

# $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$ 作为种子层对 NiFe/PtMn 双层膜交换偏置的影响<sup>\*</sup>

李 岩 陈庆永 姜宏伟<sup>†</sup>

(首都师范大学物理系, 北京 100037)

(2005 年 10 月 22 日收到, 2005 年 12 月 26 日收到修改稿)

将 NiFe/PtMn 双层膜生长在  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  种子层材料上, 通过改变种子层中 Cr 的原子含量, 系统的研究了 NiFe/PtMn 双层膜中 PtMn 晶粒尺寸和织构对交换偏置的影响. 对退火 270°C, 5h 后的 NiFe/PtMn 双层膜磁性的研究表明, PtMn 织构强弱对交换偏置场的影响不明显, 而 PtMn 的晶粒尺寸是影响交换偏置场的主要因素, PtMn 颗粒的相干长度在 11.3nm 左右时得到了较大的交换偏置场.

关键词: NiFe/PtMn 双层膜, 交换偏置场

PACC: 7550

## 1. 引 言

交换偏置是在铁磁 (FM) 和反铁磁 (AFM) 之间产生的交换各向异性现象<sup>[1,2]</sup>. 与一般的巨磁电阻 (GMR) 多层膜相比, 基于交换偏置现象的自旋阀可以在很低的磁场下观察到 GMR<sup>[3]</sup>, 这使得人们对交换偏置现象进行了大量的研究<sup>[4-6]</sup>, 但它的物理机理仍然不太明确. 常用的 AFM 材料分为两类: 一类是金属氧化物, 如 NiO, CoO 等, 另一类是 Mn 的合金, FeMn, IrMn, NiMn, PtMn 等. 目前人们正利用多种手段研究各种不同的 FM/AFM 体系, 以便阐明其物理机理并找到更适合实际应用的材料.

PtMn 具有很大的交换偏置作用、优良的抗腐蚀能力<sup>[7]</sup>以及比较好的热稳定性<sup>[8]</sup>, 因此它有可能成为理想的 AFM 层材料. 但是与 FeMn, IrMn 不同, 制备态的 PtMn 是面心立方的顺磁性  $\gamma$  相, 需要通过相当长时间和比较高的温度退火后, 才能转变成成为具有反铁磁性质的面心四方的  $\theta$  相<sup>[9]</sup>, 而且要较厚的 PtMn 层才能对铁磁层产生交换偏置作用<sup>[10]</sup>. 已有的 FM/PtMn 双层膜的研究结果表明, 当 Mn 的含量  $x = 0.5$  时, 交换偏置场达到最大<sup>[11]</sup>, 而且 FM/PtMn 双层

膜的退火工艺对交换偏置场也会产生影响<sup>[12,13]</sup>.

通常人们采用 Ta 作为种子层以使 FM/PtMn 双层膜获得较强的 (111) 织构, 从而得到较大的交换偏置场<sup>[10-13]</sup>. 但 Lee 等报道, 以 NiFeCr 为种子层的 NiFe 薄膜可以获得比同样厚度的用 Ta 作种子层的 NiFe 薄膜高 40% 的各向异性磁电阻效应, 而且可以获得较强的 NiFe (111) 织构<sup>[14,15]</sup>.

本文将以  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  作为种子层, 通过调整种子层中 Cr 的原子百分比来控制 NiFe/PtMn 双层膜织构和晶粒的尺寸, 从而使退火后的 PtMn 的  $\theta$  相的 (111) 织构的强弱和晶粒的尺寸大小产生差异, 以探究反铁磁织构和晶粒大小对交换偏置场产生的影响.

## 2. 实验方法

采用磁控溅射的方法, 用  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  合金靶制备  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (以后用 NiFe 表示) 薄膜; 在 Mn 靶表面对称放置形状规则的 Pt 片制备  $\text{Pt}_{49.3}\text{Mn}_{51.2}$  (以后用 PtMn 表示).  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  薄膜中 Cr 原子百分比含量从 33.5% 变化至 75.4%; 取厚度为 300nm 的  $\text{Pt}_{100-x}\text{Mn}_x$  和  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  的单层膜, 由 TJA 公

<sup>\*</sup> 北京市科委及北京市教委科技发展基金资助的课题.

<sup>†</sup> E-mail: jhw-phy@mail.cnu.edu.cn

司的电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)确定  $Pt_{100-x}Mn_x$  和  $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$  的化学成分.

系统的本底真空优于  $5 \times 10^{-5}$  Pa;工作气体为高纯氩气;工作气压为  $5 \times 10^{-1}$  Pa;基片采用水冷;在制备过程中沿平行基片的表面方向加一大约 20kA/m 的磁场;各种材料的溅射速率均为 0.1nm/s 左右;样品在真空环境下 ( $10^{-4}$  Pa),270℃ 下退火 5h,退火时在平行与原来样品的易轴方向加约 80kA/m 的磁场.

用 VSM 测量  $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x/NiFe/PtMn(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$  多层膜样品的磁滞回线以确定  $H_{ex}$ ;用 X 射线衍射(XRD)来确定反铁磁层结构的信息;用原子力显微镜测量 NiFe/PtMn 界面粗糙度和面内晶粒尺寸.

### 3. 实验结果与讨论

为了研究 Cr 的成分对 NiFe/PtMn 双层膜钉扎场  $H_{ex}$  的影响,我们制备了以下一组样品:

glass/ $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$ (dnm)/NiFe(15nm)/PtMn(20nm)/ $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$ (dnm) 其中  $d = 5nm, 6nm$ ;  $x = 33.4\%, 41.2\%, 46.5\%, 49.7\%, 58.3\%, 64.2\%, 71.3\%, 75.4\%$  为 Cr 原子的百分比,用 VSM 分别测量样品的磁滞回线确定  $H_{ex}$ .

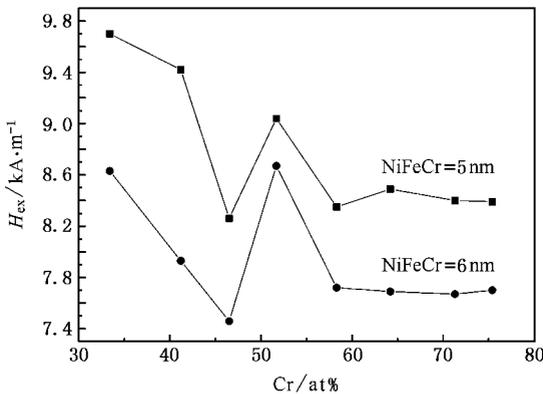


图 1 NiFe/PtMn 双层膜交换偏置场  $H_{ex}$  随着种子层中 Cr 的原子百分比的变化关系

图 1 为 NiFe/PtMn 双层膜交换偏置场随种子层 Cr 的原子百分比的变化曲线.由图可以看出交换偏置场不是随着 Cr 的成分单调变化,当 Cr 的原子百分比为 33.4% 时,NiFe/PtMn 双层膜的交换偏置场有很大的数值.随着 Cr 的百分含量的增加,交换偏置

场迅速下降,在 Cr 原子百分比为 46.5% 时达到最小.随着 Cr 含量的继续增加,交换偏置场稍微增大,但与  $Cr = 33.4\%$  时相比,交换偏置场大约下降 12%.

目前认为影响  $H_{ex}$  的因素大体上有界面的粗糙度<sup>[16,17]</sup>、反铁磁材料的织构<sup>[18]</sup>、反铁磁材料的厚度<sup>[10]</sup>和晶粒的尺寸<sup>[19]</sup>等.究竟是哪个因素导致 NiFe/PtMn 系统交换偏置场随种子层 Cr 的原子百分比的变化呈现图 1 的变化趋势?我们通过以下几个方面进行了探究.

#### 3.1. 交换偏置场与 PtMn 薄膜织构的关系

为了研究交换偏置场与 PtMn 薄膜织构的关系,我们选择了如下一组的样品,对其退火后的样品进行了 XRD 测量:

glass/ $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$ (6nm)/NiFe(15nm)/PtMn(20nm)/ $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$ (6nm),其中  $x = 33.4\%, 41.2\%, 51.7\%, 64.2\%$ .

在相同的条件下从 38°到 47°范围内进行  $2\theta-\theta$  扫描,它们的衍射图如图 2 所示.

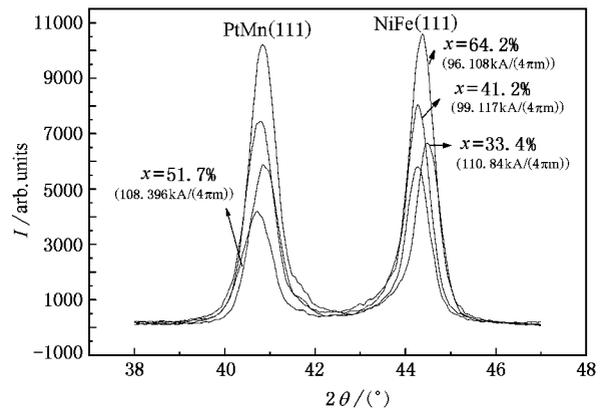


图 2  $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$ (6nm)/NiFe(15nm)/PtMn(20nm)/ $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$ (6nm) 在 Cr 不同成分时的 XRD 曲线

由图 2 可知,在  $(Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{1-x}Cr_x$  厚度为 6nm 时,所有的样品都有两个峰,左边的是 PtMn(111) 衍射峰,右边的是 NiFe(111) 衍射峰.

当  $x = 64.2\%$  时,样品的衍射峰最强,但此时的交换偏置场最小;而  $x = 33.4\%$  的样品的交换偏置场最大,其衍射峰的强度居中.因此,我们认为在 PtMn 的  $\theta$  相织构较好的前提下,交换偏置场和样品织构之间没有明显的对应关系,所以样品织构的强弱对交换偏置场的影响不大.

### 3.2. 交换偏置场与反铁磁层晶粒尺寸的关系

由上面的讨论可知,反铁磁层 PtMn(111)结构的强弱对 NiFe/PtMn 双层膜交换偏置场的影响不大.那么由于(Ni<sub>0.81</sub>Fe<sub>0.19</sub>)<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub> 种子层导致的 PtMn 层晶粒尺寸变化会不会是引起交换偏置场变化的主要原因呢?

为了研究这个问题,我们选择了结构如下的两组样品:

glass/(Ni<sub>0.81</sub>Fe<sub>0.19</sub>)<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>(*t*nm)/NiFe(15nm)/PtMn(20nm)(Ni<sub>0.81</sub>Fe<sub>0.19</sub>)<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>(*t*nm),

其中 *t* = 5nm, 6nm; *x* = 33.4%, 41.2%, 46.5%, 51.7%, 64.2%.

对样品进行 XRD 测量得到 PtMn(111)峰的位置及它的半峰宽.应用相干长度的计算公式  $D = (0.9\lambda) / (\cos\theta \cdot \Delta 2\theta)$ , 得到反铁磁层 PtMn 的相干长度, 将 PtMn 层的相干长度(*D*)与交换偏置场  $H_{ex}$  的变化关系用图 3(a)(b)表示.

由图 3(a)(b)可知:无论(Ni<sub>0.81</sub>Fe<sub>0.19</sub>)<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub> 厚度为 5nm 还是 6nm 时,当 PtMn 的相干长度较小和

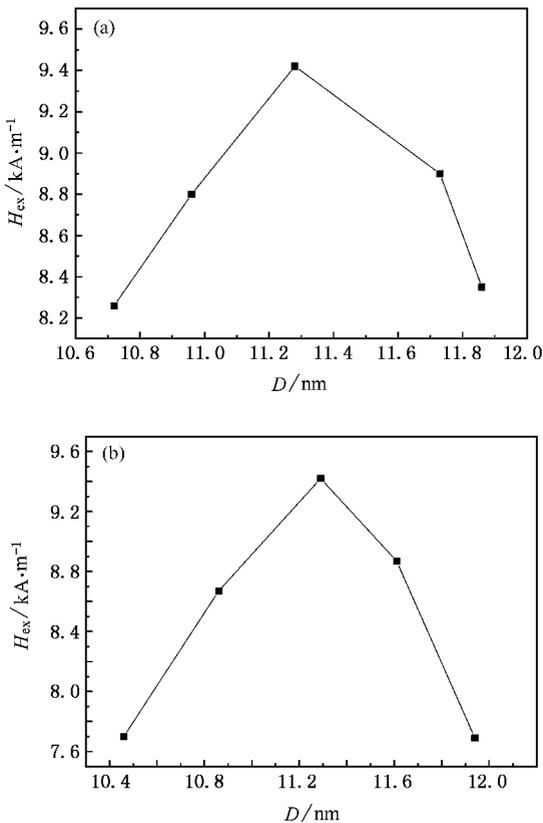


图3 (a) (Ni<sub>0.81</sub>Fe<sub>0.19</sub>)<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub> 厚度为 5nm 时, PtMn 的相干长度 *D* 和交换偏置场的关系 (b) (Ni<sub>0.81</sub>Fe<sub>0.19</sub>)<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub> 厚度为 6nm 时, PtMn 的相干长度 *D* 和交换偏置场的关系

较大时, NiFe/PtMn 之间的交换偏置场都较小, 只有 PtMn 的相干长度在 11.3nm 附近交换偏置场才有较大的值.可见, 相干长度过大和过小都不利于交换偏置作用, 只有相干长度处于一个合适的区域内才会有较大的交换偏置场.因此, 我们认为反铁磁层 PtMn 的晶粒尺寸是影响交换偏置的一个重要因素.

### 3.3. 样品界面的粗糙度对交换偏置场的影响

除了上面讨论的因素外, NiFe/PtMn 双层膜界面处的粗糙度也可能是影响交换偏置场的一个重要因素.但界面处粗糙度的直接观测很困难.我们采用原子力显微镜来间接测量界面处的粗糙度.通常认为膜都是以柱状晶生长, 因此样品表面的粗糙度和晶粒的大小就间接反映了 PtMn 层和 NiFe 层之间的界面粗糙度和 PtMn 层的晶粒的大小.

为此我们制备了以下一组样品:

SiO<sub>2</sub>/(Ni<sub>0.81</sub>Fe<sub>0.19</sub>)<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>(6nm)/NiFe(15nm)/PtMn(20nm)(Ni<sub>0.81</sub>Fe<sub>0.19</sub>)<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>(6nm),

其中 *x* = 41.2%, 46.5%, 64.2%.

由样品的 XRD 谱线计算得到的 Cr 在不同的成分时交换偏置场与相干长度的对应关系如表 1.

表 1 *t*<sub>NiFeCr</sub> = 6nm 时, Cr 在不同成分时交换偏置场与相干长度的对应关系

Cr 的成分/%	41.2	46.5	64.2
$H_{ex}/(\text{kA} \cdot \text{m}^{-1})$	9.42	7.49	7.69
<i>D</i> /nm	11.29	10.46	11.94

样品原子力显微镜的测试结果如图 4(a)(b), (c)所示.

由表 1 和图 4(a)(b)(c)可知, 随着 Cr 成分的变化, PtMn 颗粒的大小发生了较显著的变化, 原子力显微镜测试的样品颗粒度的变化与表 1 讨论的 PtMn 颗粒的变化情况相同.

由于样品的表面模拟了 NiFe/PtMn 的界面, 即样品表面的平整程度反映了界面的粗糙度.原子力显微镜观测的结果表明, 所有样品的表面起伏不大, 也就是种子层中 Cr 的原子百分含量的变化引起界面粗糙度的变化不大.所以, 在我们的实验中可以认为, 尽管 Cr 的原子百分含量不同, 但不同样品界面处的粗糙度近似相同.也就是说, 在我们的实验中, 界面粗糙度对所有样品的交换偏置的影响几乎是一样的.因此, 样品的颗粒度大小是影响 NiFe/PtMn 之间交换偏置场的主要原因.

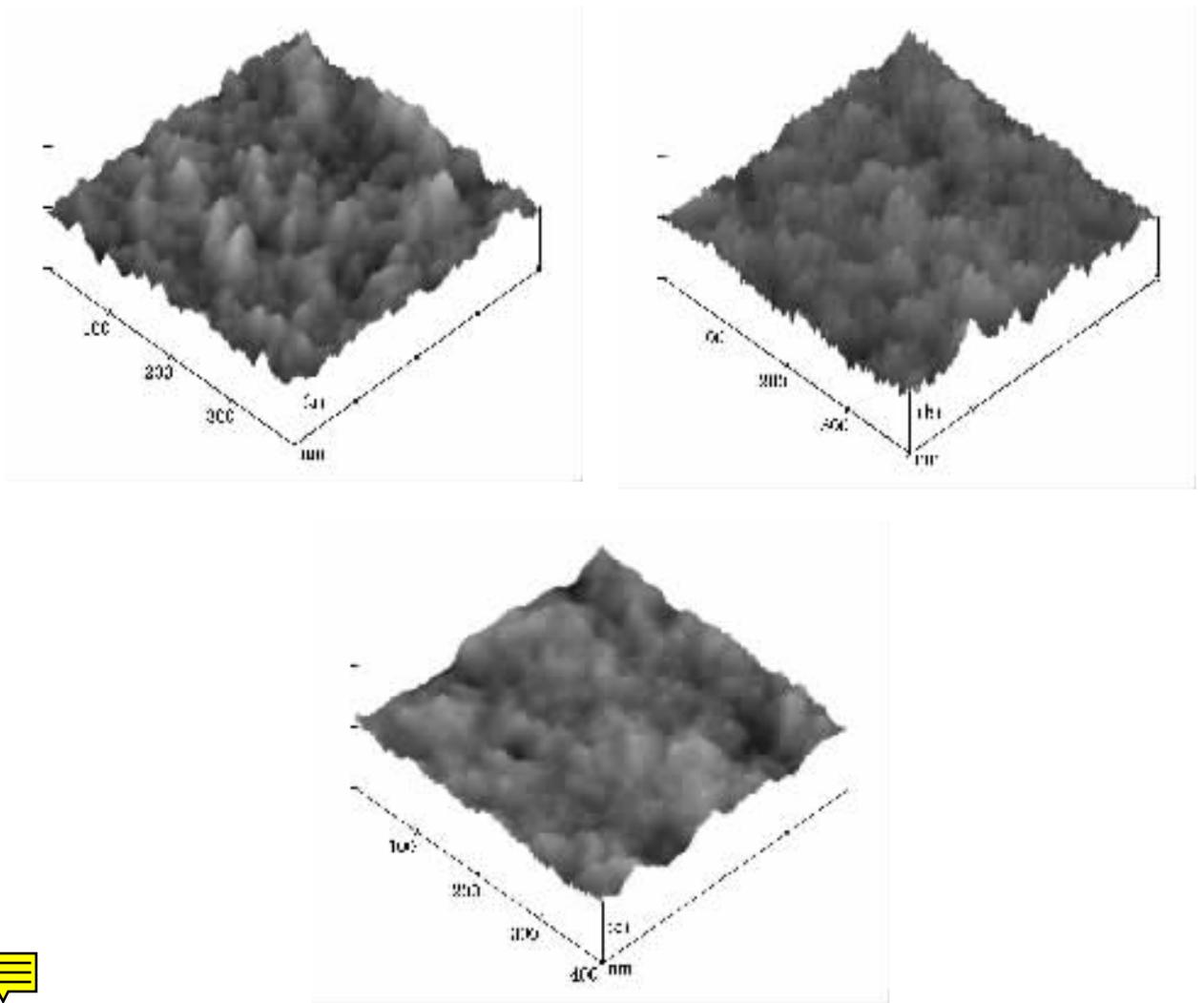


图 4 (a) Cr 原子百分含量  $x = 41.2\%$  时样品的原子力显微镜的测试 (b) Cr 原子百分含量  $x = 46.5\%$  时样品的原子力显微镜的测试 (c) Cr 原子百分含量  $x = 64.2\%$  时样品的原子力显微镜的测试

“热涨落模型<sup>[20, 21]</sup>认为,在 FM/AFM 体系中,横向晶粒尺寸大小有提高反铁磁 Bloking 温度和降低界面作用两方面影响,而我们实验中发现晶粒尺寸过大和过小都不利于钉扎场的形成,只有晶粒处于一个合适的尺寸才能形成较大的钉扎场,这种现象很可能是由于上面两种正反因素竞争引起的.

#### 4. 结 论

采用一种新的种子层材料  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$ , 通

过改变其中 Cr 的成分实现对 NiFe/PtMn 双层膜系统中反铁磁层的晶粒尺寸和结构的调控. 结果表明: 1) 在 PtMn 的  $\theta$  相织构较好的前提下, 织构的差异对交换偏置场影响可以忽略. 2) PtMn 层的晶粒尺寸是影响交换偏置场的主要原因, 晶粒尺寸过大和过小都不利于钉扎效果, 只有晶粒尺寸处于一个合适的区域内才会有较大的钉扎场, 这可能是由于横向晶粒尺寸有提高反铁磁 Bloking 温度和降低界面作用正反两个因素竞争造成的.

- [ 1 ] Meiklejohn W H 1962 *J. Appl. Phys.* **33** 1328
- [ 2 ] March N H 1984 *J. Magn. Mater.* **44** 1
- [ 3 ] Diney B , Serious V S , Parkin S S P , Gurney B A *et al* 1991 *Phys. Rev. B* **43** 1297
- [ 4 ] Kools J C S 1996 *IEEE Trans. Magn.* **32** 3165
- [ 5 ] Li M H , Yu G H , Jiang H W , Cai J W , Zhu F W 2001 *Acta Phys. Sin.* **50** 2230 ( in Chinese ) [ 李明华、于广华、姜宏伟、蔡建旺、朱逢吾 2001 物理学报 **50** 2230 ]
- [ 6 ] Lu Z Q , Chai C L , Lai W Y 2000 *Acta Phys. Sin.* **49** 328 ( in Chinese ) [ 卢正启、柴春林、赖武彦 2000 物理学报 **49** 328 ]
- [ 7 ] Lederman M 1999 *IEEE Trans. Magn.* **35** 794
- [ 8 ] Nozierenz J P , Jaren S , Zhang Y B *et al* 2000 *J. Appl. Phys.* **87** 3920
- [ 9 ] Wallash A , Kim Y K 1998 *IEEE Trans. Magn.* **34** 1519
- [ 10 ] Toney M F , Lee M F , Mauri D 2002 *Appl. Phys. Lett.* **81** 4565
- [ 11 ] Morales E H , Wang Y , Lederman D , Kellock A J , Carey M J 2003 *J. Appl. Phys.* **93** 4729
- [ 12 ] Kim M J , Kim H J , Kim K Y , Jang S H , Kang T 2002 *Magn. Mater.* **239** 195
- [ 13 ] Young Keun Kim and Seong-Rae Lee 2001 *J. Appl. Phys.* **89** 6907
- [ 14 ] Lee W Y , Toney M F , Mauri D 2000 *IEEE Trans. Magn.* **36** 381
- [ 15 ] Lee W Y , Toney M F , Tameerug P 2000 *J. Appl. Phys.* **87** 6992
- [ 16 ] Nogués J , Lederman D , Moran T J *et al* 1996 *Appl. Phys. Lett.* **68** 3186
- [ 17 ] Wang H D G , Lee S S , Park C M 1998 *Appl. Phys. Lett.* **72** 2162
- [ 18 ] Uyama H 1997 *Appl. Phys. Lett.* **71** 1258
- [ 19 ] Takano K 1997 *Phys. Rev. Lett.* **79** 1130
- [ 20 ] Khapikov A F , Harrell J W , Fujiwara H , Hou C 2000 *J. Appl. Phys.* **87** 9
- [ 21 ] Xi H W , White R M 2002 *J. Appl. Phys.* **92** 8

## The influence of ( $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$ )<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub> seed layer on the exchange bias of NiFe/PtMn bilayers \*

Li Yan Chen Qing-Yong Jiang Hong-Wei<sup>†</sup>

( Department of Physics , Capital Normal University , Beijing 100037 , China )

( Received 22 October 2005 ; revised manuscript received 26 December 2005 )

### Abstract

By adjusting the Cr concentration , the effect of texture and grain size on the exchange bias of NiFe/PtMn bilayers with (  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  )<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub> seed were systematically investigated. After annealing the bilayers at 270°C for 5h , it was found that the difference in the texture of PtMn layer is not the cause of the variation in the exchange bias field. The exchange bias field depends strongly on the grain size of PtMn layer. When the grain size is around 11.3nm , the exchange field attains its maximum.

**Keywords :** NiFe/PtMn bilayers , exchange bias

**PACC :** 7550

\* Project supported by the Science Commission of Beijing City and the Development Foundation of Beijing Education Commission.

<sup>†</sup> E-mail : jhw-phy@mail.enu.edu.cn