

界面对 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜微结构和软磁性的影响*

李彦波¹⁾ 刘 曦¹⁾ 李正华¹⁾ 付 煜¹⁾ 阿·谢·卡姆津²⁾ 魏福林^{1)†} 杨 正¹⁾

1) 兰州大学磁学与磁性材料教育部重点实验室, 磁性材料研究所, 兰州 730000)

2) 俄罗斯科学院约飞物理-技术研究所, 圣·彼德堡 194021, 俄罗斯)

(2009 年 3 月 8 日收到, 2009 年 4 月 14 日收到修改稿)

用不同的材料($\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 和 Fe)作衬底层, 利用磁控溅射法成功制备了 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ (主层)衬底层结构的双层薄膜. 通过 X 射线衍射和磁性测量发现, 在不同的衬底上沉积的 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的织构不同, 并且(200)取向的 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的面内各向异性 and 软磁性优于(110)取向的 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜. 通过典型样品的穆斯堡尔谱分析发现, $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的磁化强度矢量具有一定的垂直分量, 并且当 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜为(110)取向时磁化强度矢量的垂直分量比(200)取向时要大. 进一步的研究发现, 这种现象是由 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜与衬底层接触界面上应力诱导的界面各向异性导致的.

关键词: $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜, 衬底层, 界面各向异性, 软磁性

PACC: 7530G, 7550R, 7680, 7550S

1. 引 言

随着磁记录密度的不断提高, 存储介质的矫顽力也相应增大. 若要把信息写入高矫顽力的存储介质中, 写磁头材料就必须具有高的饱和磁化强度以产生足够大的写磁场. 由于块体 $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x$ ($0.3 < x < 0.4$) 合金具有最高的饱和磁化强度 $4\pi M_s \geq 24 \text{ kG}^{[1,2]}$ ($1 \text{ G} = 10^{-4} \text{ T}$), 有关 FeCo 合金薄膜的研究一直都很多. 但是, FeCo 合金薄膜具有较大的磁晶各向异性 ($\sim 10 \text{ kJ/m}^3$) 和高的饱和磁致伸缩 ($\lambda_s = (40-65) \times 10^{-6}$)^[2], 因此很难制备出软磁性良好的 FeCo 合金薄膜^[3,4]. 最近几年, 研究人员通过使用合适的衬底层的方法^[5-8] 实现了 FeCo 合金薄膜软磁性的有效改善. 但是, 目前关于 FeCo 薄膜与衬底层之间接触界面的界面各向异性对薄膜结构和软磁性影响的讨论还不是很多.

本文讨论了不同相的衬底材料 $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 和 Fe 对 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的软磁性改善效果不同的原因, 重点阐明了 FeCo (如无特别说明, 下文中的 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 全部简称为 FeCo) 薄膜与衬底层之间接触界面上的界面各向异性对薄膜织构和软磁性的影响.

2. 薄膜制备、结构表征及磁性测量

利用 CMS-18 型磁控溅射系统, 我们在玻璃基片 (Corning 7059) 上成功制备出了 FeCo (主层) 衬底层结构的双层薄膜, 衬底层材料分别为 $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 和 Fe . FeCo 主层厚度固定为 100 nm, 衬底层厚度为 0—10 nm. 溅射温度为 360 °C, 本底真空度为 $4 \times 10^{-5} \text{ Pa}$. 溅射过程中沿膜面方向加了 240 Oe ($1 \text{ Oe} = 79.5775 \text{ A/m}$) 的外磁场来诱导面内的单轴各向异性. 其中 FeCo 主层和 $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 衬底层用纯 Fe 靶和 Co 靶共溅射沉积, Fe 衬底层则用传统方法溅射沉积. 详细溅射参数如表 1 所示. 薄膜的溅射速率利用溅

表 1 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 主层和 $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$, Fe 衬底层的溅射参数

溅射条件	$\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$	$\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$	Fe
	主层	衬底层	衬底层
本底真空度/ 10^{-5} Pa	4	4	4
溅射气压/ Pa	0.27	0.67	0.27
Fe 靶溅射功率密度/ (W/cm^2)	3.93	0.17	3.93
Co 靶溅射功率密度/ (W/cm^2)	2.46	3.69	—
基片温度/ $^\circ\text{C}$	360	360	360
诱导磁场/ Oe	240	240	240

* 国家自然科学基金(批准号:10874060)资助的课题.

† 通讯联系人, E-mail: weifl@lzu.edu.cn

射系统自带的石英振子测得.成分用电感耦合等离子体光谱法(ICP)测定.宏观磁性的测量采用振动样品磁强计(VSM),微观磁性的分析则使用逆转电子穆斯堡尔(CEMS)谱仪.薄膜的晶体结构用X射线衍射仪(XRD)确定.

3. 实验结果

图1示出了直接沉积在(a)玻璃基片和沉积在(b)Fe,(c) $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 衬底上的100 nm FeCo薄膜的典型磁滞回线.显然,没有加衬底单层FeCo薄膜的软磁性比较差,难轴和易轴矫顽力分别为 $H_{\text{ch}} = 26$ Oe, $H_{\text{ce}} = 41$ Oe.当使用1 nm的 $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 衬底时,FeCo薄膜的软磁性明显改善,难轴和易轴矫顽力分别为 $H_{\text{ch}} = 2.5$ Oe, $H_{\text{ce}} = 12.5$ Oe,同时显示出了良好的面内单轴各向异性.当使用1 nm的Fe衬底时,FeCo薄膜的软磁性虽然也有所改善,难轴和易轴矫顽力分别为 $H_{\text{ch}} = 7.5$ Oe, $H_{\text{ce}} = 14$ Oe,但是面内单轴各向异性明显不如使用 $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 衬底时好.由此可见,不同的衬底材料对FeCo薄膜软磁性的改善效果不同.与bcc相的Fe衬底相比,fcc相的 $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 衬底更有利于FeCo薄膜软磁性的改善.

已有文献报道^[9,10],fcc相的衬底材料(如Cu,Ag,NiFe)有利于Fe基合金的软磁性改善,而bcc相的衬底材料(如Ta,Cr)则不能或者对Fe基合金软磁性的改善作用很小.我们的实验结果与此报道完全一致.

4. 分析与讨论

为了进一步揭示不同相的衬底材料对FeCo薄膜软磁性的改善效果不同的原因,我们对典型样品进行了穆斯堡尔谱分析.

4.1. 典型样品的穆斯堡尔谱分析

穆斯堡尔效应是原子核对 γ 射线的无反冲发射与共振吸收现象.穆斯堡尔谱学是利用穆斯堡尔效应通过原子核与核外环境的超精细相互作用来对物质作微观结构分析的学科.穆斯堡尔谱有极高的能量分辨率.通过穆斯堡尔谱测量可以得到局域磁性的相关信息,如磁性相的组成、内磁场的分布、局域磁矩、有序—无序转变和自旋重取向等.测得样品的穆斯堡尔谱后,用如下公式可以确定磁性薄膜的磁

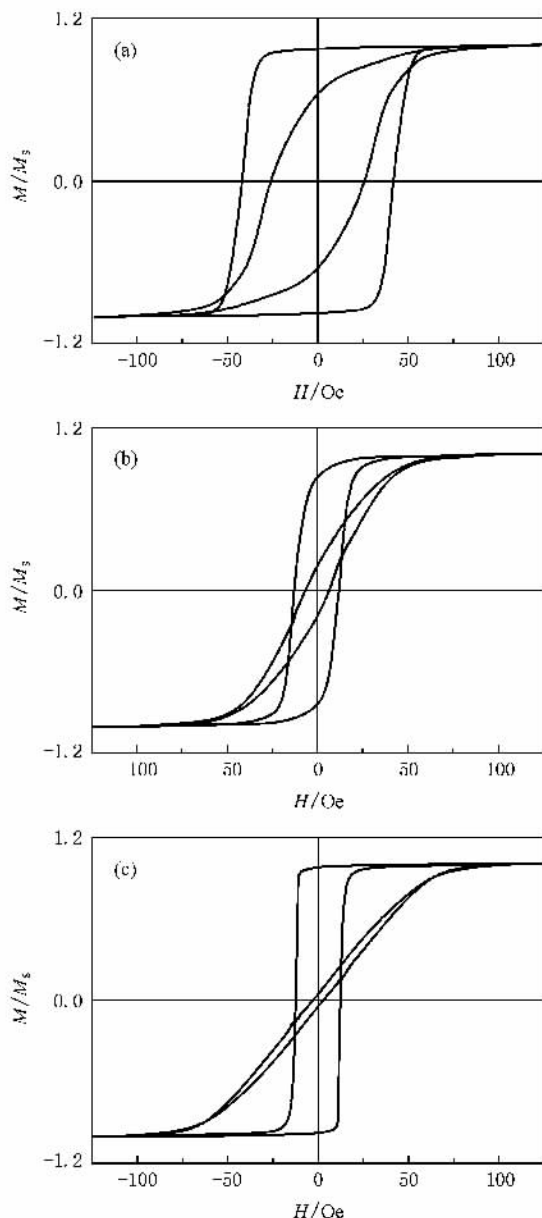


图1 直接沉积在(a)玻璃基片和沉积在(b)Fe(1 nm),(c) $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ (1 nm)衬底上的FeCo(100 nm)薄膜沿易轴和难轴的磁滞回线

化强度矢量的取向:

$$\frac{I_{2.5}}{I_{1.6}} = \frac{4\sin^2\theta}{3(1 + \cos^2\theta)}, \quad (1)$$

式中 θ 为 γ 射线前进方向与磁化强度矢量方向的夹角, $I_{2.5}$ 、 $I_{1.6}$ 分别为六线谱中二(五)峰和一(六)峰的峰强.对于薄膜材料, γ 射线前进方向即膜面法线方向. $\theta = 90^\circ$ 时,薄膜磁化强度矢量的方向平行于膜面,即磁化强度矢量躺在膜面内; $\theta = 0^\circ$ 时,薄膜磁化强度矢量的方向垂直于膜面.

图2为两个典型样品(a)FeCo(100 nm)/ $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$

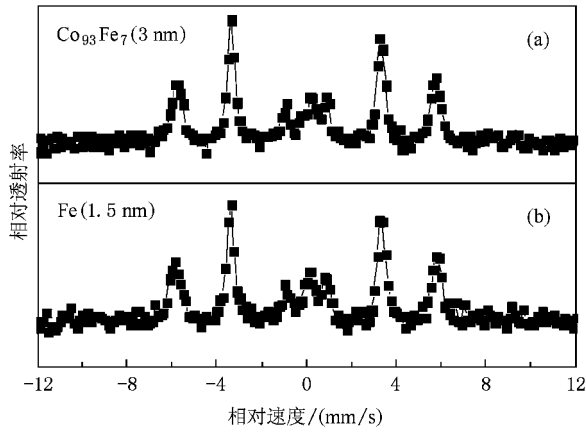


图2 典型样品的 CEMS 谱图 (a) FeCo(100 nm)/Co₉₃Fe₇(3 nm); (b) FeCo(100 nm)/Fe(1.5 nm)

(3 nm) 和 (b) FeCo(100 nm)/Fe(1.5 nm) 的 CEMS 谱图. 由(1)式可得 (a) 和 (b) 两个 FeCo 薄膜样品中磁化强度方向与膜面法线方向的夹角分别为 76.74° 和 70.06°. 由磁滞回线 (图 1) 可知 FeCo 薄膜表现为软磁性, 意味着材料具有低的各向异性, 亦即磁化强度矢量的取向应在膜面内, 而 CEMS 测量结果表明 FeCo 薄膜磁化强度矢量的取向并不在膜面内. 这表明 FeCo 薄膜的磁化强度矢量方向偏离了膜面, 即与膜面形成一定的夹角, 并且 (110) 取向的样品 (b) 中磁化强度矢量和膜面之间的夹角比 (200) 取向的样品 (a) 要大. 磁化强度矢量的垂直分量产生的原因可能是 FeCo 薄膜与衬底层接触界面上的界面各向异性的影响.

4.2. 界面各向异性讨论

界面各向异性被归因于由两部分构成, 一是由于薄膜与衬底接触处的结构对称性降低, 电子结构发生改变^[11]形成的界面各向异性; 二是来自磁致伸缩效应的磁弹性各向异性. 这里, 我们主要讨论后者所产生的界面各向异性对 FeCo 薄膜织构和软磁性的影响.

图 3 为典型样品 (a) FeCo(100 nm)/Co₉₃Fe₇(3 nm) 和 (b) FeCo(100 nm)/Fe(1.5 nm) 的 XRD 图谱. 可以看出, 样品 (a) 以 (200) 织构为主导, 样品 (b) 则主要为 (110) 织构. 在以前的工作中我们已经发现^[12] 对于沉积在各种衬底上的 FeCo 薄膜来说, 随着 XRD 峰强之比 $I(110)/I(200)$ 的减小, 难轴矫顽力总体上呈降低趋势 (如图 4 所示). 也就是说, 随着织构由 (110) 取向转变为 (200) 取向, FeCo 薄膜的软

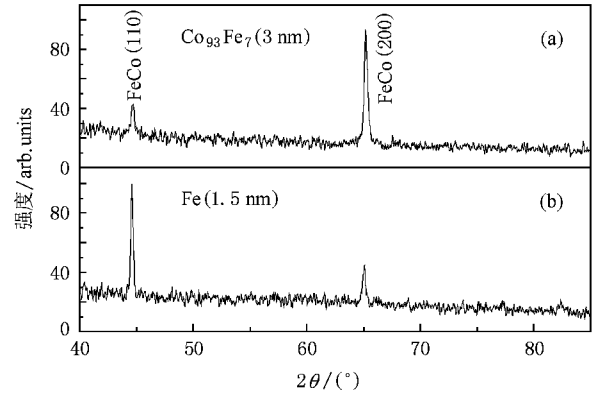


图3 典型样品的 XRD 图谱 (a) FeCo(100 nm)/Co₉₃Fe₇(3 nm); (b) FeCo(100 nm)/Fe(1.5 nm)

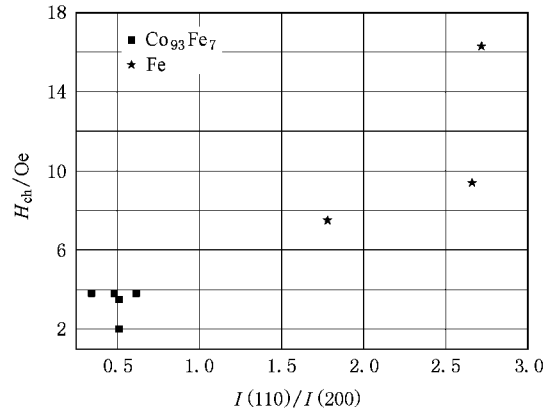


图4 不同衬底层的 FeCo 薄膜的 XRD 峰强之比 $I(110)/I(200)$ 与难轴矫顽力 H_{ch} 的关系

磁性得到了显著地改善.

结合以前的工作, 我们的实验结果可以概括为: 在不同的衬底材料上沉积的 FeCo 薄膜的织构不同, 并且 (200) 取向的 FeCo 薄膜的面内各向异性和软磁性均优于 (110) 取向的 FeCo 薄膜.

根据布拉格公式, 由 XRD 图谱 (图 3) 的主衍射峰可以计算出两个样品的实际晶面间距 d (表 2). 没有形变时的 FeCo 合金的晶格常数为 $a_0 = 2.858 \pm 0.002 \text{ \AA}$ ^[13]. 利用几何关系式 (2) 和 (3) 可以分别得到没有形变时 FeCo 合金的 (200) 面和 (110) 面的晶面间距 d_0 (表 2).

$$(200) \text{ 面} \quad d_0 = \frac{a_0}{2}, \quad (2)$$

$$(110) \text{ 面} \quad d_0 = \frac{a_0}{\sqrt{2}}. \quad (3)$$

表 2 给出了 FeCo 薄膜的 (200) 面和 (110) 面的

实际晶面间距和理想值之间的比较.如表 2 所示,不同衬底上沉积的 FeCo 薄膜的织构不同,晶面间距的膨胀程度也不同.在 fcc 相的 $\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 衬底上沉积的 FeCo 薄膜的晶面间距膨胀较小,相对形变只有 1.4%,而在 bcc 相的 Fe 衬底层上沉积的 FeCo 薄膜的晶面间距膨胀较大,相对形变为 4.9%.这样,

FeCo 薄膜与衬底接触界面上由于晶格膨胀所产生的应力就不同.已经有文献报道^[13-16],由于晶格形变而产生的应力与 FeCo 薄膜的矫顽力和各向异性密切相关,它通过磁致伸缩效应诱导的磁弹性各向异性来影响 FeCo 薄膜的软磁性.

我们认为, FeCo 薄膜磁化强度矢量的垂直分量

表 2 典型样品的晶面间距及其相对形变

样品	主衍射峰($^{\circ}$)	$d/\text{\AA}$	$d_0/\text{\AA}$	$(d-d_0)/d_0$	$\theta(^{\circ})$
$\text{FeCo}(100\text{ nm})/\text{Co}_{93}\text{Fe}_7(3\text{ nm})$	65.20($\bar{2}00$)	1.431	1.429	1.4%	76.74
$\text{FeCo}(100\text{ nm})/\text{Fe}(1.5\text{ nm})$	44.60($\bar{1}10$)	2.031	2.021	4.9%	70.06

注: θ 为 CEMS 测得的 FeCo 薄膜磁矩方向与膜面法线方向的夹角.

的产生可能是由应力导致的界面各向异性影响的结果.铁磁性材料中的磁弹性各向异性性能密度可以表示为^[15,17]

$$E_{\sigma} = -(3/2)\sigma\lambda_s\cos^2\theta, \quad (4)$$

式中 σ 为应力, λ_s 为饱和磁致伸缩系数, θ 为应力矢量和磁化强度矢量之间的夹角.对于多晶态的铁磁材料(4)式应变形为

$$E_{\sigma} = -(3/2)\sigma\bar{\lambda}_0\cos^2\theta, \quad (5)$$

式中 σ 为应力, $\bar{\lambda}_0$ 为多晶体的磁致伸缩系数, θ 为应力矢量和磁化强度矢量之间的夹角.当多晶态的 FeCo 薄膜为(200)或(110)取向织构时,(200)面或(110)面平行于膜面.由表 2 可知,应力作用使(200)面或(110)面的晶面间距增大.如果晶胞的体积保持不变,则沿膜面方向的应力作用必然为压应力,即 $\sigma < 0$,又 $\bar{\lambda}_0 = 64 \times 10^{-6} > 0$ ^[17],所以只有当 $\theta = \pi/2$,即应力矢量与磁化强度矢量相垂直时,磁弹性各向异性性能密度 E_{σ} 的取值最小.根据能量最小原理,多晶态的 FeCo 薄膜中应力作用将使磁化强度矢量方向趋向膜面法线方向,从而导致磁化强度矢量的垂直分量的产生.

当 FeCo 薄膜为(200)取向织构时,晶面间距膨胀较小,这意味着薄膜与衬底接触界面上的应力作用比较小,由磁致伸缩效应诱导的磁弹性界面各向异性也就小,因而 FeCo 薄膜磁化强度矢量的垂直分量就小.与之相反,当 FeCo 薄膜为(110)取向织构时,晶面间距膨胀较大,意味着薄膜与衬底接触界面

上的应力作用较大,由磁致伸缩效应诱导的磁弹性界面各向异性也比较大,因而 FeCo 薄膜磁化强度矢量的垂直分量就大.由于磁化强度矢量的垂直分量的大小不同,从而导致(200)取向的 FeCo 薄膜的软磁性均优于(110)取向的 FeCo 薄膜.

5. 结 论

利用磁控溅射法,成功制备出了系列 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ (主层)衬底层($\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ 和 Fe)结构的双层薄膜.研究发现,在不同的衬底上沉积的 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的织构不同,并且随着织构由(110)取向转变为(200)取向, $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的软磁性得到了显著的改善.通过穆斯堡尔谱分析发现, $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的磁化强度矢量具有一定的垂直分量,并且当 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜为(110)取向时磁化强度矢量的垂直分量比(200)取向时要大.通过晶面间距实际值与理想值的比较发现,织构不同的 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的晶面间距的膨胀程度不同, $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜与衬底接触界面上由于晶格形变产生的应力也不同,因而磁致伸缩效应诱导的磁弹性界面各向异性就不同.正是由于磁弹性各向异性形成的界面各向异性的不同最终导致了 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜磁化强度矢量的垂直分量的大小不同和软磁性的差别.同时也揭示了不同的衬底材料对 $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ 薄膜的软磁性改善效果不同的原因.

- [1] Fu Y , Yang Z , Matsumoto M , Liu X X , Morisato A 2006 *Chin . Phys .* **15** 1351 .
- [2] Bozorth R M 1993 *Ferromagnetism* (New York : IEEE)
- [3] Ono H , Ishida M , Fujinaga M , Shishido H , Inabs H 1993 *J . Appl . Phys .* **74** 5124
- [4] Yun E J , Win W , Walser R M 1996 *IEEE Trans . Magn .* **32** 4535
- [5] Katada H , Shimatsu T , Watanabe I , Muraoka H , Nakamura Y 2002 *IEEE Trans . Magn .* **38** 2225
- [6] Jung H S , Doyle W D , Matsunuma S 2003 *J . Appl . Phys .* **93** 6462
- [7] Platt C L , Howard J K , Smith D J 2004 *J . Magn . Magn . Mater .* **269** 212
- [8] Fu Y , Cheng X F , Yang Z 2005 *Phys . Stat . Sol . (a)* **202** 1150
- [9] Inturi V R , Barnard J A . 1996 *J . Appl . Phys .* **79** 5904
- [10] Jiang H , Chen Y J , Chen L F , Huai Y M 2002 *J . Appl . Phys .* **91** 6821
- [11] Bland J A C , Hope S , Choi B , Bode P 1999 *J . Appl . Phys .* **85** 4613
- [12] Fu Y , Cheng X F , Yang Z 2006 *Phys . Stat . Sol . (a)* **203** 963
- [13] Vas 'ko V A , Rantschler J O , Kief M T 2004 *IEEE Trans . Magn .* **40** 2335
- [14] Shimatsu T , Katada H , Watanabe I , Muraoka H , Nakamura Y 2003 *IEEE Trans . Magn .* **39** 2365
- [15] Chu J P , Lo C T , Fang Y K , Han B S 2006 *Appl . Phys . Lett .* **88** 012510
- [16] Gupta R , Han K H , Lieb K P , Müller G A , Schaaf P , Zhang K 2005 *J . Appl . Phys .* **97** 073911
- [17] Zhong W D 1987 *Magnetism* (Beijing : Science Press) p36—43 (in Chinese) [钟文定 1987 铁磁学 (北京 : 科学出版社) 第 36—43 页]

Effect of interface on microstructure and soft magnetic properties of $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin films^{*}

Li Yan-Bo¹⁾ Liu Xi¹⁾ Li Zheng-Hua¹⁾ Fu Yu¹⁾ A. S. Kamzin²⁾ Wei Fu-Lin^{1)†} Yang Zheng¹⁾

¹ *Key Laboratory for Magnetism and Magnetic Materials of the Ministry of Education , Research Institute of Magnetic Materials , Lanzhou University , Lanzhou 730000 , China*

² *Ioffe Physico-Technical Institute of Russian Academy of Sciences , St . Petersburg 194021 , Russian Federation*

(Received 8 March 2009 ; revised manuscript received 14 April 2009)

Abstract

Bilayer films with $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ main layer/underlayer structure were successfully prepared by magnetron sputtering on different underlayers ($\text{Co}_{93}\text{Fe}_7$ and Fe). X-ray diffraction (XRD) analysis and magnetic measurements show that $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin films deposited on different underlayers have different textures. Moreover , the soft magnetic properties of $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin films with (200) texture are better than that of $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin films with (110) texture. Investigation of several typical samples by conversion electron Mössbauer spectrum (CEMS) reveals that the vector of magnetization of $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin films have a little deviation from the film plane , and the deviation from the film plane of $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin films with (110) texture are bigger than that of $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin films with (200) texture. Further study exhibits that this phenomenon is caused by the interface anisotropy induced by magnetoelastic anisotropy at the interface between $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin film and underlayer.

Keywords : $\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35}$ thin film , underlayer , interface anisotropy , soft magnetic properties

PACC : 7530G , 7550R , 7680 , 7550S

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 10874060).

[†] Corresponding author. E-mail : weifl@lzu.edu.cn