

# Ta, Ta/Cu 缓冲层对 NiFe/FeMn 双层膜交换偏置场的影响\*

李明华<sup>1,2)</sup> 于广华<sup>2)</sup> 姜宏伟<sup>3)</sup> 蔡建旺<sup>1)</sup> 朱逢吾<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>中国科学院物理研究所磁学国家重点实验室,北京 100080)

<sup>2)</sup>北京科技大学材料物理系,北京 100083)

<sup>3)</sup>首都师范大学物理系,北京 100037)

(2001 年 6 月 7 日收到)

采用磁控溅射方法制备了分别以 Ta 和 Ta/Cu 作为缓冲层的一系列 NiFe/FeMn 双层膜. 实验发现,以 Ta 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的交换偏置场比以 Ta/Cu 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的交换偏置场大. 测量了这两种双层膜的织构、表面粗糙度和表面成分. 结果表明,以 Ta/Cu 为缓冲层时,Cu 在 NiFe 层的上表面偏聚是造成 NiFe/FeMn 双层膜交换偏置场降低的重要原因.

关键词: NiFe/FeMn, 交换偏置场, 织构, 表面粗糙度

PACC: 7550, 7170G

## 1 引 言

1956 年 Meiklejohn 和 Bean 发现了交换各向异性<sup>[1]</sup>. 在磁场中沉积铁磁/反铁磁双层膜或在磁场中自高温(高于反铁磁的 Néel 温度)冷却,铁磁物质的磁滞回线发生水平偏移(其中偏移的大小称为交换偏置场  $H_{ex}$ ),且矫顽力也相应增大. 近年来,铁磁和反铁磁间的交换偏置效应在巨磁电阻<sup>[2,3]</sup>读头和磁传感器中的广泛应用,促使人们对其进行深入的研究. 具有交换偏置作用的材料很多,一般常用的金属反铁磁材料为 XMn 合金(X 为 Fe, Ni, Ir, Pt, Pd 等). 其中对 NiFe/FeMn 系统的研究较广泛和深入,并最早应用于自旋阀巨磁电阻多层膜中<sup>[2]</sup>.

研究表明,交换偏置场不仅与铁磁和反铁磁材料有关,而且与薄膜的微结构也有很大关系,如织构、界面粗糙度、晶粒度<sup>[4]</sup>等. 近年来认识到层间扩散<sup>[5]</sup>和界面反应<sup>[6]</sup>等过程对微缺陷的形成非常重要. 样品的制备工艺和具体的生长条件<sup>[7]</sup>会影响薄膜微结构,从而影响交换偏置场. 在现有的文献中,已发现缓冲层对交换偏置场有很大的影响<sup>[8]</sup>,没有缓冲层的薄膜交换偏置场远小于有缓冲层的. 对于

FeMn 系统一般选择以 Ta 或 Cu 作为缓冲层,以获得较大的交换偏置场. 本文分别制备了以 Ta 和 Ta/Cu 作为缓冲层的 NiFe 厚度不同的一系列 NiFe/FeMn 双层膜. 结果表明,以 Ta 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的交换偏置场大于以 Ta/Cu 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的交换偏置场. 这与 Fujiwara 在文献 [9] 中的结果一致,他们认为这一差异是由两者的织构不同造成的. 以 Ta 为缓冲层的样品, NiFe 和 FeMn 有好的 fcc(111) 织构,以 Ta/Cu 为缓冲层的样品, NiFe 和 FeMn 的织构很差. 本文分析了以 Ta 和 Ta/Cu 作为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的织构、表面粗糙度,发现两者织构、表面粗糙度差别不大. 可见,以 Ta/Cu 作为缓冲层导致双层膜交换偏置场的下降另有原因. 用 X 射线光电子能谱方法研究了 Ta/Cu/NiFe 薄膜的表层成分. 实验发现, Ta/Cu/NiFe 薄膜中 Cu 原子会扩散,并穿过 NiFe 层,在 NiFe 上表面偏聚. 这是导致以 Ta/Cu 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的交换偏置场降低的重要原因.

## 2 实验方法

采用直流(DC)磁控溅射方法制备样品. 在相同

\* 国家自然科学基金重大项目(批准号:19890310)资助的课题.

条件下在经过严格清洗的 S(100) 基片上依次沉积各层薄膜, Ta(10nm)/NiFe( $X$ nm)/FeMn(15nm)/Ta(7nm), Ta(10nm)/Cu(2.8nm)/NiFe( $Y$ nm)/FeMn(15nm)/Ta(7nm)/Cu 的厚度选择 2.8nm 是因为自旋阀中隔离层的厚度一般为 2.8nm)。其中  $X$  为 6, 8, 10, 13, 18 和 20nm;  $Y$  为 6, 8, 10, 12, 18 和 20nm。薄膜制备室本底真空优于  $2 \times 10^{-5}$  Pa。溅射中 Ar 气压为 0.6Pa。各种材料的溅射速率约为 0.1nm/s。薄膜厚度通过溅射时间控制。在溅射过程中, 基片两边加有平行于膜面的磁场约 20kA/m, 以产生一个平行于外场的易磁化方向。基片水冷。

用 X 射线衍射 (XRD) 研究薄膜的织构; 用振动样品磁强计 (VSM) 测量磁滞回线, 以确定交换偏置场和矫顽力的大小; 用原子力显微镜 (AFM) 研究表面粗糙度; 用 X 射线光电子能谱 (XPS) 研究界面偏聚。

### 3 实验结果与讨论

#### 3.1 不同缓冲层薄膜的磁滞回线

本文系统地研究了 NiFe/FeMn 双层膜的磁性。用 VSM 分别测试了以 Ta 和 Ta/Cu 为缓冲层的具有不同厚度 NiFe 的双层膜的磁滞回线, 由磁滞回线可得到交换偏置场。图 1 为 NiFe/FeMn 双层膜交换偏置场随 NiFe 厚度的变化曲线。从图 1 可以看出, NiFe/FeMn 双层膜偏置场的大小随 NiFe 厚度的增加而下降, 且以 Ta 为缓冲层的双层膜的偏置场大于以 Ta/Cu 为缓冲层的双层膜的偏置场。

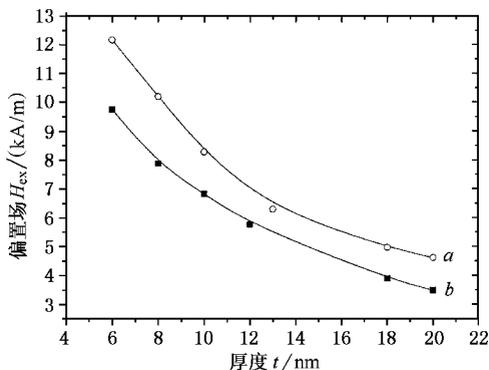


图 1 NiFe/FeMn 双层膜交换偏置场随 NiFe 厚度的变化曲线 曲线 a 以 Ta 为缓冲层, 曲线 b 以 Ta/Cu 为缓冲层

以 NiFe(10nm)/FeMn(15nm) 双层膜为例: 以 Ta 为缓冲层的双层膜的交换偏置场为 8.32 kA/m, 明显

高于以 Ta/Cu 为缓冲层的交换偏置场 6.82kA/m。Fujiwara 在文献 [9] 中曾指出, Ta(12nm)/NiFe(7.5nm)/FeMn(15nm)/Ta(5nm) 与 Ta(12nm)/Cu(10nm)/NiFe(7.5nm)/FeMn(15nm)/Ta(5nm) 相比, 前者可获得更高的偏置场, 即在 Ta 和 NiFe 界面插入 Cu 层会导致交换偏置场下降。为找出导致交换偏置场下降的原因, 本文首先研究了影响交换偏置场的重要因素织构和界面粗糙度。

#### 3.2 不同缓冲层薄膜的 XRD 分析

一般认为, 为获得较大的交换偏置场, 要求 FeMn 有好的  $\gamma$  相(111) 织构。在不同的缓冲层上沉积 NiFe 薄膜时具有不同的 NiFe(111) 织构分布<sup>[10]</sup>。使用缓冲层可获得好的(111) 取向 NiFe 薄膜。FeMn(111) 面的原子排列和 NiFe(111) 面的原子排列非常匹配, 当 FeMn 沉积在好的(111) 取向的 NiFe 薄膜上形成很强的  $\gamma$  相 FeMn(111) 衍射峰。

图 2 为 Ta(10nm)/NiFe( $X$ nm)/FeMn(15nm)/Ta(7nm) 的 XRD 曲线, 其中 NiFe 的厚度分别为 8, 10, 13, 18 和 20nm, 分别对应曲线 a, b, c, d, e。当 NiFe 的厚度较薄时, NiFe 和 FeMn 的衍射峰分辨不开。随 NiFe 厚度增加, NiFe 的衍射峰强度增大, 变得明显, 当 NiFe 厚度超过 13nm, NiFe 和 FeMn 有好的  $\gamma$  相(111) 织构。这说明, 衍射峰的强度与 NiFe 和 FeMn 的厚度有很大关系, 只有 NiFe 达到一定厚度时, NiFe 和 FeMn 才有好的(111) 织构。也测量了 Ta(10nm)/Cu(2.8nm)/NiFe( $Y$ nm)/FeMn(15nm)/Ta(7nm) 的 XRD 曲线, 发现也有类似的关系。

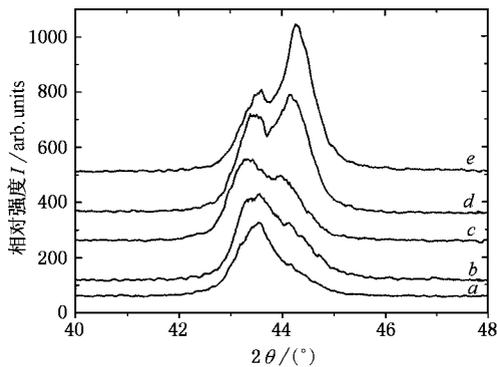
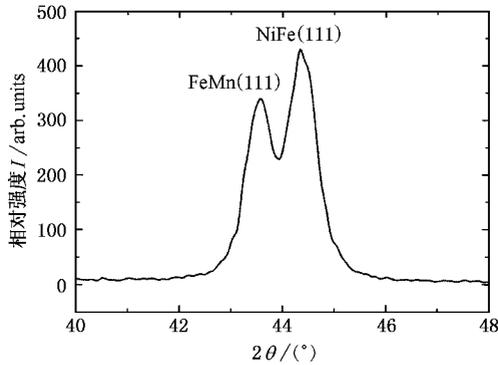


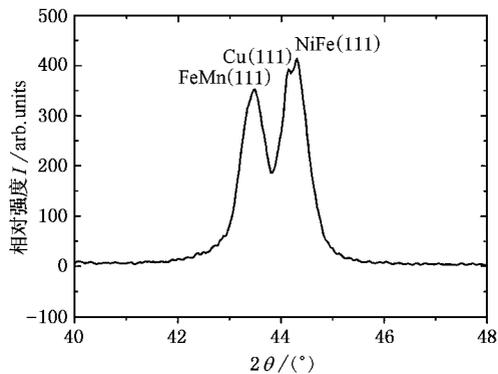
图 2 NiFe/FeMn 双层膜的 XRD 曲线

图 3 (a) 和 (b) 分别为以 Ta(10nm) 和 Ta(10nm)/Cu(2.8nm) 为缓冲层的 NiFe(18nm)/FeMn(15nm) 双层膜的 XRD 图。比较图 3 (a) 与 (b) 可以看出, 以 Ta 和 Ta/Cu 为缓冲层的双层膜都有很强的 NiFe 和

FeMn 的 (111) 峰. 在 Ta 上沉积 2.8nm 的 Cu 并不明显影响 NiFe 和 FeMn 的 (111) 衍射峰. 可见, 织构并不是造成以 Ta/Cu 为缓冲层的双层膜的交换偏置场降低的原因.



(a) 以 Ta 为缓冲层



(b) 以 Ta/Cu 为缓冲层

图3 NiFe(18nm)/FeMn(15nm) 双层膜的 XRD 曲线

### 3.3 不同缓冲层薄膜的 AFM 分析

粗糙度也是影响交换偏置场的一个重要因素. 为了研究表面/界面形貌对交换偏置场的影响, 本文用 AFM 观测表面形貌. 由于 Cu, NiFe, FeMn 均为 fcc 结构, 且它们的晶格错配低于 3%, 通过磁控溅射沉积的薄膜, 当它们在同一气压下连续沉积, 在一定厚度内多层膜是连续、共格生长的<sup>[4]</sup>. 这样当界面离表面不是很远时, 可以认为表面形貌近似为界面形貌. 以 Ta(10nm)/NiFe(10nm)/FeMn(15nm)/Ta(7nm) 和 Ta(10nm)/Cu(2.8nm)/NiFe(18nm)/FeMn(15nm)/Ta(7nm) 为例, 对其表面形貌进行了研究. 它们对应的方均根粗糙度  $R_{\text{rms}}$  分别为 0.237 和 0.278nm. 一般认为<sup>[11]</sup>方均根粗糙度  $R_{\text{rms}}$  在 0.2 到 0.4 nm 范围内界面是平滑的, 方均根粗糙度  $R_{\text{rms}}$  从 0.5 到 0.8 nm 范

围内界面是粗糙的. 可见, 分别以 Ta, Ta/Cu 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的方均根粗糙度  $R_{\text{rms}}$  虽然有一定的差别, 但界面基本上是平滑的.

### 3.4 Ta/NiFe 和 Ta/Cu/NiFe 界面偏聚的 XPS 研究

为了进一步分析以 Ta/Cu 为缓冲层的双层膜偏置场较低的原因, 本文利用 XPS 测量表面不同深度的元素信息. 利用磁控溅射在 Si 衬底上沉积 Ta(3 nm)/NiFe(5 nm), Ta(3 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(5 nm), 它们与 Ta(Cu)/NiFe/FeMn/Ta 在同一条件下沉积. 样品沉积后被立即送入 MICROLABMK II 型 XPS 仪中. 对以上样品进行变角 XPS 分析, 以测量不同深度的信息. XPS 的探测深度  $d$  与光电子出射角、光电子的非弹性散射平均自由程  $\lambda$  的关系为:  $d = 3\lambda \sin\alpha$ <sup>[12]</sup>.  $\lambda$  值可由 Tanuma 等人<sup>[13]</sup>编的 31 种物质的光电子非弹性散射平均自由程获得. 出射角从 15° 变到 90°, 对应探测深度为 0.6—2.3 nm, 出射角越大, 对应的探测深度越深. 将各种出射角下获得的 Ni2p, Cu2p 谱进行面积积分, 再用原子的灵敏度因子进行校正, 得到 Cu/Ni 原子个数比的计算结果. XPS 结果表明, 在 Ta/Cu/NiFe 膜中, 随出射角增大, Cu2p 峰的相对信号强度逐渐减小. 图 4(a) 为 15° 出射角时 Cu2p XPS 图. 图 4(b) 为不同出射角对应的 Cu/Ni 原子个数比. 从图 4(b) 可以看出, 随出射角增大, 即探测深度增加, Cu 的含量越来越少. 这说明在 Ta/Cu/NiFe 膜中 NiFe 表面有一定量的 Cu 偏聚. 用同样的方法分析 Ta/NiFe, 未发现 Ta 在 NiFe 表面偏聚. 对于以 Ta/Cu 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜, 由于 Cu 在 NiFe 表面有偏聚, 减少了 NiFe 和 FeMn 的有效接触面积, 对交换偏置场产生影响. Gokemeijer 等人<sup>[14]</sup>曾报道过, 在 NiFe/CoO 界面插入 Cu, Au, Ag 等贵金属作为隔离层. 随隔离层厚度增加, 交换偏置场很快下降. 这说明, 铁磁层和反铁磁层界面处的杂质原子会导致偏置场下降. 对于 Ta/NiFe/FeMn/Ta 而言, 在 NiFe 和 FeMn 界面未出现 Ta, 界面相对较干净, 所以它的偏置场相对较大. 可见, Ta/Cu/NiFe/FeMn/Ta 中 Cu 的表面偏聚是导致其交换偏置场较低的一个重要因素.

Egelhoff 等人<sup>[15]</sup>在研究以 NiO 为钉扎层的自旋阀多层膜时, 发现 Pb, In, Au 等金属可用作表面活性剂. 这些金属具有很强的表面扩散能力, 而且表面自由能较低. 当在它们上面沉积表面能较高的元素时, 它们能“漂浮”到上层元素表面. 这样可降低系统总的表面能和界面能. 多晶 Ni, Fe 和 Cu 的表面能实

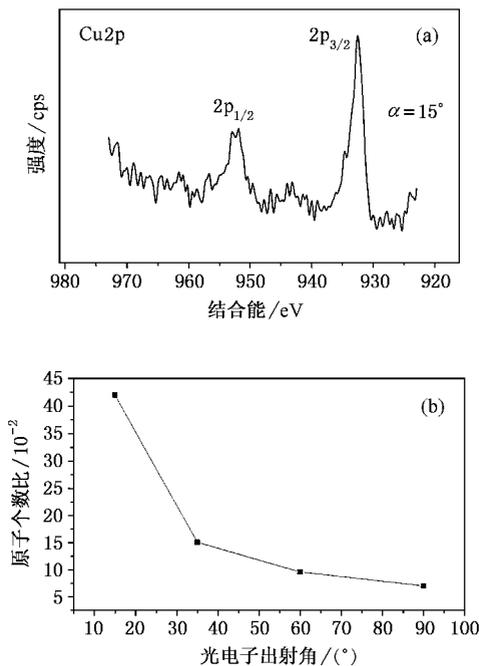


图4 (a)出射角为  $15^\circ$  时 Cu2p XPS 图和(b)Cu/Ni 原子个数比与光电子出射角的关系

验值分别为 3050, 2837 和  $2300 \text{ mJ/m}^2$  [16]. 因此, 从热力学考虑, 如果在表面能较低的 Cu 上沉积表面能较高的 NiFe 层时, Cu 向上偏聚到表面是可能的; 反之, 在 NiFe 层上沉积 Cu, 则不会发生 Ni 或 Fe 向 Cu 表面的偏聚(这一点, 我们已通过 XPS 研究在实验上得以验证: Cu 在 NiFe 表面有偏聚, NiFe 在 Cu 表面无偏聚).

## 4 结 论

有无缓冲层及不同的缓冲层对交换偏置场有很大的影响. 除已发现的织构、界面粗糙度、层间扩散、界面反应外, 某些缓冲层(例如 Cu)引起的界面偏聚对交换偏置场也有很大影响. 以 Ta 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的交换偏置场大于以 Ta/Cu 为缓冲层的 NiFe/FeMn 双层膜的交换偏置场. XPS 分析结果表明, 以 Ta/Cu 为缓冲层的双层膜中, Cu 在 NiFe 层的表面偏聚是导致交换偏置场下降的主要原因.

[1] W. H. Meiklejohn, C. P. Bean, *Phys. Rev.*, **B102**(1956), 1423.  
 [2] G. Q. Xia, S. M. Zhou, S. Y. Wang, X. L. Chen, *Acta Phys. Sin.*, **48**(1999), S200 (in Chinese) [夏国强、周仕明、王松有、陈良尧, *物理学报* **48**(1999), S200].  
 [3] Z. C. Dong, S. X. Zhao, *Acta Phys. Sin.*, **48**(1999), 511 (in Chinese) [董正超、赵树宇, *物理学报* **48**(1999), 511].  
 [4] C. H. Hou, H. Fujiwara, R. D. Metager, *J. Appl. Phys.*, **80**(1996), 4528.  
 [5] Z. H. Qian, J. M. Sicertsen, J. H. Judy, *J. Appl. Phys.*, **83**(1996), 6825.  
 [6] G. H. Yu, C. L. Chai, F. W. Zhu, *Appl. Phys. Lett.*, **78**(2001), 1706.  
 [7] Z. Q. Lu, C. L. Cai, W. Y. Lai, *Acta Phys. Sin.*, **49**(2000), 328 (in Chinese) [卢正启、柴春林、赖武彦, *物理学报*, **49**(2000), 328].

[8] G. Choe, S. Gupta, *Appl. Phys. Lett.*, **70**(1997), 1766.  
 [9] H. Fujiwara, K. Nishioka, C. Hou, *J. Appl. Phys.*, **79**(1996), 6286.  
 [10] T. Yeh, L. Berg, J. Falensckek, *Materials Research Society Symposium Proceedings*, **384**(1995), 233.  
 [11] D. H. Han, J. G. Zhu, J. H. Judy, *J. Appl. Phys.*, **81**(1997), 4996.  
 [12] E. Atanassova et al., *J. Appl. Surf. Sci.*, **84**(1995), 193.  
 [13] S. Tanuma, C. J. Powell, D. R. Penn, *Surf. Anal.*, **11**(1998), 577.  
 [14] N. J. Gokemeijer, T. Ambrose, C. L. Chien, *J. Appl. Phys.*, **81**(1997), 4999.  
 [15] W. F. Egelhoff, P. J. Chen, C. J. Powell, *J. Appl. Phys.*, **80**(1996), 5183.  
 [16] H. D. Chopra, E. J. Repetski, H. J. Brown, *Acta Mater.*, **48**(2000), 3501.

# EFFECT OF Ta AND Ta/Cu BUFFERS ON THE EXCHANGE BIAS FIELD OF NiFe/FeMn BILAYERS\*

LI MING-HUA<sup>1,2)</sup> YU GUANG-HUA<sup>2)</sup> JIANG HONG-WEI<sup>3)</sup> CAI JIAN-WANG<sup>1)</sup> ZHU FENG-WU<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>( State Key Laboratory of Magnetism , Institute of Physics , Chinese Academy of Sciences , Beijing 100080 , China )

<sup>2)</sup>( Department of Materials Physics , Beijing University of Science and Technology , Beijing 100083 , China )

<sup>3)</sup>( Department of Physics , Capital Normal University , Beijing 100037 , China )

( Received 7 June 2001 )

## ABSTRACT

The NiFe/FeMn bilayers with different buffer layers ( Ta or Ta /Cu ) and Ta cover layers were prepared by magnetron sputtering. The results showed that the exchange bias field of NiFe/FeMn films with the Ta buffer was higher than that of the films with the Ta/ Cu buffer . We investigated the crystallographic texture , surface roughness and surface segregation , and demonstrated that the decrease of the exchange coupling field was caused by the Cu surface segregation in NiFe/FeMn films with Ta/ Cu buffer layers.

**Keywords :** NiFe/FeMn , exchange bias field , texture , surface roughness

**PACC :** 7550 , 7170G

\* Project supported by the Major Program of the National Natural Science Foundation of China ( Grant No. 19890310 ).