

射频溅射功率对 FeZrBCu 软磁合金薄膜 巨磁阻抗效应的影响*

王文静¹⁾ 萧淑琴^{1,2)} 刘宜华^{1,2)} 陈卫平^{1,3)} 代由勇¹⁾ 姜 山¹⁾ 袁慧敏¹⁾ 颜世申¹⁾

¹⁾ 山东大学物理与微电子学院, 济南 250100)

²⁾ 山东大学晶体材料国家重点实验室, 济南 250100)

³⁾ 浙江台州学院物理系, 临海 317000)

(2004 年 1 月 31 日收到, 2004 年 8 月 30 日收到修改稿)

用射频溅射法制备了 FeZrBCu 软磁合金薄膜. 研究了不同溅射功率对 FeZrBCu 薄膜软磁特性和巨磁阻抗效应的影响. 用电子探针显微镜测量发现, 当溅射功率为 240 W 时, 薄膜样品中 Fe 的原子含量为 87.32%, Cu 的原子含量为 2.9%. 这种样品的矫顽力最小, 为 68 A/m, 饱和磁化强度约为 1.11×10^5 A/m, 软磁性能最佳, 巨磁阻抗效应最大. 溅态膜在 13 MHz 最大巨磁阻抗比纵向为 17% 横向为 11%. 重点分析了阻抗的电阻、电感分量及横向有效磁导率随频率的变化, 得到在低频下主要是磁电感效应, 此时磁导率对电感分量的变化起重要作用.

关键词: 铁基合金, 薄膜, 巨磁阻抗效应

PACC: 7550B, 7570, 7220M

1. 引 言

巨磁阻抗(GMI)效应是指软磁材料的阻抗随外加直流磁场的变化而变化的现象. 它具有高灵敏度、无磁滞、响应快、温度稳定性好和饱和磁场强度低等特点. 近年来, 随着磁传感器在自动控制、机器人等领域的广泛应用, GMI 效应受到人们越来越多的关注. 最初, 对这一效应研究最多的是具有零或负磁致伸缩系数的钴基非晶态软磁合金细丝, 特别是长度只有若干毫米的小尺寸细丝^[1,2]. 目前对 GMI 效应的研究已扩大到薄带^[3-5]、薄膜^[6,7]和多层膜^[8-11], 材料也进一步扩大到铁基非晶和纳米晶软磁合金. 对 GMI 效应而言, 外加直流磁场或是通过改变材料的磁导率直接改变材料的阻抗, 或是通过改变磁导率来改变材料的趋肤深度而改变材料的阻抗. 因此具有优异软磁特性及适当的横向感生各向异性材料是获得较大 GMI 效应的前提. Fe₈₈Zr₇B₄Cu₁ 合金材料具有非常优异的软磁性能, 文献[12]称其为 NANOPERM, 是研究 GMI 效应的最佳材料. 有关 FeZrB 软磁合金薄带 GMI 效应的研究和报道已很

多^[13-16], 但是对于 FeZrB 细丝、薄膜的研究还鲜有报道, 而薄膜材料对研究 GMI 效应的机理, 丰富 GMI 效应的理论及对器件的微型化和集成化具有重要意义. 本文研究了溅射功率对 FeZrBCu 软磁合金薄膜的磁特性、成分及 GMI 效应的影响, 目的是探索具有最大 GMI 效应的 FeZrBCu 薄膜材料.

2. 实 验

薄膜样品用射频溅射法制备. 溅射靶是用真空熔炼法制备的成分为 Fe₈₈Zr₇B₅ 靶片均匀镶嵌 Cu 柱构成的复合靶. 溅射功率分别为 150, 240, 350 W. 靶和衬底均用水冷. 本底真空度为 1×10^{-3} Pa, 溅射过程中控制 Ar 气压为 1.3 Pa, 溅射速率分别为 0.05, 0.10, 0.14 nm/s, 膜厚分别为 2.9, 4.5, 4.9 μ m. 用振动样品磁强计测量磁特性. 用 HP4192A 阻抗分析仪测量阻抗, 测量用样品被切割成 15 mm \times 3 mm, 频率范围为 0.01—13 MHz, 交变电流幅值保持恒定, 为 10 mA, 电流沿样品长度方向. 直流磁场是由一对直径为 30 cm 的亥姆霍兹线圈提供, 磁场范围为 0— ± 6 kA/m. 亥姆霍兹线圈的放置方向是使其磁场与

* 山东省优秀中青年科学家科研奖励基金和山东大学青年基金资助的课题.

† 通讯联系人. E-mail: xsq@sdu.edu.cn

地磁场垂直,以减小地磁场的影响.样品成分由电子探针显微镜测量.阻抗测量中,定义 GMI 比为

$$\Delta Z/Z(H_{\max}) = [Z(H) - Z(H_{\max})]/Z(H_{\max}).$$

这里,外加磁场的最大值 $H_{\max} = 6 \text{ kA/m}$.

3. 结果及分析

电子探针显微镜测量的结果表明,溅射功率为 150 和 240 W 时,制备态样品中各成分的原子含量基本一致;当功率增加到 350 W 时,Fe 的原子含量明显增加,Cu 的原子含量则明显减小,如表 1 所示.这说明当溅射功率在 150—240 W 范围靶中各成分的成膜速率基本保持一致,当功率超过 240 W 时,Fe 的溅射速率随功率增加而增加,Cu 的溅射速率则随之减小.

表 1 Fe, Cu 的原子含量随溅射功率的变化

溅射功率/W	150	240	350
Fe 原子含量/%	87.36	87.32	89.51
Cu 原子含量/%	2.92	2.90	0.74

图 1 是用振动样品磁强计测量的三种不同溅射功率下样品的磁滞回线.从图 1 可以看出,三个样品的矫顽力分别为 109, 68 和 220 A/m,饱和磁化强度分别为 9.5×10^4 , 1.11×10^5 和 $9.5 \times 10^4 \text{ A/m}$.由此可见,在溅射功率为 240 W 时,制备态薄膜的软磁性能最佳.制备态能获得如此好的软磁性能是非常难得的,这可能是与以下两方面的因素有关:一是在这个溅射功率下,薄膜的溅射沉积速率以及基片温度等因素都有利于形成均匀致密、应力各向异性较小的薄膜.二是在这个溅射功率下形成的薄膜,具有合适的成分比例,特别是 Cu 的含量适中. Suzuki 等^[17]对 Fe-Zr-B-M (M 是过渡族金属)非晶合金晶化过程中的微观结构变化进行了研究,证实合金中添加微量 Cu,可降低第一初始晶化温度.因此,我们认为在 240 W 的溅射功率下制备的薄膜可能形成了微晶结构,这使材料具有较高的饱和磁化强度,同时材料也具有最佳的软磁性能.对于 350 W 下制备的样品,虽然 Fe 的含量较大,但由于 Cu 含量低,使材料有较高的晶化温度,因而材料的非晶化程度较高,使材料具有较低的饱和磁化强度.

图 2 给出了在纵向和横向磁场下,外加频率为 13 MHz 时三个样品的 GMI 比随外加磁场的变化关系.从图 2 可以看出,溅射功率为 240 W 样品的 GMI 比远远高于溅射功率为 150 和 350 W 样品,最大

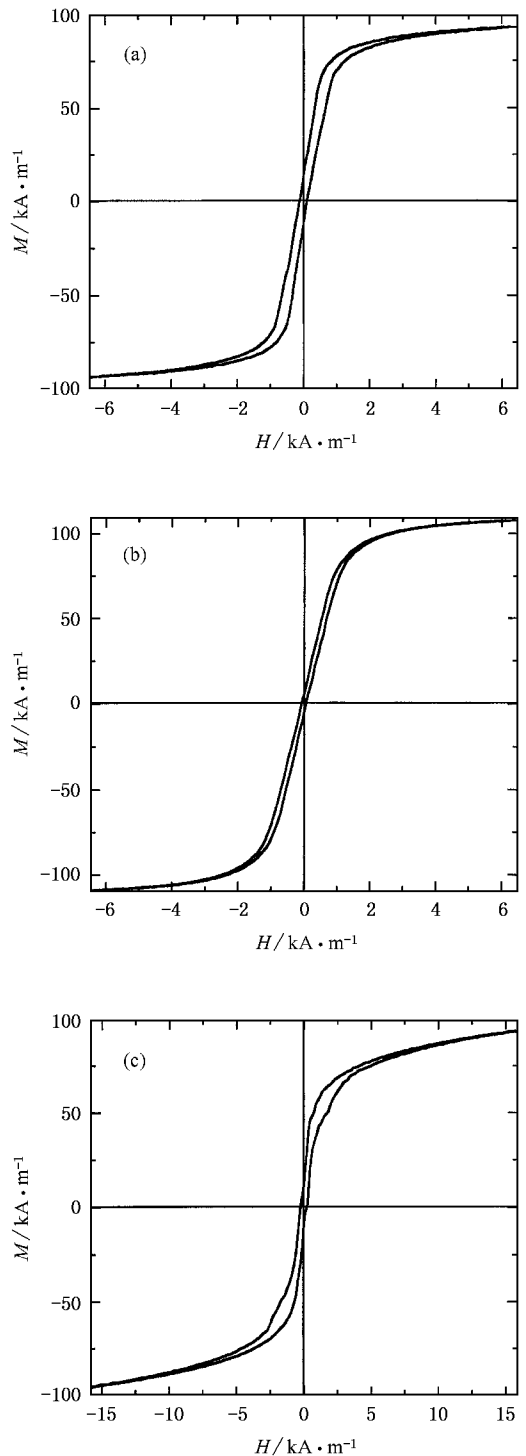


图 1 不同溅射功率下制备样品的磁滞回线 (a) 150 W (b) 240 W (c) 350 W

GMI 比纵向达到 17%, 横向达到 11%. 制备态薄膜样品在这样低的频率下达到如此大的 GMI 比也是比较罕见的.通常情况下,由于制备过程中应力各向异性的影响,制备态薄膜样品中几乎观测不到明显的 GMI 效应,适当退火处理后才可得到较大的 GMI

效应^[5,8]. 因此, 我们的样品非常有利于实际应用. 溅射功率为 350 W 样品的最大纵向和横向磁阻抗比分别为 4.2% 和 1.9%, 溅射功率为 150 W 样品则分别为 3.9% 和 1.2%, 远小于 240 W 样品. 比较图 1 和图 2 的结果, 我们可以看到 GMI 效应与材料软磁性能的优劣相对应. 另外, 根据趋肤深度计算公式

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi \mu_r \mu_0 f}},$$

我们计算了样品在 13 MHz 频率下的趋肤深度. 当 $\rho = 110 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$, $\mu_r = 427$, 所得结果为 $\delta \approx 7 \mu\text{m}$. 由此可以看出, 趋肤深度远大于样品的半厚度, 说明在这个频率下趋肤效应不是引起 GMI 效应的主要因素. 进一步说明此时阻抗的变化主要是由材料的磁导率随外加直流磁场的变化引起的, 亦即在低频下对 GMI 起决定作用的是材料的软磁特性.

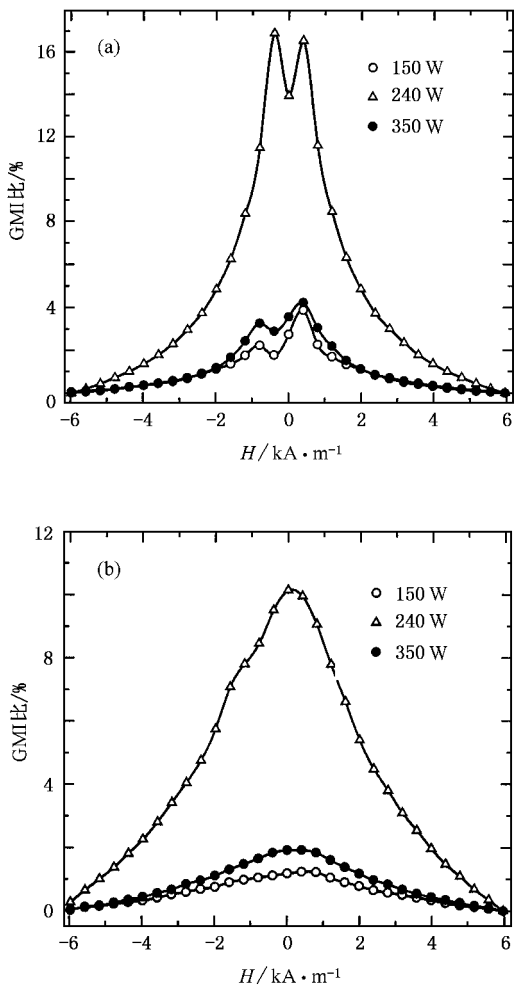


图 2 三个样品在纵向和横向磁场下 GMI 比随外加磁场的变化关系 ($f = 13 \text{ MHz}$) (a) 纵向磁场 (b) 横向磁场

下面, 我们重点讨论 240 W 样品阻抗的电阻和

电感分量与磁导率的关系. 图 3 给出了 240 W 溅态样品电阻和电感随频率的变化曲线. 从图 3 可以看出, 随着频率的增加, 电阻上升非常缓慢, 且零场电阻与 6 kA/m 时的电阻相比变化不大, 说明在频率测量范围内电阻分量随磁场的变化不明显; 而电感分量随频率首先线性上升, 高于 8 MHz 后偏离线性. Hika 等^[18]的理论分析表明, 阻抗 Z 的低频展开式有一个简单形式,

$$Z = R - j\omega(d/2b)\mu_e, \quad (1)$$

$$R = (l/2)bds,$$

式中 R 是薄膜的直流电阻, d , b 和 l 分别是样品的厚度、宽度和长度, ω 是交变电流角频率, μ_e 是横向有效磁导率, σ 是电导率. 由 (1) 式可以看出, 如果在一定的频率下, 薄膜磁阻抗的电感分量随频率呈线性变化, 则说明在这个频率范围内横向有效磁导率相对于频率变化而言是个常量, 或是随频率呈线性变化. 由 (1) 式同时可以得出, 在确定的频率下电感随磁导率呈线性变化, 所以此时有较显著的巨磁电感应.

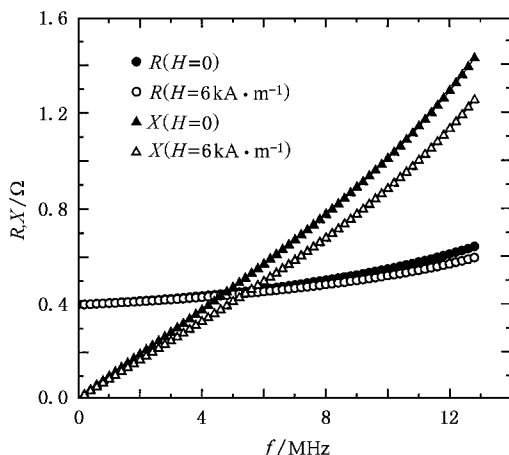


图 3 240 W 溅态样品电阻分量 R 和电感分量 X 随频率的变化关系

随着频率的升高, 电感分量随频率的变化不再为线性, 说明磁导率在这个频率范围内不再为常量.

我们讨论了横向有效磁导率随频率的变化关系, 如图 4 所示. 图 4 中空点表示外场为零, 实心点表示外场为 6 kA/m. 由图 4 可见, 在频率低于 8 MHz 范围内横向有效磁导率下降缓慢, 而且随频率的增加近似线性下降; 而高于 8 MHz 时下降明显且偏离线性, 这与 Hika 等的理论结果及图 3 所示的电阻、电感分量随频率的变化结果一致. 磁导率随频率的这种变化关系可能是由于 FeZrBCu 合金材料的电

阻率比纯金属材料高所致. 在频率低于 8 MHz 时, 材料的涡流损耗较小, 频率高于 8 MHz 时, 材料的涡流损耗随频率增加而增加, 因而磁导率随频率升高而显著下降.

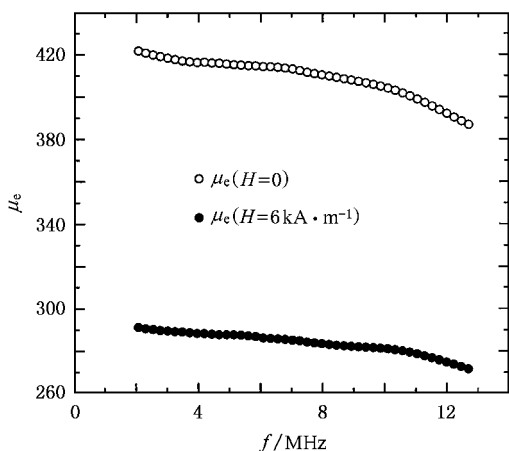


图 4 横向有效磁导率随频率的变化关系

4. 结 论

本文研究了不同溅射功率下 FeZrBCu 薄膜的磁特性和 GMI 效应. 得到溅射功率为 240 W 时制备的薄膜样品, 具有最佳的软磁性能, 其矫顽力为 68 A/m, 饱和磁化强度为 1.11×10^5 A/m. 还得到了最大的 GMI 比, 溅态膜在 13 MHz 时, 最大 GMI 比纵向为 17%, 横向为 11%. 分别讨论了电阻分量和电感分量随频率的变化关系, 发现在测量频率范围内电阻分量变化较小, 而电感分量变化较大, 这主要是巨磁电感应所致. 还研究了横向有效磁导率随频率的变化, 发现有效磁导率在 8 MHz 以下几乎是线性地变化, 8 MHz 以上随频率明显下降, 偏离线性. 这与电感分量在 8 MHz 以下随频率线性变化, 8 MHz 以上偏离线性的特性相对应, 并与 Hika 等的理论分析结果相一致.

- [1] Mohri K, Kohzawa T, Kawashima K *et al* 1992 *IEEE Trans. Magn.* **28** 3150
- [2] Mohri K, Kawashima K, Kohzawa T *et al* 1993 *IEEE Trans. Magn.* **29** 1245
- [3] Panina L V, Mohri K, Uchiyama T *et al* 1995 *IEEE Trans. Magn.* **31** 1249
- [4] Costa-Kvamer J C, Rao K V 1995 *IEEE Trans. Magn.* **31** 1261
- [5] Sommer R L, Chien C L 1996 *J. Appl. Phys.* **79** 5139
- [6] Sommer R L, Chien C L 1995 *Appl. Phys. Lett.* **67** 3346
- [7] Xiao S Q, Liu Y H, Yan S S *et al* 2000 *Phys. Rev. B* **61** 5734
- [8] Xiao S Q, Liu Y H, Dai Y Y *et al* 1999 *J. Appl. Phys.* **85** 4127
- [9] Antonov A S, Buznikov N A, Rakhmanov A L 2003 *J. Magn. Mater.* **258—259** 192
- [10] Wang A L, Liu J T, Zhou Y S *et al* 2004 *Acta Phys. Sin.* **53** 905 (in Chinese)[王艾玲、刘江涛、周云松等 2004 物理学报 **53** 905]
- [11] Liu J T, Zhou Y S, Wang A L *et al* 2003 *Acta Phys. Sin.* **52** 2859 (in Chinese)[刘江涛、周云松、王艾玲等 2003 物理学报 **52** 2859]
- [12] Makino A, Hatanai T, Naitoh Y *et al* 1997 *IEEE Trans. Magn.* **33** 3793
- [13] Willard M A, Laughlin D E, Mchenry M E *et al* 1998 *J. Appl. Phys.* **84** 6773
- [14] Knobel M, Schoenmaker J, Hofstetter W *et al* 1997 *Mater. Sci. Eng. A* **226—228** 546
- [15] He J, Guo H Q, Cheng L Z *et al* 1999 *Acta Phys. Sin.* **48** S159 (in Chinese)[何 峻、郭慧群、程利智等 1999 物理学报 **48** S159]
- [16] Aragonese P, Holzer D, Sassik H *et al* 1999 *J. Magn. Mater.* **202** 292
- [17] Suzuki K, Kikuchi M, Makino A *et al* 1991 *Mater. Trans. JIM* **32** 961
- [18] Hika K, Panina L V, Mohri K 1996 *IEEE Trans. Magn.* **32** 4594

The influence of sputtering power on the giant magneto-impedance of FeZrBCu films *

Wang Wen-Jing¹⁾ Xiao Shu-Qin^{1 2)} Liu Yi-Hua^{1 2)} Chen Wei-Ping^{1 3)}
Dai You-Yong¹⁾ Jiang Shan¹⁾ Yuan Hui-Min¹⁾ Yan Shi-Shen¹⁾
¹⁾ School of Physics and Microelectronics, Shandong University, Jinan 250100, China)
²⁾ State Key Laboratory of Crystal Materials, Shandong University, Jinan 250100, China)
³⁾ Department of Physics, Zhejiang Taizhou College, Linhai 317000, China)
(Received 31 January 2004 ; revised manuscript received 30 August 2004)

Abstract

The giant magneto-impedance (GMI) effect has been observed at room temperature in soft magnetic alloy films of FeZrBCu prepared by radio frequency (RF) sputtering. The dependence of the soft magnetic properties and the GMI effect on the RF sputtering power has been studied. The results measured by electron probe micro-analysis show that the as-deposited films sputtered at 240 W possess 2.9at% Cu and 87.32at% Fe. This sample possesses excellent soft magnetic properties and a maximum value of GMI effect , the coercive force is about 68 A/m , the saturation magnetization is about 1.11×10^5 A/m , and the maximum GMI ratios are 17% and 11% in longitudinal and transverse fields at frequency of 13 MHz , respectively. In addition , the dependence of resistance R , inductance X and effective permeability μ_e on the frequency has been investigated , and the results show that the GMI effect is mainly a magneto-inductive effect at low frequencies.

Keywords : Fe-based alloy , films , giant magneto-impedance effect

PACC : 7550B , 7570 , 7220M