

非晶 CoZrNb 磁性薄膜的研究*

成开友

(盐城工学院电气工程系,江苏 盐城 224003)

摘 要 研究溅射条件和旋转磁场热处理对 CoZrNb 薄膜结构和性能的影响。结果表明,高的溅射功率和合适的氩气压强对非晶 CoZrNb 薄膜的形成有用,并且这些薄膜的矫顽力较小。旋转磁场热处理将改善薄膜的软磁性能,使得矫顽力进一步减小。对溅射条件对薄膜性能的影响机制和旋转磁场热处理改善薄膜性能的机制作了简要的讨论。

关键词 CoZrNb 薄膜; 溅射条件; 旋转磁场热处理; 结构和磁性能

分类号 TM271⁺.2 **文献标识码** A **文章编号** 1008-5092(2000)02-0010-06

非晶 CoZrNb 磁性薄膜由于具有良好的软磁性能,是一种作为垂直磁记录薄膜磁头主磁极的理想材料^[1]。非晶 CoZrNb 磁性薄膜的软磁性能与其成膜条件和磁场热处理条件密切相关^[2]。本文是在 CoZrNb 合金靶组份一定的前提下,研究溅射条件和旋转磁场热处理对 CoZrNb 薄膜结构和性能的影响。

1 实验方法

本实验所用的溅射机是西德 LEYBOLD-HERAEUS Z550 型,它的结构是靶固定在上,玻璃基片放置于正对着溅射靶可转动用水冷的溅射台上。溅射靶是直径为 150 mm 的 CoZrNb 合金靶,其成份为 Co_{88.7}Zr_{4.0}Nb_{7.3},基片是直径为 76 mm 的光学玻璃圆片。溅射方法采用射频(RF)磁控溅射。Z550 型溅射机可调节溅射功率、氩气的压强等工艺参数。旋转磁场热处理装置是在直流磁场热处理装置上改进而成的,用电磁驱动来带动样品在磁场中旋转。热处理温度由国产 2K-1 可控硅电压调整器控制,整个热处理过程都在真空中进行,待样品自然冷却到室温后,将样品取出。用 SLOAN DEKTAK II 型台阶仪测薄膜的厚度,用 D/MAX II A 型 X 射线衍射仪测定薄膜的结构,用 PE4610 型俄歇电子能谱仪对薄膜的成份进行定性和半定量的分析。用 LDJ 型 B-H 磁滞回线仪来

测量薄膜的磁性能。薄膜的高频磁导率通过 HP4194A 阻抗分析仪进行测量。

2 试验结果

2.1 溅射功率对磁膜性能的影响

在保持本底真空为 3.0×10^{-4} Pa,氩气压强为 2.0 Pa,溅射时间为 2 min 的溅射条件下,不同溅射功率得到的 CoZrNb 磁膜的 X 射线衍射谱如图 1 所示。从中可以看出,随着溅射功率的提高,衍射峰逐渐变小,当溅射功率增大至 1600 W 时,衍射峰将消失。因而此时的 CoZrNb 磁膜为非晶结构。因此,若要形成非晶膜,必须用较大的溅射功率。

X 射线衍射所用的是 Cu 靶,其波长为 0.154 nm,由 X 射线衍射谱发现,在溅射功率为 800 ~ 1200 W 皆有两个衍射峰出现,进行衍射方程计算知,其晶面指数分别为 2.20 Å 和 2.05 Å。我们知道 α -Co(hcp)结构的(0002)晶面间距为 2.023 Å,立方 Co 的(111)晶面间距为 2.05 Å,由于 CoZrNb 合金薄膜中,Zr 原子半径比 Co 大得多,所以将使得 Co 晶面间距变大,并且 X 射线衍射谱中无其它立方 Co 的特征峰,故可认为 43.8°左右的衍射峰对应的是 α -Co 的(0002)晶面。而 α -Co 的(10 $\bar{1}$ 0)晶面间距为 2.165 Å,故可认为 40.8°的衍射峰对应的是 α -Co (10 $\bar{1}$ 0)晶面。

* 收稿日期:1999-10-29

作者简介:成开友(1963-),男,硕士,工程师。

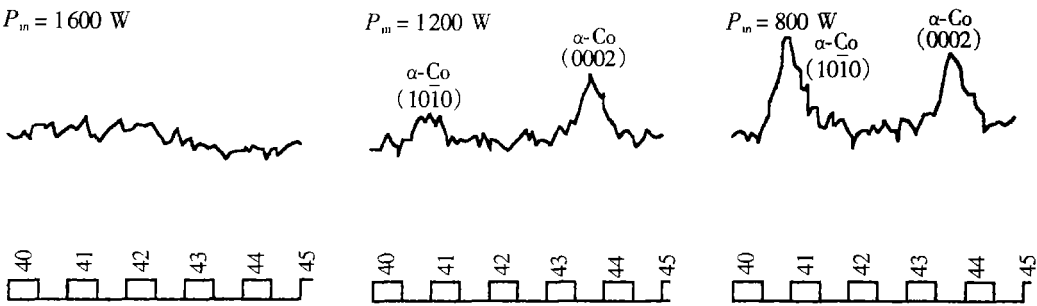


图 1 不同溅射功率 P_{in} 制备的 CoZrNb 磁膜的 X 射线衍射谱

Fig. 1 X-ray spectra of CoZrNb thin films made in different incident Power

溅射功率对薄膜的饱和磁化强度和矫顽力的影响如图 2 所示。结果表明,当入射功率增加时,CoZrNb 磁膜的矫顽力急剧下降,当溅射功率从 800 W 增加到 1600 W 时,矫顽力明显从 2204.9 A/m 下降到 111.4 A/m。溅射功率对饱和磁化强度的影响不是很大, $4\pi M_s$ 都保持在 1.7 T。用俄歇能谱仪对磁膜成份的分析也表明,随着溅射功率的增加,薄膜的成份基本保持不变。当溅射功率为 800 W 时,结晶态 CoZrNb 磁膜的成份为 $Co_{87.0}Zr_{4.5}Nb_{8.5}$;当溅射功率为 1600 W 时,非晶 CoZrNb 磁膜的成份为 $Co_{86.5}Zr_{5.2}Nb_{8.3}$,成份均和靶材相近,Co 的成份稍有下降。

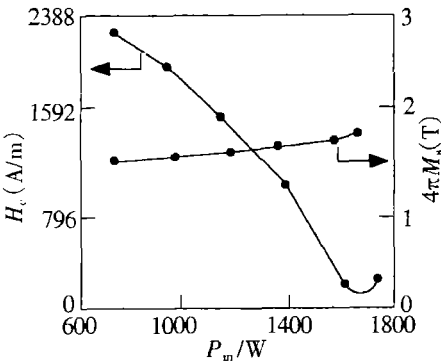


图 2 溅射功率对矫顽力和饱和磁化强度的影响
Fig. 2 The effect of incident power on coercivity and saturation magnetization

溅射功率为 800 W 和 1600 W 时得到的 CoZrNb 磁膜样品的磁滞回线如图 3 所示。

溅射沉积速率同溅射功率的关系如图 4 所示。溅射沉积速率基本上和溅射功率保持线性关系,在溅射功率为 800 W 时,沉积速率为 1500 Å/min,在溅射功率为 1600 W 时,沉积速率为 3300 Å/min。

2.2 氩气压强对磁膜性能的影响

在保持本底真空为 2.0×10^{-4} Pa, 溅射功率

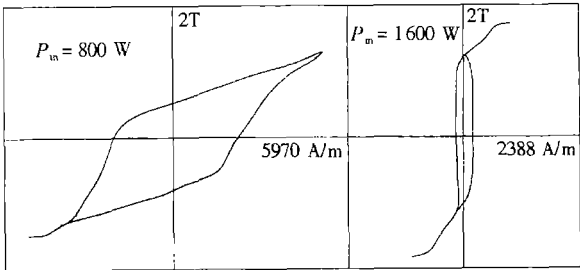


图 3 CoZrNb 磁膜的磁滞回线

Fig. 3 Hysteresis loops of CoZrNb thin films

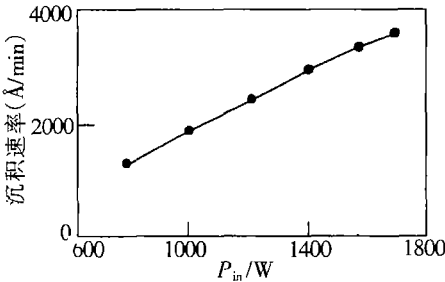


图 4 沉积速率和溅射功率的关系

Fig. 4 The depositional speed of CoZrNb thin films made in different incident power

1500 W, 溅射时间 2 min 的溅射条件下,改变氩气压强制得的磁膜 X 射线衍射谱如图 5 所示。可见,随着氩气压强的增大,衍射峰愈来愈小,当氩气压强为 2.0 Pa 时,衍射峰消失,此时对应的 CoZrNb 磁膜为非晶态结构。在氩气压强小于 1.5 Pa 时,出现的衍射峰对应的为 α -Co (即 hcp) 的 (1010) 晶面,在氩气压强等于 1.5 Pa 时,出现的衍射峰很小,可以认为是微晶的作用,此时相应的 CoZrNb 磁膜已大部分为非晶状态。继续增加氩气压强至 5.0 Pa,制得的磁膜仍为非晶结构。因此,要制备非晶 CoZrNb 磁膜,氩气压强必须大于 1.5 Pa。

图 6 为不同氩气压强下得到的 CoZrNb 磁膜的矫顽力、饱和磁化强度的变化曲线。可见,当氩

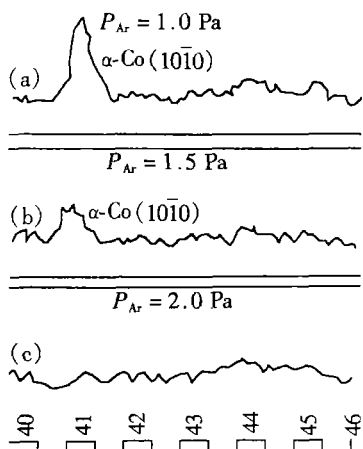


图 5 不同氩气压强制得的磁膜 X 射线衍射谱

Fig.5 X-ray spectra of CoZrNb thin films made in different pressure of argon

气压强太大和太小时,都将导致矫顽力的增加,当氩气压强为 1.8 Pa 时,得到的磁膜矫顽力很小,

只有 103.5 A/m,氩气压强对饱和磁化强度的影响不是很大。但氩气压强太大太小都将使得磁膜的饱和磁化强度稍许下降。用俄歇能谱仪分析,薄膜的成份随氩气压强的增加而基本上不变。

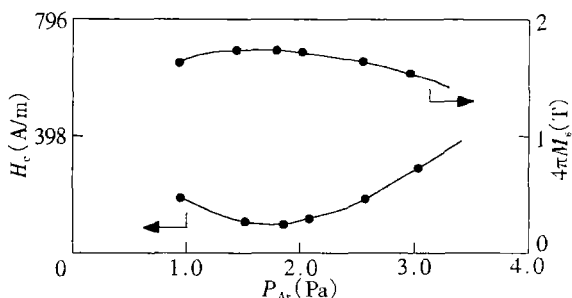


图 6 氩气压强和矫顽力及饱和磁化强度的关系

Fig.6 The effect of pressure of argon on coercivity and saturation magnetization

图 8 为沉积速率和氩气压强的关系。可见,

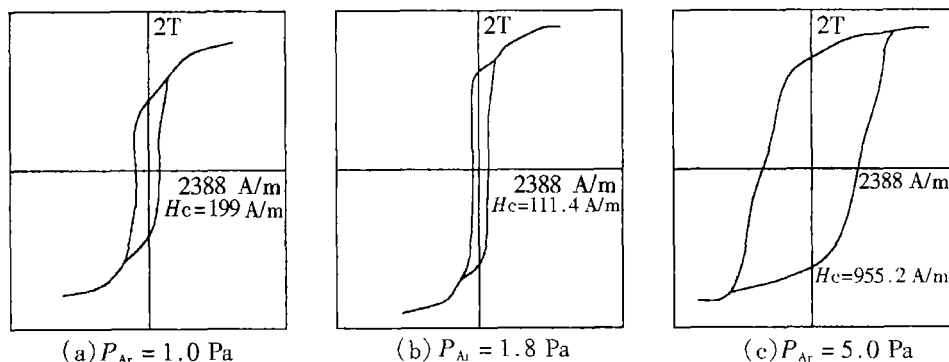


图 7 不同氩气压强下制备的磁膜样品的磁滞回线

Fig.7 Hysteresis loops of CoZrNb thin films made in different pressure of argon

沉积速率和氩气压强基本无关,基本保持在 3300 Å/min 左右。

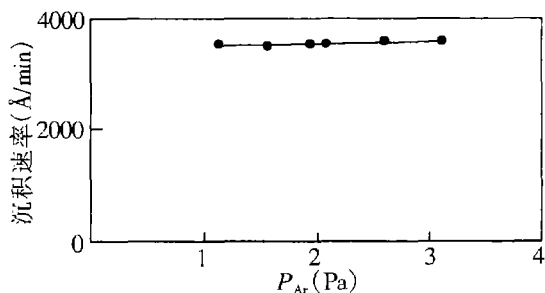


图 8 沉积速率和氩气压强的关系

Fig.8 The depositional speed of CoZrNb thin films made in different pressure of argon

2.3 旋转磁场热处理对薄膜性能的影响

实验发现,在不加外磁场和外磁场较小时,经一定温度和时间热处理,对矫顽力较小的磁膜样品(H_c 小于 239 A/m),磁性能无明显的改善,但

对矫顽力较大的磁膜样品,矫顽力呈明显的下降趋势。如对矫顽力为 716 A/m 的磁膜样品,在外加磁场为 3980 A/m,热处理温度 350 ℃,热处理时间 3 h 的旋转磁场热处理后,其矫顽力下降至 557 A/m。增大外加磁场至数万 A/m,对矫顽力小的磁膜样品,经旋转磁场热处理后,磁性能将得到改善。可见,若要提高磁膜样品的软磁性能,旋转磁场要加大到一定数值,一般为 63680 A/m。

保持旋转磁场热处理的外加磁场为 63680 A/m,热处理时间为 25 h,热处理温度对磁膜矫顽力的影响如图 9 所示。可见,在热处理温度较小时经旋转磁场热处理后,磁膜的矫顽力下降不明显,在温度为 250 ℃左右时,矫顽力下降最多, H_c/H_{co} 约为 0.65,当温度继续上升时, H_c/H_{co} 逐渐增大,当温度为 400 ℃时, $H_c/H_{co} = 1.2 > 1$,此时矫顽力反而增大,样品的软磁性能变差。因此,在

进行旋转磁场热处理时,必须使热处理温度保持在 250 ℃左右,这样才能得到良好软磁特性的 CoZrNb 非晶磁膜。

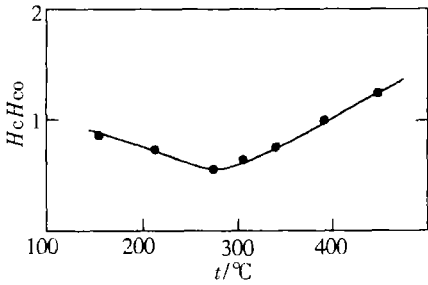


图 9 热处理温度对矫顽力的影响

Fig. 9 The effect of annealing temperature on coercivity

温度对磁膜的饱和磁化强度和剩余磁化强度的影响如图 10 所示。可见,旋转磁场热处理的温度对饱和磁化强度的影响不是很大,对剩余磁化强度的影响较大。图 11 是在本底真空 2.5×10^{-4} Pa,溅射功率 1500 W,氩气压强 1.8 Pa 制备的磁膜样品在热处理磁场 63680 A/m,热处理温度 250 ℃,热处理时间 2.5 h 热处理前后的磁滞回线。可见,经旋转磁场热处理后,非晶 CoZrNb 磁膜的软磁性能得到了改善。

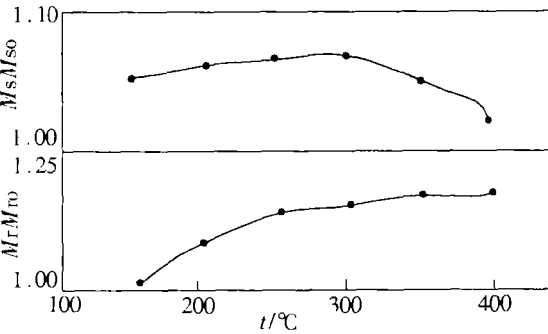


图 10 温度对磁膜的饱和磁化强度和剩余磁化强度的影响

Fig. 10 The effect of annealing temperature on saturation magnetization and residual magnetization

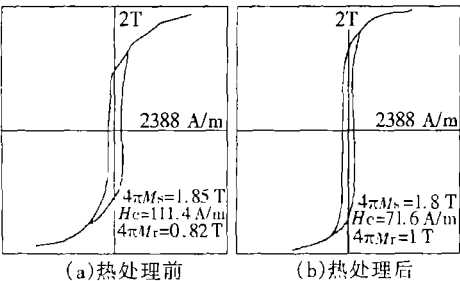


图 11 热处理前后 CoZrNb 非晶磁膜的磁滞回线

Fig. 11 Hysteresis loops of CoZrNb thin films made and annealed

图 12 为磁膜样品在热处理温度 270 ℃旋转

磁场 63680 A/m,热处理时间对其矫顽力的影响曲线,可见在热处理时间大于 1.5 h 后,延长时间对其性能改善无明显影响,因而热处理时间要大于等于 1.5 h。

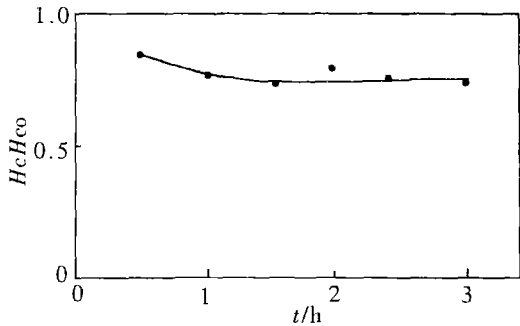


图 12 热处理时间对 CoZrNb 磁膜矫顽力的影响

Fig. 12 The effect of annealing time on coercivity

2.4 CoZrNb 磁膜的频率特性

图 13 是在溅射功率为 1500 W,溅射时间为 2

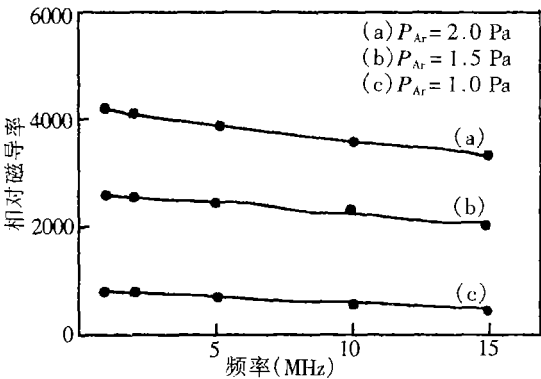


图 13 不同溅射气压制备的 CoZrNb 磁膜的磁导

Fig. 13 Magnetic spectra of CoZrNb thin films made in different pressure of argon

min,本底真空为 2.0×10^{-4} Pa,不同溅射气压下制得的磁膜的相对磁导率与频率的关系曲线。其中,对应于(a),磁膜的 $H_c = 119.4$ A/m,其结构为非晶态,对应于(b),磁膜的 $H_c = 111.4$ A/m,在磁膜中有微晶出现,对应于(c),磁膜的 $H_c = 191.0$ A/m,磁膜为晶态结构。可见,非晶 CoZrNb 磁膜的高频磁导率较之晶态 CoZrNb 磁膜大得多。

3 分析与讨论

研究结果表明,溅射条件对薄膜的结构和性能存在影响,要得到良好软磁性能的 CoZrNb 非晶磁膜,必须严格控制溅射条件;旋转磁场热处理具有改善 CoZrNb 磁膜性能的作用,选择合适的热处理条件,可以使得磁膜的性能得到改善。下面就其影响机制作分析和讨论。

3.1 溅射功率的影响机制

本文的研究结果表明,溅射功率的提高,有利于 CoZrNb 磁膜非晶态的形成和性能的提高。实际上,薄膜在生长过程中,溅射功率提高以后,薄膜的沉积速率增大,当溅射功率提高到一定程度后,到达基片的原子来不及迁移即被随之而来的其它入射原子所淹没,这样就阻止了沉积在玻璃基片表面的入射原子的有序化,使无序的非晶亚稳态结构得以保存下来,而同时,若在薄膜中有微晶出现,大量的高能粒子对其轰击,使之遭到破坏,从而也抑制了微晶的形成。这就是说,在溅射功率较低时,制得的磁膜有结晶出现,而在溅射功率较高时,制得的磁膜是非晶的。因而随着溅射功率的提高,磁膜的矫顽力迅速地减小。溅射功率对磁膜的饱和磁化强度的影响不大,这是因为磁膜中含 Co 的成份基本不变。

我们知道,矫顽力标志着对材料反磁化过程的阻碍程度。对于以畴壁位移为主的反磁化过程,阻碍主要来自于材料内的应力和杂质。对于以畴壁翻转为主的反磁化过程,阻碍主要来自于各向异性(包括磁晶各向异性、形状各向异性和应力各向异性)^[3]。由于非晶态的长程无序,非晶态材料的磁滞伸缩常数较小,磁晶各向异性不存在,故其矫顽力较之相应的晶态要低。非晶 CoZrNb 磁膜中对反磁化起阻碍作用的主要是磁膜中的结构缺陷,如原子空位、杂质的存在以及原子分布不均匀产生的应力和各向异性。

3.2 氩气压强的影响机制

本文的研究表明,在较低和较高氩气压强下获得的磁膜性能都较差,只有在合适的氩气压强下才能获得较好的磁膜。在氩气压强较低时,入射原子与氩气中的各种粒子碰撞次数较少,故经磁碰后损失的能量较小,而磁膜的沉积速率和氩气压强基本无关,故可认为到达玻璃基片表面的沉积原子扩散能力增强,原子迅速地向能量低的位置迁移,形成有序结构,此时的磁膜出现晶化,晶化程度的大小取决于到达玻璃基片表面入射原子的迁移能力^[4]。随着氩气压强的增加,晶化能力减小,达到一定氩气压强后磁膜为非晶态,因而开始随着氩气压强的增加,磁性能逐渐变好。但当氩气压强增加到一定值后,随着氩气压强的增加虽然获得的磁膜仍为非晶态,但磁膜中结构缺陷不断增加,因而软磁性能反而下降。

3.3 旋转磁场热处理对性能的改善机制

本文的研究表明,旋转磁场热处理具有改善非晶薄膜磁性能的作用,适当地控制外加磁场的大小、热处理温度和时间可以得到较好软磁性能的非晶 CoZrNb 薄膜。

外加磁场必须足够高,使得磁性原子完全地达到饱和磁化。

热处理温度必须大到使得非晶 CoZrNb 薄膜内的磁性原子有足够的热运动能量来向新的位置扩散,使局部各向异性消除,应力得到缓解,但当热处理温度太高,在非晶 CoZrNb 薄膜内将出现局部晶化,使得磁膜的软磁性能变差^[5]。

热处理时间对非晶 CoZrNb 薄膜的磁性能的影响不是很大,一般热处理时间必须大于磁性原子的驰豫时间。

非晶 CoZrNb 磁膜原子的排列宏观是各向同性的,呈无序状态,但局部由于存在应力、杂质及原子取向的不均匀产生不均匀的各向异性,而且非晶态是亚稳态^[6],因此经旋转磁场热处理时,不高的热处理温度就能使 CoZrNb 薄膜内的原子发生扩散,结构得到弛豫,使得分布均匀化,成为各向同性的。由于磁矩不能定向,故旋转磁场热处理没有诱生出各向异性。因此,旋转磁场热处理改善非晶 CoZrNb 磁膜性能的主要原因是消除了局部的各向异性以及应力得到缓解。

4 结论

本文通过对非晶 CoZrNb 磁膜的研究得到了如下结论:

(1)溅射功率的提高,有助于非晶 CoZrNb 磁膜形成,同时薄膜的磁性能将得到改善。

(2)在太低的氩气压强下,溅射制备的 CoZrNb 磁膜将出现晶化,太高太低的氩气压强都将使得 CoZrNb 薄膜的矫顽力增加。

(3)CoZrNb 磁膜中任何晶化的出现和矫顽力的增加,都将使得高频的磁导率降低。

(4)旋转磁场热处理将改善非晶 CoZrNb 磁膜的性能。

(5)本文得到最佳制备非晶 CoZrNb 磁膜的条件为:

本底真空: $P_{\text{base}} = 2.5 \times 10^{-4}$ Pa, 溅射功率: $P_{\text{in}} = 1500$ W, 氩气压强: $P_{\text{Ar}} = 1.8$ Pa, 热处理磁场: $H = 63680$ A/m, 热处理温度: $T = 250$ °C, 热处理时间: $t = 1.5$ h, 溅射沉积速率: $u = 3300$ A/min。

参 考 文 献

- 1 S.I.Iwasaki.An Analysis For The Magnetization Mode For High Density Magnetic Recording[J].IEEE Trans. Magn,1981,19(5): 1958.
- 2 T.Suzuki and S.I.Iwasaki.CoZrNb Films With Perpendicular Magnetic Anisotropy[J]. IEEE Trans. Magn,1980,16(2):440.
- 3 T.M.Coughlin.Studies of The Perpendicular Magnetization Mode in CoZrNb Sputtered Films[J]. IEEE Trans. Magn,1984,20(5): 1423.
- 4 C.Kooy.Experimental and Theoretical Study of CoZrNb Sputtered films[J].IEEE Trans.Mag,1984,22(5):1107.
- 5 J.S.Gau and T.O.Paine.Angular Variation of the Coercivity in magnetic recording thin films[J]. J. Appl. phys,1982,53(4):3157.
- 6 杨正编.磁记录物理[M].兰州:兰州大学出版社,1986.

The Study of Amorphous CoZrNb Magnetic Thin Films

Chen Kaiyou

(Department of Electric Engineering of Yancheng
Institute of Technology, Jiangsu Yancheng 224003, PRC)

Abstract Amorphous CoZrNb thin films, as superior head materials for high density magnetic recording, have been gaining great attention due to their excellent soft magnetic properties. This paper is focusing on field annealing(RMA) on the structure and magnetic properties of CoZrNb thin films. Also, the mechanism of RMA improving the magnetic properties is generally discussed. Experimental results show that the amorphous owe its formation to the high incident power and suitable pressure of argon; the obtained thin film samples show satisfactory soft magnetic properties with low coercivities. Simultaneously, experimental results also show that RAM can improve the soft magnetic properties of CoZrNb thin films, by lowering the coercivities. The above results are discussed and explained in this paper. Through these investigation, the optimum preparing conditions of amorphous CoZrNb thin films have been found.

Keywords CoZrNb thin films; sputtering deposition conditions; RAM; the structure and magnetic properties