

# 淀积磁场对 NiO/Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> 双层膜 特性的影响 \*

邱进军 莫 赞 李佐宜 郑远开  
吴丹丹 彭子龙 熊 锐 胡作启

(华中理工大学)

莫少坡

(武汉大学)

**摘 要** 用射频磁控溅射法在外磁场中淀积 NiO/Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> 双层膜, 利用淀积磁场 ( $H_{de}$ ) 诱导易轴并确定交换耦合场方向. 研究了淀积磁场对 NiO/NiFe 双层膜特性的影响, 结果表明, 淀积磁场改善了双层膜的磁滞回线的矩形度, 减小矫顽力, 增强交换耦合作用. 反铁磁性层 NiO 和铁磁性层 NiFe 的厚度对矫顽力和交换耦合作用有很大的影响. 在 56kA/m 的磁场中制备的 NiO(50nm)/NiFe(25nm) 双层膜的易轴矫顽力  $H_C$  为 1.9kA/m, 交换耦合场  $H_{EX}$  为 2.6kA/m, 临界温度  $T_c$  为 150 ℃, 截止温度  $T_B$  为 230 ℃.

**关键词** 淀积磁场 矫顽力 交换耦合场

**分类号** O484, TM271

## INFLUENCE OF DEPOSIT MAGNETIC FIELD ON PROPERTIES OF NiO/Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> DOUBLE-LAYERED FILMS

QIU Jinjun\*\* MO Zan LI Zuoyi ZHENG Yuankai WU Dandan  
PENG Zilong XIONG Rui HU Zuoqi

(Dept. of Electronic Sci. & Tech., Huazhong University of Sci. & Tech., Wuhan 430074)

MO Shaopo

(Wuhan University)

**ABSTRACT** Double-layer NiO/NiFe films was prepared by rf magnetron sputtering. The effects of deposit magnetic field ( $H_{de}$ ) on magnetic properties of the films were studied. The result

\* 国家教委部门开放研究实验室“上海交通大学薄膜与微细技术实验室”资助项目. 1998年9月9日收到初稿; 1999年5月4日收到修改稿.

本文联系人: 邱进军, 武汉市 430074, 华中理工大学电子科学与技术系

\*\* To whom correspondence should be addressed

showed that increasing the deposit magnetic field would improve the squareness of hysteresis loop, decrease the coercivity and increase interlayer exchange coupling. The  $H_C$  and  $H_{EX}$  are strong dependent on the thickness of antiferromagnetic layer NiO and ferromagnetic layer NiFe. The  $H_C$  of NiO (50nm)/NiFe(25nm) double-layered film deposited in a magnetic field of 56 kA/m at room temperature was 1.9 kA/m and  $H_{EX}$  was 2.6 kA/m. Its  $T_C$  and  $T_B$  were 150 °C and 230 °C, respectively.

**KEY WORDS** deposit magnetic field, coercivity, exchange coupling field

B.Dieny<sup>[1]</sup> 等报导了自旋阀(SV)效应,人们又研究了交换耦合自旋阀巨磁阻材料<sup>[2]</sup>.常用铁磁层材料为NiFe,反铁磁层材料用FeMn. FeMn是金属材料,电阻率低,抗腐蚀性差,结晶相复杂,制备困难. NiO是绝缘材料,晶相结构和自旋结构简单,化学性能稳定,耐腐蚀性好,容易制备,对NiFe膜有较强的交换耦合作用,并具有高的截止温度 $T_B$ <sup>[3]</sup>.通常在淀积NiO层后,加一磁场淀积铁磁层NiFe<sup>[4]</sup>以诱导易轴,或者淀积双层膜后在磁场(40kA/m)中退火<sup>[5]</sup>以诱导单向各向异性.本文研究溅射时外加的淀积磁场对膜磁特性的影响.

**实 验** 用射频磁控溅射法制备NiO/NiFe双层膜,基片为玻璃,本底真空度高于 $1 \times 10^{-4}$ Pa.制备NiFe膜层用Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>坡莫合金靶,制备NiO膜层用NiO烧结靶,以避免将氧气引入真空室.在室温下溅射,基片水冷,基片放在两磁极头之间,改变磁极头间距可改变磁场大小.实验中使用19 kA/m和56 kA/m两种淀积磁场.溅射NiO时Ar气压为0.4 Pa,溅射功率150W, NiO厚膜的厚度用椭偏仪测试后得出淀积速率为0.173 nm/s.溅射NiFe时Ar气压0.45 Pa,溅射功率为200 W, NiFe厚膜的厚度用台阶仪测试后得出淀积速率为0.500 nm/s.用淀积速率和淀积时间控制膜的淀积厚度.

用振动样品磁强计(VSM)测量双层膜样品的磁滞回线,测量磁场平行于膜面,沿着易轴或垂直于易轴方向.加淀积磁场时,易轴方向为淀积磁场的方向;无淀积磁场时,磁滞回线中心相对于测试磁场零点偏移量最大的方向为易轴方向.测试温度可在室温与300 °C之间调节.用光电子能谱(XPS)分析NiO的化学价态和成分.

**结果与讨论** 图1为NiO/NiFe双层膜的室温磁滞回线.圆点(测试磁场平行于易轴)和实线(测试磁场平行于难轴)两条回线形状相似,矩形度都较差.其矫顽力 $H_C$ 为4kA/m,交换耦合场 $H_{EX}$ (~1.6 kA/m)小于矫顽力 $H_C$ .

图2为淀积磁场为19 kA/m时NiO 50nm/NiFe 15 nm双层膜的室温磁滞回线,测试磁场沿着淀积磁场方向或垂直于淀积磁场方向.易轴(圆点)回线的矩形度好,淀积磁场诱导产生了易轴并确定了交换耦合方向.易轴回线中心也偏离测试磁场的零点, $H_C$ 和 $H_{EX}$ 都为3.5 kA/m.

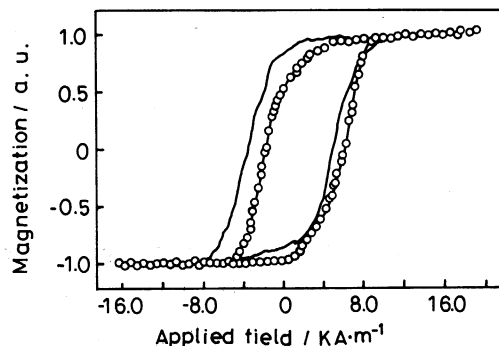


图 1 无淀积磁场时 NiO/NiFe 的磁滞回线

Fig.1 Hysteresis loop of NiO (50 nm)/NiFe (15 nm) without deposit field

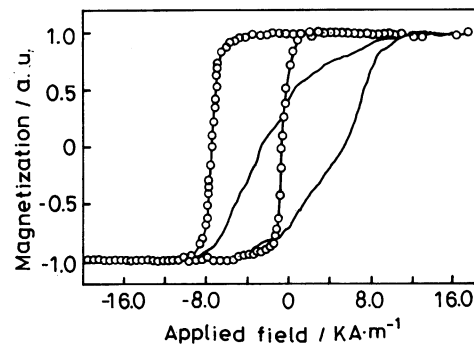


图 2 加淀积磁场时 NiO/NiFe 的磁滞回线

Fig.2 Hysteresis loop of NiO/NiFe deposited in deposit field

图 3 为 NiO/NiFe 双层膜室温易轴和难轴磁滞回线. 易轴矫顽力  $H_c$  为 2.3 kA/m, 交换耦合场  $H_{EX}$  为 4.4 kA/m, 远远大于矫顽力. 比较图 1、2 和 3, 随着外加淀积磁场的增加, 双层膜的易轴矫顽力  $H_c$  减小, 交换耦合场  $H_{EX}$  增大, 易轴回线的矩形度明显改善. 在无淀积磁场时的 NiO 膜中, 靠近 NiO/NiFe 界面处自旋取向随机分布, 形成文献 [7] 所描述的补偿型 (compensated) 界面, 作用于铁磁层 NiFe 的净场在整个界面范围内为零, 即交换耦合场  $H_{EX}$  为零; 但靠近界面处 NiO 中取向随机分布的自旋在极小范围内各自对 NiFe 有钉扎作用, 因而双层膜的矫顽力  $H_c$  远大于单层 NiFe 膜的  $H_c$ . 外加淀积磁场越大, NiO 膜中近界面处自旋取向一致性越好, 其作用于铁磁层 NiFe 的净场越大, 即  $H_{EX}$  越大, 钉扎取向一致改善了双层膜磁滞回线的矩形度.

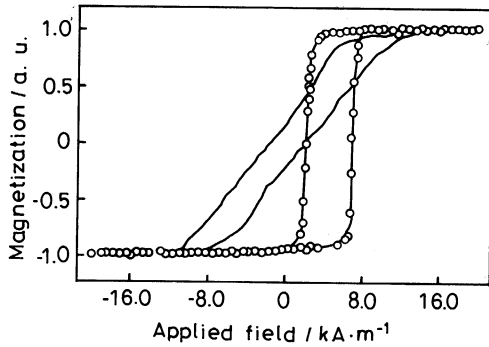


图 3 淀积磁场为 56 kA/m 时的 NiO(50 nm) / NiFe(15 nm) 的磁滞回线

Fig.3 Hysteresis loop of NiO(50 nm) / NiFe(15 nm) deposited in a field of 56 kA/m

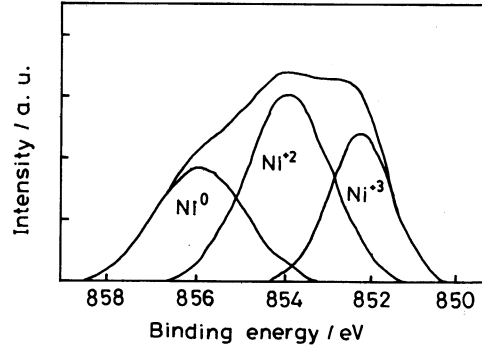


图 4 NiO 的 XPS 能谱

Fig.4 X-ray photoelectron spectrum of NiO film

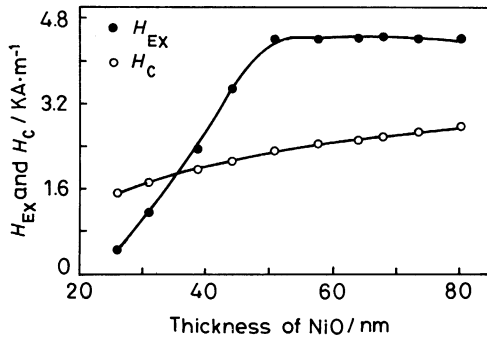


图 5 NiO(t nm)/NiFe(15nm) 的矫顽力  $H_c$  和交换耦合场  $H_{EX}$  与 NiO 厚度的关系  
Fig.5 Dependence of  $H_c$  and  $H_{EX}$  on the thickness of NiO in NiO(t nm)/NiFe(15 nm)

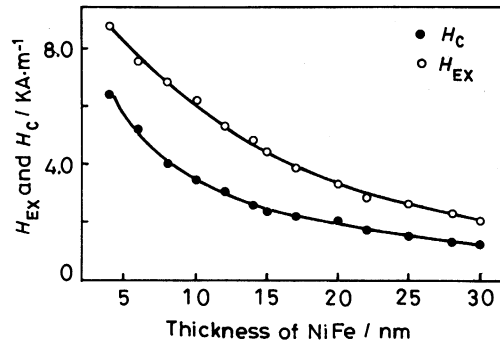


图 6 NiO(50 nm)/NiFe(t nm) 的矫顽力  $H_c$  和交换耦合场  $H_{EX}$  与 NiFe 厚度的关系  
Fig.6 Dependence of  $H_c$  and  $H_{EX}$  on the thickness of NiFe in NiO(50 nm)/NiFe(t nm)

图 4 为用  $\text{Ar}^+$  离子进行 8min 表面刻蚀后, 单层 NiO 膜 (膜厚为 30 nm) 的光电子能谱图 (XPS). 对  $\text{Ni}_{2p_{3/2}}$  进行分峰拟合, 856 eV、854 eV、852.5 eV 三个峰分别对应于 Ni 的  $\text{Ni}^0$ 、 $\text{Ni}^{+2}$ 、 $\text{Ni}^{+3}$  三种价态, 利用峰面积计算所得的相对含量 (原子百分比) 分别为 28.9%、45.2%、25.9%, 三种价态中只有  $\text{Ni}^{+2}$  的 NiO 的自旋在 (111) 面内为铁磁性排列, 与相邻的 (111) 面内的自旋排列方向相反, 总体表现为反铁磁性<sup>[8]</sup>, 可见 NiO 膜样品中氧的含量不足, 还存在  $\text{Ni}^0$  和  $\text{Ni}^{+3}$  两种价态, 从而影响了 NiO(50 nm)/NiFe(15 nm) 双层膜交换耦合场的大小.

由图 5 可见, 淀积磁场为 56 kA/m 时, 双层膜的矫顽力随 NiO 厚度的增加单调地增加, 但增加幅度较小. 当 NiO 厚度小于 25 nm 时, 交换耦合场  $H_{\text{EX}}$  为零, 25 nm 为临界厚度. 反铁磁性为体效应<sup>[7]</sup>, 交换耦合场随厚度的减小而减小, 当双层膜的厚度减小到某一临界值时, 其矫顽力无法阻止由于铁磁层磁矩反转引起的畴壁运动. 本文的 NiO 膜中 O 和 Ni 的原子数之比小于 1:1, 因此  $t_c$  大于 C.L.Lin<sup>[4]</sup> 的 15 nm. 厚度大于临界厚度时,  $H_{\text{EX}}$  随着 NiO 厚度的增加而近似线性增大, NiO 厚度大于 50 nm,  $H_{\text{EX}}$  变化很小. 淀积磁场为 56 kA/m 时, 双层膜的  $H_c$  和  $H_{\text{EX}}$  都随 NiFe 厚度的增加而单调地减小 (图 6), NiFe 层由被钉扎部分和未被钉扎部分组成, 随着 NiFe 厚度的增加, 未被钉扎部分所占比例增大, 因而  $H_c$  和  $H_{\text{EX}}$  都减小.  $H_{\text{EX}}$  的衰减速度小于按  $t_{\text{NiFe}}^{-1}$  衰减速度<sup>[4]</sup>.

图 7 表明, 淀积磁场为 56 kA/m 时, 双层膜的  $H_c$  随着温度的上升而单调地减小, 当测试温度高于 230 °C 时,  $H_c$  基本不变.  $H_{\text{EX}}$  从室温下的 2.6 kA/m 急剧下降到 150 °C 的 0.24 kA/m, 再缓慢下降到 230 °C 的零值, 150 °C 为临界温度  $T_c$ , 230 °C 为截止温度  $T_B$ .  $H_{\text{EX}}$  的变化曲线与 C.H.Lai<sup>[6]</sup> 所得的结果近似, 但  $T_c$  和  $T_B$  都比他们的高. 在从室温到临界温度  $T_c$  的范围内,  $H_{\text{EX}}$  近似地按  $1 - T/T_c$  的规律衰减 ( $T$  和  $T_c$  均取热力学温度), 不同于文献<sup>[7]</sup>. 当温度高于截止温度时,  $H_{\text{EX}}$  为零,  $H_c$  基本不变. 即温度高于  $T_B$  时, NiO 对 NiFe 的钉扎效果消失.

**结 论** 用射频磁控溅射法在玻璃基片上淀积 NiO/Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> 双层膜, 外加淀积磁场诱导产生易轴, 确定交换耦合场的方向. 增大淀积磁场能改善双层膜的磁滞回线的矩形度, 减小矫顽力, 增强交换耦合作用. 反铁磁性层 NiO 和铁磁性层 NiFe 的厚度对双层膜的矫顽力和交换耦合作用有很大的影响.

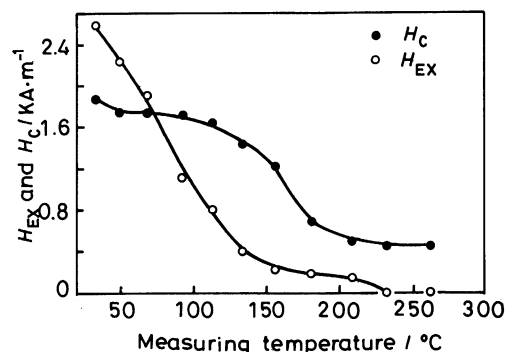


图 7 NiO(50 nm)/NiFe(25 nm) 的矫顽力  $H_c$  和交换耦合场  $H_{\text{EX}}$  与温度的关系

Fig.7  $H_c$  and  $H_{\text{EX}}$  of NiO(50 nm)/NiFe(25 nm) vs temperature

## 参 考 文 献

- 1 B.Dieny, V.Speriosu, S.S.P.Parkin, B.A.Gurney, D.R.Wilhoit, D.Mauri, Phys.Rev.B., **43**, 1297(1991)
- 2 Dieny, J.Magn.Magn.Matt., **136**, 335(1994)
- 3 M.J.Carey, A.E.Berkowitz, Appl.Phys.Lett, **60**, 3060(1992)
- 4 C.L.Lin, J.M.Sivertsen, J.H.Judy, IEEE. Trans.Magn., **31**(6), 4091(1995)
- 5 S.Soyea, S.Nakamura, T.Imagawa, S.narishige, J.Appl.Phys., **77**(11), 5838(1995)
- 6 C.H.Lai, T.J.Regan, R.L.White, T.C.Anthony, J.Appl.Phys., **81**(8), 3989(1997)
- 7 A.P.Malozemoff, J.Appl.Phys., **63**(8), 3874(1988)
- 8 W.L.Roth, Phys. Rev., **110**, 1333(1958)