

# 种子层 $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$ 成分及厚度对 $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$ 薄膜磁性和微结构的影响 \*

李海峰 马纪东 张辉 于广华 朱逢吾  
(北京科技大学材料物理与化学系, 北京 100083)

**摘要** 用直流磁控溅射方法制备了性能优良的以  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  为种子层的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜, 研究了种子层成分及厚度对薄膜磁性和微结构的影响, 结果表明: 当种子层  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}$  厚度为 5.5 nm 时,  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$ (20.0 nm) 薄膜的各向异性磁电阻 (AMR) 值为  $(2.53 \pm 0.06)\%$ ; 当 Cr 的含量为 0.36 时,  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$ (60.0 nm) 薄膜的 AMR 值为  $(3.35 \pm 0.06)\%$ . AFM 及 XRD 研究表明: 不同厚度缓冲层 (厚度分别为 2.8, 5.5 和 8.3 nm) 的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$ (20.0 nm) 薄膜表面平均晶粒尺寸基本都为 35.2 nm, 但其 111 织构相差很大, AMR 值最大时, 对应的 111 衍射峰最强; 不同 Cr 含量 (分别为 0.28, 0.36 和 0.41) 的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$ (60.0 nm) 薄膜表面平均晶粒尺寸和 111 衍射峰相差都很明显, AMR 值最大时, 对应地薄膜表面平均晶粒尺寸最大,  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$ 111 衍射峰也最强.

**关键词**  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜,  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  种子层, 各向异性磁电阻, 晶粒尺寸, 111 织构  
**中图分类号** TG113 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2003)10-1043-04

## EFFECTS OF COMPOSITIONS AND THICKNESSES OF $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$ SEED LAYERS ON MAGNETISM AND MICROSTRUCTURE OF $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$ FILMS

LI Haifeng, MA Jidong, ZHANG Hui, YU Guanghua, ZHU Fengwu  
Department of Materials Physics and Chemistry, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083  
Correspondent: ZHU Fengwu, Tel: (010)62333882, E-mail: fwzhu@public.fhnet.cn.net  
Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.19890310 and 50271007)  
Manuscript received 2002-11-18, in revised form 2003-02-18

**ABSTRACT** High magnetoresistance  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  films grown on the seed layers of  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  have been fabricated with magnetron sputtering and the effect of compositions and thicknesses of the seed layers on magnetism and microstructure of  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  films was studied. It has been found that an anisotropic magnetoresistance (AMR) value,  $(2.53 \pm 0.06)\%$ , of  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (20.0 nm) film appears as the seed layer is at  $x \approx 0.37$  with a thickness of about 5.5 nm, and the AMR value,  $(3.35 \pm 0.06)\%$ , of  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (60.0 nm) film corresponds to  $x \approx 0.36$  and a thickness of about 5.5 nm. The results of atomic force microscope and X-ray diffraction show that the average grain sizes of  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (20.0 nm) films with seed layer thicknesses of 2.8, 5.5 and 8.3 nm are almost the same as 35.2 nm. However, their 111 textures are obviously different, the 111 peak is the strongest when AMR value is the maximum. Both average grain sizes and 111 textures of the  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (60.0 nm) films with Cr concentrations of 0.28, 0.36 and 0.41 have much difference. when AMR value is maximum, the average grain size is the largest and the 111 peak is the strongest.

**KEY WORDS**  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  film,  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  seed layer, anisotropic magnetoresistance, grain size, 111 texture

各向异性磁电阻 (AMR) 效应被广泛地应用于磁带

记录系统, 磁盘记录系统、磁盘读出系统以及探测弱磁场的传感器 [1,2]. AMR 薄膜材料结构简单、制作相对容易、价廉、稳定性好, 在体积、质量及成本上均有很大优势 [3], 即使在发现了巨磁电阻 (GMR) 效应并且其产品迅速开发的今天, 用传统 AMR 薄膜做的传感器在市场上仍然占主流. 为了适应薄膜器件小型化的需求, AMR 坡莫

\* 国家自然科学基金资助项目 19890310 和 50271007

收到初稿日期: 2002-11-18, 收到修改稿日期: 2003-02-18

作者简介: 李海峰, 男, 1977 年生, 硕士生

合金薄膜必须做得更小, 矫顽力很小, 且 AMR 值尽可能大<sup>[4]</sup>. 目前国际上还在不断地挖掘 AMR 薄膜的潜力, 提高其磁场灵敏度、降低噪音等, 以扩大其应用领域<sup>[4,5]</sup>. 通过高温沉积<sup>[6]</sup>和退火<sup>[7]</sup>等方法可使坡莫合金的 AMR 值提高近 50%, 然而, 这些方法的使用不利于 AMR 薄膜器件生产的规模化. 合适的种子层也可以改善薄膜的性能, 最近, Lee 等<sup>[8]</sup>报道, 用  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  做种子层制备出的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜的 AMR 值比以 Ta 为种子层的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜的 AMR 值有显著的提高, 但其原因并不十分清楚.

本文采用  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  做种子层制备出了性能优良的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜, 原子力显微镜 (AFM) 和 X 射线衍射 (XRD) 研究表明, 厚度为 20.0 nm 的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜, 随着种子层厚度的变化,  $\langle 111 \rangle$  择优取向是导致其 AMR 值增大的重要原因; 厚度为 60.0 nm 的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜, 随着种子层中 Cr 含量的变化, 大尺寸晶粒和  $\langle 111 \rangle$  择优取向都是导致薄膜 AMR 值增大的重要原因. 本文的研究结果对以  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  替代 Ta 作为种子层的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜在磁记录和磁场传感器件上的应用具有重要意义.

## 1 实验方法

样品在 DV-502 型磁控溅射仪中制备, 本底真空优于  $4.0 \times 10^{-5}$  Pa. 种子层  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  膜由  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  靶和 Cr 靶共溅射并沉积在清洁的玻璃基片上, 工作气体为 99.99% 的高纯 Ar, 薄膜厚度由溅射时间控制, 溅射沉积速率为 0.17—0.31 nm/s, 薄膜中 Cr 的含量用英国 VG 公司生产的 MICROLAB MK II 型 X 射线光电子能谱仪测定. 成膜时, 在平行于玻璃基片表面方向加有 16 kA/m 的诱导磁场以在溅射薄膜面内沿该磁场方向感生一个易磁化轴. 玻璃基片始终以 18 r/min 的速率旋转, 溅射工作气压为 0.4 Pa. 制备了 2 组薄膜样品, 第 I 组样品固定  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  种子层中 Cr 的含量  $x=0.37$ , 改变其厚度  $y$ ; 第 II 组样品固定  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  种子层的厚度为 5.5 nm, 改变其中 Cr 的含量  $x$ , 两组薄膜样品中,  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜的厚度分别固定在 20.0 nm 和 60.0 nm.

用标准四端法测量薄膜样品的各向异性磁电阻 AMR 值, 其定义为  $\text{AMR} = \Delta\rho/\rho_0 = (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp})/\rho_0$ , 其中,  $\rho_{\parallel}$  和  $\rho_{\perp}$  分别为外磁场平行和垂直于电流方向时电阻率的磁饱和值,  $\rho_0$  为平均电阻率, 通常取  $\rho_0 = (\rho_{\parallel} + 2\rho_{\perp})/3$ . 用 Veeco 生产的 Dimension<sup>TM</sup>3100 型 AFM 观察样品表面的晶粒尺寸, 并得到其三维显微模拟图象, 用 XRD 分析样品的结构, X 光的光源采用  $\text{CuK}\alpha$  线, 功率为 300 mA $\times$ 40 kV. 所有测量都在室温下进行.

## 2 实验结果及讨论

图 1 是第 I 组  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}(y \text{ nm})/$

$\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (20.0 nm) 样品的 AMR 值随  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}$  厚度  $y$  变化的曲线. 从图中可以看出, 随着  $y$  的增加,  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜的 AMR 值先变大后减小, 当  $y \approx 5.5$  nm 时, 薄膜的 AMR 值最大, 为  $(2.53 \pm 0.06)\%$ , 比  $y = 0$  nm 时的 AMR 值  $(1.88 \pm 0.06)\%$  提高了近 34.6%. 为了分析产生以上 AMR 值差别的原因, 利用 AFM 和 XRD 对样品进行了分析. 图 2 分别是  $y$  为 2.8, 5.5 和 8.3 nm, 其 AMR 值分别为  $(2.34 \pm 0.06)\%$ ,  $(2.53 \pm 0.06)\%$  和  $(2.36 \pm 0.06)\%$  时, 薄膜的 AFM 像. 由图得出, 其平均晶粒尺寸分别为 35.16, 35.19 和 35.15 nm. 可见, 随着缓冲层  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}$  厚度的变化,  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜的平均晶粒尺寸基本稳定在 35.2 nm, 即此时 AMR 值与晶粒尺寸没有明显的关系. 图 3 是第 I 组样品的 XRD 图, 其中 (a), (b), (c) 和 (d) 曲线对应的种子层厚度分别为 1.0, 2.8, 5.5 和 8.3 nm, 图中  $2\theta=44.25^\circ$  处的峰是  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  111 衍射峰,  $y=5.5$  nm 时, 薄膜 AMR 值最高, 对应的 111 衍射峰最强;  $y$  偏离 5.5 nm 时, 111 衍射峰就会变弱.  $\langle 111 \rangle$  方向是坡莫合金的易磁化方向, 相应晶面上的衍射峰越强, 表明薄膜在该方向的择优取向越明显, 其各向异性磁电阻 AMR 值就越大. 根据 Scherrer 公式

$$t = \frac{K\lambda}{B\cos\theta} \quad (1)$$

式中,  $K=0.9$ ,  $\lambda=0.154056$  nm,  $B$  为衍射线的半高宽, 可计算出  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜沿厚度方向上对应的相干长度  $t$  分别为 4.7, 10.4, 13.7 和 12.5 nm, AMR 值较大的样品的相干长度较大 (比  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  层的厚度 20.0 nm 小). 薄膜沿厚度方向上的相干长度一定程度上反映薄膜在该方向上的平均晶粒尺寸, 用 XRD 结果所计算的相干长度小于 AFM 测得的晶粒尺寸, 说明晶粒在沿厚度方向

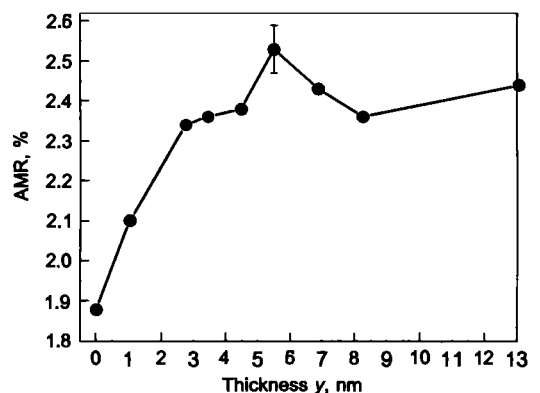


图 1  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (20 nm) 薄膜的 AMR 随种子层  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}$  厚度  $y$  的变化

Fig.1 Anisotropic magnetoresistance (AMR) of the  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (20.0 nm) films vs the thickness  $y$  of seed layer  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}$

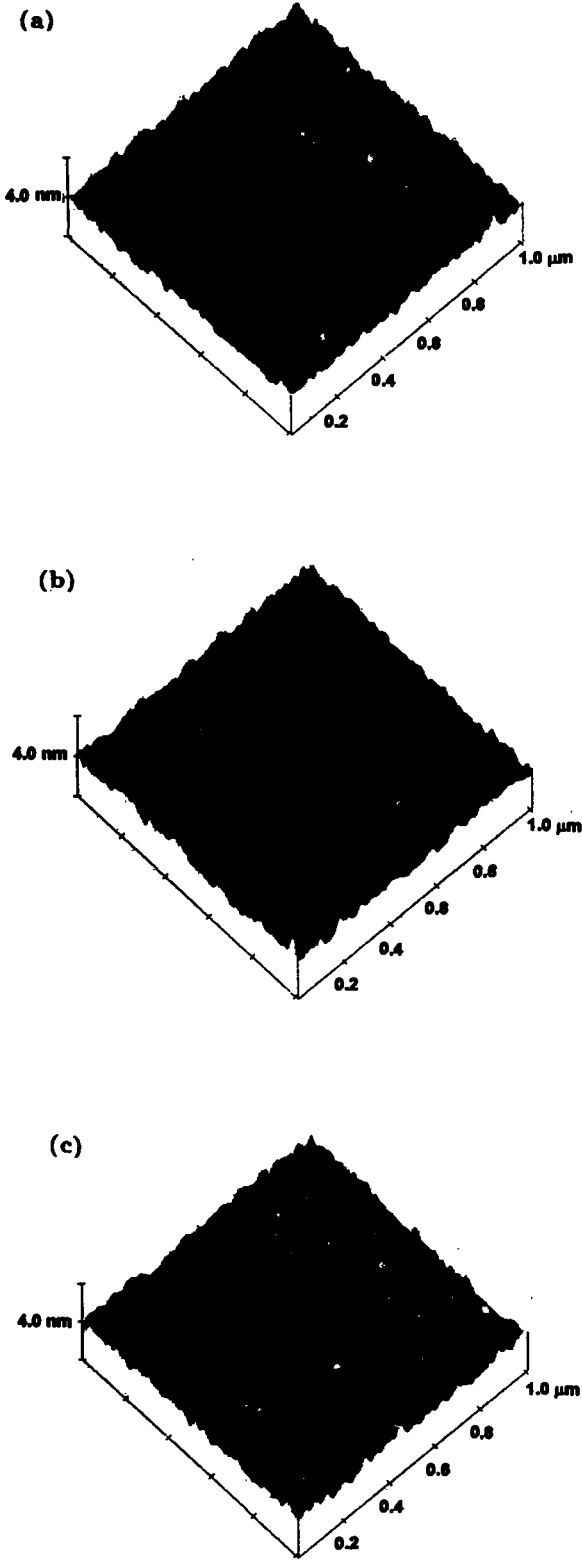


图 2  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}(y \text{ nm})/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}(20.0 \text{ nm})$  薄膜 AFM 像

Fig.2 AFM images of the  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}(y \text{ nm})/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}(20.0 \text{ nm})$  films with  $y$  values of 2.8 nm (a), 5.5 nm (b), and 8.3 nm (c), showing the grain sizes of all  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  films to be about 35.2 nm

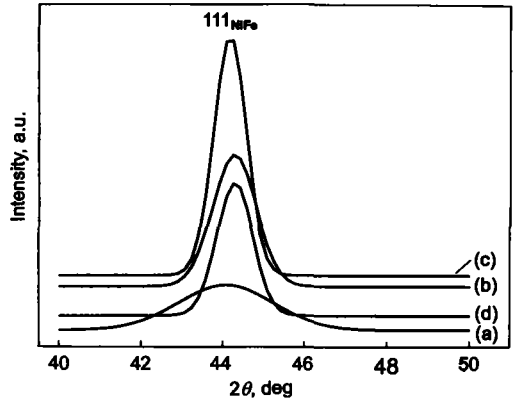


图 3  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}(y \text{ nm})/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}(20.0 \text{ nm})$  薄膜的 XRD 图

Fig.3 Local XRD patterns of the  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{0.63}\text{Cr}_{0.37}(y \text{ nm})/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}(20.0 \text{ nm})$  films with  $y$  values of 1.0 nm (a), 2.8 nm (b), 5.5 nm (c) and 8.3 nm (d)

上受膜厚的限制生长较慢。

图 3 中曲线 a 的衍射峰明显宽化, AFM 观察表明, 相应样品的玻璃基片只有约 26% 的面积被覆盖, 这可能会引起  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜生长过程中产生多种缺陷, 导致衍射峰宽化。

种子层  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x$  膜由  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  靶和 Cr 靶共溅射并沉积在清洁的玻璃基片上。通过调整  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  靶和 Cr 靶的沉积速率可使 Cr 的含量  $x$  变化范围为 0.13—0.52。图 4 是第 II 组  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x(5.5 \text{ nm})/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}(60.0 \text{ nm})$  样品的 AMR 值随 Cr 含量变化的曲线。从图中可以看出, 随着 Cr 含量的增加,  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜的 AMR 值先变大后减小, 当  $x \approx 0.36$  时, 薄膜的 AMR 值最大, 约为  $(3.35 \pm 0.06)\%$ , 比  $x=0.13$  时的 AMR 值  $(2.90 \pm 0.06)\%$  提高了近 15.5%, 比  $x=0.52$  时的  $(3.01 \pm 0.06)\%$  提高了

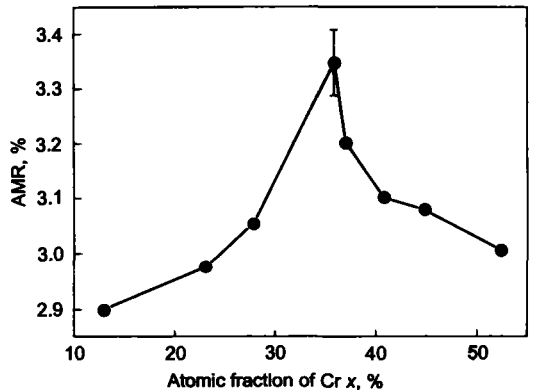


图 4  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}(60.0 \text{ nm})$  薄膜 AMR 值随种子层  $(5.5 \text{ nm})\text{Cr}$  含量的变化

Fig.4 AMR of the  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}(60.0 \text{ nm})$  films vs Cr content  $x$  of seed layer (5.5 nm)

近 11.4%。这种变化趋势与 Lee 等<sup>[8]</sup>的研究结果是一致的。图 5 分别是  $x=0.28, 0.36$  和  $0.41$  时, 薄膜的 AFM 像, 其 AMR 值分别为  $(3.05 \pm 0.06)\%$ ,  $(3.35 \pm 0.06)\%$  和  $(3.10 \pm 0.06)\%$ 。由图得出, 其平均晶粒尺寸分别为 63.7, 110.3 和 77.6 nm。可见, 随着 Cr 含量的增加,  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜的平均晶粒尺寸先增大后减小, AMR 值最高时, 平均晶粒尺寸最大。图 6 是第 II 组样品的 XRD 图, 其中 (a), (b) 和 (c) 曲线对应的  $x$  值分别为 0.28, 0.36 和 0.41。可以看出, 薄膜 AMR 值最高时, 对应的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  111 衍射峰最强。同样, 由 111 峰的半峰宽计算了其对应的沿生长方向上的相干长度, 分别为 13.4, 17.1 和 14.7 nm, AMR 值较大的样品的相干长度较大

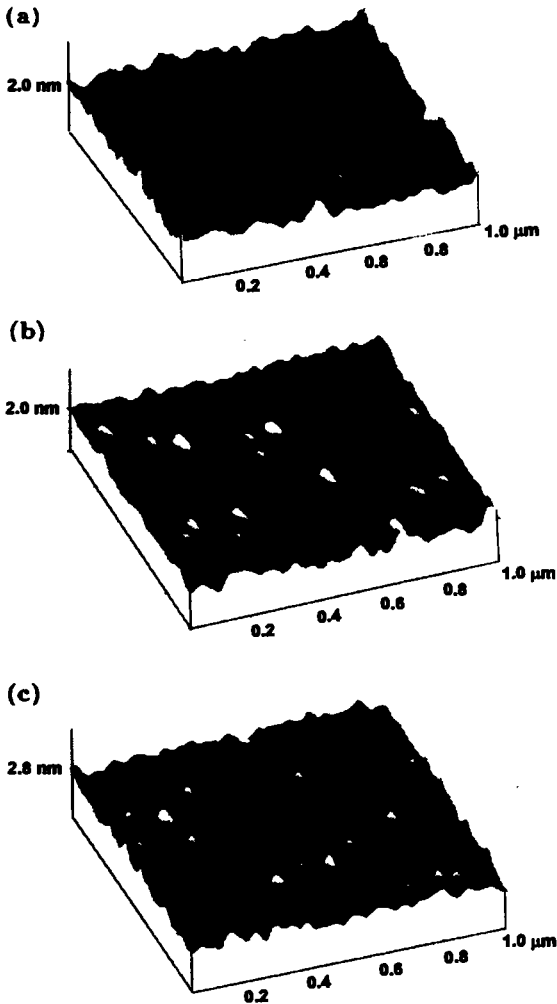


图 5  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (60.0 nm) 薄膜 AFM 像

Fig.5 AFM images of the  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (60.0 nm) films with  $x$  equal to 0.28 (a), 0.36 (b) and 0.41 (c), showing grain size to be 63.7, 110.3 and 77.6 nm, respectively

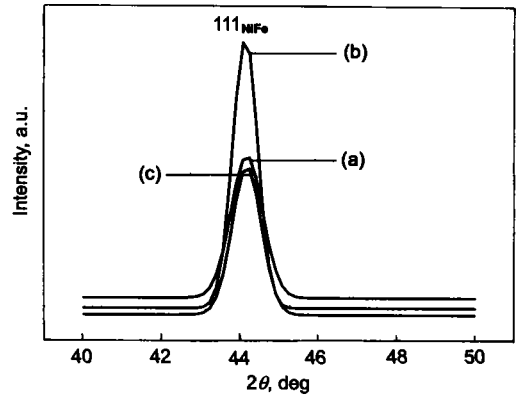


图 6  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (60.0 nm) 薄膜的 XRD 图

Fig.6 Local XRD patterns of the  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  (60.0 nm) films with  $x$  equal to 0.28 (a), 0.36 (b) and 0.41 (c)

(比  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  层的厚度 60.0 nm 小)。可见  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜 AMR 值的提高与其晶粒尺寸及 111 衍射峰的强弱紧密相关。晶界的存在增加了对导电电子的散射, 因而增加薄膜的电阻。大晶粒使样品中的晶界减少, 因而减弱电子散射, AMR 值增加。

### 3 结论

制备出了性能优良的  $(\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19})_{1-x}\text{Cr}_x/\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜。厚度为 20.0 nm 的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜随着种子层厚度的变化, 良好的  $\langle 111 \rangle$  取向是导致其 AMR 值增大的重要原因; 厚度为 60.0 nm 的  $\text{Ni}_{0.81}\text{Fe}_{0.19}$  薄膜, 随着种子层中 Cr 含量的变化, 大尺寸晶粒和良好的  $\langle 111 \rangle$  取向都是导致薄膜 AMR 值增大的重要原因。

### 参考文献

- [1] Tsang C, Decker S. *J Appl Phys*, 1981; 52: 2645
- [2] Tsang C, Lin T, MacDonald S. *IEEE Trans Magn*, 1997; 33: 2866
- [3] McGuire T R, Potter R I. *IEEE Trans Magn*, 1975; 11: 1018
- [4] Aker M A, Mapps D J, Ma Y Q. *J Appl Phys*, 1997; 81: 4122
- [5] Aker M A, Mapps D J, Ma Y Q. *IEEE Trans Magn*, 1998; 34: 1147
- [6] Miyazaki T, Ajima T, Sato F. *J Magn Magn Mater*, 1989; 81: 86
- [7] Funaki H, Okamoto S, Kitakami O. *J Appl Phys*, 1994; 33: 1304
- [8] Lee W Y, Toney M F, Mauri D. *IEEE Trans Magn*, 2000; 36: 381