

具有条纹磁畴结构的NiFe薄膜的制备与磁各向异性研究

李金财 詹清峰 潘民杰 刘鲁萍 杨华礼 谢亚丽 谢淑红 李润伟

Preparation and magnetic anisotropy of NiFe film with stripe domains

Li Jin-Cai Zhan Qing-Feng Pan Min-Jie Liu Lu-Ping Yang Hua-Li Xie Ya-Li Xie Shu-Hong Li Run-Wei

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 65, 217501 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.217501

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.217501>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I21>

---

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

基于时域有限差分法的各向异性铁氧体圆柱电磁散射分析

Finite-difference time domain method for the analysis of radar scattering characteristic of metal target coated with anisotropic ferrite

物理学报.2014, 63(13): 137501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.137501>

CoFeB/AIO<sub>x</sub>/Ta 及 AIO<sub>x</sub>/CoFeB/Ta 结构中垂直易磁化效应的研究

The research of the perpendicular magnetic anisotropy in CoFeB/AIO<sub>x</sub>/Ta and AIO<sub>x</sub>/CoFeB/Ta structures

物理学报.2013, 62(13): 137501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.137501>

磁各向异性热电效应对自旋相关器件的影响

Influence of magnetic anisotropy thermoelectric effect on spin-dependent devices

物理学报.2012, 61(20): 207201 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.207201>

垂直场下磁性薄膜中的铁磁共振现象

Ferromagnetic resonance phenomenon of magnetic thin film under a perpendicular field

物理学报.2012, 61(16): 167501 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.167501>

# 具有条纹磁畴结构的NiFe薄膜的制备 与磁各向异性研究\*

李金财<sup>1)2)</sup> 詹清峰<sup>2)†</sup> 潘民杰<sup>2)</sup> 刘鲁萍<sup>2)</sup> 杨华礼<sup>2)</sup> 谢亚丽<sup>2)</sup>  
谢淑红<sup>1)‡</sup> 李润伟<sup>2)</sup>

1) (湘潭大学材料科学与工程学院, 低维材料及其应用技术教育部重点实验室, 薄膜材料及器件湖南省重点实验室, 湘潭 411105)

2) (中国科学院宁波材料技术与工程研究所, 中国科学院磁性材料与器件重点实验室, 浙江省磁性材料及其应用技术重点实验室, 宁波 315201)

(2016年7月19日收到; 2016年8月14日收到修改稿)

具有条纹磁畴结构的磁性薄膜表现出面内转动磁各向异性, 对于解决高频电子器件的方向性问题起着至关重要的作用. 本文采用射频磁控溅射的方法, 研究了NiFe薄膜的厚度、溅射功率密度、溅射气压等制备工艺参数对条纹磁畴结构、面内静态磁各向异性、面内转动磁各向异性、垂直磁各向异性的影响规律. 研究发现, 在功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$  与溅射气压  $2 \text{ mTorr}$  ( $1 \text{ Torr} = 1.33322 \times 10^2 \text{ Pa}$ ) 下生长的NiFe薄膜, 表现出条纹磁畴的临界厚度在  $250 \text{ nm}$  到  $300 \text{ nm}$  之间. 厚度为  $300 \text{ nm}$  的薄膜比  $250 \text{ nm}$  薄膜的垂直磁各向异性场增大近一倍, 从而磁矩偏离膜面形成条纹磁畴结构, 并表现出面内转动磁各向异性. 高溅射功率密度可以降低薄膜出现条纹磁畴的临界厚度. 在相同功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$  下生长  $300 \text{ nm}$  的NiFe薄膜, 随着溅射气压由  $2 \text{ mTorr}$  增大到  $9 \text{ mTorr}$ , NiFe薄膜的垂直磁各向异性场逐渐由  $1247.8 \text{ Oe}$  ( $1 \text{ Oe} = 79.5775 \text{ A/m}$ ) 增大到  $3248.0 \text{ Oe}$ , 面内转动磁各向异性场由  $72.5 \text{ Oe}$  增大到  $141.9 \text{ Oe}$ , 条纹磁畴周期从  $0.53 \mu\text{m}$  单调减小到  $0.24 \mu\text{m}$ . NiFe薄膜的断面结构表明柱状晶的形成是表现出条纹磁畴结构的本质原因, 高功率密度下低溅射气压有利于柱状晶结构的形成, 表现出规整的条纹磁畴结构, 高溅射气压会导致柱状晶纤细化, 面内转动磁各向异性与面外垂直磁各向异性增强, 条纹磁畴结构变得混乱.

**关键词:** 转动磁各向异性, 条纹磁畴, 铁磁共振

**PACS:** 75.30.Gw, 75.60.Ch, 76.50.+g

**DOI:** 10.7498/aps.65.217501

## 1 引言

磁各向异性是磁性薄膜最重要的基本特征之一, 它的强度决定了磁性薄膜的自然共振频率<sup>[1]</sup>. 当磁性薄膜应用在薄膜电感、微波滤波器等高频电子器件中, 器件的工作频段需要低于磁性薄膜的自然共振频率, 从而磁性薄膜可以表现出高磁导率, 高频电子器件的性能可以达到最优. 人们通常

采用倾斜生长、交换偏置、磁场退火等方法增强薄膜的面内磁各向异性<sup>[2-4]</sup>, 从而提高磁性薄膜的共振频率. 然而, 利用这些传统的磁各向异性调控方法产生的是一个方向确定的静态磁各向异性, 高频磁性器件表现出明显的方向性, 当微波磁场偏离磁各向异性的垂直方向, 高频器件则无法达到最佳性能<sup>[5-7]</sup>. 最近, 科研人员发现利用条纹磁畴结构的转动磁各向异性可以解决高频电子器件方向性的问题<sup>[8-10]</sup>. 当磁性薄膜超过一定的临界厚度, 由于

\* 国家自然科学基金(批准号: 11374312, 51525103, 51522105, 11372268)、国家重点研发项目(批准号: 2012CB933004, 2016YFA0201102)、中国科学院重点部署项目(批准号: KJZD-EWM05)、湖南省杰出青年基金(批准号: 13JJ1019)和宁波市科技创新团队(批准号: 2015B11001)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: zhanqf@nimte.ac.cn

‡ 通信作者. E-mail: shxie@xtu.edu.cn

柱状晶的形成,产生了一个垂直磁各向异性,它与退磁能以及交换作用能相互竞争形成了一种磁矩呈周期性地向上或向下偏离膜面的条纹磁畴结构,并表现出转动磁各向异性.通过施加一个足够大的面内磁场,条纹磁畴的方向也就是转动磁各向异性的方向可以被重新取向<sup>[11-15]</sup>.Chai等<sup>[16]</sup>利用条纹磁畴结构的转动磁各向异性以及掺杂铁氧体与铁磁磁矩之间的交换耦合作用,获得了在平面内任意方向上共振频率超过5 GHz的CoFe薄膜.

近年来,人们在NiFe, FeGa, CoFeTaB, FePt等薄膜中均观察到条纹磁畴结构<sup>[17-22]</sup>,并深入研究了薄膜制备工艺对条纹磁畴结构也就是转动磁各向异性出现的临界厚度的影响规律.例如,Zhou等<sup>[17]</sup>研究了在纳米多孔结构的氧化铝基底上生长NiFe薄膜比Si基底更易形成柱状晶结构,从而表现出条纹磁畴结构.Wang等<sup>[23]</sup>通过倾斜生长的方法制备NiFe薄膜,发现条纹磁畴的临界厚度随倾斜生长角的增加而显著降低.目前很多研究只是定性地说明了不同制备工艺会影响薄膜条纹磁畴的临界厚度、磁畴形态等性质,但缺乏对磁各向异性等决定薄膜应用性能的磁性参数的定量研究.NiFe合金具有优异的软磁性能,广泛应用于各种自旋电子学器件中,科研人员在NiFe薄膜中也最早发现了条纹磁畴结构<sup>[24]</sup>.本文选择NiFe合金薄膜,通过改变射频磁控溅射的工艺,研究了薄膜制备工艺参数对磁畴结构、面内磁各向异性、垂直磁各向异性的影响规律.研究表明高溅射功率密度与低溅射气压下生长的NiFe薄膜出现条纹磁畴的临界厚度在250 nm到300 nm之间.高溅射功率密度可以降低薄膜出现条纹磁畴的临界厚度.NiFe薄膜的断面结构表明柱状晶的形成是表现出条纹磁畴结构的本质原因,高功率密度下低溅射气压有利于柱状晶结构的形成,表现出规整的条纹磁畴结构,而高溅射气压会导致柱状晶纤细化,面内转动磁各向异性与面外垂直磁各向异性增强,条纹磁畴结构变得混乱.

## 2 实验方法

利用射频磁控溅射方法在Si基底上制备NiFe薄膜,系统本底真空优于 $7 \times 10^{-8}$  Torr (1 Torr =  $1.33322 \times 10^2$  Pa).生长时样品台保持自转,用于保证NiFe薄膜的厚度与成分的均匀性.溅射气体为

高纯氩气(纯度为99.99%),NiFe薄膜采用2英寸纯度为99.99%的Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>靶材制备,所有样品最后沉积一层3 nm厚的Ta作为保护层防止氧化.利用振动样品磁强计测试样品的磁滞回线,利用原子力显微镜(atomic force microscope, AFM)标定靶材溅射速率及样品表面形貌,利用磁力显微镜(magnetic force microscope, MFM)对样品的磁畴结构进行表征,利用扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)对样品的断面结构进行表征,利用铁磁共振(ferromagnetic resonance, FMR)测定薄膜不同方向的共振场.实验中NiFe薄膜厚度的变化范围为100—300 nm,溅射气压的变化范围为2—9 mTorr,射频溅射功率密度的变化范围为3.9—15.6 W/cm<sup>2</sup>.

## 3 实验结果与分析

为确定NiFe薄膜出现条纹磁畴结构的临界厚度,测试了不同厚度NiFe薄膜的磁滞回线与磁畴结构.利用15.6 W/cm<sup>2</sup>的溅射功率密度与2 mTorr的溅射气压生长NiFe薄膜,通过控制溅射时间获得厚度为100 nm到300 nm的NiFe薄膜.图1(a)是250 nm厚的NiFe薄膜的磁滞回线,当磁场沿着薄膜面内的易磁化方向( $\theta = 0^\circ$ )和难磁化方向( $\theta = 90^\circ$ )时,磁滞回线的剩磁比( $M_r/M_s$ )分别表现出极大值(0.80)和极小值(0.31),薄膜的矫顽场( $H_c$ )分别是0.9和1.2 Oe (1 Oe = 79.5775 A/m).磁滞回线的剩磁比随磁场方向表现出沿易磁化轴和难磁化轴的单轴对称性(图1(c)),表明250 nm的NiFe薄膜存在一个面内单轴磁各向异性,其来源可能是衬底的斜切与薄膜的内应力,相应的磁畴表征没有观察到明显的面外磁信号(见图1(a)内插图).当薄膜厚度小于250 nm时,NiFe薄膜表现出类似的面内单轴磁各向异性.然而,薄膜厚度增加到300 nm时,NiFe薄膜的磁滞回线明显不同于厚度小于250 nm样品的磁滞回线,在零场与饱和场区间表现出明显的线性区域,这是具有条纹磁畴结构的磁性薄膜的典型磁滞回线,在不同外磁场方向下磁滞回线均表现出相近的剩磁比( $M_r/M_s = 0.60$ )、矫顽场( $H_c = 26.5$  Oe)以及饱和场( $H_s = 104.8$  Oe)(图1(b)),相应的磁畴表征也确实观察到薄膜具有明暗相间的条纹磁畴结构,并且

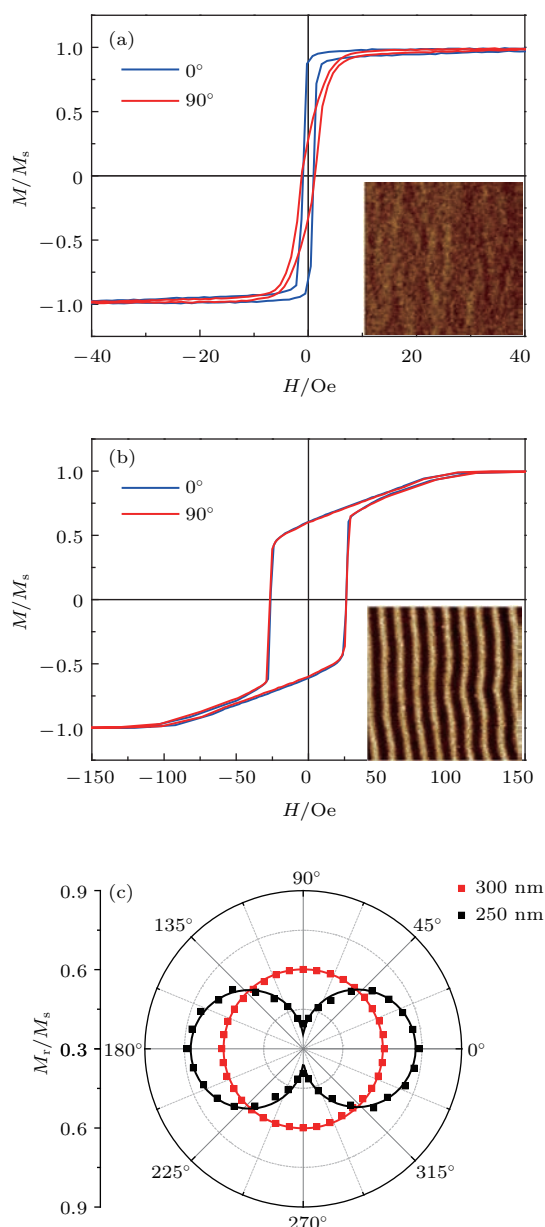


图1 (网刊彩色) 在溅射功率密度为  $15.6 \text{ W/cm}^2$  与溅射气压为  $2 \text{ mTorr}$  制备工艺下, 获得的 (a) 厚度为  $250 \text{ nm}$  NiFe 薄膜的磁滞回线, (b) 厚度为  $300 \text{ nm}$  NiFe 薄膜的磁滞回线, (c)  $250$  和  $300 \text{ nm}$  NiFe 薄膜的剩磁比  $M_r/M_s$  随外磁场方向  $\theta$  的变化; 插图为相应厚度薄膜的磁畴结构图 (扫描区域:  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ )

Fig. 1. (color online) Hysteresis loops for (a)  $250 \text{ nm}$  and (b)  $300 \text{ nm}$  NiFe films fabricated by using a sputtering power density of  $15.6 \text{ W/cm}^2$  and an Ar pressure of  $2 \text{ mTorr}$ ; (c) angular dependence of remanence ratio ( $M_r/M_s$ ) for both the  $250 \text{ nm}$  and  $300 \text{ nm}$  NiFe films. The insets in (a) and (b) show the  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  MFM images of the  $250 \text{ nm}$  and  $300 \text{ nm}$  NiFe films.

磁畴取向基本沿着面内  $0^\circ$  方向 (见图 1(b) 内插图), FMR 测试表明该方向正是静态磁各向异性方向. 不同厚度的 NiFe 薄膜的磁性与磁畴表征结果表明该制备工艺下 NiFe 薄膜出现条纹磁畴结构的

临界厚度在  $250\text{--}300 \text{ nm}$  之间.

磁性薄膜的制备中溅射功率密度与溅射气压是最主要的两个因素, 不仅影响薄膜的溅射速率, 同时也会影响薄膜的晶体结构. 为了更深入地研究薄膜制备工艺对 NiFe 薄膜的磁畴结构与磁各向异性的影响规律, 固定溅射气压为  $2 \text{ mTorr}$ , 在不同的溅射功率密度 ( $3.9\text{--}15.6 \text{ W/cm}^2$ ) 下制备了厚度为  $300 \text{ nm}$  的 NiFe 薄膜. AFM 测试表明随着溅射功率密度由  $3.9 \text{ W/cm}^2$  增大到  $15.6 \text{ W/cm}^2$ , NiFe 薄膜的生长速率逐渐从  $1.8 \text{ nm/min}$  增加到  $10.1 \text{ nm/min}$ . MFM 测试表明当溅射功率密度低于  $11.8 \text{ W/cm}^2$  时 NiFe 薄膜并没有明显的面外磁信号 (见图 2(a) 内插图), 而当溅射功率密度达到  $15.6 \text{ W/cm}^2$  时 NiFe 薄膜表现出具有条纹磁畴结构特征的磁滞回线 (图 2(a)), 表明磁性薄膜产生条纹磁畴结构的临界厚度随着溅射功率密度的增加而降低, 在低功率密度下 NiFe 条纹磁畴出现的临界厚度大于  $300 \text{ nm}$ , 而高功率密度情况下临界厚度则小于  $300 \text{ nm}$ . 这是由于溅射功率密度决定了沉积到衬底表面粒子的能量, 溅射功率越高, 沉积的粒子能量越高, 同时薄膜的生长速率也越快, 有利于形成致密的柱状晶结构, 增强垂直磁各向异性, 导致条纹磁畴结构的形成.

此外, 溅射气压也是制备工艺中的一个重要参数, 采用高功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$ , 通过改变溅射气压生长了厚度为  $300 \text{ nm}$  NiFe 薄膜. 图 2(b) 为样品的磁滞回线及相应的磁畴结构图. 所有样品均表现出条纹磁畴结构, 由于这类薄膜具有转动磁各向异性, 不同磁场方向下的磁滞回线基本相同. 随着溅射气压从  $2 \text{ mTorr}$  逐渐增大到  $9 \text{ mTorr}$ , 溅射速率由  $10.1 \text{ nm/min}$  ( $2 \text{ mTorr}$ ) 增加到一个极大值  $11.5 \text{ nm/min}$  ( $4 \text{ mTorr}$ ) 后逐渐减小到  $8.5 \text{ nm/min}$  ( $9 \text{ mTorr}$ ). 磁滞回线的剩磁比由  $0.60$  减小到  $0.43$ , 矫顽场由  $26.5 \text{ Oe}$  增加到  $69.2 \text{ Oe}$ , 饱和磁场由  $104.8 \text{ Oe}$  增加到  $755.8 \text{ Oe}$ , 表明薄膜的垂直磁各向异性逐渐增大. 相应的薄膜条纹磁畴也随着溅射气压的增大, 逐渐由规整变为混乱. 通过对磁畴结构图进行傅里叶变换, 可以得到条纹磁畴的周期  $T$ . 随着溅射气压的增大, 薄膜条纹磁畴的周期从  $0.53 \mu\text{m}$  减小到  $0.24 \mu\text{m}$ . 研究表明磁性薄膜产生的条纹磁畴结构与溅射气压密切相关, 低溅射气压更有利于磁性薄膜表现出规整的条纹磁畴结构.

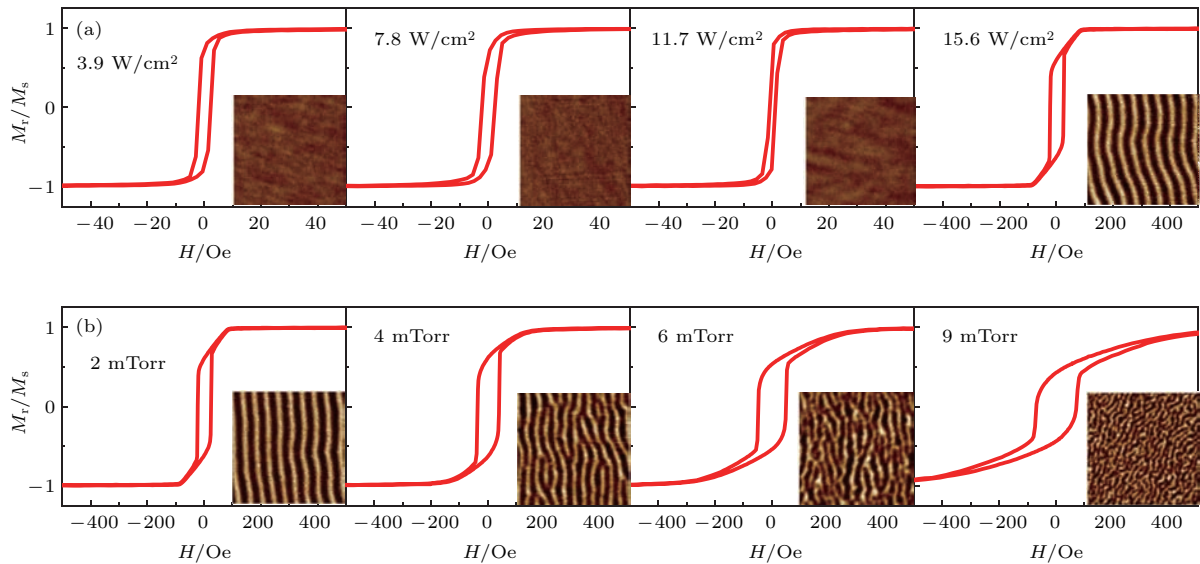


图2 (网刊彩色) (a) 固定溅射气压为 2 mTorr, 在不同溅射功率密度下, 生长的 300 nm NiFe 薄膜的磁滞回线及磁畴结构图 (扫描区域:  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ ); (b) 固定溅射功率密度为  $15.6 \text{ W/cm}^2$ , 在不同溅射气压下, 生长的 300 nm NiFe 薄膜的磁滞回线及磁畴结构图 (扫描区域:  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ )

Fig. 2. (color online) Hysteresis loops and magnetic domains for 300 nm NiFe films fabricated (a) by using a fixed Ar pressure of 2 mTorr and different power densities and (b) by using a power density of  $15.6 \text{ W/cm}^2$  and different Ar pressures. The insets in (a) and (b) show the corresponding  $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$  MFM images.

条纹磁畴结构通常认为是由于磁性薄膜的垂直磁各向异性、退磁能、交换作用能相互竞争所形成的, 在薄膜平面内具有转动磁各向异性. 为了定量地获得 NiFe 薄膜的面内静态磁各向异性、面内转动磁各向异性以及垂直磁各向异性的强度, 测试了不同厚度 NiFe 薄膜在不同面内与面外磁场方向下的 FMR 谱<sup>[25]</sup>. 图 3(a) 是不同面内磁场方向下 FMR 测试的示意图, 其中  $H$  与  $H_p$  分别为外磁场方向、微波磁场方向,  $\theta$  是外磁场与面内静态磁各向异性易磁化方向的夹角,  $\theta$  的变化范围为  $0^\circ$ — $180^\circ$ . 图 3(b) 为溅射功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$  与溅射气压 2 mTorr 下制备的 250 nm NiFe 薄膜 (面内磁畴结构, 见图 1(a)) 在不同磁场方向下的 FMR 谱, 当外磁场沿着薄膜易磁化方向 ( $\theta = 0^\circ$ ) 时, 共振场最小 ( $H_r = 848.5 \text{ Oe}$ ), 而外磁场沿着薄膜难磁化方向 ( $\theta = 90^\circ$ ) 时, 共振场最大 ( $H_r = 854.4 \text{ Oe}$ ), 共振场随着面内磁场方向的改变表现出单轴对称性 (图 3(c)). 对于相同制备工艺下生长的 300 nm NiFe 薄膜 (条纹磁畴结构, 见图 1(b)), 其共振场随面内磁场方向也存在一个单轴对称性, 表明 300 nm 条纹畴结构的薄膜表现出静态单轴磁各向异性与转动磁各向异性共存 (图 3(d)). 由于 FMR 场  $H_r$ 、薄膜的静态磁各向异性场  $H_k$ 、转动磁各向异性场

$H_{\text{rot}}$  与微波频率  $\omega$  存在如下关系<sup>[26]</sup>:

$$(\omega/\gamma)^2 = M_s(H_r + H_{\text{rot}} + H_k \cos 2\theta), \quad (1)$$

其中,  $\gamma$  为旋磁比,  $M_s$  为饱和磁化强度. 利用 (1) 式对不同磁场方向的共振场进行拟合, 可以得到薄膜面内的转动磁各向异性场与静态单轴磁各向异性场. 通过拟合, 发现 250 nm 的 NiFe 薄膜只表现出一个较弱的面内单轴磁各向异性 ( $H_k = 5.5 \text{ Oe}$ ), 不存在面内转动磁各向异性. 300 nm 的 NiFe 薄膜则表现出明显的面内转动磁各向异性 ( $H_{\text{rot}} = 72.5 \text{ Oe}$ ), 以及一个沿着  $0^\circ$  方向的较弱的面内单轴磁各向异性 ( $H_k = 5.0 \text{ Oe}$ ). 较厚的 NiFe 薄膜表现出较强的面内转动磁各向异性, 是具有条纹磁畴结构的磁性薄膜的重要性质之一. 不同厚度 NiFe 薄膜的弱面内单轴磁各向异性可能来源于不可避免的 Si 衬底斜切以及薄膜的内应力<sup>[27]</sup>. 此前, Chen 和 Erskine<sup>[28]</sup> 在  $4^\circ$  斜切的 W(001) 衬底上外延生长的 Fe 薄膜, 表现出一个易磁化方向沿着斜切方向的面内单轴磁各向异性. 本实验使用的 Si 衬底尽管不是有意的斜切衬底, 但还是存在一定的切割误差 ( $\pm 0.5^\circ$ ), 这个误差可能导致一个弱的表面磁各向异性. 另外, 在生长过程中, 磁控溅射的辉光会导致衬底温度升高, 由于磁性薄膜与 Si 衬底的热膨胀系数存在差异, 样品冷

却后, 薄膜内部会产生应力, 由于逆磁致伸缩效应, 从而产生一个弱的应力磁各向异性. 此外, 对于固定溅射功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$ , 在不同溅射气压生长的  $300 \text{ nm}$  NiFe 薄膜也进行 FMR 测试, 得到转动磁各向异性场  $H_{\text{rot}}$  分别为  $98.2 \text{ Oe}$  ( $6 \text{ mTorr}$ ) 与  $141.9 \text{ Oe}$  ( $9 \text{ mTorr}$ ). 随着溅射气压的升高, 薄膜的条纹磁畴结构逐渐由规整变为混乱, 面内转动磁各向异性逐渐增大, 表明薄膜的转动磁各向异性强度与条纹磁畴的规整程度没有直接的关联.

图 4(a) 插图是不同面外磁场方向下 FMR 测试的示意图, 其中  $\theta_H, \theta_M$  分别为外磁场  $H$ 、磁矩  $M$  与膜面法线方向的夹角, 外磁场从薄膜法线方向  $z$  轴沿  $yo$  平面逐渐转至薄膜面内易磁化方向  $y$  轴. 图 4(a) 是溅射功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$ 、溅射气压  $2 \text{ mTorr}$  条件下制备的  $250 \text{ nm}$  NiFe 薄膜的面外 FMR 谱. 当外磁场沿薄膜法线方向时共振场最大

( $H_r = 11990 \text{ Oe}$ ), 外磁场沿着薄膜面内易磁化方向时共振场最小 ( $H_r = 953.1 \text{ Oe}$ ). 这主要是由于薄膜退磁场的作用, 使磁矩倾向于薄膜面内排列, 当外磁场沿着薄膜法线方向磁矩产生共振, 需要克服较大的退磁场. 利用 FMR 色散关系 (2) 式结合磁矩平衡条件 (3) 式拟合薄膜面外共振场随外磁场角度的变化关系 (图 4(b)), 可以得到薄膜的垂直磁各向异性场  $H_{\perp}$  [11].

$$\begin{aligned}
 (\omega/\gamma)^2 &= [H \cos(\theta_M - \theta_H) - (4\pi M_s - H_{\perp}) \cos 2\theta_M \\
 &\quad - H_k \cos 2\theta_M][H \cos(\theta_M - \theta_H) \\
 &\quad - (4\pi M_s - H_{\perp}) \cos^2 \theta_M \\
 &\quad - H_k (\cos^2 \theta_M - 1)], \tag{2} \\
 H \sin(\theta_M - \theta_H) - (4\pi M_s - H_{\perp}) \\
 &\quad \times \sin \theta_M \cos \theta_M = 0. \tag{3}
 \end{aligned}$$

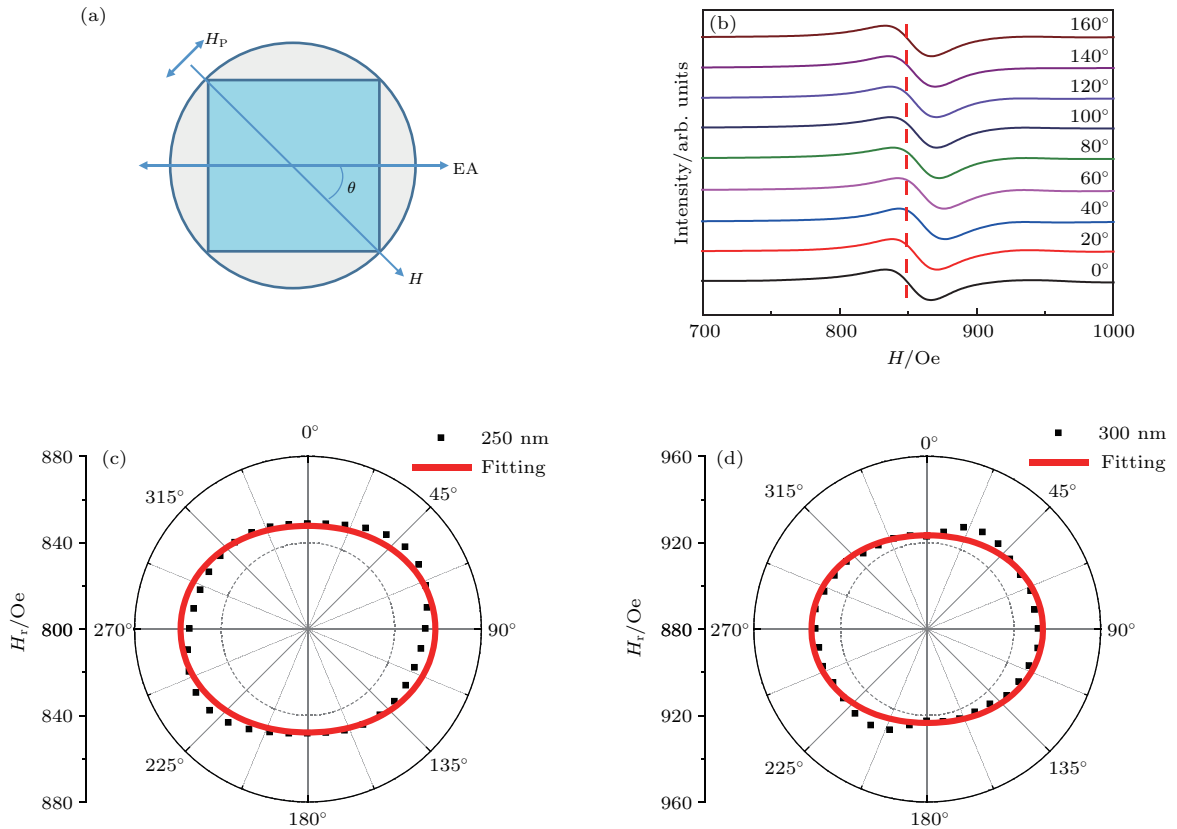


图 3 (网刊彩色) (a) 不同面内磁场方向下 FMR 测量的示意图, 其中  $\theta$  是外磁场在面内与易磁化方向的夹角; (b) 不同磁场方向下,  $250 \text{ nm}$  NiFe 薄膜 (制备工艺:  $15.6 \text{ W/cm}^2$ ,  $2 \text{ mTorr}$ ) 的 FMR 谱; (c) 与 (d) 分别为  $250$  与  $300 \text{ nm}$  NiFe 薄膜 (制备工艺:  $15.6 \text{ W/cm}^2$ ,  $2 \text{ mTorr}$ ) 在不同面内磁场方向下的 FMR 场及其拟合曲线  
 Fig. 3. (color online) (a) Geometry of FMR measurement ( $\theta$  is the angle between the in-plane magnetic field and the in-plane magnetic easy axis); (b) FMR spectra measured at different field orientations  $\theta$  for  $250 \text{ nm}$  NiFe films fabricated at power density of  $15.6 \text{ W/cm}^2$  and Ar pressure of  $2 \text{ mTorr}$ ; angular dependence of the resonance field and the corresponding fitting lines for (c)  $250 \text{ nm}$  and (d)  $300 \text{ nm}$  NiFe films fabricated at  $15.6 \text{ W/cm}^2$  and  $2 \text{ mTorr}$ .

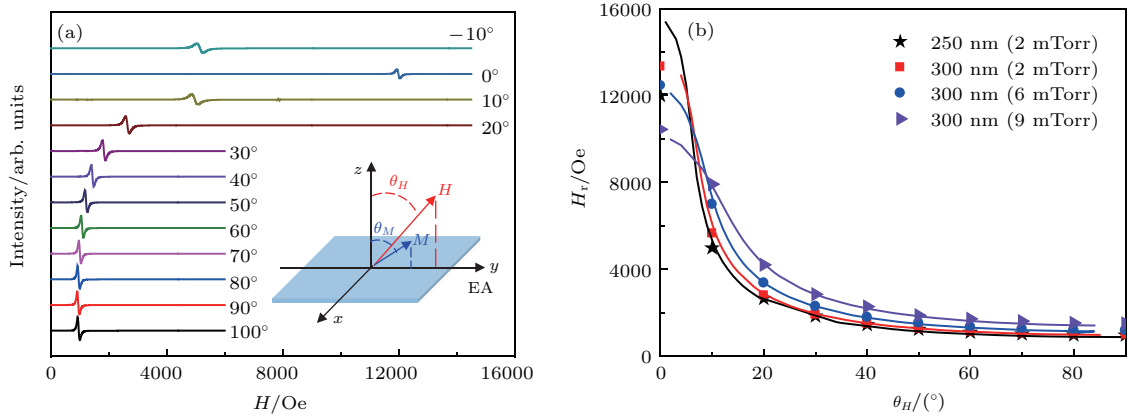


图4 (网刊彩色) (a) 功率密度为  $15.6 \text{ W/cm}^2$ 、溅射气压为  $2 \text{ mTorr}$  下, 生长的  $250 \text{ nm}$  NiFe 薄膜的面外磁场 FMR 谱; 插图 为不同面外磁场方向铁磁共振测试的示意图, 其中  $\theta_H, \theta_M$  分别为外磁场  $H$ 、磁矩  $M$  与膜面法线方向的夹角; (b) 功率密度为  $15.6 \text{ W/cm}^2$ 、不同溅射气压下获得的 NiFe 薄膜的共振场与面外磁场方向  $\theta_H$  之间的关系, 实线为利用理论 (2) 和 (3) 式拟合得到的 曲线

Fig. 4. (color online) (a) FMR spectra measured with different orientations of out-of-plane magnetic field for  $250 \text{ nm}$  NiFe film fabricated at power density of  $15.6 \text{ W/cm}^2$  and Ar pressure of  $2 \text{ mTorr}$ . The inset of (a) is the geometry of FMR measurement with different out-of-plane field orientation, where  $\theta_H$  and  $\theta_M$  are the directions of the applied magnetic field and the magnetic moment with respect to the normal of NiFe films, respectively. (b) The out-of-plane field orientation dependence of resonance field for NiFe films fabricated at  $15.6 \text{ W/cm}^2$  and different Ar pressures. The dots represent the experimental resonance fields. The solid lines are the fitting results obtained by using Eqs. (2) and (3).

拟合表明, 相同功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$  下生长的  $250 \text{ nm}$  ( $2 \text{ mTorr}$ ),  $300 \text{ nm}$  ( $2 \text{ mTorr}$ ),  $300 \text{ nm}$  ( $6 \text{ mTorr}$ ),  $300 \text{ nm}$  ( $9 \text{ mTorr}$ ) NiFe 薄膜的垂直磁各向异性场  $H_{\perp}$  分别为  $594.2, 1247.8, 2143.1, 3248.0 \text{ Oe}$ . 通过对比可以发现, 在相同功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$  与溅射气压  $2 \text{ mTorr}$  下, 薄膜厚度由  $250 \text{ nm}$  增加到  $300 \text{ nm}$ , 垂直各向异性场增加了近一倍, 从而磁矩偏离膜面形成上下交替的条纹磁畴结构. 在相同功率密度  $15.6 \text{ W/cm}^2$  下, 不同溅射气压生长厚度为  $300 \text{ nm}$  的薄膜, 随着溅射气压的升高, 薄膜的垂直磁各向异性场逐渐增大, 薄膜的条纹磁畴结构的周期逐渐减小.

为了探究不同制备工艺引起条纹磁畴与磁各向异性变化的本质原因, 对上述不同溅射气压下生长的 NiFe 薄膜断面进行了 SEM 表征. 图 5 (a)—(c) 为功率密度为  $15.6 \text{ W/cm}^2$ , 不同溅射气压下获得的  $300 \text{ nm}$  NiFe 薄膜的断面结构图. 实验表明,  $2 \text{ mTorr}$  溅射气压下获得的 NiFe 薄膜具有明显的柱状晶结构, 表明条纹磁畴结构产生的本质原因是由于柱状晶产生的垂直膜面的形状磁各向异性. 随着溅射气压的增大, NiFe 薄膜的柱状晶逐渐呈现细纤维状. 这是由于溅射功率密度会直接影响入射到衬底表面粒子的能量, 溅射气压可以通过影响粒子与  $\text{Ar}^+$  碰撞的概率从而影响到达衬底表面粒子的能量. 高溅射功率密度与低溅射气压会导致粒子到

达衬底表面的能量高, 原子的表面扩散能力强, 从而容易形成致密平整的柱状晶结构薄膜, 表现出的条纹磁畴比较规整. 而高溅射气压导致入射到衬底表面粒子的能量降低, 原子的表面扩散能力较低, 沉积的薄膜柱状晶结构呈现细纤维状. 由于柱状晶的长宽比增大导致薄膜的垂直各向异性增加, 条纹磁畴的周期减小, 同时柱状晶结构的边界组织疏松, 条纹磁畴逐渐由规整变为混乱.

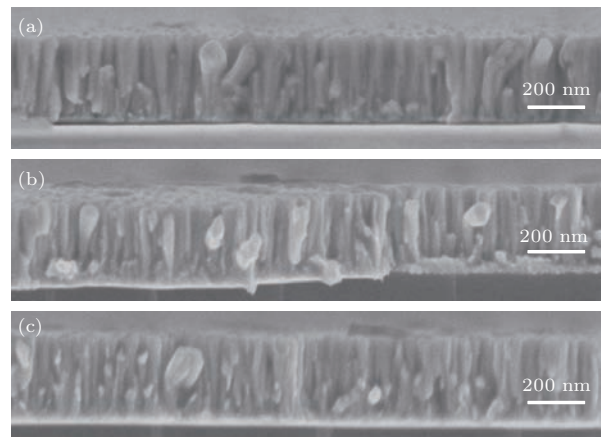


图5 功率密度为  $15.6 \text{ W/cm}^2$ , 溅射气压分别为 (a)  $2 \text{ mTorr}$ , (b)  $6 \text{ mTorr}$ , (c)  $9 \text{ mTorr}$  时获得的  $300 \text{ nm}$  NiFe 薄膜的断面结构图

Fig. 5. Cross-sectional SEM images for  $300 \text{ nm}$  NiFe films fabricated at power density of  $15.6 \text{ W/cm}^2$  and Ar pressures of (a)  $2 \text{ mTorr}$ , (b)  $6 \text{ mTorr}$ , and (c)  $9 \text{ mTorr}$ .

## 4 结 论

本文系统研究了薄膜厚度、溅射功率密度、溅射气压等制备工艺参数对NiFe薄膜的磁畴结构与磁各向异性的影响规律. 研究发现, 高溅射功率密度与低溅射气压下生长的NiFe薄膜出现条纹磁畴的临界厚度在250 nm到300 nm之间. 高溅射功率密度可以降低薄膜出现条纹磁畴的临界厚度. 相同功率密度15.6 W/cm<sup>2</sup>下生长的300 nm NiFe薄膜, 随着溅射气压由2 mTorr升高到9 mTorr, 薄膜的垂直磁各向异性场逐渐由1247.8 Oe增大到3248.0 Oe, 面内转动磁各向异性场由72.5 Oe增大到141.9 Oe, 条纹磁畴的周期从0.53 μm减小到0.24 μm. NiFe薄膜的薄膜断面结构分析表明薄膜的柱状晶结构是产生垂直磁各向异性, 表现出条纹磁畴结构的本质原因, 高功率密度下低溅射气压有利于柱状晶结构的形成, 从而表现出规整的条纹磁畴结构, 而高溅射气压会导致柱状晶纤细化, 面内转动磁各向异性与面外垂直磁各向异性增强, 条纹磁畴结构变得混乱.

## 参考文献

- [1] Yu Y, Zhan Q F, Wei J W, Wang J B, Dai G H, Zuo Z H, Zhang X S, Liu Y W, Yang H L, Zhang Y, Xie S H, Wang B M, Li R W 2015 *Appl. Phys. Lett.* **106** 162405
- [2] Li C Y, Chai G Z, Yang C C, Wang W F, Xue D S 2015 *Sci. Rep.* **5** 17023
- [3] Nogués J, Schuller I K 1999 *J. Magn. Magn. Mater.* **192** 203
- [4] Yoo J H, Restorff J B, Wun F M, Flatau A B 2008 *J. Appl. Phys.* **103** 07B325
- [5] Acher O, Dubourg S 2008 *Phys. Rev. B* **77** 104440
- [6] Perrin G, Acher O, Peuzin J C, Vukadinovic N 1996 *J. Magn. Magn. Mater.* **157–158** 289
- [7] Iakubov I T, Lagarkov A N, Maklakov S A, Osipov A V, Rozanov K N, Ryzhikov I A, Starostenko S N 2006 *J. Magn. Magn. Mater.* **300** e74
- [8] Wei J W, Zhu Z T, Feng H M, Du J L, Liu Q F, Wang J B 2015 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **48** 465001
- [9] Chai G Z, Phuoc N N, Ong C K 2012 *Sci. Rep.* **2** 832
- [10] Zhang Z D 2015 *Acta Phys. Sin.* **64** 067503 (in Chinese) [张志东 2015 物理学报 **64** 067503]
- [11] Wang G X, Dong C H, Yan Z J, Wang T, Chai G Z, Jiang C J, Xue D S 2013 *J. Alloys Compd.* **573** 118
- [12] Zhou C, Wang F L, Wei W W, Wang G X, Jiang C J, Xue D S 2013 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **46** 425002
- [13] Soh W T, Phuoc N N, Tan C Y, Ong C K 2013 *J. Appl. Phys.* **114** 053908
- [14] Singh G, Rout P K, Porwal R, Budhani R C 2012 *Appl. Phys. Lett.* **101** 022411
- [15] Chikazumi S 1997 *Physics of Ferromagnetism* (Vol. 6) (Oxford: Oxford University Press) p451
- [16] Chai G Z, Phuoc N N, Ong C K 2013 *Appl. Phys. Lett.* **103** 042412
- [17] Zhou C, Wei W W, Jiang C J 2015 *Appl. Phys. A* **121** 39
- [18] Barturen M, Salles B R, Schio P, Milano J, Butera A, Bustingorry S, Ramos C, Oliveira A J A, Eddrief M, Lacaze E, Gendron F, Etgens V H, Marangolo M 2012 *Appl. Phys. Lett.* **101** 092404
- [19] Fin S, Tomasello R, Bisero D, Marangolo M, Sacchi M, Popescu H, Eddrief M, Hepburn C, Finocchio G, Carpentieri M, Rettori A, Pini M G, Tacchi S 2015 *Phys. Rev. B* **92** 224411
- [20] Sharma P, Kimura H, Inoue A, Arenholz E, Guo J H 2006 *Phys. Rev. B* **73** 052401
- [21] Álvarez N R, Montalbetti M E V, Gómez J E, Moya R A E, Vicente Á M A, Goovaerts E, Butera A 2015 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **48** 405003
- [22] Yu J, Chang C H, Karns D, Ju G P, Kubota Y, Eppler W, Brucker C, Weller D 2002 *J. Appl. Phys.* **91** 8357
- [23] Wang G X, Dong C H, Wang W X, Wang Z L, Chai G Z, Jiang C J, Xue D S 2012 *J. Appl. Phys.* **112** 093907
- [24] Saito N, Fujiwara H, Sugita Y 1964 *J. Phys. Soc. Jpn.* **19** 421
- [25] Gu W J, Pan J, Du W, Hu J G 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 057601 (in Chinese) [顾文娟, 潘靖, 杜薇, 胡经国 2011 物理学报 **60** 057601]
- [26] Zhou C, Jiang C J, Zhao Z 2015 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **48** 265001
- [27] Zhan Q F, Vandezande S, Temst K, Haesendonck C V 2009 *New J. Phys.* **11** 063003
- [28] Chen J, Erskine J L 1992 *Phys. Rev. Lett.* **68** 1212



# Preparation and magnetic anisotropy of NiFe film with stripe domains\*

Li Jin-Cai<sup>1)2)</sup> Zhan Qing-Feng<sup>2)†</sup> Pan Min-Jie<sup>2)</sup> Liu Lu-Ping<sup>2)</sup> Yang Hua-Li<sup>2)</sup>  
Xie Ya-Li<sup>2)</sup> Xie Shu-Hong<sup>1)‡</sup> Li Run-Wei<sup>2)</sup>

1) (Key Laboratory of Low Dimensional Materials and Application Technology of Ministry of Education, Hunan Provincial Key Laboratory of Thin Film Materials and Devices, School of Materials Science and Engineering, Xiangtan University, Xiangtan 411105, China)

2) (Key Laboratory of Magnetic Materials and Devices, Zhejiang Province Key Laboratory of Magnetic Materials and Application Technology, Ningbo Institute of Materials Technology and Engineering, Chinese Academy of Sciences, Ningbo 315201, China)

( Received 19 July 2016; revised manuscript received 14 August 2016 )

## Abstract

Magnetic anisotropy is one of the most important fundamental properties of magnetic film. For the high-frequency applications, the magnetic anisotropy determines the ferromagnetic resonance frequency of magnetic film. Due to the directionality of conventional static magnetic anisotropy in magnetic film, the high-frequency device usually exhibits a remarkable angular dependent behavior. Only when the microwave magnetic field is perpendicular to the magnetic anisotropy, can the device work at the best performance. The magnetic film with a thickness beyond a critical value displays a stripe domain structure as well as an in-plane rotatable magnetic anisotropy, which can be an important strategy to solve the problem of magnetic field orientation dependent performance in high-frequency device. Thus, the fabrication, the magnetic anisotropy, the magnetic domain and the high-frequency behavior for magnetic film with stripe domain structure have received extensive attention. Previously, a lot of studies have qualitatively indicated that the different fabrication processes could change the critical thickness values of displaying stripe domains, the magnetic domains, and the magnetic anisotropies in many magnetic films. However, the quantitative investigation, especially regarding the magnetic anisotropy which determines the high-frequency behaviors of magnetic films, is less. NiFe alloys display excellent soft magnetic properties, which have been extensively applied to various spintronic devices. In addition, the stripe magnetic domain is discovered for the first time in NiFe film. In this work, we fabricate NiFe magnetic thin films by using radio frequency magnetron sputtering technique at room temperature and quantitatively study the effects of film thickness, sputtering power density and Ar pressure on the magnetic domain structure, in-plane static magnetic anisotropy, in-plane rotatable magnetic anisotropy and out-of-plane magnetic anisotropy. For NiFe films fabricated at a power density of  $15.6 \text{ W/cm}^2$  and an Ar pressure of 2 mTorr ( $1 \text{ Torr} = 1.33322 \times 10^2 \text{ Pa}$ ), the critical thickness values for the appearance of stripe domain structures in NiFe films are between 250 and 300 nm. The out-of-plane magnetic anisotropy field of 300 nm NiFe film is nearly twice as that of 250 nm NiFe film, which gives rise to the occurrence of stripe domain structure as well as the in-plane rotatable magnetic anisotropy. The high sputtering power density could

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 11374312, 51525103, 51522105, 11372268), the National Key Technologies R & D Program of China (Grant Nos. 2012CB933004, 2016YFA0201102), the Key Research Program of the Chinese Academy of Sciences (Grant No. KJZD-EWM05), the Science Fund for Distinguished Young Scholars of Hunan Province, China (Grant No. 13JJ1019), and the Ningbo Science and Technology Innovation Team, China (Grant No. 2015B11001).

† Corresponding author. E-mail: zhanqf@nimte.ac.cn

‡ Corresponding author. E-mail: shxie@xtu.edu.cn

reduce the critical thickness for the occurrence of stripe domains. For 300 nm NiFe film fabricated at a power density of  $15.6 \text{ W/cm}^2$ , with Ar pressure increasing from 2 to 9 mTorr, the out-of-plane magnetic anisotropy field increases from 1247.8 to 3248.0 Oe ( $1 \text{ Oe} = 79.5775 \text{ A/m}$ ) and the in-plane rotatable magnetic anisotropy field increases from 72.5 to 141.9 Oe. Meanwhile, the stripe magnetic domain structure changes from well aligned to disordered state, and the corresponding wavelength of stripe domain is reduced from 0.53 to 0.24  $\mu\text{m}$ . The cross-sectional characterizations of NiFe film indicate that the formation of columnar structure produces an out-of-plane magnetic anisotropy, giving rise to the appearance of stripe magnetic domain structures. The low Ar pressure is in favor of the formation of columnar structure in magnetic film under the high sputtering power density, which gives rise to the appearance of well aligned stripe magnetic domains. However, the high Ar pressure leads to a fibrous columnar structure, which enhances the out-of-plane magnetic anisotropy and reduces the critical thickness for the occurrence of stripe domains. Our investigation provides an important reference to fabricating magnetic films and controlling their static and rotatable magnetic anisotropies for the application in high-frequency devices.

**Keywords:** rotatable magnetic anisotropy, stripe domains, ferromagnetic resonance

**PACS:** 75.30.Gw, 75.60.Ch, 76.50.+g

**DOI:** [10.7498/aps.65.217501](https://doi.org/10.7498/aps.65.217501)