

论文题目

论文内容摘要 (中文)

溅射CoCr薄膜是理想的垂直磁记录介质之一,因其优良的垂直记录性能一直为科学工作者所重视,虽然近十几年来CoCr膜的性能得到了很大的改进和提高,但在决定CoCr膜的磁化过程和反磁化机理这一物理问题上仍存在很大的争议,争论的焦点集中于CoCr膜是具有连续性还是具有粒子性,因而也就决定了CoCr膜是通过畴壁位移还是通过单畴粒子的磁矩转动来实现磁化反转?本论文就这一问题作了部分工作。

CoCr膜的磁性依赖于CoCr膜的晶体结构和膜厚,薄膜的晶体结构又与溅射条件,基板材料和膜厚有关,选择适当的溅射条件可以获得很好的磁性,本论文讨论不同基板材料衬底对CoCr膜晶体结构及磁性的影响。发现玻璃基板上的Ti衬底使CoCr膜的晶粒取向变好,而polyimide基板上的Ti衬底使CoCr膜晶粒取向变坏,但不论在哪一种基板上,Ti衬底均使CoCr膜的垂直磁性变好。

T. Wielinga将kooy-Enz模型应用于低矫顽力CoCr膜,发现低矫顽力CoCr膜磁化行为能为此模型很好地解释,高矫顽力CoCr膜一般认为是粒子结构,但也观察到畴结构的存在,因此,本论文将kooy-Enz模型应用于高矫顽力CoCr膜,发现在膜很厚的情况下与理论符合很好而在膜较薄的情况下与理论不符。因而认为高矫顽力CoCr膜很厚时,磁化和反磁化是通过畴壁位移实现,而膜很薄时为转动磁化反转,并分析了顽力与膜厚的关系。

为了讨论CoCr膜的反磁化机理,还测量了磁滞损失与测量角度的关系,结果表明,高矫顽力CoCr膜的反磁化过程为非一致转动,低矫顽力CoCr膜,当磁场垂直膜面时,通过畴壁位移实现磁化反转;偏离此方向时,反磁化过程转变为非一致转动。

论文内容摘要 (外文)

Sputter CoCr thin film is one of the most ideal perpendicular magnetic media. It has been being paid a lot of attention to by the scientists for its good perpendicular magnetic recording performance. Although CoCr film's properties has been improved in the past ten years, there still is some argued on the problems about the magnetization process and the magnetization reversal mechanism of the CoCr film. The argument focused on whether the CoCr films magnetic characteristics are from "particulate" or from "continuous". That is to say, The CoCr films reverse its magnetization by the domain wall motion or by the single domain particle's magnetization rotation.

The magnetic properties of CoCr thin film are correlated to the film structural properties and the structural properties are dependent on deposition condition and the thickness of the film. On the optimized deposition condition we can obtain the excellent film of good magnetic properties. The present paper discussed the effect of the different substrate materials on the crystalline structure and magnetic properties of CoCr film. It was concluded that the Ti underlayer on the glass substrate tends to align the c-axis normal to the film plane and the Ti underlayer on the polyimide substrate tends to make the c-axis orientation bad. But on both substrates, Ti underlayer trends to improve the perpendicular magnetic properties of the CoCr film.

T. Wielinga applied the Kooy-Enz model for the CoCr film of the low coercivity. As a result, he found that the low coercivity CoCr film's magnetization process could be described well by this model. The high coercivity CoCr film was thought to be "particulate". But the domain structure had been also found in this kind of film. Therefore, we applied the Kooy-Enz model for the high H_c CoCr film. We found that, when the films are very thick, it will accord with this model. But for the thinner films, it will not accord with this model. So, we think that, for the high coercivity film, the magnetization reverses by domain wall motion for the thicker film and by the rotation for the thinner film. We also discussed the relationship between the coercivity and the thickness of the film.

The hysteresis loss angular dependences of CoCr films were by VSM in order to discuss the magnetic reversal mechanism. It was shown that the magnetization reversal is by rotation for high coercivity CoCr film, but for the low H_c films, if the applied field normal to the film plane, the magnetization reversal is by domain wall motion, if the applied field is in the film plane, the magnetization reversal is by rotation.

目 录

第一章 引 言

1.1 CoCr膜垂直磁记录介质的提出

1.2 溅射CoCr膜的研究现状

第二章 理论计算

2.1 kooy—Enz模型

2.2 磁滞损失与角度的关系

第三章 样品的制备与测量

3.1 样品的制备

3.2 样品的测量

第四章 实验结果与讨论

4.1 Ti衬底对CoCr膜结构及磁性的影响

4.2 薄膜厚度与磁性的关系

4.3 角度的依赖关系

第五章 结 论

第一章 引 言

1.1 垂直磁记录CoCr膜介质的提出

垂直磁记录的思想是从为什么在记录过程中存在记录密度极限的解释中推导出来的[1] 最后发现, 介质的垂直磁化分量形成稳定的和高排列的记录模式是必不可少的, 因此。从一开始就寻求具有各向异性的膜, 试验过了许多种不同材料构成的膜: 从非晶到晶体, 从铁氧体到金属磁性材料, 最近集中于在膜中构成单畴细小粒子的材料上。

过去十年, 为了获得高的记录密度(准确地说, 高的可能再生密度), 单极磁头的主磁极厚度从 $1\mu\text{m}$ 减至 $0.2\mu\text{m}$, 记录密度从20KFRPI增至1000KFRPI, 介度厚度也应变薄以提高记录和重放灵敏度, 另一方面, 主磁级厚度的减少, 重放电压减小, 因此, 为了获得足够高的重放电压, 高矫顽力的介质比前更为需要。

溅射薄膜是最早提出来的几种介质之一, 因为它显示出合适的垂直磁记录所要求的磁性能, 一直为人们所重视。

1.2 溅射CoCr薄膜的研究现状

溅射CoCr薄膜作为理想的垂直磁记录介质是在1975年提出来的, 其后一直占垂直记录介质研究的统治地位, 这主要是由CoCr膜本的性质所决定的, CoCr膜在Co系合金膜中垂直磁晶各向异性最大[2], 通过转矩法测得的各向异性场很大且几乎不随饱和磁化强度而变化, 大的各向异性被证实主要来源于CoCr合金的内禀磁晶各向异性[2], 因为在铁磁性的区域内, Co和Cr原素是互溶的, 所以CoCr膜的磁性可以控制在很大范围内: 饱和磁化强度 M_s : $100\sim 1000\text{emu/cc}$, 矫顽力 H_c : $100\sim 2200\text{Oe}$, CoCr膜的磁性主要由膜的结构性质决定[3—7]。

1.2.1 柱状结构和Cr的富集

实验证明 [8], CoCr膜具有六角度密堆积结构, 而且在适当的溅射条件下制备的CoCr膜具有很明显的晶体择优取向 [9], X衍射曲线上只出现(0002)峰, 表明C轴垂直于膜面, 且摇摆曲线的半高宽 $\Delta\theta_{50}$ 很小, 所以, K. Ouchi提出了柱状晶粒结构模型: CoCr膜由贯穿整个膜厚的密排的细小柱状晶粒构成, 其磁各向异性由磁晶各向异性和柱状晶粒的形状各向异性共同决定。通过TEM和SEM观察发现, 随着膜厚的增大, 柱状粒子直径增大, 平均粒子直径大约为膜厚的十分之一。

通过研究CoCr膜的饱和磁化强度发现, CoCr膜的饱和磁化度大于同样成分构成的块状CoCr合金的饱和磁化强度, 因此认为C_v在柱状晶粒边界富集, 边界为非磁性富C_v相, 而晶粒中心为富C_v的相, 因其反磁化行为的改变, C_v的富集总是与高矫顽力相联系, 化学腐蚀和高分辨率电镜/X射线分析研究表明, 一个柱状畴——与一个晶粒联系——由具有所谓的CP图样小粒子构成, 已证实在厚CoCr膜中, 富Cr相在每个柱状结构/晶粒中心也存在 [10], 因此磁化单元比以前认为的更小, 这意味着一个记录位的物理大小极限更小了。

1.2.2 基板材料对CoCr膜性能的影响

为了形成尖锐的垂直磁化转变, 要求高的各向异性场, 为了使介质有高的各向异性场, 应形成很高的晶粒取向(hcp结构的c轴垂直于介质面), CoCr合金在基板材料上生长初始阶段, 形成一混乱取向似乎象非晶的初始层, 然后柱状晶粒在此层上外延生长 [11]。 “初始层”使晶粒取向度变坏, 为了解决这个问题, 提出了一个有效的方法——非磁层(200—300Å)衬底。在CoCr膜溅射前沉积在基板上, 提出过不同的衬底材料如Ge, Ti和Co—O等, 沉积在这些衬底上面的CoCr层有大的各向异性场 H_k 及高矩形垂直M—H曲线, 为了解释Ti衬底对结构及其磁性

的影响,提出了两种机理:

- 1) Ti衬底提高了CoCr膜的晶粒取向,提高了磁各向异性 [12、13];
- 2) Ti衬底有利于形成清晰的柱状结构,增加了形状各向异性 [14].

1.2.3 CoCr膜的反磁化机理

Cr在柱状晶粒状边界的富集使柱状晶粒边界出现非磁性,从而使粒子之间的相互作用减弱,以至使得单个柱状晶粒成为单畴粒子,出现粒子磁化行为.但即使在有Cr富集的情况下,富Cr的非磁性粒子边界并不完全确定,不均匀的富集使柱状晶粒的边界不完整,在膜内粒子与相邻粒子之间的铁磁耦合是很可能的,如果相互作用很强,膜将无明显的柱状结构,出现一致的磁化行为,因此随着粒子间作用强度的变化,介质将呈现“粒子”或“连续”行为 [15].因而,在讨论CoCr膜反磁化行为时,出现了以下两种模型:

1) 连续模型 [图1b]

从磁性与畴结构/磁化反转之间的联系的观点看,薄膜是一致的,无明显的柱状结构 [16],当外加场 $H_{\perp}$ 减小时,反磁化核出现,在一个临界场时,磁畴通过畴壁位移开始长大,因此,磁化过程由成核和畴壁生长决定。

2) 粒子模型(图1a):

CoCr膜具有柱状结构,除开退磁场的耦合作用,每个柱状晶粒在磁性上与邻近柱状晶粒孤立,在很大外场 $H_{\perp}$ 下,这些柱状晶粒非一致磁化,磁场减小时,由于极性反转产生一反磁化核,如果外场很低,通过漏散场与近邻的耦合导致最近邻柱状晶粒的稳定作用,这意着远处柱状晶粒首先翻转,结果导致了点状磁化分布。

畴壁位移磁化是CoCr膜的典型特征之一 [8.17—20] 柱状粒子非一致转动反磁化也为实验所证实 [21.22].

1. 3论文内容概述:

本论文将论200ÅTi衬底对CoCr膜晶体结构及磁性的影响, 在Kooy—Enz理论上讨论高矫顽力CoCr膜磁化曲线、回线斜率、面内剩磁与膜厚的关系, 然后讨论矫顽力与膜厚的关系, 最后讨论矫顽力、面内剩磁、磁滞损失与测量角度的关系。

第二章 理论计算

2.1 Kooy—Enz模型:

C. kooy和U. Enz [23] 在下列假设条件下, 用图2所示的畴结构计算了垂直磁化膜磁化曲线:

- 1) 具有垂直于膜面的磁各向异性;
- 2) 膜厚均匀, 膜面内的尺寸很大于膜厚;
- 3) 当磁化强度偏离易磁化轴时, 引入材料的 μ 因子;
- 4) 畴壁为垂直于膜面的Bloch壁;
- 5) 均匀的外磁场H平行于易磁化轴(z轴)。

若磁晶各向异性可用一个常数 K_1 描述, 则畴壁能 σ_w 及畴壁宽度 l 为 [24]:

$$\sigma_w = 4\sqrt{AK_1} \quad (1)$$

$$l = \pi\sqrt{A/K_1} \quad (2)$$

式中A为交换数, 畴壁宽度一般为100Å—200Å 所以, 在计算中畴宽 l 略去不计, 并假设畴壁位移矫顽力 $H_w = 0$, 这就是说Bloch壁可以自由移动, 畴结构将由畴壁能, 退磁能及外磁场势能级小条件决定, 计算给出 [23]:

$$\frac{M-H}{M_s} + \frac{2}{1+\sqrt{\mu}} \frac{P}{t \pi'} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{2} \sin \left[n \pi \left(1 + \frac{M}{M_s} \right) \right] \cdot \left[1 - \exp \left(-2 \pi n \frac{t \sqrt{\mu}}{P} \right) \right] = 0 \quad (3)$$

$$\text{得 } \lambda \frac{1+\sqrt{\mu}}{2} = \frac{P'}{\pi^2 t} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \sin^2 \left[\frac{1}{2} n \pi \left(1 + \frac{M}{M_s} \right) \right] \cdot \left[1 - \left(1 + 2 \pi n \frac{t \sqrt{\mu}}{P} \right) \exp \left(-2 \pi n \frac{t \sqrt{\mu}}{P} \right) \right] \quad (4)$$

$$\text{式中: } \lambda = \sigma W / \mu_0 M_s^2 \quad (5)$$

联立(3)、(4)式即可求得 $M/M_s - H/M_s$ 的计算结果 如图(3)

将式(3)微分可得磁化曲线在 $M=0$ 处的斜率:

$$T' = 1 + \frac{2}{1+\sqrt{\mu}} \frac{P_0}{t} \ln \left\{ \frac{1}{2} \left[\left(1 + \exp \left(-2 \pi \frac{t \sqrt{\mu}}{P_0} \right) \right) \right] \right\} \quad (6)$$

P_0 为 $M=0$ 根据(4)式求得的 P 值。

如果CoCr膜具有条状畴结构,那么其磁化曲线斜率应与理论计算结果一致, T. Wielinga [17] 研究了低矫顽力CoCr膜,发现符合很好,如图(4)

2.2磁滞损失与角度的关系

图(5a)给出了畴壁位移、S-W模型[25]和curling模型[26]磁化反转的理计算的磁滞损失与角度的关系, S 代表归一化的柱直径 R/R_0 , $R_0 = \sqrt{A/M_s}$, 角度 Ω 为外场与膜面垂直方向的夹角。K. Ouchi和S. Iwaski认为易轴有垂直取向、面内取向和随机取向, 则总磁滞损失 $L(\Omega)$ 为:

$$L(\Omega) = L_{\perp} \text{rot.}(\Omega) + L_{\perp} \text{w.m.}(\Omega) + L_{\parallel} \text{rot.}(\Omega) + L_{\parallel} \text{w.m.}(\Omega) + L_{\text{random}}(\Omega) \quad (7)$$

$L(\perp)$ 是易轴垂直取向转动和畴壁位移磁化反转的损失、 $L(\parallel)$ 和 $L_{\text{random}}(\Omega)$ 为易轴平行取向和随机取向磁化反转的磁滞损失, 第二、四、五项与 Ω 无关, 是常数, 与角度有关的损失由转动损失 $L_t(\Omega)$ 决

定, 假设面内取向部分的体积占膜总体积的 $r\%$, 忽略常数项, 则:

$$Lt(\Omega) = L(\perp) \cos(\Omega) \cdot (1-r/100) + L(\parallel) \sin(\Omega) \cdot r\% \quad (8)$$

$S=1.2$ 的计算结果如图(5b)所示.

第三章 样品的制备及测量

3.1 样品的制备

假如把加速了的离子轰击固体表面, 那么离子在和固体表面的原子交换动量之后, 就会从固体表面溅射(sputter)出来. 利用这种方法来蒸发物质制作薄膜的方法就是溅射法[28]. 这种方法与其它制膜如蒸发[29]、电镀[30]等相比有许多优点, 比较典型的是: (1) 薄膜成份对大块含金偏离小. (2) 薄膜对基板的附着力强.

3.1.1 溅射设备

本实验采用的是日本生产的SPF-312溅射设备, 此设备极限真空度为 5×10^{-7} Torr以上. 通过机械泵可达到 5×10^{-6} Torr的真空度, 然后通过有液氮冷阱的油扩散泵(CDP-1200)可达到高真空度, 基板架直径为200mm, 基板架转速可调, 最大转速可达15转/分, 基板和靶间距从50mm到100mm连续可调, 磁控场的存在, 增加了电子的运动轨迹, 产生更多的离子对, 提高了溅射速率, 分布板存在, 增加了成膜均匀区.

3.1.2 基片

本实验所用的基片有两种: 玻璃基片和polyimide基片, 基片在使用前都要进行必要的清洗, 玻璃基片清洗过程如下: (1) 丙酮中浸泡10小时以上, 以除去基板上明显的附着物, (2) 浓硫酸煮沸2~3分钟, 冷却至 $70^{\circ} - 80^{\circ}\text{C}$, (3) 丙酮超声10分, (4) H_2O_2 煮沸3~5分, 以上每步完毕后都用 100°C 蒸馏水冲洗数次再进行下一步, 最后在酒精中超声10分, 然后存放于干净丙酮中; polyimide在装好后用高压Ar气清洗.

3.1.3 薄膜的制备

在溅射前先将基片在真空室中220℃烘烤30分,然后再在基片上淀积薄膜,采用的靶直径为 $\phi 152$,CoCr靶为含Cr20%的合金靶,先在基片淀积200A厚的Ti膜,然后再淀积CoCr膜。

Ti膜的溅射条件为:溅射气压:1mTorr,溅射电压3.7kv,溅射电流: $I=0.33A$,溅射功率:0.85/0.05KW,基片温度180℃,基板转速10rpm,基板与靶距60mm。

CoCr膜的溅射条件为:溅射气压为:1mTorr,溅射电压4.1Kv,溅射电流0.38A,溅射功率1kw,基板与靶距60mm。

每次溅射的本底真空均为 2×10^{-7} Torr.

3.2样品的测量:

3.2.1膜厚的测量

膜厚的测量采用多光束干涉法,这种方法是利用单色光干涉而产生鲜明的干涉条纹,根据条纹的偏移来确定薄膜的厚度,测量方法如图(6)所示。若单色光波长为 λ ,则只要测量条纹间距 a 和条纹偏移距离 b 即可由下式算出膜厚:

$$t_m = \frac{\lambda}{2} \cdot \frac{b}{a} \quad (9)$$

实验中使用的是上海生产的6JA—780028型干涉显微镜,单色光为绿光,波长为5400A。

3.2.2 晶体结构的测量

采用日本理学公司生产的D/max III A型X射线衍射仪来分析样品结构,测量条件:Fe靶,管压30kv,管流25MA

3.2.3磁性的测量:

采用日本东英公司生产的VSM—5S—15型振动样品磁强计,矫顽力饱和磁化强度,剩余磁化强度直接由VSM测得磁滞回线读出,磁滞损失则由回线面积确定。

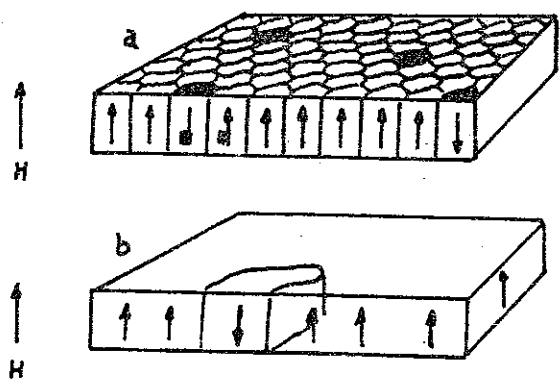


图1. 粒子模型(a)和连续模型(b)示意图

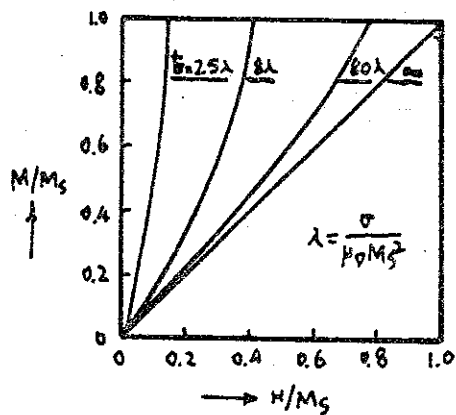


图3. 按条状畴计算的磁化曲线

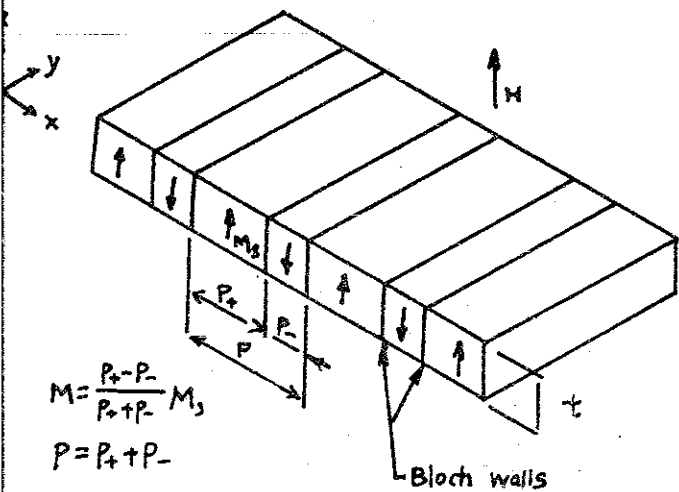


图2. 垂直磁化膜的条状畴结构

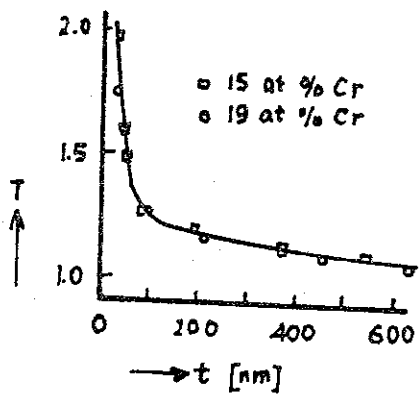


图4. 斜率与膜厚 l 的关系

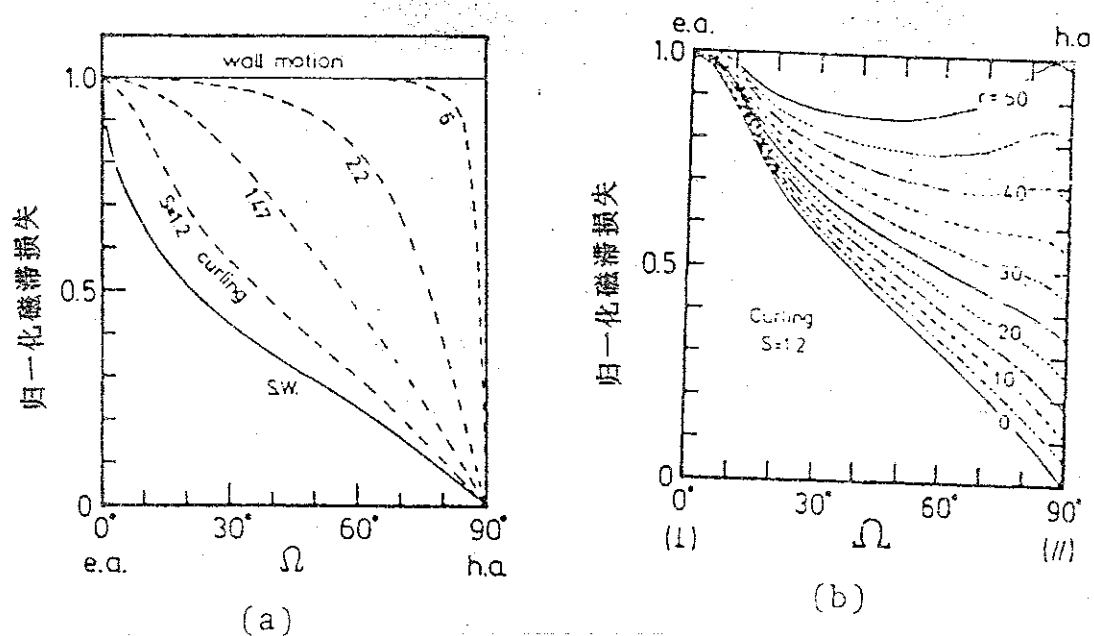


图5.理论磁滞损失的角度依赖关系, (a)几种磁化反转模式。
(b) $S=1.2$ 的Curing模型面内易轴有不同的 r 值。

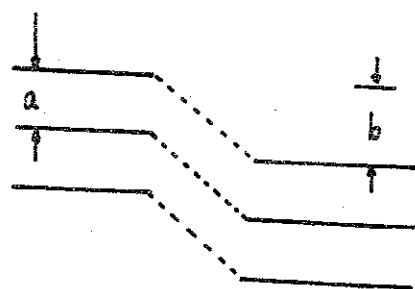


图6.膜厚的测量方法

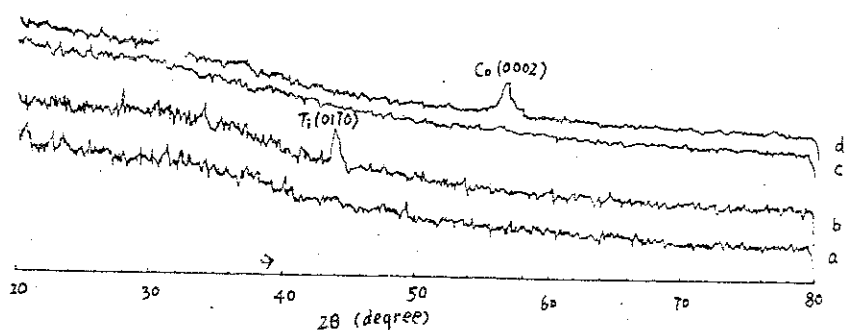


图7.X射线衍图样 a)200Å Ti glass, b)400Å Ti glass
c)200Å Co/Ti glass, d)200Å Co/Ti 200
Å Ti/glass

第四章 实验结果及讨论

4.1 T_i 衬底对CoCr膜结构及磁性的影响

4.1.1 结构性能

图(7)给出了玻璃基板上200Å、400Å厚 T_i 膜、200Å厚的CoCr膜,以及在200Å T_i 膜上淀积200Å厚的CoCr膜的 χ 射线衍射图样,由图可以看出,玻璃上淀积的 T_i 膜厚度为200Å时为非晶状态,400Å时才出现(0110)取向,直接淀积在玻璃基片上的CoCr膜200Å时为非晶而在200Å厚度 T_i 衬底上的200Å厚的CoCr膜呈(0002)取向,在Polyimide基片上观察到同样的结果。

在Polyimide及glass基片上有无 T_i 衬底情况下淀积有不同厚度的CoCr膜的 χ 射线衍射峰、(0002)反射峰的强度 $I(0002)$ 以及(0002)峰的摇摆曲线半高宽 $\Delta\theta_{50}$ 列于表1和表2。

同表1可以看出,在无 T_i 衬底的情况下,CoCr膜厚度到400Å时才出现(0002)峰,而有 T_i 衬底的条件下,200Å厚的CoCr膜就出现了(0002)峰,从(0002)峰的衍射强度 $I(0002)$ 看,有 T_i 衬底的CoCr膜衍射峰强度均比无 T_i 衬底的 $I(0002)$ 大;从 $\Delta\theta_{50}$ 看,有 T_i 衬底的 $\Delta\theta_{50}$ 比直接溅射在glass基片上的 $\Delta\theta_{50}$ 小,因此,我们得出结论:glass基片上的 T_i 衬底提高了CoCr膜的晶粒取向,这与T. Tanaka等人[31]的结果一致。

表2表明,直接溅射到Polyimide基片上的CoCr膜当厚度大于600Å时才只出现(0002)峰,在小于此厚度时出现(1010)取向,而有 T_i 衬底的CoCr膜在膜厚为1000Å时仍有(1010)峰,到2000Å时才只出现(0002)峰,(0002)强度 $I(0002)$ 比无 T_i 衬底的 $I(0002)$ 小,而有 T_i 衬底的 $\Delta\theta_{50}$ 比无 T_i 衬底的 $\Delta\theta_{50}$ 大,这表明,polyimide基片上的 T_i 衬底使CoCr

膜的C轴取向降低, 这与O. Kitakami等人的实验结果[32]一致。

4·1·2磁性

在glass基片和polyimide基片上 T_i 衬底对垂直磁滞回线的影响如图(8)磁滞回线在M轴上已对 M_s 归一化, 由图可见, 有 T_i 衬底的CoCr膜比无 T_i 衬底的CoCr膜垂直磁性能好。

表(3)给出厚度为400Å的CoCr膜在glass基和polyimide基片上有无 T_i 衬底时的磁性能比较, 由表可看出, 不论是玻璃基板上还是polyimide基板, 饱和磁化强度 M_s 在 T_i 衬底下均有所降低, 对玻璃基板使面内矫顽力 $H_{c//}$, 面内磁滞回线方形比 $S_{//}$ 下降而对polyimide基板 T_i 衬底使 $H_{c//}$ 和 $S_{//}$ 增大, 这是由于对玻璃基片, T_i 衬底使C轴取向度增大, 而对polyimide基片, T_i 衬底使C轴取向变坏缘故, 而对各向异性场 H_k , 垂直矫顽力 $H_{c\perp}$ 及垂直磁滞回线方形比 $S_{\perp}$, 不论是对哪种基板材料, T_i 衬底都使这些磁性能提高, 对polyimide基板, 虽然 T_i 衬底使CoCr膜取向度降低, 但可以通过Cr富集的增大使CoCr膜形成清晰的柱状晶粒, 从而提高了垂直方向的磁性[32], 而对玻璃基板, T_i 衬底可能会增大CoCr膜的形状各向异性, 但更可能的是提高了CoCr膜的C轴取向, 从而增大了磁晶各向异性[31]。

4·1·3讨论

由以上讨论可知, 对glass基板, 200Å T_i 衬底使垂直膜面的C轴取向变坏, 但不论对哪一种基板, T_i 衬底均使CoCr膜垂直磁性变好。

当CoCr合金淀积在基板上, CoCr晶体成核生长, 在这成核阶段, C轴取向的CoCr晶体数量的增加将会提高柱状结构, 因此满意的基板条件对成核是很重要的, 采用C轴取向的hcp多晶膜如 T_i 、 S_c 等作为基板材料是一个很好的方法[33], 这可以为CoCr膜在基板材料上外延生

长所解释, 但 T_i 膜厚度为200Å 时为非晶, 在这种情况下, 通常的如
对hcp金属所观察到的六角外延生长是不可能的, 一个可能的生长机
理如下:

非晶基板对CoCr晶体提供“中性”表面条件以较自由成核, hcp
CoCr晶体(0002)密堆面由于界面能变为极小而朝中性基板, 对所有的
CoCr晶体如此成核显然是不可能的, 有一些外加影响以促成优化C轴
取向成核, 可以指出, 如果在类非晶基片表面存在微区域的一定原子
排列, 它与hcp(0002)原子排列匹配很好, CoCr晶体将更易以它们基
面对基片表面成核, 这就是说, 这些一定微量排列引起(0002)面垂直
于基板表面的晶粒优先成核, 因为在基板上成核的CoCr晶粒是很小的,
可能比10nm还小, 这些晶体的核将受到即使在类非晶基板上小区域分
布的影响, 一种分布于类非晶表面上的特殊短程有序或微晶认为有利
于C轴取向的CoCr晶体成核。

T_i 在基片表面上成核生长, 在400Å 时出现(0110)取向的hcp结构。
对于玻璃基板, 在200Å 时, 虽然没有形成(0110)取向的晶体结构,
但已有一些短程有序即在非晶和多晶之间的适中阶段, 即有两相: 微
晶和非晶排列, 可以认为是类非晶的, 这些类非晶有利于C轴取向的
CoCr膜晶体成核, 因而使C轴取向变好。而对polyimide基片, polyim
-ide基片本来提供了很好的中性生长表面, 而 T_i 衬底破坏了这种中性
条件, 因而使C轴取向降低。不论对哪一种基片, T_i 衬底有利于形成
柱状结构, 这可能与Cr的富集有关, 关于 T_i 衬底对CoCr膜生长机理的
影响还需要作更详细的定量研究。

表1 glass基板上T_i衬底对晶体结构的影响

膜厚 (Å)		200	1000	2000	400	6000
反射峰	CoCr CoCr/T _i	— (0002)	(0002) (0002)	(0002) (0002)	(0002) (0002)	(0002) (0002)
I (0002) (C. P. S)	CoCr CoCr/T _i	—	520 640	1640 2160	2400 8600	9000
$\Delta \theta_{50}$ (degree)	CoCr CoCr/T _i	— 14.4	8.8 9.2	9 8	9.2 7	6 6

表2 polyimide基片上T_i衬底对晶体结构的影响

膜厚 (Å)		200	400	600	1000	2000	4000	6000
反射峰	CoCr CoCr/T _i	(1010) (0002) (1010) (0002)	(1010) (0002) (1010) (0002)	(0002) (0002) (1010) (0002)	(0002) (0002) (1010) (0002)	(0002) (0002) (0002) (0002)	(0002) (0002) (0002) (0002)	(0002) (0002) (0002) (0002)
P (0002) (C. P. S)	CoCr CoCr/T _i	30 50	700 350	3100 570	3700 840	7400 1960	10600 5000	16000 —
$\Delta \theta_{50}$ (degree)	CoCr CoCr/T _i	10.6 20	10.6 10.4	6.2 10.6	5.2 10	5.8 10.8	7.2 8.8	6.0 —

表3 不同基板4000Å CoCr膜的磁性

磁性		M_s (emu/cc)	H_k (oe)	$H_{c\perp}$ (oe)	$H_{c//}$ (oe)	$S_{//}$	$S_{\perp}$
glass	without T_i	472	4720	1100	350	0.179	0.25
	with T_i	417	5120	1200	300	0.134	0.27
polyimide	without T_i	473	4400	800	205	0.137	0.18
	with T_i	408	4500	760	380	0.173	0.26

4.2 薄膜厚度与磁性的关系

CoCr膜的磁性除依赖于CoCr膜的晶体结构外，还很大程度地依赖于薄膜的厚度，图(9)给出了在polyimide基片上溅射的CoCr膜不同厚度(分别为6000Å 和1000Å)的垂直方向的磁滞回线。M轴已对饱和磁化强度归一化，可以看出，薄膜的厚度对磁滞回线的大小及形状有很大的影响，下面将讨论高矫顽力(1000oe)膜易轴磁化曲线，磁化曲线的斜率、面内剩磁、矫顽力等与薄膜厚度的依赖关系。

4.2.1 Kooy—Enz模型

如绪论所述，C. Kooy和U. Enz在一定的假设下计算了条状畴结构的垂直磁化膜的磁化曲线，T. Wielinga将此模型应用于低矫顽力的垂直各向异性CoCr膜，发现低矫顽力的CoCr膜的垂直磁化曲线能为此模型很好地描述，因此认为低矫顽力CoCr膜是通过畴壁位移磁化，高矫顽力CoCr膜不显示很规则的畴结构，磁畴在形状和大小上都不同，因此象条状畴结构一样，这些畴结构有不同的退磁能，导致不同的磁化曲线，但只要畴壁能是主要的，将也会观察到同样的特性，如斜率与膜厚的依赖关系，我们将Kooy—Enz模型应用于高矫顽力(1000oe) CoCr膜，为了应用此模型我们假设：

(1) 畴壁能与膜厚无关

(2) 忽略畴壁的体积

(3) 忽略矫顽力的影响。矫顽力原则上阻止畴结构达到最低的能量状态, 因而影响 P_0 的偏移, 因而计算的 σ_u 也会发生偏离。

对我们所制备的CoCr (含Cr20%)膜取: 饱和磁化强度 $M_s = 450 \times 10^3 \text{ A/m}$, 磁晶各向异性常数 $K = 1.8 \times 10^5 \text{ J/m}^3$, 交换常数 $A = 6 \times 10^{-13} \text{ J/m}$, 则畴壁能 $\sigma_u = 1.3 \times 10^{-3} \text{ J/m}^2$ 。

计算方法如下: 先选取一磁化强度 M 值, 通过(4)式计算出 t/p 很大时的 P 值, 然后再将 P 值代入(4)式计算出 M 值, 这样叠代计算直至 P 值不再变化为止, 再由(3)式可计算出磁场值 H , 换一 M 值重复以上计算则可得与它对应的 H 值, 因而计算出各种膜厚下的磁化曲线, 对200 Å 及600 Å 厚的CoCr膜理论磁化曲线如图(8)所示。

为了将实验值与理论值比较, 取VSM测量的磁滞回线的下降支沿磁场轴移动矫顽力值至原点, 认为它就是实际的磁化曲线。取磁化曲线上的不同点与理论值进行比较如图(8), 由图可以看出, 膜厚很大时(6000 Å)时, 实验点与理论值符合得很好, 当膜很薄(200 Å)时, 实验点与理论完全不符合, 这表明, 对高矫顽力CoCr膜, 厚膜时为畴壁位移磁化, 而膜很薄时不能按畴壁位移方式不解释其磁化行为。

4.2.2 磁化曲线的斜率

由图(9)可以看出, 膜厚的不同, 易轴磁化曲线有不同的斜率。根据下wielinga的方法计算了易轴磁化曲线斜率与膜厚的关系(见图10), 在实验中, 易轴磁化曲线斜率中由垂直磁滞回线在 $M=0$ (或 $H=\pm H_c$)处的斜率决定, 主要有以下理由: 在条状畴结构中, 通过受阻和完全自由的畴壁位移磁化所得的磁化曲线在 $M=0$ 点的斜率没有什么差别[34], 而且, 反磁化核生长反磁化只在趋近饱和区附近, 对 $M=0$ 点的斜率没有什么影响, 因此, 在一级近似下, 磁化曲线斜率由下式

决定:

$$T = [dM/dH]_{H=0} = [dM/dH]_{H=\pm H_C} \quad (10)$$

图11给出了实验值与理论值的比较, 由图可以看出, 膜厚很大 ($>4000\text{\AA}$) 时, 理论值与实验值吻合, 而在膜很薄时, 实验值与理论值偏离, 这再一次说明膜很厚时为畴壁位移磁化, 而膜厚较薄时, 不为畴壁位移磁化。

讨论: 由磁化曲线和磁化曲线的斜率与膜厚的关系可以看出, 对高矫顽力CoCr膜, 在膜厚很大时为畴壁位移磁化, 而膜很薄时与畴壁位移磁化规律不符, 这可以作如下解释: 膜的饱和磁化强度 M_s 值随膜厚的增大而减小(见表4), 因此可以认为Cr的富集程度随膜厚的增加而减小, 膜薄时, Cr的富集程度大, 在晶粒边界形成非磁性边界, 从而使晶粒之间的相互作用减弱, 甚至于形成粒子模型, 而膜厚时, Cr的富集减弱, 并且晶粒变大, 晶粒间相互作用增强, 形成连续介质, 通过畴壁位移磁化。

表4 CoCr/polyimide饱和磁矩随膜厚的关系

膜厚($\text{\AA}$)	200	400	600	1000	2000	4000	6000
M_s (emu/cc)	559	459	453	441	482	416	363

3.3 面内剩磁:

虽然CoCr膜具有很强的垂直各向异性, 但它们的面内剩磁是很大的(10~30%), 且依赖于膜厚, 面内剩磁常常归结于初始生长层的出现使垂直取向度变坏, 随着膜厚的增大, 垂直取向度增强, 形成明显的柱状晶粒, 因而面内剩磁降低, 垂直方向剩磁增加, 如图(12)。

如果假设在面内饱和磁化后，在剩磁状态下条状垂直畴存在，则在Bloch壁中也存在面内剩磁，壁内的平均磁化强度指向面内饱和磁化时外场方向，如图(13)，磁化强度与面内方向夹角 θ 随 x 关系如下[14]：

$$\theta(x) = 2\arctan(e^{x/\sqrt{A/K}}) - \pi/2 \quad (11)$$

Bloch壁内的磁化强度为：

$$M = \int_{-W/2}^{W/2} M_s \cos \theta(x) dx = \int_{-\pi/2}^{\pi/2} M_s \cos \theta \frac{dx}{d\theta} d\theta \quad (12)$$

$$W \text{ 为壁宽: } W = \pi \sqrt{A/K} = (\pi/4) \cdot (\sigma_w/K) \quad (13)$$

因为 $dx/d\theta = (1/\cos \theta) \sqrt{A/K}$ ，一个畴壁内总的磁化强度为 $M_s P_0/2$ ，因此相对剩磁为：

$$M_{//}/M_s = 2M_{//}/M_s P_0 = (2\pi/P_0) \cdot \sqrt{A/K} = \pi \sigma_w / (2P_0 K) \quad (14)$$

根据Kooy—Enz模型可以计算出 $M=0$ 时的 P 值— P_0 与膜厚的关系，从而可得到 $M_{//}/M_s$ 与膜厚有关系，计算结果如图(14)所示。实验测得的 $M_{//}/M_s$ 比计算结果大，但与理论计算的趋势相同，当膜厚较大时，50%以上的剩磁可以为此模型所解释，膜较薄时，因为初生层的贡献使 $M_{//}/M_s$ 远高于理论值。

4.3.4 矫顽力与膜厚的关系

垂直矫顽力 $H_{c\perp}$ 是通过VSM测得，外场 H 沿易轴方向垂直于膜面，磁化强度为0时的外场即为矫顽力，测得矫顽力与膜厚的关系如图(15)。可以看出：

—— $H_{c\perp}$ 存在一极大值，膜厚的增加或减小都使 $H_{c\perp}$ 下降。

——极大值在1300 oe左右，而测得各向异性场约为5000 oe，矫顽力远小于各向异性场。

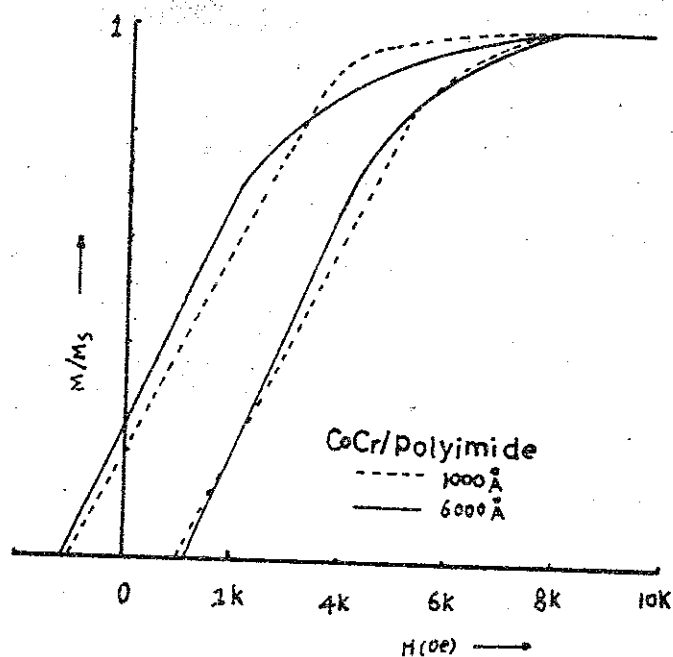


图9.膜厚对CoCr膜磁滞回线的影响

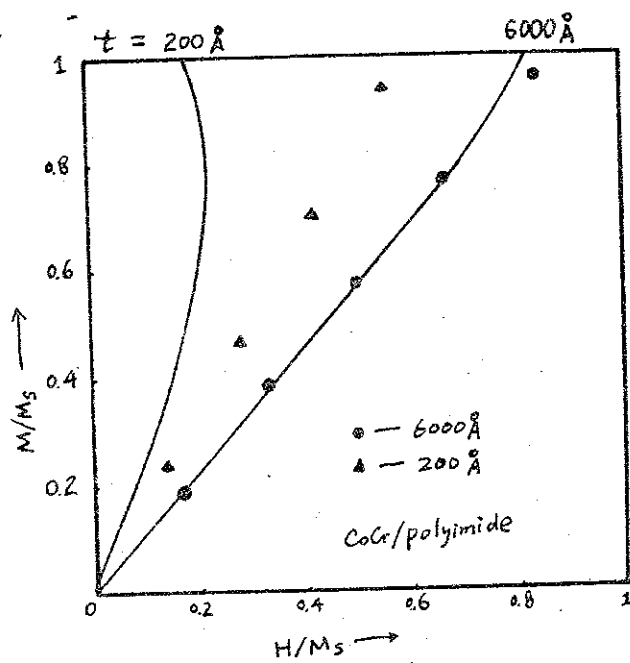


图10.理论计算磁化曲线与实验值的比较

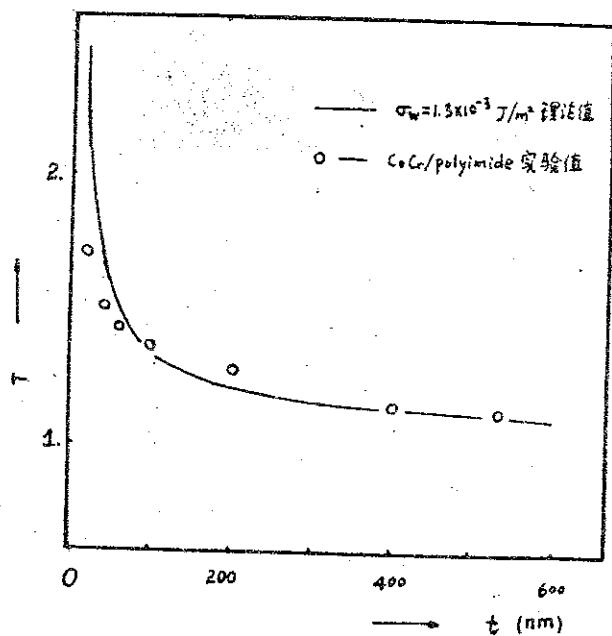


图11.理论计算的斜率与实验值的比较

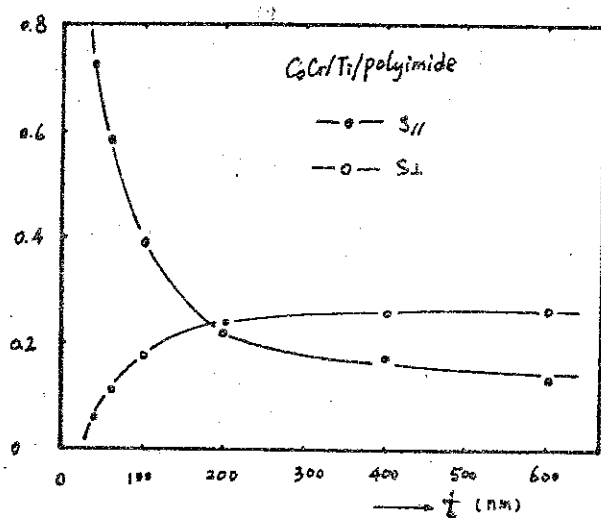


图12.面内剩磁 $S_{//}$ 及垂直方向剩磁与膜厚的关系

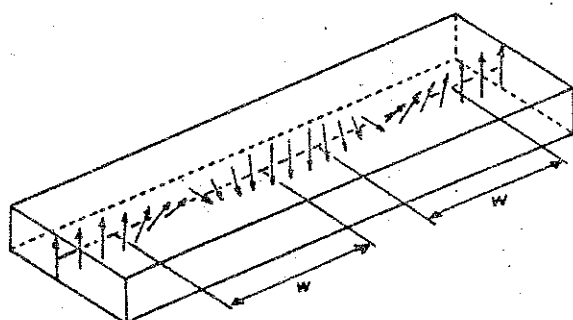


图13.用于计算面内剩磁的畴壁结构

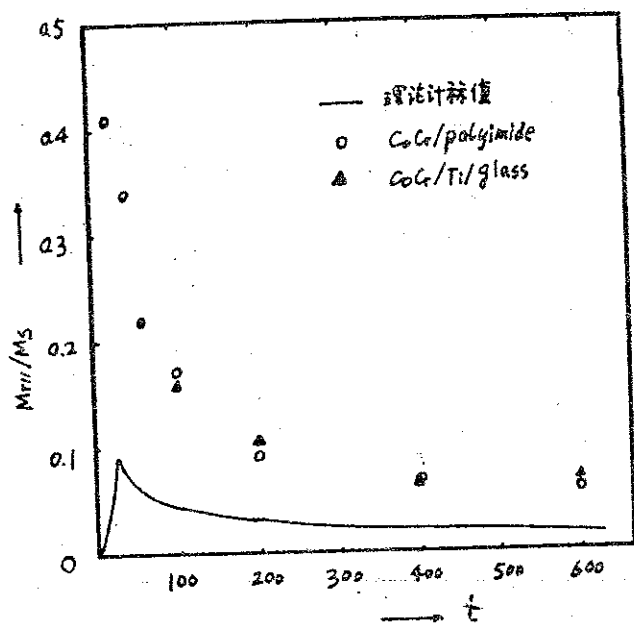


图14.面内剩磁实验值与理论值的比较

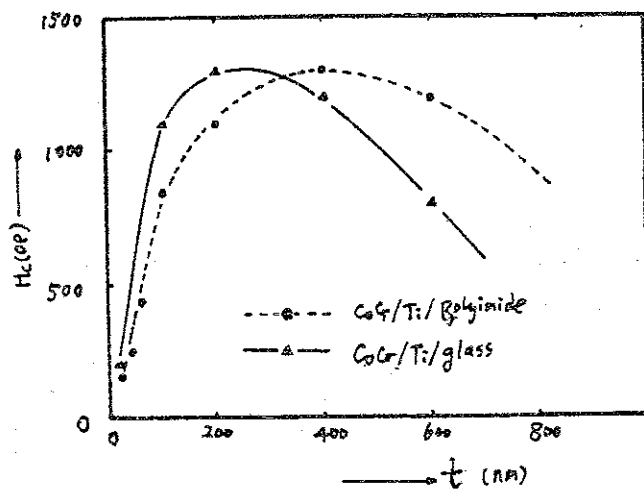


图15. CoCr膜垂直矫顽力与膜厚的关系

一般地讲, 垂直各向异性的膜矫顽力由以下两个因素决定:

a) 磁化过程的类型: 如一致转动或畴壁位移磁化反转。

b) 磁层的结构: 如晶粒形状和大小, 边界性质, 表面及内表层性质等。

由上面讨论已得出: CoCr膜膜厚很大时为畴壁位移磁化, 而转薄时, 可能会出现粒子行为, 下面将在此基础上解释以上实验现象。

因为厚膜情况下为畴壁位移磁化, 膜中缺陷引起矫顽力, 我们假定晶粒边界是最主要的缺陷, 如作为畴壁能最低位置, 因为晶粒直径因此晶粒边界距离依赖于膜厚, 我们预计矫顽边也将依赖于膜厚, 在最简单的情况下, Cr在晶粒边界富集, 与晶粒中心比较, 畴壁能将降低 $\Delta\sigma_u$ 。如果畴壁在外场作用下沿膜面方向从晶粒边界移至晶粒中心, 则外场做功为:

$$2\mu_0 Ms H_c \Delta\chi = \Delta\sigma_u \quad (15)$$

$\Delta\chi$ 等于晶粒直径的一半, 粗略认为晶粒直径为膜厚的十分之一, 则:

$$H_c = 5\Delta\sigma_u / (2\mu_0 Ms d) \quad (16)$$

如认为 $\Delta\sigma_u = 1.3 \times 10^{-13} \text{ J/m}^2$, $Ms = 450 \text{ KA/m}$, 对6000Å厚的膜计算得 $H_c \sim 1200 \text{ oe}$, 而对CoCr/Ti/polyimide实测矫顽力为1200 oe, 对CoCr/polyimide为1000 oe, 可见与理论符合, 由上式还可看出, 随膜厚的增大, 矫顽力减小, 这与实验相符。

当膜厚减小, 由于Cr富集的增大, 薄膜将由连续模型转化为粒子模型, 膜厚减小, 晶粒减小, 晶粒将由多畴转化为单畴粒子, 膜厚继续减小, 将出现超顺磁性, 因而矫顽力降低, 因此 H_c 将在单畴状态出现极大值, 下面对CoCr膜的半畴粒子的临界半径进行估算[24]:

$$R_0 = (9/4\pi) \cdot \sigma_u^{180} / M_s^2 \quad (17)$$

对实验中的CoCr膜, 取 $M_s = 450 \text{ kA/m}$, $\sigma_u^{180} = 1.3 \times 10^{-3} \text{ J/m}^2$, 得 $R_0 \sim 460 \text{ \AA}$, 则对应出现 H_c 极大厚度为 $4600 \text{ \AA}$, 对CoCr/Ti/polyimide膜, 在 $4000 \text{ \AA}$ 附近 H_c 出现极大, 两者符合。

如果单畴粒子磁化反转是通过一致转动完则 H_c 等于各向异性场 H_k , 而实验中 H_c 远小于 H_k , 因而磁化反转只能通过非一致转动来完成如curling模型, 这种转动在小于各向异性场的外场作用下就可以实现磁化反转。Joan—Gang Zhu和H. Neal Bertram考虑粒子间相互作用引入“一致链核模型”[34], 此模型的成核场更低。

4.3 角度的依赖关系

为了区分两种反磁化行为, 我们通过VSM测定了高矫顽力($H_{c\perp} = 1350 \text{ oe}$)和低矫顽力($H_{c\perp} = 200 \text{ oe}$)两种样品的角度依赖关系, 角度 Ω 为样品垂直方向与外场方向的夹角, $\Omega = 0$ 时, 表示外场垂直膜面, $\Omega = 90^\circ$ 表示外场平行膜面。

图(16)是 H_c 值作为角度 Ω 的函数, 图(17)是将 M_r/M_s 值作为 Ω 函数, 可以看出, 两种样品 H_c 及 M_r/M_s 在垂直方向差别大而在平行方向差别小, 对 H_c , 因为在膜面方向矫顽力由起始生长层决定, 因而两种样品差别不大。对 M_r/M_s 值, 因为 M 作为 H 的函数在零场附近线性变化, 因而 M_r/M_s 也象 H_c 一样在水平方向差别小而在垂直方向差别大。

图(18)给出磁滞损失随角度 Ω 的关系, CoCr膜有一定的面内取向, 按照K. Ouchi和S. Iasaki的方法, 认为面内取向部分占整个膜的体积 $r\%$, 发现大矫顽力样品实验点与 $S = 1.2$, $r = 10$ 计算值相符而低矫顽力样品测量值与 $S = 1.2$, $r = 30$ 计算值相符, 因而说明不论高低矫顽力样品, 外场偏离易轴时均为非一致转动磁化。

由以上研究说明, 面内方向磁场的作用, CoCr膜以相同的方式变化, 垂直方向作用时, 只是被矫顽力直接影响的磁性不同, 因此, 我

们认为小的面内磁场作用只有可转磁化而小的垂直场作用仅有不可逆变化。

对低矫顽力CoCr膜磁滞曲线如图(19)，磁滞曲线在臂部有一蛇形跳跃，如前所述，这种蛇形磁滞曲线能为Kooy—Enz模型很好地描述，因此认为在垂直方向加外场时为畴壁位移磁化。

由以上讨论得出结论：高矫顽力通过非一致转动反磁化，低矫顽力样品加垂直方向外场时为畴壁位移磁化而加面内方向外场时为非一致转动反磁化。

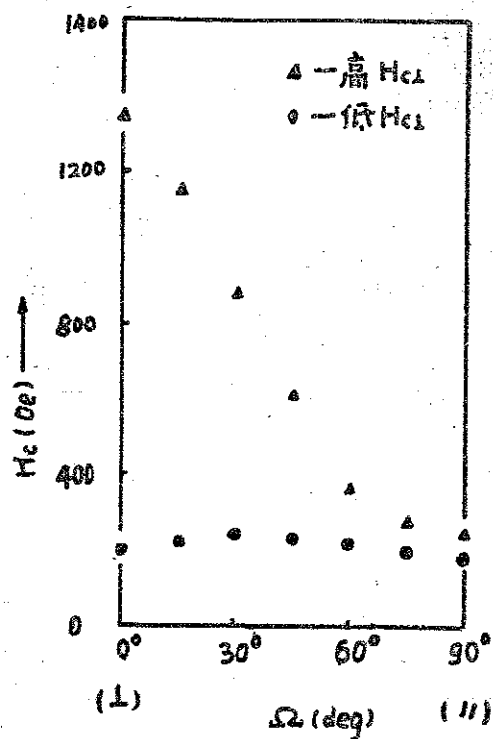


图16. 矫顽力与测量角度的关系

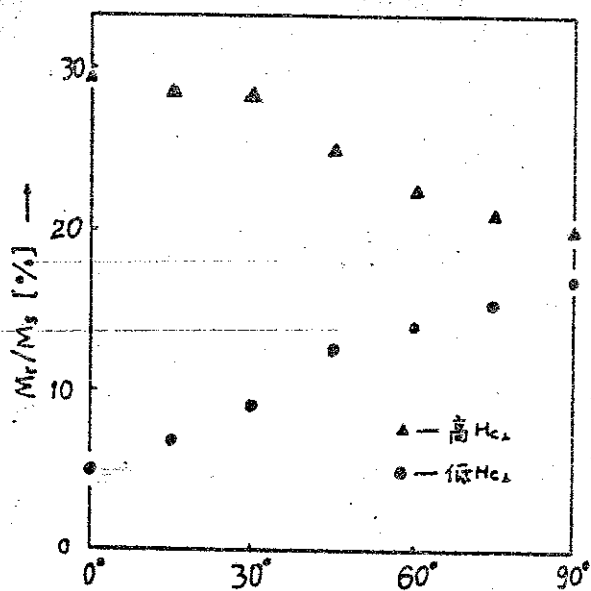


图17. 面内剩磁与测量角度的关系

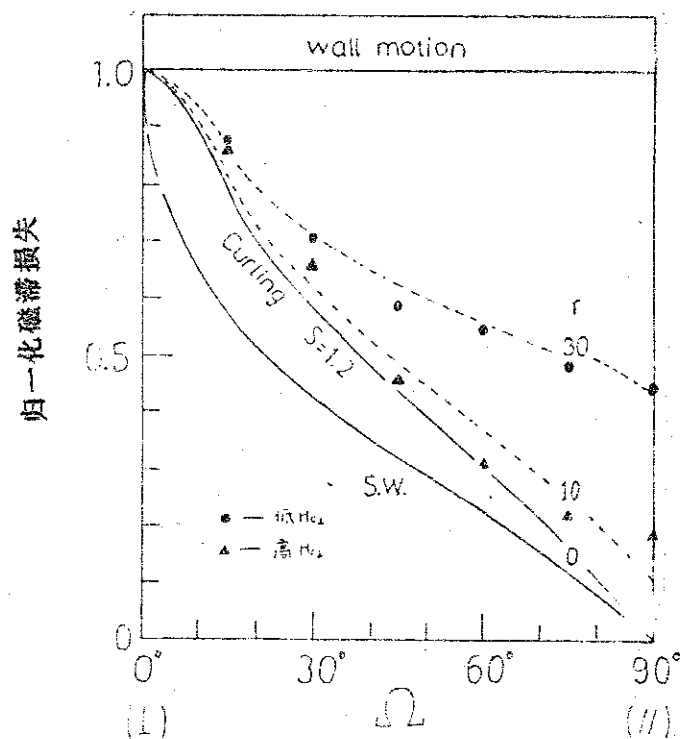


图18. 磁滞损失与测量角度 Ω 的关系

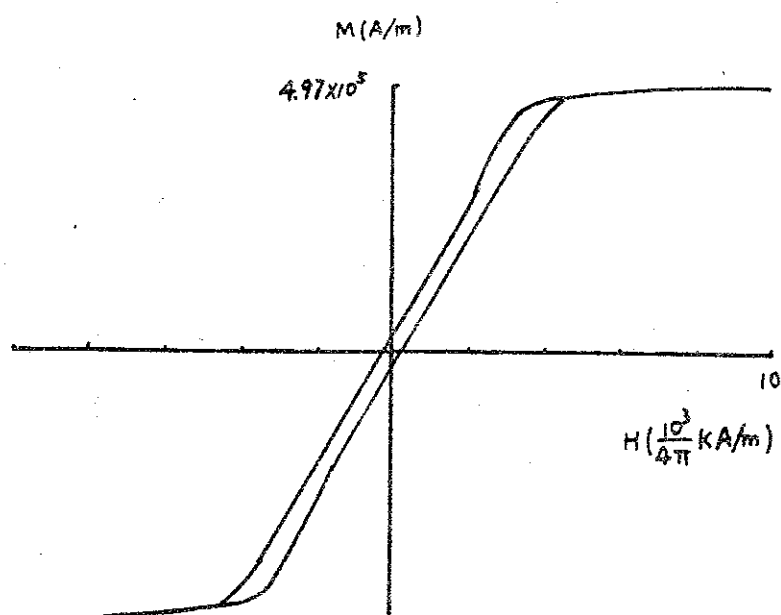


图 19. 低矫顽力 CoCr 膜的蛇形磁滞回线

第五章 结 论

总结前面内容可以得到以下几点结论:

一、 T_i 底使glass基板上的CoCr膜晶体取向变好而使polyimide基板上的CoCr膜晶体取向度变坏。但不论对哪一种基板, T_i 衬底都使CoCr膜的垂直磁性能变好。

二、高矫顽力CoCr膜膜厚很大时为畴壁位移磁化而膜很薄时可能通过转动磁化。

三、高矫顽力CoCr膜, 面内剩磁在膜很厚时很大一部分可以通过Kooy—Enz理论解释, 而膜较薄情况下主要来源于初生层的影响。

四、矫顽力随膜厚的变化在单畴尺寸附近出现最大值, 膜厚增大矫顽力的降低可以通过畴壁位移解释, 膜厚减小矫顽力的降低可以通过超顺磁现象解释, 矫顽力最大值低于各向异性场可以通过非一致转动所解释。

五、面内方向磁场的作用CoCr膜以相同的方式变化, 垂直方向外场作用时, 只是被矫顽力直接影响的磁性不同。

六、高矫顽力膜通过非一致转动反磁化, 低矫顽力在外场垂直于膜面时为畴壁位移磁化, 而外场平行于膜面时为非一致转动反磁化。

结 语

导师杨正教授在作者的研究生学习期间及毕业论文的选题、实验和理论等方面给予了精心的指导和关怀。作者在完成本论文的过程中在实验和理论上也得到了闫明朗老师的大力帮助，承蒙兰州大学磁性材料研究所其它老师和工作人员的大力协助和支持，在此一并表示感谢！

一九九二年六月一日

主要参考文献

- 1、S. Iwasaki and K. Takemura; IEEE Trans. MAG-11, 1173, 1975.
- 2、Iwasaki, S., Ouchi, K., Honda, N.; IEEE Trans. on Magn., Vol. MAG-16, NO. 6, P. 1111, 1980.
- 3、R. Sugita, T. Kunieda and F. Kobayashi; IEEE Trans. Magn. MAG-17 P3172, 1981.
- 4、J. C. Lodder, T. Wirelinga and J. Worst; Thin Solid Films 101 P61, 1983
- 5、P. J. Grundy and Mubarak Ali; J. Magn. & Magn. Mater. 40 P154 (1983).
- 6、R. D. Fisher, V. S. Au-Yeung and B. B. Sabo; IEEE Tran. Magn. MAG-20 P806, 1984.
- 7、E. R. Wuori and J. H. Judy; J. Appl. Phys. 57 P4010, 1985.
- 8、T. Wielinga, "Investigation on Perpendicular Magnetic recording", Thesis, Twente University of Technology. April 1983.
- 9、《Proceedings of 1982 Sendai Symposium on perpendicular magnetic recording》, March 11-12, 1982.
- 10、Y. Maeda and M. Takahashi; Jpn. J. Appl. Phys. 28 L248(1987).
- 11、E. R. Wuori; and port. J. H. Judy; IEEE Trans. Magn. MAG-20 NO. 5. P774, 1984.
- 12、R. Sugita, K. Takahashi, K. Honda, K. Kanai and F. Kobayashi: "effect of Ti underlayer on magnetic properties of vacuum deposited CoCr film", in Digest of the 6th Annual Conference on Magnetism in Japan, 1982, P42.
- 13、T. Tanaka and H. Masuya; Jpn. J. Appl. Phys., vol. 26. P897. 1987.
- 14、O. Kitakami, K. Ojima, Y. Ogawa, T. Maro and H. Fujiwara; IEEE Trans. Mag., MAG-23. P2797. 1987.
- 15、Jian-Gang Zhu and H. Neal Bertram; J. Appl. Phys. 66(3), 1. P1291, 1989.
- 16、J. C. Lodder et al; IEEE Trans. MAG-27, 2055, (1987)
- 17、T. Wielinga, J. C. Lodder and J. Worst; IEEE Tran magn. MAG-18 NO. 6. P1187. 1982.

- 18、S.Honda, T.Yamakawa, T.Kusuda; IEEE Trans. on Magn. MAG-21 NO. 5, P1468, 1985.
- 19、F.T.Parker, IEEE Trans. on Magn., Vol. MAG-22, NO. 1, P19, 1986.
- 20、H.Hoffmann; IEEE Trans. on Magn., Vol. MAG-22, NO. 5, P472, 1986.
- 21、C.Barbero et al IEEE Trans. Magn. MAG-18. NO. 6, 1104(1982)
- 22、T.O.Paine et al., J. Appl. phys, suppl. 31. 785(1960)
- 23、C.Kooy et al. Philips Res., Repts, 15 7-29(1960)
- 24、郭贻诚, 铁磁学, 高等教育出版社, 1965。
- 25、E.C.Stoner and E.P.Wohlfarth; Phil. Trans. Roy. Soc. Vol. 240 P599 (1948).
- 26、S. Shtrikman and D.Trevesi Le Journal de physique et Radium Tome 20 P286 (1959).
- 27、K Ouchi and S. Iwasaki; IEEE Trans. Magn. MAG-23 NO. 1, P180, 1987.
- 28、金原繁《薄膜的基本技术》科学出版社, 1982。
- 29、J.P.Lazzari and I.Melvik; IEEE Trans. Magn. Vol. 7, NO. 1. P146(1971).
- 30、L.T.Romankiw et al; IEEE Trans. Magn. Vol. 6, NO. 3. P597 (1970).
- 31、T.Tanaka et al; Jap. J. Appl. Phys. Vol. 25. NO. 3. P897, 1987.
- 32、O.kitakami et al; IEEE Trans. Magn. Vol. 25. NO. 3. P2607, 1987.
- 33、M.Futamoto. et al; IEEE Trans. Magn. Vol. 21. NO. 5. P1426, 1989.
- 34、P. Dockker: "Magnetization reversal processes in thin MnBi films" Thesis, Delft university of Technology, Delft, The Netherland, 1974.
- 35、Jian-Gang zhu and H. Neal. Bertram; J. Appl., Phys, 66(3)1 P1291, 1989.