

# 利用射频磁控溅射制作高性能铁磁性薄膜的研究

Studies on Fe Thin Film by RF Magnetron Sputtering

夏洋 于广华 朱逢吾 肖纪美 (北京科技大学)

方光旦 宋庆山 熊鑫恩 (中国科学院计算所)

Xia Yang Yu Guanghua Zhu Fengwu Xiao Jimei

(University of Science & Technology, Beijing)

Fang Guangdan Song Qingshan Xiong Xinen

(Institute of Computing Technology, Academia Sinica, Beijing)

[摘要] 讨论了用射频 (RF) 磁控溅射制作铁磁性薄膜工艺, 合适的工艺参数能够获得较低的矫顽力  $H_c = 6 \text{ Oe}$ 。用 X 射线光电子能谱 (XPS) 和原子力显微镜 (AFM) 研究膜表面情况及氧化深度。

关键词 巨磁电阻 薄膜

[Abstract] In this paper, the process fabricating Fe thin film by RF magnetron sputtering was discussed. Lower coercive force  $H_c = 6 \text{ Oe}$  was achieved under optimum parameters. The surface and depth of Fe thin film were studied by x-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and atomic force microscopy (AFM).

Keywords giant magnetoresistance thin film

## 1 前言

法国 Baibich 发现 (Fe/Cr) 多层膜的磁电阻效应比坡莫合金大一个数量级<sup>[1]</sup>, 立刻引起了全世界的轰动。在随后的几年中, 有关巨磁电阻效应应用的研究接踵而至, 从超高密度磁盘读出磁头的制作, 到磁电阻型随机存储器 MRAM 的研制, 直至全金属自旋晶体管和全金属计算机的探索<sup>[2]</sup>。

从最早发现巨磁电阻效应的 Fe/Cr 多层膜到近年来受到重视的 Fe/AlO<sub>x</sub>/Fe 隧道巨磁电阻, 它们的室温磁电阻变化  $R/R$  分别为 30%<sup>[3]</sup> 和 18%<sup>[4]</sup>, 其值相对较高且最具应用前景。由于单层 Fe 磁性薄膜的矫顽力 ( $H_c$ ) 直接影响由 Fe 膜构成的磁性器件的外加饱和场, 而目前所制作的 Fe 磁性薄膜  $H_c$  为 250 Oe (膜厚 10 ~ 20nm)<sup>[5]</sup> 至 25 ~ 50 Oe (膜厚 100nm)<sup>[3]</sup>, 因此制作实用性 Fe/Cr 多层膜和 Fe/AlO<sub>x</sub>/Fe 器件的关键之一是研究制作具有低矫顽力的 Fe 磁性膜。

## 2 实验过程

利用 RF 磁控溅射制作 Fe 单层膜。其溅射靶为

$\phi 26\text{mm}$  的纯铁, 溅射靶和待溅基片间的距离为 90 ~ 130 mm。溅射室首先抽至  $8 \times 10^{-6} \text{ Torr}$  以下, 随后充入 Ar 气并稳定至 5 Torr。选用玻璃为基片, 认真清洗干净, 溅射前低功率反溅几分钟, 相当于用 Ar 离子进一步清洗。Fe 膜溅射功率为 50 ~ 400 W, 正式溅射前预溅几分钟清除靶表面氧化物。5<sup>#</sup> 试样溅射功率为 400 W, 溅射速率为 0.09 nm/s。6<sup>#</sup> 试样溅射功率为 50 W, 溅射速率为 0.02 nm/s。

用 LDJ9500 振动磁强计 (VSM) 测试 Fe 膜的磁性, 用 ESCALAB MKII X 射线光电子能谱 (XPS) 分析膜表面成分和垂直膜面成分分布, 用原子力显微镜 (AFM) 观察膜面地貌状况。

## 3 实验结果与讨论

图 1a, b, c 都为典型的矩形磁滞回线, 其中图 1a 5<sup>#</sup> 试样 (膜厚为 100 nm) 有较大的  $H_c$  (56 Oe), 图 1b 6<sup>#</sup> 试样 (膜厚为 100 nm) 有较小的  $H_c$  (6.2 Oe), 其磁滞回线的矩形优于图 1a, 图 1c 膜厚为 10 nm,  $H_c = 6.5$ , 和 6<sup>#</sup> 试样相近, 比较图 1b 和 1c, 可认为膜的厚度在一定范围内基本上对矫顽力没有影响, 符合 X. Lin 的结

果<sup>[5]</sup>。图 2 为不同溅射率所对应的 Hc 曲线, 该曲线表明溅射速率对 Hc 有较大的影响。溅射速率低 (即较低功率溅射) 有较小的 Hc。选择合适的工艺条件可使磁性薄膜 Hc 接近 6 Oe, 而磁性读头的外饱和场一般要求低于 10 Oe。

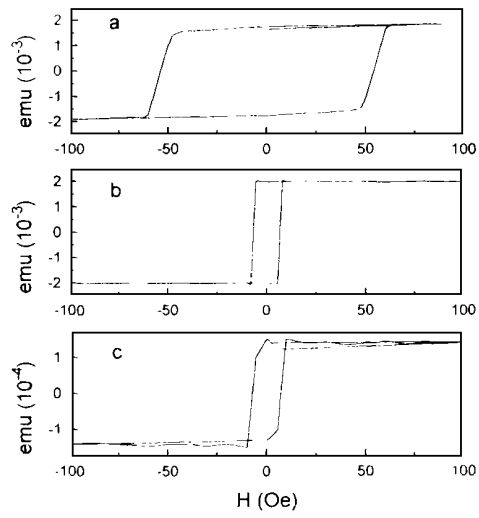


图 1 Fe 膜磁滞回线 (a) 5# 试样, 膜厚 100nm; (b) 6# 试样, 膜厚 100nm; (c) 膜厚 10nm

Fig. 1 Magnetic hysteresis of the Fe films

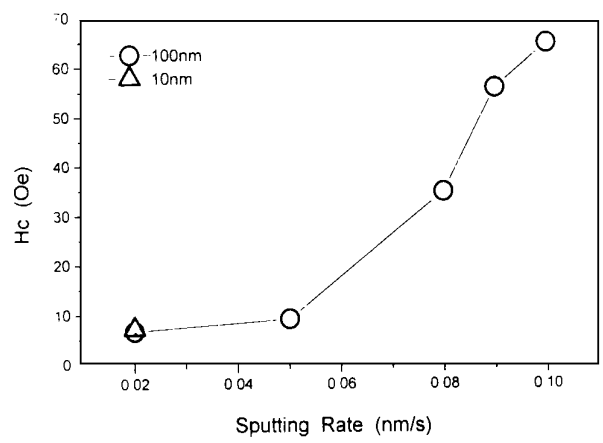


图 2 不同溅射速率对 Fe 膜 Hc 曲线的影响  
Fig. 2 Influence of the sputtering rate on the coercive force

图 3 为用 XPS 分析 5# 和 6# 试样膜表面成分的结果。图 4 为对应样品的深度成分分析结果。所有的铁磁性薄膜表面都存在 FeO 和 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>。从计算机拟合的曲线明显表明, 6# 试样表面的 FeO 和 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 含量 (为 46%) 及氧化深度 (为 3 nm), 比 5# 试样表面的 FeO 和 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

含量 (91%) 及氧化深度 (16nm) 小得多。从深度曲线分析, 一定深度后没有观测到 FeO 和 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 尽管溅射的本底真空不是特别高。FeO 和 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 仅存在于表面很薄的区域, 主要是因为 Fe 膜表面在环境中氧化。强磁性铁氧体 FeO 和 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 层与 Fe 层产生磁性耦合, 从而使得磁性薄膜的 Hc 增加。

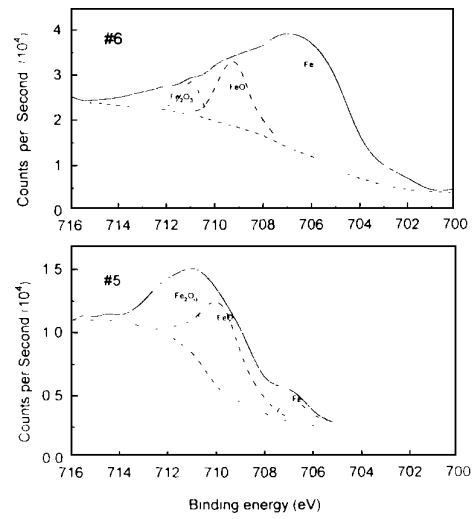


图 3 5# , 6# 样品表面的 XPS 分析曲线, 虚线为计算机拟合结果

Fig. 3 XPS spectra of the 5# and 6# sample surface, and dotted line indicates the result simulated by the computer

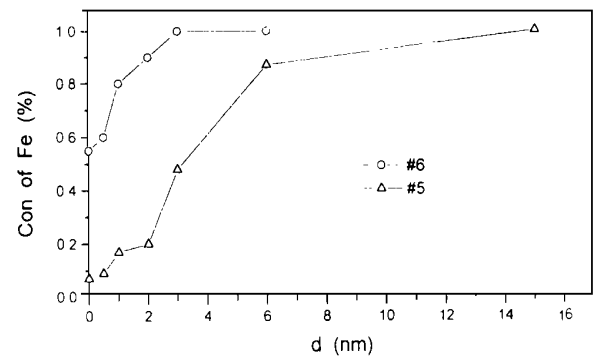


图 4 5# , 6# 的 XPS 深度成分分析

Fig. 4 XPS spectra showing depth distribution of the components for sample 5# and 6#

图 5 是两种样品的 AFM 分析结果。该图表明, 低功率溅射膜较为平坦, 定量统计分析 6# 试样表面粗糙

度方均根值  $R_q = 1.28 \text{ nm}$ , 而 5# 样品的  $R_q = 1.64 \text{ nm}$ 。表面粗糙度较低的 6# 样品, 相对氧化面积较小, 从而氧化物也较薄。以上结果表明, 低功率溅射成膜由于表面粗

糙低、氧化物层薄, 因而矫顽力低, 磁滞回线有很好的矩形。



图 5 5#, 6# Fe 膜试样 AFM 地貌

Fig. 5 AFM topography of the Fe film on the sample 5# and 6#

## 4 结论

(1) 较低功率的 RF 磁控溅射可使铁磁性薄膜表面较为平坦, 因而氧化层较薄, 矫顽力较小。

(2) 铁磁性薄膜表面存在  $\text{FeO}$  和  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 会给磁性性能带来一定的影响。

### 参考文献

- 1 M. N. baibich et al. Phys. Rev. Lett. 1990, 64: 2304
- 2 蔡建旺等. 物理学进展. 1997, 17 (2)
- 3 E. Fullerton et al. Appl. Phys. Lett. 1993, 63: 1699
- 4 T. Miyazeki et al. J. M. M. M. 1995, 139: 231
- 5 X. Lin et al. J. Appl. Phys. 1994, 76: 6543

稿件收到日期: 1997 年 9 月

夏洋, 男, 1963 年 8 月生。1983 年毕业于北京大学, 科技大学工学博士, 从事金属物理、磁记录材料研究, 曾获得航空工业部科技进步三等奖, 在国内外发表论文十余篇。联系地址: 北京科技大学材料物理系 (邮编 100083)。

\* \* \* \* \*  
(上接第 30 页)

## 4 结论

(1) 镉电镀防护层对海洋大气环境有较强的防护能力, 其抗腐蚀能力比锌镀层好。

(2) 在有工业污染大气特别是酸雨大气环境下, 锌电镀防护层的抗腐蚀性能比镉好。

(3) 根据五个周期, 历时近六年的大气暴露试验数据, 采用幂函数数学模型进行回归分析数据处理, 获得四个地区锌和镉的大气腐蚀动力学方程和回归曲线, 可供电镀锌和镉防护层寿命预测使用。

收稿日期: 1998 年 2 月 9 日

李家柱, 1949 年 10 月出生, 北京航空材料研究院高级工程师, 工学硕士, 现从事腐蚀与防护工作, 在国内外发表近四十篇论文, 曾获得美国电镀与精饰学会银牌奖和部级科技进步奖, 因在国防工业科研作出贡献立二次三等功。联系地址: 北京 81 信箱 5 分箱, 100095。