

• 电子信息材料与器件 •

快速循环热处理对 $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 薄膜磁性能的影响

荆玉兰, 张怀武, 蒋向东

(电子科技大学微电子与固体电子学院 成都 610054)

【摘要】针对 $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 薄膜, 研究了两种不同热处理工艺对其磁性能的影响。结果表明: 快速循环热处理可以改善高磁矩 $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 薄膜磁性能, 在 450°C 几个快速循环热处理后, 沉积薄膜的矫顽力从105下降到3 Oe, 电阻率下降到70%, a-Fe(Co)相晶粒尺寸可以减小到15~35 nm, 该方法较以往的热处理更能改善软磁薄膜的性能。

关键词 软磁薄膜; 高频; 记录磁头; 热处理

中图分类号 TM271 文献标识码 A

Influence of Rapid Recurrent Thermal Annealing on Magnetic Properties of CoFe-O Thin Film

JING Yu-lan, ZHANG Huai-wu, JIANG Xiang-dong

(School of Microelectronics and Solid-State Electronics, UEST of China Chengdu 610054)

Abstract The variation of magnetic properties with new Rapid Recurrent Thermal Annealing (RRTA) has been studied in high moment thin film $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$. After the rapid recurrent thermal annealing the coercivity as-deposited this thin film decreases from 105 to 3 Oe at 450°C for several periods of times, their resistivity decreases to 70%, and the size of a-Fe(Co) phase can be reduced to 15~35 nm by analysis. Results show that the method is more effective than other methods to improve the magnetic and electrical properties of $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ thin films.

Key words soft magnetic thin film; high frequency; recording head; thermal annealing

1 准备工作

为了满足更高的磁记录密度的要求^[1], 记录磁头磁芯材料需要低矫顽力、高磁导率和高饱和磁化强度。纳米合金薄膜材料由于晶粒尺寸小^[2], 所以具有良好的软磁性能。Fe-Co合金具有非常高的饱和磁化强度, 是最具应用前途的材料。然而, 对两元合金来说, 磁致伸缩和磁晶各向异性较大, 使软磁性能变差。文献[3]报道了采用旋涂法制备的含有很少量Al-O的FeCo薄膜, 具有磁化强度 $B_s=2.4$ T和良好的写入性能。文献[4]也研究了(Fe,Co,Ni)-(Al-O, Zr-O)颗粒薄膜的性能, 具有高 B_s 的FeCo基合金薄膜软磁性能可以通过微结构改进。据文献[5]报道, 热处理对含有少量氧的FeCo基合金薄膜的影响, 热处理后a-Fe(Co)相的晶粒尺寸明显增加。本文采用快速循环热处理(Rapid Recurrent Thermal Annealing, RRTA)优化热处理可以获得晶粒尺寸更小的软磁薄膜, 能更有效地改善 $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 的软磁性能。

2 实验

用磁控溅射的方法沉积220 nm厚的CoFe-O磁性薄膜, 背景气压为 2.7×10^{-5} Pa(Ar+O₂), 靶材为 $\text{Fe}_{0.65}\text{Co}_{0.35}$, 薄膜沉积在2 cm×2 cm玻璃基片上。退火条件为: 气压 $<4 \times 10^{-3}$ Pa; 温度为200~600°C范围; 磁场热处理静磁场为1 kOe, 升温速率 α 为60°C/s, 循环次数为6, 保温时间为10 ms, 热处理采用1 000 W的光源照射。

收稿日期: 2005-09-06

基金项目: 国防科研基金资助项目; 四川省基础研究项目资助项目(05JY029-069-1)

作者简介: 荆玉兰(1959-), 女, 副教授, 主要从事磁性材料方面的研究。

采用50 ml/min高纯氩的气氛保护,用JEOL-100CX型透射电子显微镜(TEM)在80 kV下观测微观组织结构,用SEIKO SPA-300HV原子力显微镜(Atom Force Microscope, AFM)系统分析表面形貌,矫顽力采用交变梯度仪测试。

3 结果与讨论

电阻率 ρ 是软磁材料的一个重要参数,图1所示为 $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 薄膜电阻率与退火温度的关系,图中,曲线A表示传统热处理;条件为真空度 1.33×10^{-4} Pa;磁场为1 kOe;时间1 h;曲线B表示快速循环热处理;条件为真空度 1.33×10^{-4} Pa;磁场为1 kOe;升温速率 $600^\circ\text{C}/\text{s}$;循环次数 N 为6;保温时间 t_a 为1 min。 CoFe-O 薄膜的电阻率随退火温度增高而减小。电阻率主要由原子振动和晶格缺陷对电子的散射引起,有很多晶格缺陷的晶体具有高电阻率。缺陷对电子的散射是高电阻率的主要原因,热处理后,由于薄膜的无序度减小,电阻率下降。图1将传统的热处理和RRTA方法对电阻率的影响作比较,从图中可看出RRTA后,薄膜的电阻率较大,主要原因是RRTA后的晶粒尺寸小。另一个原因是从晶格中析出的氧原子数目少于传统的热处理方式,而氧原子是引起应力释放的原因之一,于是,电子可以“平滑”通过晶格。

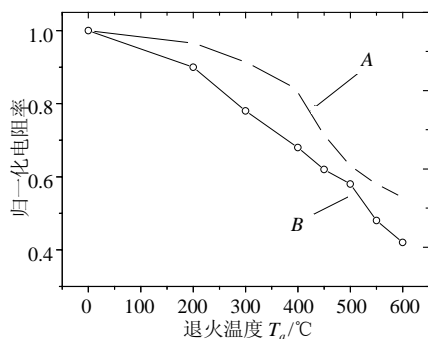


图1 $(\text{Fe}_{0.65}\text{Co}_{0.35})_{99}\text{O}_1$ 薄膜电阻率与处理的热关系

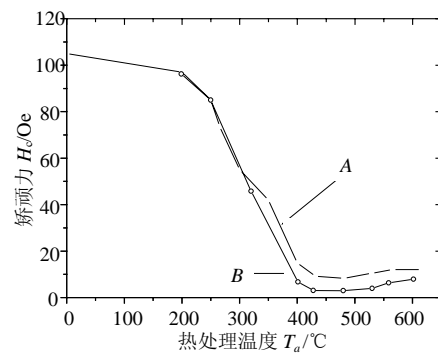


图2 $(\text{Fe}_{0.65}\text{Co}_{0.35})_{99}\text{O}_1$ 矫顽力 H_c 与快速循环热处理温度的关系

图2所示为 $(\text{Fe}_{0.65}\text{Co}_{0.35})_{99}\text{O}_1$ 矫顽力与RRTA温度的关系。图中条件为真空度 1.33×10^{-4} Pa;磁场为1 kOe;升温速率 $60^\circ\text{C}/\text{s}$;循环次数 N 为6;保温时间 t_a 为1 min;曲线A表示磁场沿易轴方向 H_{ce} ;曲线B表示磁场沿难轴方向 H_{ch} ; H_{ce} 表示沿易磁化方向测量的矫顽力; H_{ch} 表示沿难磁化方向测量的矫顽力。可以看出随着退火温度的增加, H_{ce} 和 H_{ch} 减小,当 $T_a=300^\circ\text{C}$ 时, H_{ch} 最小为3 Oe。本文的研究发现矫顽力晶粒尺寸的减小迅速减小^[6]。根据Herzer各向异性假设,当晶粒尺寸小于交换耦合长度时,矫顽力和磁导率正比于晶粒尺寸的6次方,这很好地解释了多晶合金材料磁特性与晶粒尺寸之间的关系,但是这一规律是通过常规热处理得到的。由图2知热处理在温度为 450°C 时矫顽力最小。而RRTA样品的矫顽力较一般热处理更小,其原因:

- (1) RRTA方法可以促进晶粒成核、抑制晶粒长大;
- (2) 热处理后“析出”了 $\alpha\text{-Fe}(\text{Co})$ 相沉积过程中的部分氧,释放了由此引起的应力。

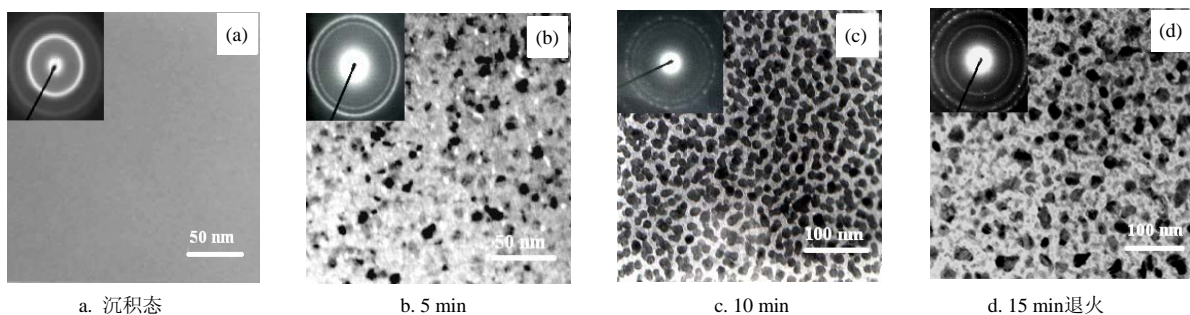


图3 不同晶化时间晶化后的TEM形貌。

图3是在 450°C 晶化下,不同时间(5~15 min) $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 样品薄膜TEM形貌和相应的电子衍射花

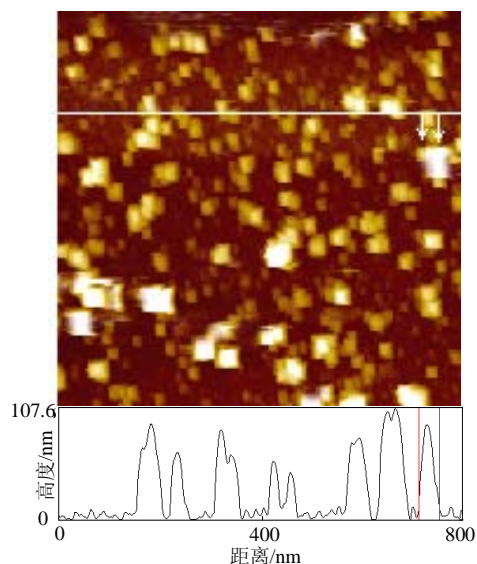


图4 晶化样品膜的AFM及剖面分析

样。图3a为成膜态的暗场像以及相应的选区电子衍射图。从图中还可以看到，无颗粒析出，没有可辨认的结晶结构。其电子衍射花样为典型的非晶弥散的衍射圆环图案。图3b为5 min晶化的暗场像。从图中看出有明显的晶粒析出，平均晶粒尺寸约为10 nm，相应的电子衍射圆环变得有些不连续，可以辨别出衍射环上有许多衍射斑点。这是由于晶粒在非晶薄膜基中析出晶化的结果。图3c和图3d分别为晶化10 min和15 min的情形，晶粒大小为15 nm和35 nm。由上述450°C不同时间晶化晶粒的大小可知：随着晶化时间的加长，晶粒尺寸在增加，且基本上是线性关系。因此可得 $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 薄膜的晶化是多晶型界面控制为主的晶化过程。利用AFM可以大致分析出晶化的薄膜是否有柱状生长。若晶粒的高度比直径大，表明晶粒很大程度上可能是柱状生长。

图4为AFM表面形貌和相应的剖面分析。从图中看出 $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 薄膜表面析出的晶粒较大，有类似柱状生长的特征，结合其晶化行为的分析，晶粒生长方式极可能是一维柱状生长。

4 结束语

快速循环热处理用于 $(\text{Co}_{0.35}\text{Fe}_{0.65})_{99}\text{O}_1$ 薄膜热处理，退火温度为450°C，保温时间为10~15 min时，a-Fe(Co)相晶粒尺寸可以减小到15~35 nm，使矫顽力减小、电阻率增加，改善软磁薄膜的性能。

参 考 文 献

- [1] Viala B, Minor MK, Barnard A. Microstructure and magnetism in FeTaN films deposited in the nanocrystalline state[J]. J Appl Phys, 1996, 80: 3 941-3 956.
- [2] Herzer G. Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets[J]. IEEE Trans. Magn., 1990, 26(5): 1 397-1 401.
- [3] Ikeda S, Tagawa I, Uehara Y. Origin of large signal decay at high frequencies over FMR point in CoZrNb/polyimide multilayered thin film microstrip-line[C]. INTERMAG Europe, 2002.
- [4] Ohnuma S, Fujimori H, Mitani S, et al. High-frequency magnetic properties in metal-nonmetal granular films (invited)[J]. J Appl Phys, 1996, 79: 5 130-5 135.
- [5] Jiang Xinagdong. The structure and soft magnetic properties of rapid recurrent thermal annealing CoNbZr nanocrystalline alloys thin films[J]. Material and Engineering B, 2003, 103: 32-36.

编辑 漆 蓉