

# 热处理及厚度对 $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ 薄膜磁电阻的影响

陈 森, 张师平, 吴 平, 付建波, 谢剑桥, 魏家琦

(北京科技大学 数理学院, 北京 100083)

**摘 要:** 利用电子束真空蒸发方法制备了不同厚度的  $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$  磁性薄膜, 研究了热处理及厚度对薄膜磁电阻的影响。利用四探针法测量了薄膜的磁电阻, 利用磁力显微镜观察了薄膜的磁畴结构。结果表明: 热处理可以提高薄膜的磁电阻, 尤其是厚度较小的样品, 效果更加明显。对于厚度较大的薄膜, 热处理可以改善磁畴结构, 磁畴分布更加有序, 出现了类巨磁电阻特征。

**关键词:**  $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$  薄膜; 热处理; 磁电阻; 磁畴

中图分类号: O484. 文献标识码: A doi: 10.3969/j.issn.1672-4305.2012.06.029

## Effect of heat treatment and thickness on $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ thin film's Magnetoresistance

CHEN Sen, ZHANG Shi-ping, WU Ping, FU Jian-bo, XIE Jian-qiao, WEI Jiao-qi

(School of Mathematics And Physics, Beijing University of Science and Technology, Beijing 100083, China)

**Abstract:** Different thickness  $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$  thin films were prepared by vacuum electron-beam deposition method, effects of heat treatment and thickness on Magnetoresistance (MR) of  $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$  thin films were investigated. MR value of  $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$  thin films was measured by four-point probe technology, structure of magnetic domains was observed by magnetic force microscope. The experiment results showed that heat treatment can improve the magnetoresistance especially on the thin film which has a thinner thickness. For the thicker thin film, heat treatment can improve magnetic texture, magnetic domain distributed more orderly and a kind of giant magneto resistance characteristics was observed.

**Key words:**  $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$  thin films; heat treatment; magnetoresistance; magnetic domains

磁电阻效应(MR)是指物质在磁场的作用下电阻率发生变化的物理现象。电流与磁场方向平行时,磁电阻效应称为纵向MR效应( $\text{MR}_{//}$ ),电流与磁场方向垂直时,磁电阻效应称为横向MR效应( $\text{MR}_{\perp}$ )。在居里点以下,铁磁材料的电阻率随电流 $I$ 与磁化强度 $M$ 的相对取向而异,称之为各向异性磁电阻效应(AMR)<sup>[1]</sup>。 $\text{CoFe}$ 合金薄膜具有大的各向异性磁电阻、高的饱和磁化强度、高磁化率、矫顽力小、磁场灵敏度高和磁滞伸缩小等特点,在隧道结及自旋阀结构中以及基于各向异性磁电阻效应及巨

磁电阻效应的磁传感器中得到广泛应用<sup>[2-6]</sup>。为了得到性能优良的 $\text{CoFe}$ 磁电阻薄膜材料,必须考虑各种制备工艺和后处理工艺的影响。影响薄膜磁电阻性能的因素很多,如制备薄膜时的预真空度、基片温度、薄膜的厚度、薄膜沉积后的热处理温度等<sup>[7-9]</sup>。本文采用四探针方法、磁力显微镜(magnetic force microscope, MFM)研究了热处理及厚度对 $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ 薄膜磁电阻的影响。

### 1 实验方法

#### 1.1 薄膜制备及热处理

实验采用电子束蒸发方法制备薄膜样品。利用 $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ 合金靶,在尺寸为 $1.5\text{cm} \times 0.5\text{cm}$ 的热氧化硅基片上室温沉积 $\text{CoFe}$ 薄膜,沉积时本底真空度优于 $5.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 。枪电压为 $8.0\text{kV}$ ,束流 $50\text{mA}$ ,沉

基金项目:北京科技大学研究型教学示范课建设项目(项目编号:JY2011SFK18);北京科技大学教育教学改革研究项目(项目编号:JG2011Z14)。

积时间分别为 10min、15min、20min 和 25min,样品厚度约为 70nm、105nm、140nm、175nm。热处理温度 450°C,在该温度下原子有合适的扩散速率<sup>[8]</sup>,真空度优于  $3 \times 10^{-4}$  Pa,时间为 1h。

## 1.2 测试方法

使用中国科学院本原纳米仪器有限公司生产的 CSPM5000 型磁力显微镜观察薄膜样品的表面磁畴形貌,横向分辨率 0.2nm,MFM 磁针垂直磁化,方向向下,采用抬起扫描模式,抬起高度为 100nm,扫描范围为  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ 。采用四探针方法测量薄膜电阻率及磁电阻率。磁电阻变化率的定义如下:

$$MR = \frac{\Delta\rho}{\rho} = \frac{\rho(H) - \rho(0)}{\rho(0)} \times 100\% \quad (1)$$

各向异性磁电阻定义如下:

$$AMR = \frac{\rho_{//} - \rho_{\perp}}{\rho_0} \times 100\% \approx MR_{//} - MR_{\perp} \quad (2)$$

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 热处理及厚度对薄膜电阻率的影响

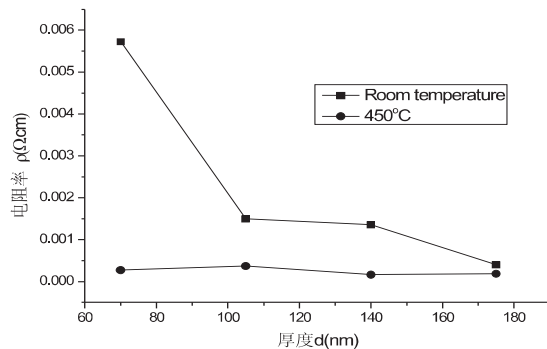


图1 样品退火前、后电阻率 $\rho$ 随薄膜厚度 $d$ 的变化曲线

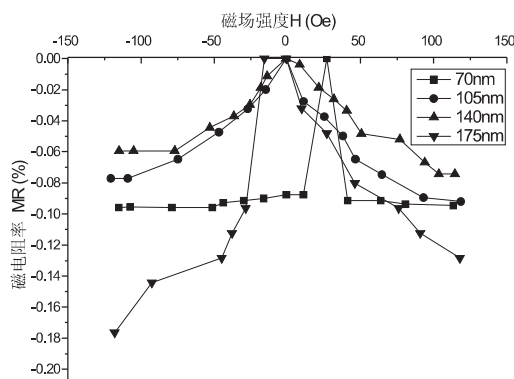
图1为样品退火前、后薄膜电阻率 $\rho$ 随厚度 $d$ 的变化曲线。从图1可看出,样品未经退火,薄膜电阻率随厚度的增加而减小,薄膜尺寸效应减弱。经

过 450°C 退火处理后,薄膜厚度对电阻率的影响不大,电阻率随样品厚度略有减小,与样品退火前相比,同种厚度样品电阻率明显较小。经一定温度真空退火后,一方面是由于晶粒长大,减少了晶界的面积,从而减少了晶界对传导电子的散射。另一方面退火可以有效地减小薄膜内的应力、缺陷,同样减弱了对传导电子的散射,从而导致电阻率的减小。

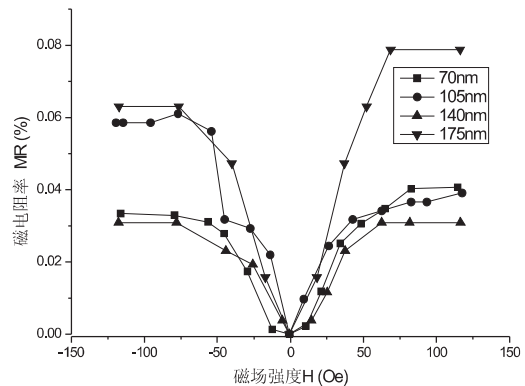
从图1还可看出,退火处理对不同厚度薄膜电阻率的影响不同。薄膜越薄,退火处理对薄膜电阻率的影响越大。厚度 70nm 的样品退火后,电阻率减小了约 20 倍,这是由于薄膜越薄,薄膜的电阻率对表面散射、缺陷及晶粒的大小的变化更加敏感,退火处理对薄膜的电阻率影响相对来说更显著。

### 2.2 不同外磁场下热处理及厚度对薄膜磁电阻的影响

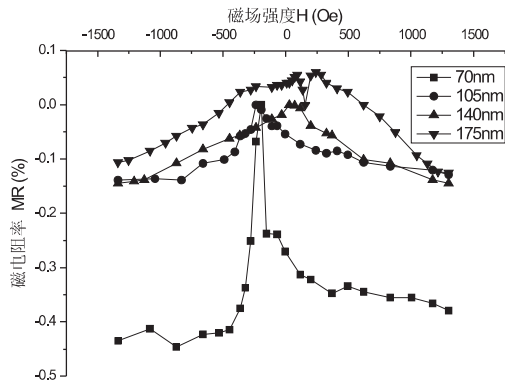
图2给出了电流与外磁场方向垂直和平行时退火前、后不同厚度薄膜样品的磁电阻率 MR 随外磁场  $H$  的变化曲线。磁电阻率随外磁场变化曲线的顶点并不在外场为零的地方,而是有一定的偏移。这是由于薄膜存在矫顽力和剩磁,使得在往复测量的过程中,导致磁电阻曲线顶点的偏移。从图2(a)、(c)可看出  $MR_{\perp}$  小于零,说明各向异性磁电阻 (AMR) 占主导地位,正常磁电阻 (OMR) 被淹没。退火对所有厚度的薄膜的 MR 都有影响,厚度较小的薄膜的 MR 有较大提高。如 70nm 薄膜,横向磁电阻率  $MR_{\perp}$  从退火前的 0.1% 增加到约 0.4%,纵向磁电阻率  $MR_{//}$  从退火前的 0.04% 增加到 0.35%。一方面退火处理降低了薄膜的电阻率,即使得公式(1)中的分母减小,导致磁电阻增大。对于厚度较小的薄膜电阻率在热处理后减小最大,MR 提高最明显。



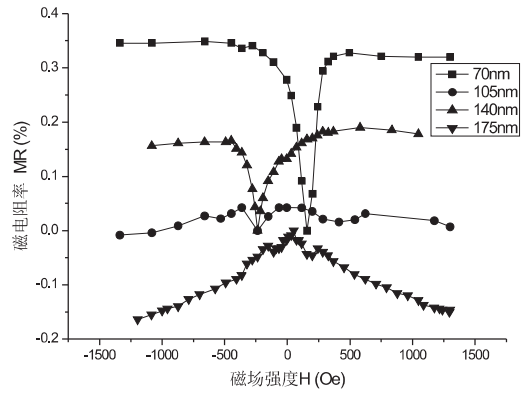
(a) 样品未经退火,电流与外磁场方向垂直



(b) 样品未经退火,电流与外磁场方向平行



(c) 450°C 退火, 电流与外磁场方向垂直



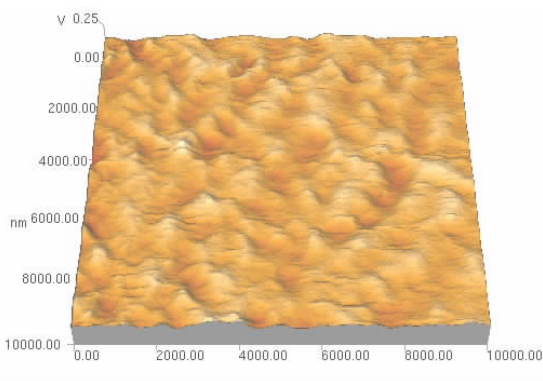
(d) 450°C 退火, 电流与外磁场方向平行

图2 不同厚度薄膜样品磁电阻率 MR 随外磁场 H 的变化曲线

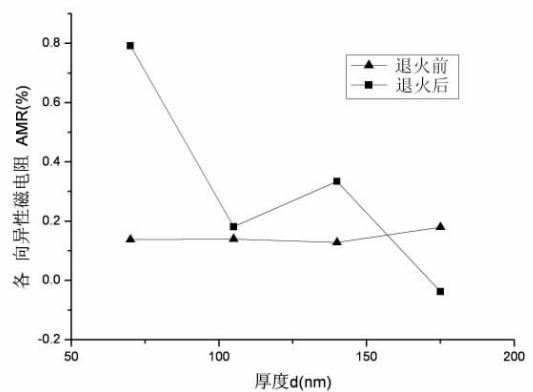
对于一般磁电阻,当外加电流方向与磁场方向平行时,随着磁场强度的增加电阻增大,MR<sub>∥</sub>变化率为正值<sup>[1]</sup>,但从图2(d)可看出,退火后,厚度为175nm的样品变化率MR<sub>∥</sub>为负值,出现了类似巨磁电阻的特征。可以用二流体模型给予简单的解释<sup>[10]</sup>。

对于厚度较大的薄膜,在退火过程中其晶粒更容易长大,且晶粒内部缺陷更少,残余应力减小,晶粒中的晶格更加完整,电子的散射几率减小,尺寸效应减弱,电子的平均自由程增大。与此同时,面内磁织构得到改善,磁畴分布更加有序。图3给出了70nm和175nm厚度的两种薄膜样品退火后的磁畴形貌,凸起表示磁矩指向面外,凹陷表示磁矩指向面内,其相对高度表示磁化强度的相对大小。由图3可以看出,厚度为70nm的薄膜磁畴形状无明显规律,磁畴分布杂乱无章。厚度为175nm的薄膜磁畴形状要规则得多,呈典型的条带状,磁畴表面起伏程度明显,这说明在面内存在一定的磁织构即磁畴分布具有一定的有序性。

根据二流体模型,导电的电子要受到磁性原子磁矩的散射作用,散射的几率取决于导电的电子自旋方向与磁性原子磁矩方向的相对取向。自旋磁矩与磁畴磁矩排列同向的电子受到的散射较小,自旋磁矩与磁畴磁矩排列相反的电子受到的散射较大,使得自旋向上和自旋向下的电子对电阻的贡献不同。对于厚度较小的薄膜,磁畴方向是随机的,自旋向上和向下的电子总体上受到的散射几率是一样的,相当于两个大电阻并联,所以总电阻率较大。厚度为175nm的薄膜,面内存在一定的磁织构,等效于一个外磁场作用,磁畴磁矩排列方向趋近于外磁场方向,自旋方向与磁场方向相同的电子散射几率将小于自旋方向与磁场方向相反的电子的散射几率,相当于一个小电阻和一个大电阻并联,将导致总电阻率降低,这与多层膜中的巨磁电阻效应的机制相似,不管电流与外场垂直还是平行,磁电阻变化率都是小于零的。由于等效外磁场很小,不可能出现多层膜中的较大的磁电阻效应。



(a) 70nm



(b) 175nm

图3 不同厚度薄膜退火后的磁畴形貌(三维图像)

### 2.3 热处理及厚度对薄膜各向异性磁电阻的影响

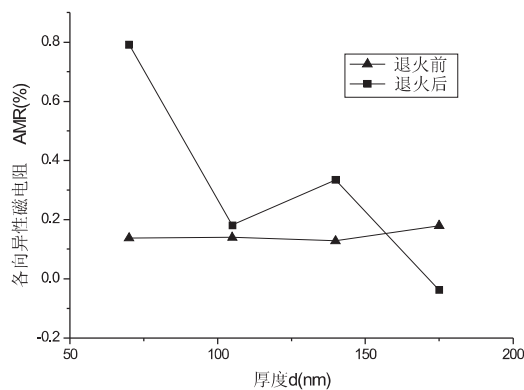


图4 样品退火前、后各向异性磁电阻 AMR 随薄膜厚度  $d$  的变化曲线

图4给出了退火前、后样品的最大各向异性磁电阻随薄膜厚度的变化曲线。由图4可以看出,退火处理后,厚度相对较小的薄膜的各向异性磁电阻增加。厚度70nm的薄膜AMR变化最大,提高了约5倍。在各向异性磁电阻占主导的情况下,MR的绝对值增大,由公式(2)可知,AMR必将增大,退火后MR绝对值增加越大,其AMR的提高也就越大,所以厚度为70nm的薄膜的AMR提高最大。而对于厚度为175nm的薄膜,受热处理的影响磁畴分布更加有序,出现了类巨磁电阻特征,MR<sub>⊥</sub>与MR<sub>∥</sub>均小于零,由公式(2)可知,导致了AMR减小。

### 3 结语

综上所述,薄膜厚度越小,尺寸效应明显,薄膜的电阻率越大,适当温度热处理,薄膜的电阻率降低,薄膜越薄,热处理对薄膜电阻率的影响越大。热处理可以提高薄膜的磁电阻,尤其是厚度较小的样品,效果更加明显。对于厚度较大的薄膜,热处理可

以改善薄膜磁织构,磁畴分布更加有序,出现了类巨磁电阻特征。

### 参考文献(References):

- [1] 严密. 磁学基础与磁性材料[M]. 杭州: 浙江大学出版社. 2006: 221 - 226.
- [2] Tsang C, Decker S. The origin of barkhausen noise in small permalloy magnetoresistive sensors [J]. Appl Phys, 1981, 52(3): 2467 - 2471.
- [3] Tsang C, Lin T, MacDonald, et al. Gb/in<sup>2</sup> recording demonstration with conventional AMR dual element heads & thin film disks [J]. IEEE Trans Magn, 1997, 33(5): 2866 - 2871.
- [4] 周勋, 梁水清, 唐云俊, 等. 磁电阻效应的研究进展[J]. 物理实验, 2000, 20(9): 13 - 16.
- [5] 王立锦, 陈连康, 郭歌, 等. 热处理对 Ta/ Ni<sub>0.65</sub>Co<sub>0.35</sub> 薄膜微结构和磁电阻性能的影响[J]. 北京科技大学学报, 2009, 31(3): 362 - 365.
- [6] 张辉, 滕蛟, 于广华, 等. 非均匀退磁场对 NiFe 薄膜 AMR 元件性能的影响[J]. 功能材料与器件, 2007, 13(5): 449 - 452.
- [7] 白翠琴, 吴平, 李正强, 等. 退火对 CoFe 薄膜结构特性的影响[J]. 中国民航学院学报, 2006, 24(3): 52 - 54.
- [8] 白翠琴, 吴平, 邱宏, 等. 真空退火处理 CoFe 对薄膜结构及磁电阻特性的影响[J]. 河北理工学院学报, 2004, 26(3): 87 - 89.
- [9] 张善庆, 莫卫红, 王广生, 等. Fe - Co 软磁合金真空磁场热处理工艺研究[J]. 航空材料学报, 2003, 23(10): 58 - 64.
- [10] 姜宏伟. 磁电子学讲座第三讲 - 磁性金属多层膜中的巨磁电阻效应[J]. 物理, 1997, 26(9): 562 - 567.

收稿日期: 2012 - 08 - 02

修改日期: 2012 - 09 - 27

作者简介: 陈森(1978 -), 男, 河南濮阳人, 硕士, 工程师, 物理实验中心副主任, 主要从事物理实验教学、研究和管理工作的。

(上接 89 页)

- [7] 龙丽辉, 郭增军. 黄芩中漆黄素提取工艺及含量测定方法的研究进展[J]. 中华临床医学研究杂志, 2006, 12(21): 2937 - 2938.
- [8] 梁莉芳, 周光明, 黄成. 漆黄素的高效液相色谱化学发光检测方法研究[J]. 西南大学学报(自然科学版), 2008, 30(7): 47 - 50.
- [9] 黄美霞, 胡娟, 叶蕪芝, 等. 分子烙印技术在中草药活性成分分离分析中的应用进展[J]. 福建中医学院学报, 2007, 17(1): 66 - 68.
- [10] 李礼, 胡树国, 何锡文, 等. 应用分子印迹 - 固相萃取法提

取中药活性成分非瑟酮[J]. 高等学校化学学报, 2006, 27(4): 608 - 611.

- [11] 马大鹏. 分子印迹技术及其应用研究新进展[J]. 赤峰学院学报(自然科学版), 2012, 28(2): 22 - 24.

收稿日期: 2012 - 09 - 19

作者简介: 王继红(1966 -), 男, 福建武平人, 实验师, 主要从事高校实训基地建设及实验技术管理工作。