

铝对 FeN 薄膜结构和磁学特性的影响*

章 勇

(华侨大学电气技术系,泉州 362011)

摘要 铝的添加使 FeN 薄膜变成非晶,并在 FeAlN 薄膜中形成某些柱状物,材料粒度变小,FeAlN 薄膜矫顽力也变小.多层膜的效果,阻断了微粒沿垂直于膜面方向的生长,从而进一步降低其矫顽力.同时铝的添加,也增加了样品饱和磁化强度的热稳定性.

关键词 薄膜,非晶态,矫顽力,饱和磁化强度,热稳定性

分类号 O 484

近年来随着磁记录材料矫顽力的增加,磁记录的密度也极大地增加⁽¹⁾.为在这些新型的磁记录材料上进行读写,必须研制新的磁头.在磁头铁芯的磁隙表面镀上一层高磁导率和高饱和磁化强度的软磁材料薄膜,可大大改善磁头的性能,此技术称为 MIG (Metal in Gap). MIG 的关键问题,是寻找一种具有优良性质的软磁材料.其优良性质包括:(1)高饱和磁感应强度 B_s ($>1\text{T}$);(2)在高频时具有高磁导率 μ ;(3)低矫顽力;(4)零磁致伸缩. N · Kumasaka 报道了 FeSi/Al 多层膜具有良好的软磁性能⁽²⁾. 因为 Al 层是非磁性的,所以薄膜总的饱和磁感应强度会有所下降.我们在制备样品时,直接把 Al 加入 FeN 薄膜中,研究 Al 对 FeN 薄膜结构和磁学性质的影响.

1 实验条件和测量方法

FeAlN 薄膜由直流磁溅射装置制备. FeAl 靶由 325 目的纯 Fe 粉和纯 Al 粉按原子比 70 : 30 的比例混合而成. N_2 是在溅射过程中和 Ar 一起引入溅射室内, N_2 和 Ar 的流量比是由流量调节器控制的. 因溅射反应, N 会进入 FeAl 层中形成 FeAlN 薄膜. N_2 和 Ar 的流量比控制在 0%~30% 之间,预溅射时间大于 1h. 作为对照在相同条件下,利用纯 Fe 作为靶,制备了 FeN 薄膜. 多层膜是在溅射过程中间歇地通入 N_2 制成的. 溅射条件:溅射前背景压力 $2.67 \times 10^{-5} \text{Pa}$, 溅射时溅射室内总压力为 0.67 Pa. 直流输入功率固定为 75 W, 薄膜的衬底材料为盖片玻璃. 溅射速率为 $12 \text{ nm} \cdot \text{min}^{-1}$, 控制溅射时间使所有样品总厚度均为 500 nm. 在溅射过程中衬底始终均未冷却. 退火条件是在真空中温度 350°C 下保温 1h, 然后在真空条件下自然冷却到室温.

薄膜的晶体结构和微观形貌是用 Rigaku X 射线谱仪和原子力显微镜 (Atomic Force Mi-

* 本文 1993-11-25 收到;美国国家科学基金 DMR-8918889 和福建省自然科学基金资助项目

scopy)确定的. 饱和磁化强度和样品的矫顽力是用交变梯度力磁强计(Alternating Gradient Force Magnetometer)测定. 所有的测量均在室温下进行.

2 结果和分析

从图 1 可以看出, FeN 薄膜在 2θ 分别为 37.6° , 43.0° 和 68.4° 时出现 3 个明显的衍射峰, 它们反映了在 FeN 薄膜中含有 α -Fe 和 γ' -Fe₄N 结构. 然而, FeAlN 薄膜仅在 $2\theta = 43.0^\circ$ 处出现一个弥散的凸起, $2\theta = 25^\circ$ 处宽闊峰是由玻璃衬底引起的. 当掺入 Al 时, FeAlN 薄膜的结构变为非晶态, 其所对应的 X 射线衍射峰消失, 而代之以弥散的凸起. 这和 Katori 小组的工作是一致的^[3]. 因为 Al 的掺入既阻止晶粒的成长, 符合文[4]的类似结果, 也由原子力显微镜的表面照片所证实.

在 FeAlN 薄膜中出现许多柱状结构, XY 方向的平均线度为 25 nm 左右(图 2). 同时, 原子力显微镜的测量结果, 给出了 FeAlN 薄膜的 Z 向平均粗糙度为 (107 ± 10) nm; FeN 薄膜的 Z 向平均粗糙度为 (42 ± 3) nm,

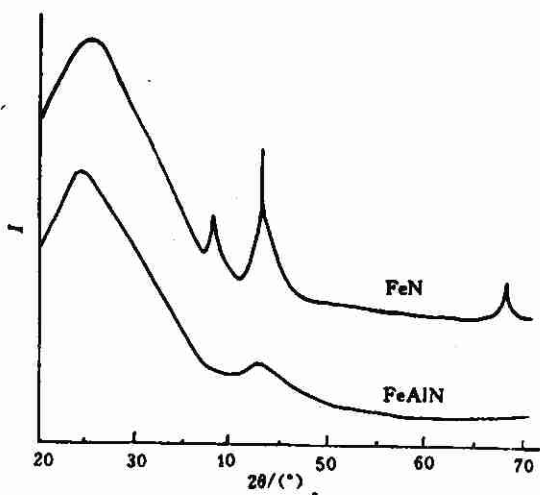


图 1 FeN 和 FeAlN 薄膜的 X 射线衍射谱

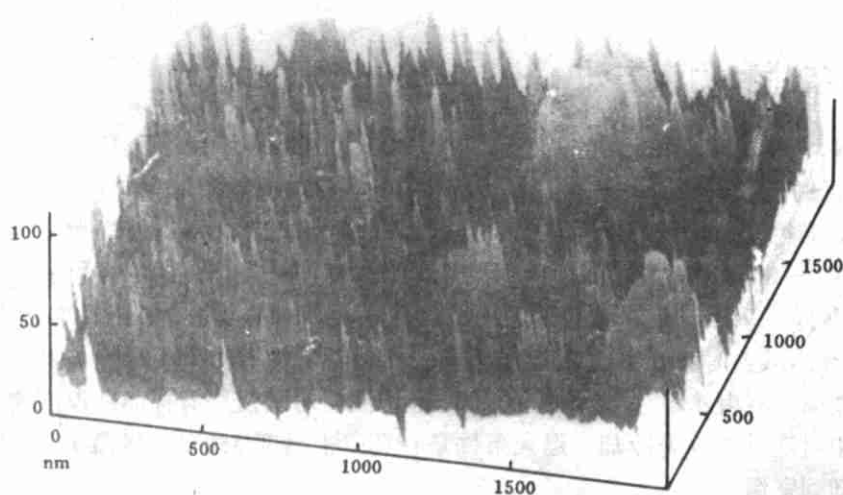


图 2 FeAlN 薄膜在原子力显微镜下的表面三维形貌(nm)

XY 方向的平均线度为 160 nm 左右. 这从另一侧面证实 Al 的掺入确实阻止微粒的成长, 使

得许多柱状结构不能连成大的颗粒。因此,FeAlN 薄膜 Z 向的平均粗糙度增加,而 XY 方向的颗粒平均线度减小。

退火前,当 N_2/Ar 流量比 $r_{N_2/Ar}$ 比例从 2.5% 增加到 30% 时,FeN 薄膜的饱和磁化强度很快地下降(图 3)。这是由于在 FeN 薄膜中除了 α -Fe 外,还存在着 Fe_4N 和其他 FeN 化合物,在室温下 Fe_4N 和其他 FeN 化合物($Fe_{16}N_2$ 除外)的饱和磁化强度 M_s 小于纯 Fe 的饱和磁化强度。当 N_2/Ar 流量比增大,在薄膜中 FeN 化合物的比例也增大,总的饱和磁化强度则减少。然而,当掺入 Al 之后,且 N_2/Ar 的流量比小于 15% 时,饱和磁化强度的变化很小。我们认为,这是由于 Al 比 Fe 的化学性质活泼,所以 N 原子进入 FeAl 薄膜之后,首先和 Al 反应形成 AlN 化合物,只有少量的 N 和 Fe 反应形成 FeN 化合物,因而薄膜总的饱和磁化强度变化不大。随着 N_2/Ar 流量比的提高,进入 FeAl 薄膜的 N 原子越来越多,一旦 Al 基本形成 AlN 化合物后,必有越来越多的 Fe 原子参与反应,形成 FeN 化合物。因此,当 N_2/Ar 流量比为 30% 时,FeAlN 薄膜的饱和磁化强度急剧下降。

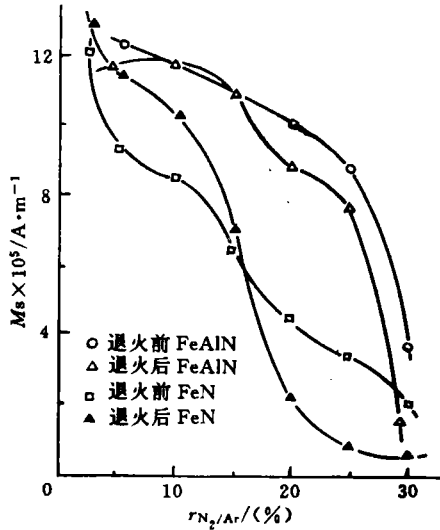


图 3 退火前后样品饱和磁化强度 M_s 和 N_2/Ar 流量比 $r_{N_2/Ar}$ 的关系

退火后,对于 N_2/Ar 流量比为 5% 和 10% 的 FeN 薄膜, M_s 增加了 $2 \times 10^5 A \cdot m^{-1}$ 和 $1.7 \times 10^5 A \cdot m^{-1}$, 变化率分别为 21.7% 和 20%; 对于 N_2/Ar 流量比为 25% 和 30% 的 FeN 薄膜, M_s 减小了, 减小率分别为 75% 和 68%。同样, 对于 FeAlN 样品, 当 N_2/Ar 流量比为 5% 和 10% 时, M_s 基本保持不变; 当 N_2/Ar 流量比为 25% 和 30% 时, M_s 减小, 减小率分别为 13.6% 和 20%。我们认为, 这是在退火时对于 N_2/Ar 流量比较小的 FeN 薄膜, 部分 FeN 化合物分解并形成 N_2 逸出, 所以样品中 FeN 化合物减少, M_s 略有上升; 对于 N_2/Ar 流量比较大的样品, 进入薄膜的 N 除了形成 FeN 化合物之外, 还有部分是以间隙原子的形式存在。它在退火时, 少部分 N 从 FeN 化合物中分解逸出, 更多的 N 却从间隙原子转化为 FeN 化合物, 所以样品的 M_s 变小。Al 是一种化学性质较为活泼的金属, 对 N_2/Ar 流量比较小的样品, AlN 化合物不易分解, 所以退火后总的 M_s 基本不变。对于 N_2/Ar 流量比较大的样品, 由于间隙原子形式的 N 和 Fe 反应形成 FeN 化合物, 所以退火后, 样品的 M_s 减少。附表是直流功率为 75 W 和 N_2/Ar 流量比为 20% 时, 样品矫顽力的比较。从表中可以看出, FeAlN 薄膜矫顽力比 FeN 薄膜小。这是由于在一定范围内, 材料的颗粒越小, 矫顽力也越小。当掺入 Al 之后, 随着 FeAlN 粒度变小, 其矫顽力也跟着下降^[5,6]。在多层膜的情形里, 由于多层膜阻止在薄膜厚度方向的颗粒生长, 所以进一步地降低了材料的矫顽力。

附表 样品矫顽力 ($A \cdot m^{-1}$) 的比较

样品成分	单层膜	多层膜
FeN	1312.0	74.0
FeAlN	29.6	2.4

3 结论

Al 的添加使样品变成非晶态,并在 FeAlN 薄膜中形成某些柱状物. 由于材料粒度的变小,使得 FeAlN 薄膜矫顽力变小. 多层膜的效果阻断微粒沿垂直于薄膜的方向生长,从而更加降低铁磁薄膜的矫顽力. 且 Al 的化学性质比 Fe 活泼,所以 Al 的添加增强了样品的饱和磁化强度及其热稳定性.

在美国内布拉斯加大学材料研究和分析中心完成本实验工作中,曾得到该中心主任 D. J. Sellmyer 教授的指导,特此致谢.

参 考 文 献

- 1 Kohmoto O, Tsukada T, Sato S. High coercive force of substituted $\text{SrFe}_{12-x}\text{M}_x\text{Q}_{19}$ ($\text{M}=\text{Al}, \text{Cr}$) ferrite particles. Jpn. J. Appl. Phys. 1, Regul. Pap. Short Notes (Japan), 1990, 29(10): 1944~1945
- 2 Kumasaka N, Saito N, Shiroishi Y, et al. Magnetic properties of multilayered Fe-Si films. J. Appl. Phys., 1984, 55(6): 2238~2240
- 3 Katori K, Hayashi K, Hayakawa M, et al. Soft magnetic Fe-Al-N/Si-N multilayered film with high thermal stability. Appl. Phys. Lett., 1989, 54: 118~121
- 4 耿文范. 神奇的现代新材料. 北京: 兵器工业出版社, 1991. 2~12
- 5 Wit H J de. Soft magnetic multilayers. Rep. Prog. Phys., 1992, 55: 113~155
- 6 Zhang Y, He P, Wang D, et al. Structure and soft magnetic properties of FeAl/FeN multilayered films with high B_s and μ . Bull. Am. Phys. Soc., 1993, 38(1): 619~620

The Effect of Aluminium on the Structure and the Magnetic Property of FeN Films

Zhang Yong

(Dept. of Electric Technique, Huaqiao Univ., 362011, Quanzhou)

Abstract Owing to the addition of aluminium, FeN film becomes amorphous and some columns form in FeAlN film. The decrease of material grain size leads to the decrease of coercive force of FeAlN film. The effect of multilayer films is to prevent the grains from growing along the direction perpendicular to the film surface, thus the coercive force of material further decreases. Simultaneously, the addition of aluminium increases the thermal stability of the saturation magnetization of the samples.

Keywords film, amorphous, coercive force or coercivity, saturation magnetization, thermal stability