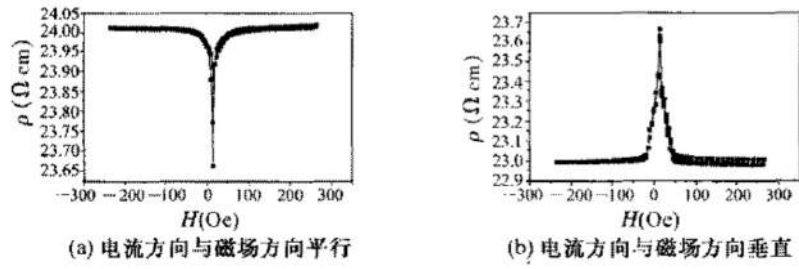


图 3: $Ni_{81}Fe_{19}$ 薄膜的磁电阻曲线

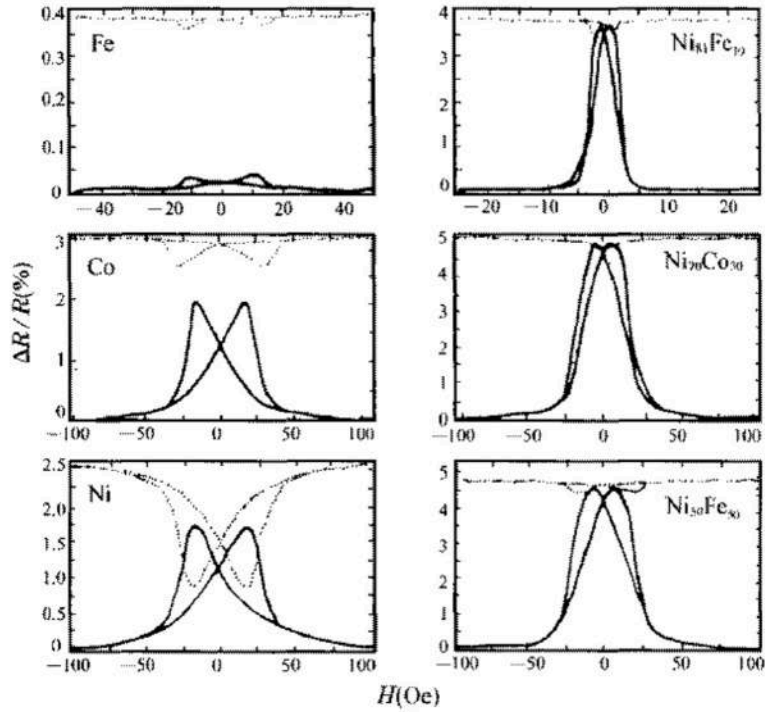


图 4: 一些铁磁金属和合金薄膜的AMR曲线, 实线和虚线分别表示横向和纵向的磁电阻

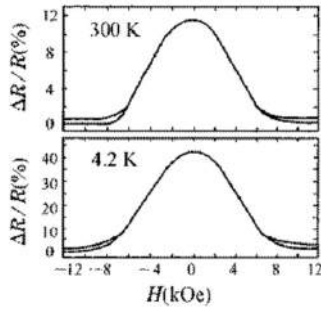


图 5: Fe/Cr多层膜的GMR曲线

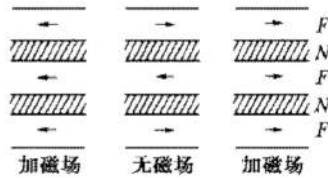


图 6: 多层膜中有无外磁场磁化分布与电阻变化的示意图

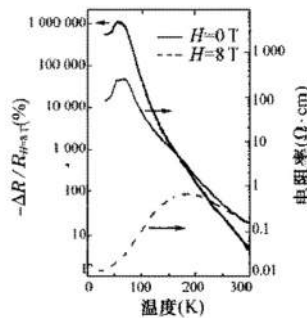


图 7: $Nd_{0.7}Sr_{0.3}MnO_3$ 薄膜样品的电阻率、磁电阻随温度变化关系

4. CMR总是出现在居里温度附近 ($T < T_c$)，随温度升高或降低，都会很快降低。这一特性与金属多层膜的磁电阻有本质的差别；
5. 到目前为止，只有少部分材料的居里点高于室温；
6. 观察这类材料CMR的外加磁场比较高，一般需要Tesla量级

4 实验仪器

亥姆霍兹线圈、电磁铁、特斯拉计、毫特斯拉计、大功率恒流电源、大功率扫描电源、精密恒流源、数字微伏表、双路ADC数据采集卡，计算机，四探针样品家具。

5 实验内容

5.1 方法

将样品切成窄条，这在测量AMR时是必须的。对于磁性合金薄膜，饱和磁化时，样品电阻率有如下关系：

$$\rho(\theta) = \rho_0 + \Delta\rho \cos^2 \theta \quad (3)$$

其中 θ 是磁场方向与电流方向的夹角。

为保证电流有一确定方向，常用的方法是：

- 1) 将样品刻成细线，是薄膜样品的宽度远小于长度；
- 2) 用平行电极，当电极间距远小于电极长度时，忽略电极端效应，认为两电极间的电流是平行的。

用非共线四探针法测电阻值，如图8所示。这种方法当数字微伏表内阻很大时，可以忽略探针接触电阻的影响，已在半导体、铁氧体、超导体等的电测中广泛应用。

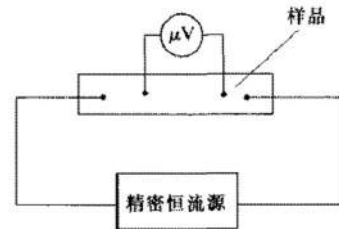


图 8: 四探针法示意图

5.2 测量

测量Fe-Ni薄膜的AMR:

1. 将大功率恒流源与亥姆霍兹线圈连接。
2. 将样品装上四探针夹具，并作如图8所示连接。
3. 将装好样品的夹具固定在亥姆霍兹线圈中心，并确保电流方向与磁场方向平行。
4. 讲毫特斯拉计探针头固定在样品附近。（本次实验中并未用到毫特斯拉计）
5. 确保所有仪器调整旋钮均在输出零位置，启动所有测量仪器，预热5 ~ 15分钟，并作校准。
6. 调整精密恒流源输出，使测量电流（流过样品的电流）为1 ~ 100mA范围内的某个确定电流，具体大小视样品情况与测量仪表精度决定。
7. 调节大功率恒流源输出电流，从零开始，逐点增加，以改变磁场大小，逐点记录大功率恒流源输出电流值、毫特斯拉计显示的磁场大小、数字微伏表显示的电压值。注意开始时磁场变化的步距要小。
8. 当磁场继续增大，微伏表显示电压值基本不变时，将大功率恒流源输出电流逐点减小，仍做上述记录。当大功率恒流源输出电流降到零的时候，将输出极性反向，继续测量。
9. 将样品夹具旋转90°固定好，确保电流方向与磁场方向垂直，再重复以上两个步骤，并测量和记录。
10. 利用记录的数据绘制V-I曲线（横坐标为大功率恒流源的电流，用于激发磁场；纵坐标为四探针法测得的中间两端点的电压，用于表征电阻）。计算 ρ_{avg} ， $\Delta\rho_{\parallel}$ ， $\Delta\rho_{\perp}$ ，AMR。

6 实验结果与分析

如表1所示，为实验中测得的磁性材料两端电压V随着通电线圈中电流大小I的变化关系，其中I是亥姆霍兹线圈中通入的电流，与亥姆霍

兹线圈中心产生的磁场大小成正比，U是样品两端的电压，由于样品中通入了恒定的电流，故U与样品的电阻R成正比，于是也与样品的电阻率 ρ 成正比。如图9所示为磁性材料与磁场平行时U相对于I的变化，图10所示为磁性材料与磁场平行时U相对于I的变化。

由此我们可以算出

$$\bar{U}_{\parallel} = \frac{(-6.507) + (-6.491)}{2} = -6.499(mV)$$

$$\bar{U}_{\perp} = \frac{(-6.459) + (-6.370)}{2} = -6.415(mV)$$

$$\bar{U}_{0\parallel} = \frac{(-6.682) + (-6.695) + (-6.667) + (-6.679)}{4} = -6.681(mV)$$

$$\bar{U}_{0\perp} = \frac{(-6.341) + (-6.361) + (-6.244) + (-6.294)}{4} = -6.310(mV)$$

由可以算出相应的 ρ_{avg} 、 ρ_0 和AMR，在这里以相应的电压表示出，它们呈正比关系。

$$U_{avg} = \frac{1}{3}(U_{\parallel} + 2U_{\perp}) = -6.443(mV)$$

$$U_0 = \frac{1}{2}(U_{0\parallel} + U_{0\perp}) = -6.496(mV)$$

$$\Delta U_{\parallel} = \bar{U}_{\parallel} - \bar{U}_{0\parallel} = 0.182(mV)$$

$$\Delta U_{\perp} = \bar{U}_{\perp} - \bar{U}_{0\perp} = -0.105(mV)$$

$$AMR = \frac{\Delta\rho_{\parallel}}{\rho_0} - \frac{\Delta\rho_{\perp}}{\rho_0} = 4.42\%$$

通过测量的结果，我们可以看出，当亥姆霍兹线圈电流由+6.00A变为-6.00A然后再回到+6.00A时，测得的样品两端的电压并不相同（如图9所示，正向和反向测量的+6.00A处的端点并不重合），我们推测这样的现象是由于通电时间过长时磁性材料发热造成的电阻率增大产生的。特别地，在磁性材料与磁场平行这一组数据的测量中，我们在由亥姆霍兹线圈电流由+6.00A变为-6.00A之后等待了一段时间再测量亥姆霍兹线圈电流由-6.00A变为+6.00A，从图10可以观察到，“电流由负变正”一组数据中磁性材料的电阻率明显高于“电流由正变负”中磁性材料的电阻率。我们可以看到，由于可能的热效应导致的电阻率的相对变化已经可以与AMR相比，因此这一效应的影响不可忽略，应该在实验中或者数据处理中尽量消除。

同时我们还可以看到，在理想情况下，双峰或双谷应关于原点对称，但在该实验中，双峰和

双谷关于原点有明显的偏移，这可能由样品的磁滞回线不对称或者由仪器的系统误差引起。

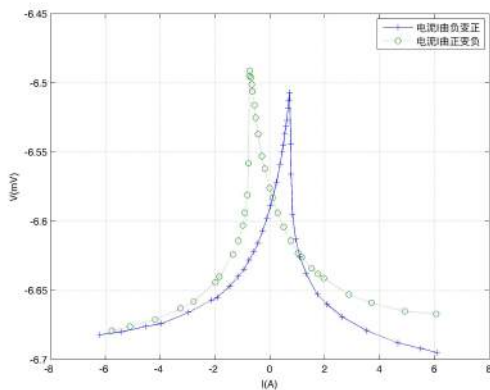


图 9：磁性材料与磁场平行时 U 相对于 I 的变化

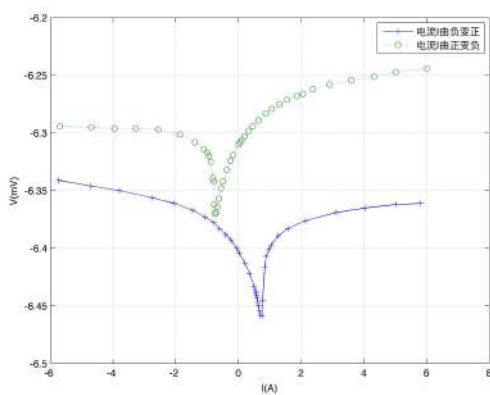


图 10：磁性材料与磁场平行时 U 相对于 I 的变化

7 思考题

7.1 测量AMR后计算出的 ρ_{avg} ， $\rho(0)$ 是否相同，如果不同说明什么问题？

从实验的计算结果可以看出，我们最后计算出的 ρ_{avg} ， $\rho(0)$ 并不相同，这说明样品在退磁状态下有磁畴结构，即磁畴分布并非完全各向同性，而是具有一定的各向异性特征。

7.2 按照前述步骤手动测出的磁电阻曲线与自动测出的磁电阻曲线有何异同，为什么？

本次实验未做自动测量部分的实验，但是根据之前实验中观察到的现象和合理的推断。可以预见到手动测出的磁电阻曲线相对于自动测出的磁电阻曲线有明显的基线漂移，具体地，随着测量时间的增加，测得的曲线明显向高电阻方向移动。原因在于手动测量时间长，电流通过样品产生的热效应更为显著，样品温度有显著升高，使其电阻率明显变大。

7.3 手动测量与自动测量时，如何更好地选取流过样品的测量电流的大小？

手动测量中，电流热效应影响显著，因此测量过程中流过样品的电流在不影响实验精度的基础上应该尽可能小。而在自动测量中，由于电流自动扫描，测量时间短，电流热效应影响不显著，可以在样品上通过稍大的电流；与此同时，通过更大的电流，有利于四端点法更为准确的测量。

7.4 测量中如何减小热效应对测量的影响？

有如下几个手段可以减小热效应对测量的影响：1) 在不影响实验测量精度的情况下，减小通过样品的电流；2) 尽量提高测量速度，减少测量时间，例如可以利用自动化装置进行测量；3) 在恒温的装置中进行测量，例如可以考虑油浴环境或者加快周围空气流动以便于散热等。

7.5 样品夹具采用材料有何要求？

首先，除了测量和通电的引线应该导电之外，夹具本身应该使用绝缘性较高的材料，以保证夹具没有漏电，从而确保测量电压的准确性。其次，夹具使用的材料不能是铁磁性材料或者亚铁磁性材料，最后应该选用抗磁性材料。

磁性材料平行于磁场				磁性材料垂直于磁场			
线圈电流由负到正		线圈电流由正到负		线圈电流由负到正		线圈电流由正到负	
$I(A)$	$V(mV)$	$I(A)$	$V(mV)$	$I(A)$	$V(mV)$	$I(A)$	$V(mV)$
-6.19	-6.682	6.07	-6.667	-5.74	-6.341	6.01	-6.244
-5.40	-6.680	4.92	-6.665	-4.72	-6.346	5.01	-6.247
-4.54	-6.676	3.71	-6.659	-3.80	-6.350	4.32	-6.251
-3.96	-6.674	2.88	-6.653	-2.76	-6.356	3.60	-6.254
-2.98	-6.666	1.96	-6.641	-2.06	-6.361	2.90	-6.258
-2.12	-6.657	1.75	-6.638	-1.46	-6.367	2.37	-6.262
-1.92	-6.655	1.52	-6.634	-1.07	-6.373	2.05	-6.266
-1.46	-6.647	1.16	-6.626	-0.78	-6.378	1.86	-6.268
-1.16	-6.640	1.03	-6.623	-0.61	-6.383	1.55	-6.271
-0.95	-6.635	0.76	-6.614	-0.41	-6.388	1.31	-6.275
-0.76	-6.628	0.50	-6.604	-0.24	-6.393	1.06	-6.279
-0.59	-6.622	0.28	-6.594	-0.06	-6.400	0.87	-6.283
-0.44	-6.616	0.10	-6.583	0.02	-6.404	0.63	-6.289
-0.27	-6.607	-0.01	-6.576	0.21	-6.413	0.45	-6.294
-0.11	-6.598	-0.19	-6.562	0.35	-6.422	0.33	-6.298
0.02	-6.589	-0.29	-6.553	0.49	-6.433	0.19	-6.303
0.24	-6.572	-0.43	-6.537	0.54	-6.437	0.10	-6.306
0.37	-6.559	-0.52	-6.525	0.56	-6.439	0.04	-6.308
0.45	-6.550	-0.57	-6.516	0.57	-6.441	0.00	-6.310
0.49	-6.545	-0.64	-6.506	0.59	-6.443	-0.18	-6.319
0.54	-6.537	-0.66	-6.501	0.62	-6.447	-0.25	-6.324
0.59	-6.531	-0.69	-6.496	0.64	-6.450	-0.37	-6.332
0.61	-6.527	-0.73	-6.491	0.67	-6.454	-0.50	-6.342
0.66	-6.518	-0.75	-6.495	0.70	-6.458	-0.56	-6.348
0.69	-6.513	-0.78	-6.558	0.75	-6.459	-0.63	-6.357
0.72	-6.507	-0.82	-6.581	0.77	-6.445	-0.68	-6.364
0.76	-6.544	-0.91	-6.594	0.84	-6.416	-0.72	-6.369
0.77	-6.566	-0.99	-6.603	0.88	-6.407	-0.76	-6.370
0.82	-6.595	-1.15	-6.614	0.97	-6.401	-0.78	-6.362
0.94	-6.613	-1.35	-6.624	1.04	-6.397	-0.79	-6.342
1.10	-6.626	-1.85	-6.640	1.27	-6.389	-0.82	-6.339
1.32	-6.638	-1.99	-6.644	1.57	-6.383	-0.89	-6.325
1.73	-6.653	-2.78	-6.658	2.14	-6.376	-0.94	-6.320
2.08	-6.660	-3.26	-6.663	3.12	-6.369	-1.00	-6.317
2.63	-6.669	-4.18	-6.671	4.03	-6.365	-1.11	-6.314
3.52	-6.679	-5.10	-6.676	5.02	-6.362	-1.39	-6.308
4.67	-6.688	-5.77	-6.679	5.81	-6.361	-1.87	-6.301
5.51	-6.692					-2.57	-6.297
6.10	-6.695					-3.28	-6.296
						-3.96	-6.296
						-4.70	-6.295
						-5.70	-6.294

表 1: 实验数据 (每一组测试记录的数据量不同, 但并不影响计算)