

# 磁场退火温度对 $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ 薄膜磁畴结构的影响研究

陈森, 张师平, 吴平, 徐建, 向勇

(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厚度 100 nm 的  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜, 研究了磁场退火温度对薄膜磁畴结构的影响。利用振动样品磁强计测量了磁滞回线, 利用磁力显微镜观察了薄膜的表面形貌和磁畴结构。结果表明: 磁畴结构为明显的条状畴, 磁畴宽度最大值约为 860 nm; 随着磁场退火温度的升高, 磁畴取向趋于沿垂直膜面方向, 退火温度为 600 °C 时, 沿着主畴的畴壁形成了细小的横向细畴结构。

**关键词:**  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜; 磁畴; 磁场退火

中图分类号: O484.4 文献标志码: A 文章编号: 1002-4956(2013)03-0056-04

## Effects of magnetic field annealing temperature on magnetic domain structure of $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ thin films

Chen Sen, Wu Ping, Zhang Shiping, Xu Jian, Xiang Yong

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

**Abstract:**  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  thin films (thickness of 100 nm) were prepared by vacuum electron-beam deposition method, and effects of magnetic field annealing temperature on the magnetic domain structure of  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  thin films were investigated. The magnetic hysteresis loops of  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  thin films were measured by vibrating sample magnetometer (VSM), Surface morphology and magnetic domains structure were observed by magnetic force microscope (MFM). The experiment results show that the magnetic domain structure is obvious stripe-shaped domains, and the maximum width value of magnetic domains is about 860 nm; with annealing temperatures increase, the domain is oriented along the vertical direction to the thin films surface. Small transverse domain structure is formed along domain walls of the main domain when the annealing temperature is 600 °C.

**Key words:**  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  thin films; magnetic domain; magnetic field annealing

磁性材料的磁性能不仅对其显微组织敏感, 对磁畴结构也十分敏感, 磁畴结构是磁性材料性能好坏的内因, 它们之间存在着一定的内在联系。磁畴的结构包括畴壁的磁矩的变化方式、磁畴的大小和形状, 是退磁能和畴壁能相互矛盾、竞争以满足总能量最低的结果<sup>[1]</sup>。实际材料中的磁畴结构, 还要受到材料的尺寸、晶界、应力、掺杂和缺陷等因素的影响<sup>[2]</sup>。因此, 研究磁畴结构不仅有助于了解材料的磁性能, 而且对改进材料的加工工艺以改善磁性能也是非常有益的。

$\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  磁性薄膜由于在室温下有高的各向异性

磁电阻、低的矫顽力和高的磁导率等优良软磁性能, 广泛用于制作灵敏度高、尺寸精、体积小、高频损耗小、时间和温度稳定性好的电子元器件与传感器中<sup>[3-5]</sup>。实验上对  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  磁性薄膜的研究已经有很多, 包括退火、基片温度、厚度等对薄膜结构及磁性能的影响<sup>[6-13]</sup>, 但研究退火温度对  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  磁性薄膜的磁畴结构影响的报道还比较少。本文利用磁力显微镜 (magnetic force microscope, MFM)、振动样品磁强计 (vibrating sample magnetometer, VSM) 研究了磁场退火温度对  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜磁畴结构的影响。

### 1 实验

利用 C6 型电子束真空蒸发镀膜机, 在 1.5 cm × 0.5 cm 的热氧化硅基片上制备  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜, 真空度优于  $5.0 \times 10^{-4}$  Pa, 枪电压为 8 000 V, 溅射束流为

收稿日期: 2012-06-03 修改日期: 2012-09-17

基金项目: 北京科技大学研究型教学示范课建设项目 (JY2011SFK18);

北京科技大学教育教学改革研究项目 (重点) (JG2011Z14)

作者简介: 陈森 (1978—), 男, 河南濮阳, 硕士, 工程师, 主要从事物理实验教学和功能薄膜材料研究工作。

0.075 A, 溅射时间为 1 h, 薄膜厚度约为 100 nm。在 50、150、250、300、400、450、500、550、600 °C 的温度下真空退火, 保温 2 h, 退火时加磁场 7 957.8 A/m (100 Oe), 磁场方向平行于薄膜的长轴。

使用 Quantum Design 公司生产的 VSM 测量薄膜的磁滞回线; 使用中国科学院本原纳米仪器有限公司生产的 CSPM5000 型 MFM 观察薄膜表面形貌和磁畴结构, 横向分辨率 0.2 nm, MFM 磁针垂直磁化, 方向向下, 采用抬起扫描模式, 扫描范围为  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ ,  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$ , 抬起高度为 100 nm。

## 2 结果和分析

### 2.1 退火温度对晶粒尺寸的影响

图 1 为不同退火温度下的  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜样品表面 AFM 形貌图, 扫描范围为  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 。图 2 给出了利用 imager 4.60 软件分析得到的晶粒平均尺寸  $b_1$  随退火温度  $t$  的变化曲线。从图 1 和 2 中可以看出, 薄膜样品的晶粒清晰可见, 在 450 °C 以下退火, 晶粒尺寸随退火温度的升高而增大, 最大的晶粒直径约为 99 nm。当退火温度超过 450 °C 时, 晶粒尺寸不再显著增加。

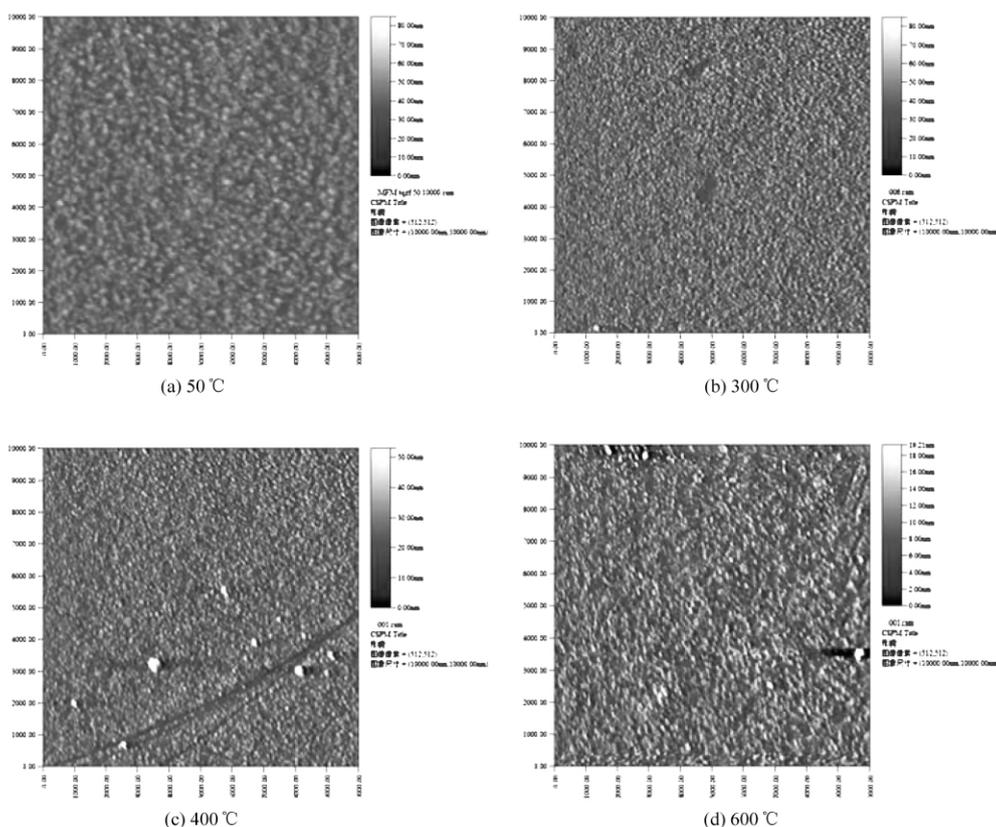


图 1 不同退火温度的  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜表面形貌

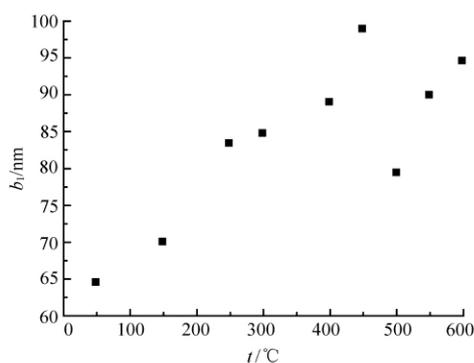


图 2 晶粒平均尺寸随退火温度的变化曲线

### 2.2 退火温度对薄膜磁畴结构的影响

图 3 为不同退火温度下薄膜样品处于剩磁状态的磁畴结构图, 扫描范围为  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 。由于 MFM 的探针是垂直磁化的, 当针尖磁化方向与样品内磁畴磁化强度沿垂直膜面分量的方向相反时, 两者互相吸引, 为明亮区域, 反之为暗区。明暗的强弱反映了磁畴磁矩沿垂直膜面方向分量的大小。图 4 给出了利用 imager4.60 软件栅格分析得到的主磁畴宽度  $b_2$  随退火温度的变化曲线图。

从图 3 可以看出, 磁畴结构为单轴晶体的典型条状畴, 排列整齐, 随着退火温度的升高, 磁畴的亮度增加, 表明磁畴磁化强度沿垂直方向的分量增加, 磁畴取向趋向于沿垂直膜面方向, 垂直各向异性增强。

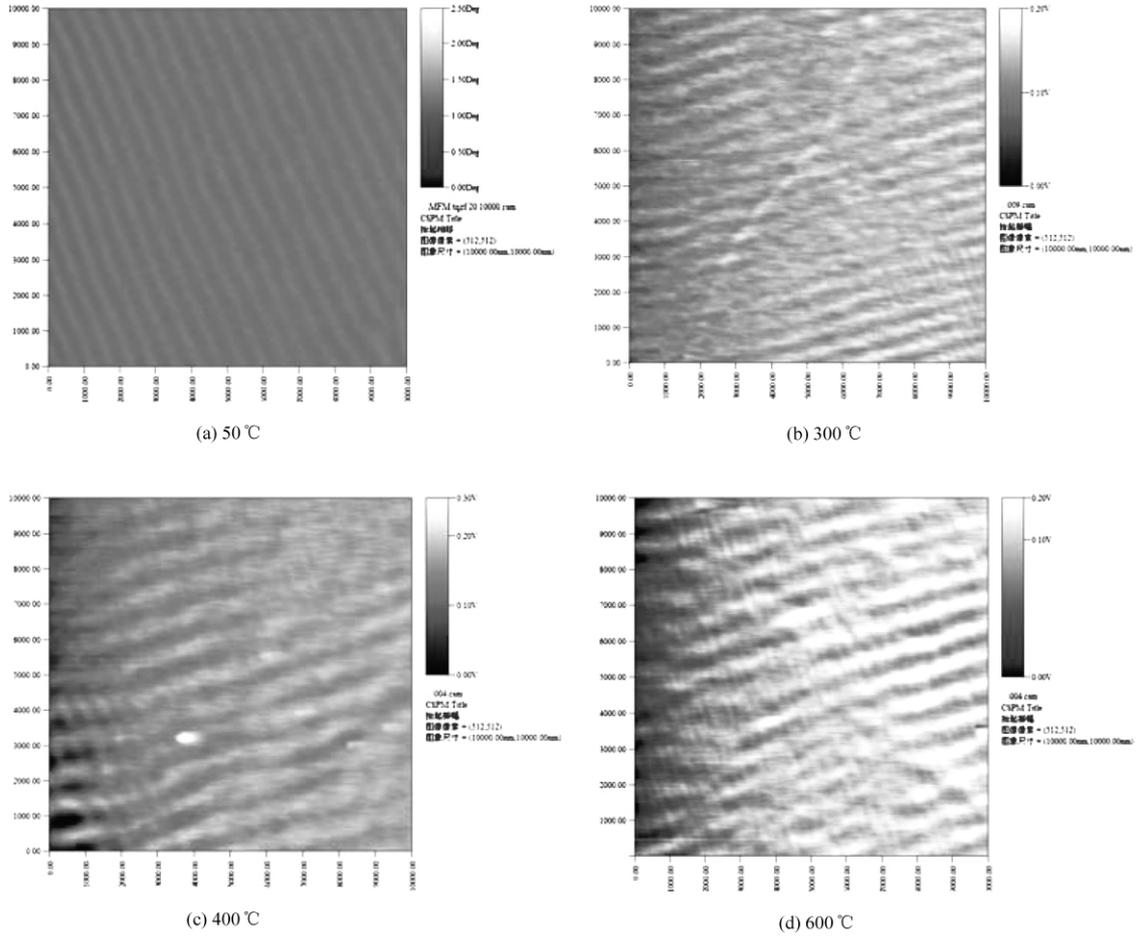


图3 不同退火温度的 Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> 薄膜样品表面磁畴结构

从图4可以看出,主磁畴的宽度  $b_2$  随退火温度的升高而增加,在 400 °C 下退火薄膜样品表面磁畴宽度达到最大值,约为 860 nm,远大于晶粒平均尺寸,同一个磁畴可跨越多个晶粒,退火温度再升高时磁畴宽度不再继续增加。

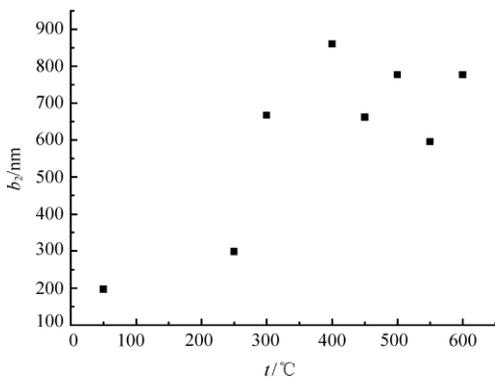


图4 主磁畴宽度随退火温度的变化曲线

图5给出了退火温度为 50 °C、600 °C 的 Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> 薄膜样品的磁滞回线 ( $M-H$  曲线),所加磁场方向与样

品表面垂直。由图5可看出,在弱磁场范围内 ( $H = -1989 \sim +1989$  A/m), 600 °C 退火薄膜样品磁化强度均大于 50 °C 退火的样品,在剩磁状态下,磁化强度趋向于沿着垂直薄膜表面方向,与图3所观察的现象一致。

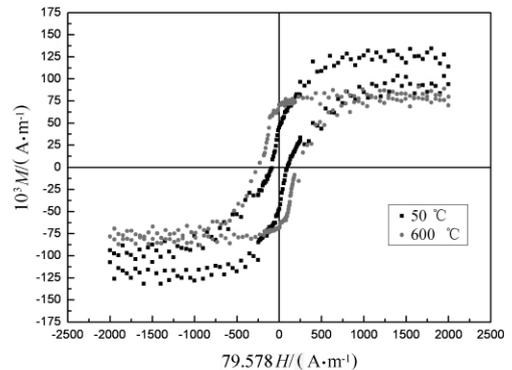


图5 不同退火温度 Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> 薄膜样品的  $M-H$  曲线

可见,在适当温度下退火可有效提高薄膜质量。对于多晶材料,退火温度越高,晶粒长大,晶界面积减

小,晶粒界面上聚集的自由磁荷减少,退磁能减小,磁畴宽度增大;但是由前面分析可知,当退火温度超过  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  时,晶粒尺寸不再显著增加,晶界面积不再变化,磁畴宽度趋于稳定。另外,退火温度越高,薄膜内的缺陷越少、内应力越小,面内结构得到改善,磁畴分布、磁矩排列更加有序,磁畴取向趋向于沿垂直膜面方向,垂直各向异性增强。

为了更清楚地反映样品表面的磁畴结构细节,保持抬举高度不变,测量了更小扫描范围( $2\text{ }\mu\text{m}\times 2\text{ }\mu\text{m}$ )内的磁畴结构图,如图 6 所示。从图 6(a)可看出,磁畴排列整齐,磁畴取向一致。图 6(b)中最亮的区域代表主磁畴,主磁畴之间存在细小的磁畴结构(箭头指示位置),它们的排列方向几乎和主磁畴垂直,并且磁畴内磁距的方向间隔排列。

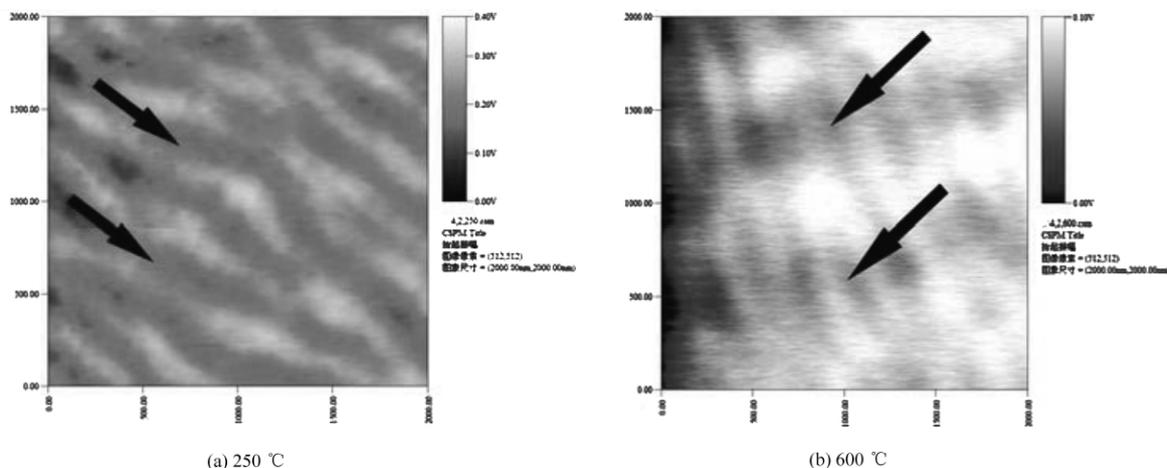


图 6 不同退火温度  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜样品的磁畴结构

随着退火温度的升高,薄膜的垂直各向异性增强,薄膜样品表面磁荷的聚集较低退火温度下的样品更多,这将极大地增加主磁畴的退磁能。根据自由能最低的原理,必然引起磁畴结构的变化。这种主磁畴之间分布细畴的结构可以有效降低系统的退磁能,进而降低总自由能。

### 3 结论

(1) 退火温度小于  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  时,  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜晶粒尺寸随退火温度的增加而增加,退火温度大于  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  时,晶粒尺寸随退火温度的变化不再明显,尺寸大小略有减小。

(2) 磁畴结构为明显的条状畴,随着退火温度升高,磁畴亮度、宽度随退火温度的增加而增加,磁畴宽度最大值约为  $860\text{ nm}$ ,磁畴取向趋于沿垂直膜面方向,垂直各向异性增强,与磁滞回线测量结果一致。

(3) 退火温度为  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  时,沿着主畴的畴壁形成了细小的横向细畴结构,其取向和主磁畴约成  $90^{\circ}$  夹角。

### 参考文献 (References)

[1] 钟文定. 技术磁学:上册[M]. 北京:科学出版社,2009:88.

- [2] 黄伯云. 材料物理性能[M]. 2版. 长沙:中南大学出版社,2011:123.
- [3] 曹静,王永锋. 退火方式对 1J79 软磁合金磁性的影响[J]. 材料热处理技术,2008,37(20):82-84.
- [4] 王立锦,陈连康,郭歌,等. 热处理对 Ta/ $\text{Ni}_{0.65}\text{Co}_{0.35}$  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.
- [5] 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.
- [6] 郑鹤,王艾玲,陈金昌. 热处理时间对 NiFe 薄膜性能的影响[J]. 材料导报,1996(5):27-31.
- [7] 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.
- [8] 吴平,李希,高艳清,等. 工艺参数对  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜结构与磁电阻特性的影响[J]. 物理实验,2006,26(6):8-11.
- [9] 王凤平,刘还平,吴平,等. 基片温度对坡莫合金薄膜结构和磁电阻的影响[J]. 发光学报,2003,24(4):435-437.
- [10] 王合英,沙文杰,陈欢,等. 基片温度对  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  薄膜结构和各向异性磁电阻的影响[J]. 金属功能材料,2007,14(2):1-4.
- [11] 刘天成,卢志超,李德仁,等. 热处理温度对 Fe-Ni 合金薄膜微结构及磁性能的影响[J]. 材料热处理学报,2007,28(6):1-5.
- [12] 李晓红,杨正. Fe-Ni 合金薄膜的结构和磁性[J]. 物理学报,2004,53(5):1510-1515.
- [13] 于广华,赵洪辰,朱逢吾,等. 较薄坡莫合金薄膜的磁性能和结构[J]. 真空科学与技术,2001,21(5):419-422.